

In-situ Trockenätzen und  
molekularstrahlepitaktisches  
Überwachsen  
als Methode zur Herstellung von  
niederdimensionalen  
Elektronensystemen

DISSERTATION

zur Erlangung des Doktorgrades  
des Fachbereichs Physik  
der Universität Hamburg

vorgelegt von

**Stefan Kramp**

aus Lübeck

Hamburg  
2000

Gutachter der Dissertation: Prof. Dr. W. Hansen  
Prof. Dr. D. Heitmann

Gutachter der Disputation: Prof. Dr. W. Hansen  
Prof. Dr. R. Anton

Datum der Disputation: 30.05.2000

Dekan des Fachbereichs  
Physik und Vorsitzender  
des Promotionsausschusses: Prof. Dr. B. Kramer

für Aretta  
und  
Francesco



# Inhaltsangabe

In dieser Arbeit wird eine *in-situ* Technologie bestehend aus einem Trockenätzprozeß und sukzessivem molekularstrahlepitaktischen Überwachsen zur Herstellung ein- und nulldimensionaler Quantenstrukturen beschrieben. Mit diesem Verfahren können die Oberflächenzustände reduziert und das Einschlußpotential des Elektronensystems erhöht werden. Ausgangspunkt sind in der MBE hergestellte, modulationsdotierte Heterostrukturen aus GaAs-Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As mit einer mehrere hundert Nanometer dicken GaAs-Deckschicht. Die elektrischen Eigenschaften des verwendeten Materialsystems werden ausführlich diskutiert und anhand von speziell hergestellten Proben charakterisiert.

In einem ersten Schritt wird eine Prozeßtechnologie aus einem kombinierten photolithographischen Belichtungs- und naßchemischen Ätzprozeß zur Herstellung *ex-situ* vorstrukturierter Proben entwickelt. Komplexe Strukturen mit minimalen lateralen Abmessungen im sub-µm-Bereich lassen sich auf diese Weise in großer Anzahl und reproduzierbar herstellen. Die genaue Facettenform der naßchemisch geätzten Strukturen wird in Abhängigkeit von der Ätzlösung untersucht.

In einem zweiten Schritt wird die mittels Trockenätzen strukturierte Deckschicht in die darunter liegenden, elektronisch aktiven Bereiche des 2DEGs verlagert. Dazu werden vorab die chemischen und physikalischen Eigenschaften der verwendeten *chemical assisted ion beam etching* (CAIBE) und *chemical gas etching* (CGE) Ätzprozesse diskutiert und anhand von planaren Proben untersucht. Die Prozeßparameter werden mit Hilfe von topographischen (AFM) und elektronischen (CV) Untersuchungen auf geätzten Oberflächen und überwachsenen Grenzflächen (CV, Magnetotransport) optimiert. Es erweist sich als notwendig, eine Strategie zur sorgfältigen *ex-* und *in-situ* Reinigung der strukturierten Proben zu entwickeln, um einen optimalen Ätzprozeß zu erhalten. Zu diesem Zweck wird eine naßchemische Reinigungsprozedur mit Oxiddesorptionsexperimenten im UHV kombiniert und anhand von REM- und RHEED- Untersuchungen optimiert.

Das Überwachsen strukturierter Oberflächen wird an reinem GaAs-Volumenmaterial in Abhängigkeit von der Strukturbreite, Wachstumstemperatur und Orientierung der Seitenfacetten studiert. Die gewonnenen Erkenntnisse werden zur Herstellung von tiefmesa geätzten und *in-situ* überwachsenen Heterostrukturen eingesetzt. Die erzielten quasi-eindimensionalen Quantenstrukturen werden anhand von REM-, AFM- und Magnetotransport-Untersuchungen dokumentiert.

# Abstract

In this thesis the technology of an *in-situ* dry etch process and subsequent molecular beam epitaxial overgrowth is described. This technology has the potential to produce one- and zerodimensional quantum structures with reduced numbers of surface states and high confinement potential. The starting material are MBE grown modulation doped GaAs/Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As heterostructures with a GaAs cap layer few hundred nanometers thick. The electrical properties of this material system will be discussed in detail in relation to especially grown samples.

In a first step, a technology consisting of a combined photolithographic and wet chemical etching process was developed to produce *ex-situ* structured samples. Complex structures with minimal lateral dimension in the sub- $\mu\text{m}$  scale could easily be reproduced this way on a large scale. The dependence of the exact sidewall shape of wet chemically etched structures on the etching solution was investigated.

In a second step, the structures of the top area were transferred into the electronically active area of the two-dimensional electron gas by dry etching. The chemical and physical properties of the applied chemical assisted ion beam etching (CAIBE) and chemical gas etching (CGE) processes were analysed by using planar samples. The process parameters were optimized according to the results of topographic and electronic measurements on etched surfaces (AFM, CV) as well as on etched and overgrown samples (CV, magnetotransport). The best etch results were obtained after applying a careful cleaning procedure to the structured samples. For this reason, wet chemical cleaning procedures and oxide desorption experiments were combined and investigated by SEM and RHEED.

The overgrowth of pure GaAs structures was studied with respect to the structure width, growth temperature and orientation of the side facets. The results obtained were used for the production of deep mesa etched and *in-situ* overgrown heterostructures. The quasi-onedimensional quantum structures obtained were investigated by SEM, AFM and magnetotransport measurements.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Physikalische Grundlagen</b>	<b>5</b>
2.1	Das Materialsystem $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ ( $0 \leq x \leq 1$ )	5
2.2	Niederdimensionale Elektronensysteme	6
2.3	Dotterverhalten von $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$	9
<b>3</b>	<b>Ätzprozesse</b>	<b>16</b>
3.1	<i>Ex-situ</i> Ätzprozesse	17
3.1.1	Reaktives Ionenätzen	17
3.1.2	Naßchemische Ätzverfahren	18
3.2	<i>In-situ</i> Ätzprozesse	23
3.2.1	Ionenstrahlätzen ( <b>IBE</b> )	23
3.2.2	Thermisches Gasätzen ( <b>CGE</b> )	25
3.2.3	Chemisch unterstütztes Ionenstrahlätzen ( <b>CAIBE</b> )	27
3.3	Aufbau der verwendeten Ätzkammer	29
<b>4</b>	<b>Molekularstrahlepitaxie</b>	<b>32</b>
4.1	Funktionsprinzip	32
4.2	Aufbau der verwendeten MBE-Anlage	33
4.3	Wachstumsprozeß	35
4.3.1	Oberflächenrekonstruktion und -diffusion	36
4.3.2	Siliziumeinbau in Abhängigkeit von der Oberflächenorientierung	37
<b>5</b>	<b>Kontamination und Kristalldefekte</b>	<b>39</b>
5.1	Verunreinigungen	39
5.2	Schädigungen durch einen Trockenätzprozeß	40
5.3	Vom Ätzprozeß induzierte Wachstumsdefekte	42
<b>6</b>	<b>Strukturierung mit Kontaktlithographie</b>	<b>44</b>
6.1	Belichtungs- und Entwicklungsprozeß	45
6.2	Naßchemische Präparation von Einzeldrahtstrukturen	46
<b>7</b>	<b>Elektrische Meßmethoden</b>	<b>48</b>
7.1	Metallisierung	49
7.1.1	Ohmscher Kontakt	49

7.1.2	Schottky Kontakt . . . . .	51
7.2	Kapazitäts-Spannungs-Messung . . . . .	53
7.3	Magnetotransport . . . . .	54
<b>8</b>	<b>Ätzen und Überwachsen von planaren Proben</b>	<b>56</b>
8.1	Ätzraten . . . . .	56
8.2	Oberflächenrauigkeit . . . . .	58
8.3	Elektrische Charakterisierung von geätzten Flächen . . . . .	60
8.3.1	Kapazitäts-Spannungs-Messungen . . . . .	60
8.3.2	2DEG an geätzten Grenzflächen . . . . .	65
<b>9</b>	<b>Reinigungsprozeß von <i>ex-situ</i> strukturierten Proben zum <i>in-situ</i> Ätzen</b>	<b>69</b>
9.1	Naßchemische Vorstrukturierung . . . . .	70
9.2	Oxiddesorption . . . . .	71
<b>10</b>	<b>Herstellung geätzter und überwachsener quasi-1D Strukturen</b>	<b>75</b>
10.1	Konzept . . . . .	75
10.2	IBE- und CAIBE-Ätzen von strukturiertem GaAs . . . . .	77
10.3	CGE-Ätzen strukturierter Stege . . . . .	78
10.4	Facettenbildung beim MBE-Überwachsen strukturierter Bereiche	79
10.5	Charakterisierung geätzter und überwachsener Heterostrukturen . . . . .	86
10.6	Magnetotransport-Messungen an quasi-1D Strukturen . . . . .	89
<b>11</b>	<b>Ausblick</b>	<b>94</b>
11.1	Selbstorganisiertes Wachstum . . . . .	94
11.2	Ausgangsstruktur: invertierter HEMT . . . . .	95
11.3	Photonen-unterstütztes Ätzen . . . . .	96
11.4	Oberflächenreinigung mit Wasserstoff . . . . .	97
<b>12</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>98</b>
<b>A</b>	<b>Probenaufbau</b>	<b>A-1</b>
<b>B</b>	<b>Atommodelle des GaAs-Kristallgitters</b>	<b>B-4</b>
<b>C</b>	<b>Ätzrezepte</b>	<b>C-5</b>

# Kapitel 1

## Einleitung

Wer schon mal auf der Suche nach dem *Urknall* oder *Quarks unterschiedlicher Farbe* war, kann sich wohl eine ungefähre Vorstellung darüber machen, wie schwierig der Normalfall ist, den theoretischen Vorhersagen nun auch experimentelle Nachweise folgen zu lassen. Wer dagegen schon mal z. B. im Praktikumsversuch den Quanten-Hall-Effekt gemessen hat, erlebt wie auf verhältnismäßig einfache Art und Weise die Halbleiterphysik zeigt, daß ein Experiment seiner theoretischen Vorhersage auch einmal zuvorkommen kann. Die Anfänge für dieses neue Forschungsgebiet der Quantenstrukturen auf Halbleiterbasis liegen in den siebziger Jahren.

1970 beschrieben Esaki und Tsu [1] den Effekt einer negativen differentiellen Leitfähigkeit in einem Übergitter zweier Halbleitermaterialien unterschiedlicher Energiebandlücke. Diese Energiebandmodulation führt aufgrund hoher Einschlußpotentiale zu Quanteneffekten der nun auf zwei Dimensionen eingeschränkten Bewegungsmöglichkeit der freien Elektronen. Das Interesse an diesen besonderen Materialeigenschaften war geweckt, aber es dauerte noch 8 Jahre, bis Dingle et al. [2] eine erhöhte Elektronenbeweglichkeit in modulationsdotierten Heterostrukturen (HEMT)<sup>1</sup> beobachteten. Zwar gab die Suche nach der negativen differentiellen Leitfähigkeit noch viele Jahre Rätsel auf, aber man war nun in der Lage, auf Halbleiterbasis Nanostrukturen herzustellen, um Quantenphänomene zu studieren. Bisherige Höhepunkte in diesem Forschungsgebiet waren die Herstellung von bis zu 2000 fach höheren Elektronenbeweglichkeiten in modulationsdotierten Heterostrukturen im Vergleich zu Volumenmaterial [3], die Entdeckung des Quanten- [4] und fraktionalen Quanten-Hall-Effektes [5] sowie des quantisierten Leitwertes in ballistischen Punktkontakten [6, 7]. Es werden in naher Zukunft weitere Beiträge zum Verständnis von Einzel- und Vielteilchenphänomenen in Quantenstrukturen erwartet.

Nanostrukturen besitzen das Potential, in naher Zukunft eine neue Generation von Halbleiterbauelementen zu bilden. Der 1976 vorgestellte Quantentopflaser bei Raumtemperatur [8] hat bereits das Experimentalstadium verlassen und wird heutzutage z. B. in jedem CD-Player eingesetzt.

---

<sup>1</sup>HEMT: high electron mobility transistor

Die Molekularstrahlepitaxie (MBE)<sup>2</sup> von III-V Halbleitern etablierte sich schnell als herausragendes Instrument zur Herstellung zweidimensionaler Elektronengase (2DEG). Dies ist vor allem auf die Pionierarbeiten von Arthur und Cho [9, 10] in den siebziger Jahren zurückzuführen, die MBE eigentlich zur Herstellung von high-speed und optischen Bauelementen entwickelt haben. Die Möglichkeit, hochreine Halbleitersysteme mit gitterangepaßten und nahezu atomar glatten Übergängen zwischen unterschiedlichen Materialkompositionen zu erzeugen, macht MBE anderen Techniken überlegen. Die Heterostruktur GaAs-Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As<sup>3</sup> ist das bisher am meisten erforschte Materialsystem, denn der epitaktische Abscheideprozeß konnte empirisch schnell optimiert werden und aufgrund der direkten Bandlücke im Molbereich  $0 < x < 0,45$  eignet es sich besonders für optische Anwendungen.

Das weitere Vordringen in Bereiche der ein- und nulldimensionalen Elektronensysteme durch eine zusätzliche Einschränkung der lateralen<sup>4</sup> Strukturgröße stellt wiederum höhere Ansprüche an das Probedesign und die Prozeßtechnologie. Erste Erfolge wurden mit der *split-gate*-Technik erzielt [11]. Durch Anlegen eines elektrischen Potentials an ein strukturiertes *gate* können Bereiche eines 2DEGs unterhalb des *Gates* verarmt werden. In so erzeugten Ladungsträgerkanälen oder -punktbereichen wurde bis zu Temperaturen von 100 K Quantendraht- und Quantenpunktverhalten beobachtet. Da durch Anlegen des Einschlußpotentials aber gleichzeitig der leitfähige Kanal verarmt, lassen sich höhere Einschlußpotentiale als 25 mV, die quantisiertes Verhalten auch bei Raumtemperatur ermöglichen, mit derartigem Probedesign nicht erreichen. Andere Methoden dagegen, wie das *cleaved etch overgrowth* [12] und selbstorganisiertes, epitaktisches Wachstum auf strukturierten Substraten [13] oder V-Gruben [14] führen zu höheren Einschlußpotentialen aufgrund von MBE-gewachsenen Heterobarrieren im Bereich des Elektronengases. Allerdings sind diese Methoden sehr eingeschränkt in ihren Möglichkeiten. Komplexe Strukturen und Mehrlagensysteme, vor allem im Hinblick auf eine zukünftige industrielle Anwendung, lassen sich mit ihnen nicht realisieren.

Ein innovativer Ansatz zur Herstellung niederdimensionaler Elektronensysteme scheint dagegen das tiefmesa Ätzen durch ein Elektronengas mit anschließendem epitaktischen Überwachsen der Seitenflächen zu sein. Beliebige Strukturen, auch Mehrlagensysteme, mit nominell hohen Quantisierungsenergien lassen sich mit dieser Methode prinzipiell herstellen. Eine entscheidende Bedeutung kommt hierbei den Oberflächeneffekten zu, die das elektronische Verhalten im sub- $\mu\text{m}$ -Strukturbereich aufgrund des Ladungsträgereinfangs an Störstellen dominieren. Darum sind Ätzprozesse erforderlich, die eine möglichst geringe Materialschädigung verursachen. Um eine Kontamination der Seitenflächen, besonders in aluminiumhaltigen Bereichen zu vermeiden, ist eine komplette *in-situ*<sup>5</sup>

---

<sup>2</sup>molecular beam epitaxy: Das orientierte Aufwachsen einer Kristallschicht auf einer Kristalloberfläche entweder der gleichen Substanz (Homoepitaxie) oder einer anderen Substanz (Heteroepitaxie)

<sup>3</sup>GaAs: Galliumarsenid; AlGaAs: Aluminiumgalliumarsenid

<sup>4</sup>lateral: von der Seite ausgehend

<sup>5</sup>*in-situ* <lat.> Med. für *in der richtigen Lage*; hier, im Kontext der UHV-Technologie, gleichbedeutend mit *im Vakuum* der MBE-Anlage; *ex-situ*: außerhalb des Vakuums

Prozeßführung notwendig. Das anschließende epitaktische Überwachsen entfernt die unerwünschte freie Oberfläche von den elektronisch aktiven Bereichen.

Insgesamt befindet sich die Entwicklung *in-situ* tauglicher Strukturierungstechniken noch in der Anfangsphase. Niedrige Prozeßdrücke sind erforderlich, weswegen sich bisherige Standardätztechniken nicht einsetzen lassen. Es existieren bereits einige UHV-kompatible Ätzverfahren, wie z. B. das atomlagen-genaue  $\text{AsBr}_3$ -Ätzen in der MBE-Kammer [15]. Allerdings ist diese Technik für strukturiertes Ätzen nur bedingt geeignet. Die Ätzrate variiert je nach Kristallorientierung, wobei  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$  bei typischen Ätzparametern eine um ca. 100-fach geringere Ätzrate gegenüber GaAs besitzt. Verunreinigungen, speziell der Dotierstoff Silizium, reichern sich dabei an der Oberfläche an [16].

Vielseitiger ist dagegen die in diesem Projekt eingesetzte Prozeßtechnologie aus einem kombinierten CAIBE<sup>6</sup>- und CGE<sup>7</sup>-Ätzverfahren mit niederenergetischen Argon-Ionen in Chlorgasatmosphäre. Reines CGE-Ätzen mit molekularen Chlor oder in Form von Salzsäuregas wurde bereits von verschiedenen Gruppen untersucht [17-29]. Obwohl der exakte Ätzprozeß noch nicht vollständig verstanden ist, existieren bereits eine Vielzahl empirischer Daten. Kadoya et al. haben mit der Herstellung elektrisch aktiver 2DEGs auf geätzten und überwachsenen Grenzflächen das Potential des CGE-Prozesses bewiesen [30, 31]. Strukturiertes Ätzen mit hohen Ätzraten ermöglicht erst der anisotrope CAIBE-Prozeß. Dieser ist vom Ätzverhalten her deutlich komplexer als CGE und wurde erst von wenigen Gruppen studiert [32-41].

Es existieren eine Vielzahl phänomenologischer Erkenntnisse über kristallografische Aspekte beim epitaktischen Wachsen auf ungeätzten, strukturierten GaAs-Unterlagen [42-58]. Nur wenige Gruppen haben dagegen die elektrischen Eigenschaften überwachsender Heterostrukturen studiert. Dabei zeigt sich bei *ex-situ* strukturierten und anschließend überwachsenen Proben mit aluminiumhaltigen Bereichen stets eine schlechte Schichtmorphologie verursacht durch  $\text{Al}_x\text{O}_x$  Rückstände nach der *ex-situ* Präparation [59-62]. Hier liegt das große Potential des in dieser Arbeit diskutierten *in-situ* Prozesses. Die Bildung von Aluminiumoxiden wird von vornherein vermieden. Erste elektrische und optische Untersuchungen zu *in-situ* geätzten und überwachsenen Strukturen haben Harbison et al., Ishikawa et al., Choquette und Hong veröffentlicht [63-67].

In der vorliegenden Arbeit werden die wichtigsten technologischen Aspekte des Trockenätz- und Überwachsprozesses untersucht und anschließend zur Herstellung von Quantenstrukturen eingesetzt. Zu Beginn werden in Kapitel 2 die zum Verständnis des Projektes notwendigen physikalischen Grundlagen vermittelt. Speziell bei der Diskussion der elektrischen Eigenschaften des Materialsystems wird bereits ein direkter Bezug zu dem verwendeten Probenmaterial hergestellt. Es folgt in Kapitel 3 eine ausführliche Beschreibung der eingesetzten *ex-situ* Ätzprozesse, die ein vielfältiges Probendesign ermöglichen. Dem schließen sich Modellvorstellungen zur Funktionsweise der *in-situ* Ätzprozesse an. Den Abschluß des Kapitels bildet eine Beschreibung der Ätzkammer. Die Grundla-

<sup>6</sup>CAIBE: chemical assisted ion beam etching (chemisch unterstütztes Ionenstrahlätzen)

<sup>7</sup>CGE: chemical gas etching (chemisches Gasätzen)

gen zum Verständnis des MBE-Wachstums auf planaren Proben werden in Kapitel 4 vermittelt. Anhand der beiden vorherigen Kapitel werden in Abschnitt 5 die Vor- und Nachteile der Ätzprozesse miteinander verglichen und im Hinblick auf ihre Einsatzmöglichkeiten in einem Strukturierungsprozeß mit geringer Materialschädigung diskutiert. Mögliche, durch den Ätz- und Überwachsprozeß induzierte Defekte werden aufgelistet und auf ihren Einfluß auf das Elektronensystem hin diskutiert. Anhand der in Kapitel 3 gewonnenen Erkenntnisse über die Charakteristik der verschiedenen Ätzprozesse wird in Kapitel 6 eine Methode zur naßchemischen *ex-situ* Präparation von sub- $\mu\text{m}$ -Strukturen vorgestellt. Diese sub- $\mu\text{m}$ -Strukturen dienen der Charakterisierung des Ätz- und Überwachsprozesses. Zu diesem Zweck müssen für elektrische Untersuchungen Kontakte zum GaAs-Halbleiter hergestellt werden. Die Funktionsweise und Herstellung von ohmschen und Schottky Kontakten wird in Kapitel 7 beschrieben, einschließlich einer Erläuterung der verwendeten Meßmethoden. Die Charakterisierung des Ätz- und Überwachsprozesses anhand von planaren Proben erfolgt in Kapitel 8. Im Fall von strukturierten Proben wird vor dem *in-situ* Ätzprozeß eine sorgfältige Reinigungsprozedur durchgeführt. Die phänomenologische Optimierung des Reinigungsprozesses wird in Kapitel 9 beschrieben. Die erlangten Ergebnisse werden wie in Kapitel 10 dargestellt zur Herstellung von geätzten und überwachsenen Heterostrukturen eingesetzt. Die besonderen Effekte beim Überwachsen von sub $\mu\text{m}$ -Strukturen werden ausführlich diskutiert. Die Funktion der quasi-1D Strukturen wird über Magnetotransportmessungen bewiesen. Anschließend erfolgt in Kapitel 11 ein Ausblick auf Möglichkeiten zur Prozeßoptimierung und auf alternative Probendesigns, die sich aus den gewonnenen Ergebnisse ergeben. Die Diskussion der erzielten Ergebnisse wird im Schlußkapitel 12 durchgeführt. Im Anhang werden spezielle Ätzrezepte und der schematische Aufbau einiger verwendeter Proben gesondert aufgelistet.

# Kapitel 2

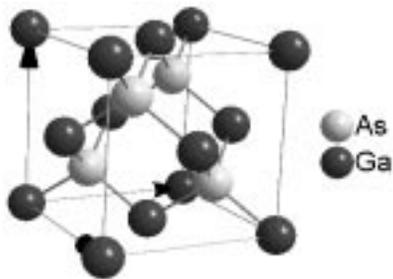
## Physikalische Grundlagen

Zu Beginn dieses Kapitel erfolgt eine kurze Einführung in den kristallografischen Aufbau des  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Gitters. Anschließend werden die speziellen elektrischen Eigenschaften von niederdimensionalen Elektronensystemen im Vergleich zu den Elektroneneigenschaften im Volumenmaterial herausgearbeitet. Der für modulationsdotierte Heterostrukturen interessante Bereich von  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  mit einer Molfraktion von  $x = 0,3$  wird ausführlich diskutiert und anhand von eigens hergestellten Proben untersucht.

### 2.1 Das Materialsystem $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ ( $0 \leq x \leq 1$ )

Der III-V Verbindungshalbleiter Aluminiumgalliumarsenid kristallisiert in der Zinkblendestruktur (Abb. 2.1) mit einem GaAs-Molekül als Basis. Jedes Atom besitzt vier tetraedrisch angeordnete Bindungen zu den nächsten Nachbaratomen. Das Kristallgefüge kann auch als zwei um den Einheitsvektor verschobene fcc-Gitter<sup>1</sup> angesehen werden. Dabei wird das eine Gitter aus dem Element der V-Hauptgruppe Arsen (Atommasse 75) gebildet, während das zweite fcc-Gitter aus einem beliebigen Verhältnis der Elemente der III. Hauptgruppe Aluminium (Atommasse 27) und Gallium (Atommasse 70) bestehen kann. Die Gitterkonstante der Einheitszelle variiert von 0,565 nm (GaAs) bis zu 0,566 nm (AlAs). Die Bindungsart im  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  läßt sich nicht in einem einfachen Modell beschreiben und wird i. a. als Mischform aus den drei Grenztypen der ionischen, intermetallischen und Atombindung angesehen. So wird z. B. für GaAs ein io-

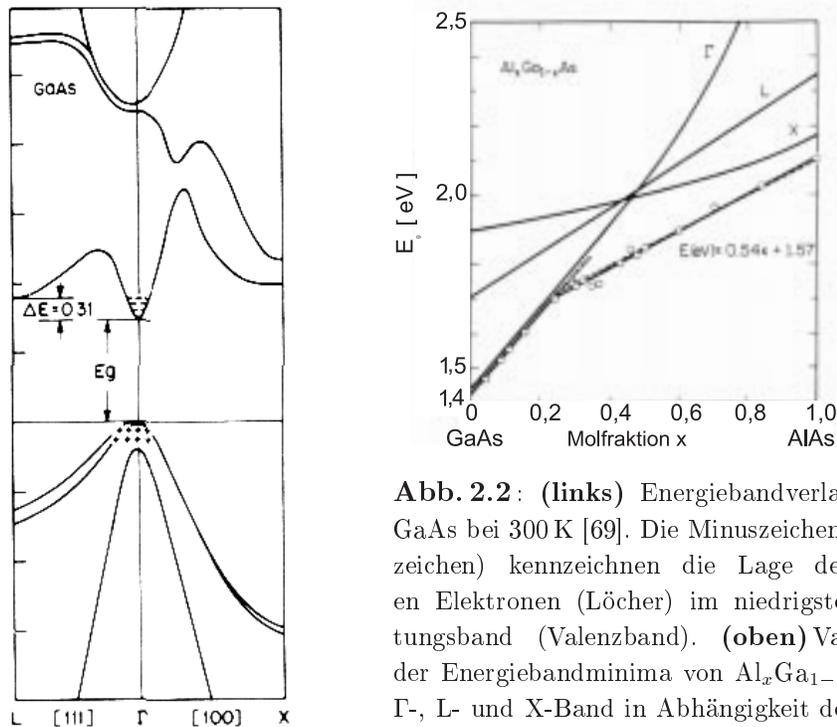
<sup>1</sup>face-centered cubic : fcc (kubisch flächenzentriert)



**Abb. 2.1 :** Die Einheitszelle des GaAs. Sie beinhaltet insgesamt 8 Atome.

nischer Charakter von 31% angegeben [68]. GaAs läßt sich als Spezialfall des ternären Verbindungshalbleiters  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  mit  $x = 0$  ansehen. Durch den Einbau von Al statt Ga im Kristall ändert sich das Verhältnis der Bindungsarten im Kristall nur geringfügig. Al (Ordnungszahl 13; 2. Periode) besitzt nur einen leicht geringeren Atomradius als Ga (Ordnungszahl 31; 3. Periode). Es lassen sich verspannungsfreie Schichtsysteme mit abrupten Übergängen zwischen GaAs und  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  herstellen.

Drastischer ist der Einfluß eines höheren Al-Gehaltes auf die Energiebandstruktur. Der Verlauf der Energiebänder im Bereich der Energiebandlücke in Abhängigkeit der wichtigsten Symmetrierichtungen im Impulsraum ist für GaAs in Abb. 2.2 dargestellt. Während sich in  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  das Valenzbandminimum unabhängig vom Al-Gehalt immer im  $\Gamma$ -Punkt befindet, verschiebt sich das Leitungsbandminimum mit steigendem Al-Gehalt zum X-Punkt hin (Abb. 2.2). Dadurch wird  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  ab  $x = 0,45$  zum indirekten Halbleiter.



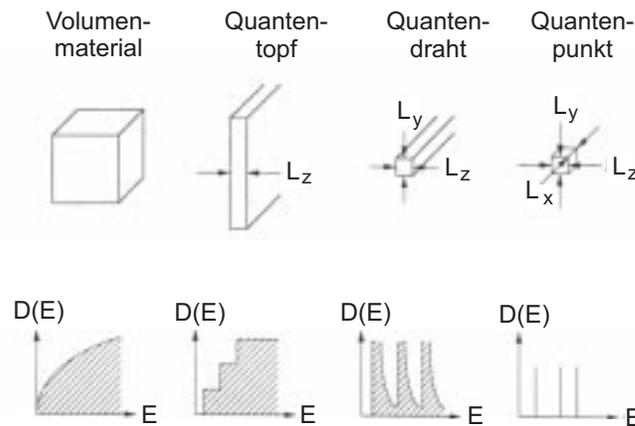
**Abb. 2.2:** (links) Energiebandverlauf von GaAs bei 300 K [69]. Die Minuszeichen (Pluszeichen) kennzeichnen die Lage der freien Elektronen (Löcher) im niedrigsten Leitungsband (Valenzband). (oben) Variation der Energiebandminima von  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  im  $\Gamma$ -, L- und X-Band in Abhängigkeit der Molfraktion  $x$  nach [70].

## 2.2 Niederdimensionale Elektronensysteme

Im dreidimensionalen Fall ist die Energie eines Elektrons im GaAs-Kristallgitter isotrop verteilt, wobei die Energieeigenwerte beliebige Werte annehmen können:

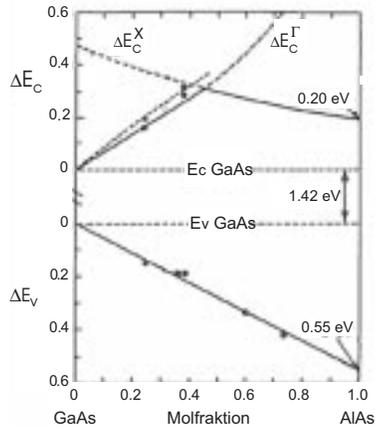
$$E(k_x, k_y, k_z) = \frac{\hbar^2(k_x^2 + k_y^2 + k_z^2)}{2m_{eff}^*} \quad (2.1)$$

In diesem einfachen Modell steckt die gesamte Information über das Kristallgitter in dem Wert für die effektive Masse  $m_{eff}^*$ , der wesentlich unterhalb der Masse des freien Elektrons liegt. Niederdimensionale Elektronensysteme in zwei, einer oder null Dimensionen entstehen durch elektrische Potentialwälle, die die Wellenfunktion auf einen Bereich vergleichbar der Fermi-Wellenlänge oder darunter beschränken (typischerweise  $\sim 40\text{-}60\text{ nm}$ ) und somit eine Quantisierung der Elektronenenergie in ein ( $k_x = \text{const.}$ ), zwei ( $k_x, k_y = \text{const.}$ ) oder drei ( $k_x, k_y, k_z = \text{const.}$ ) Richtungen erzeugen. Für die Energieverteilung der Ladungsträgerzustände ergibt sich in diesen Bereichen eine erhöhte Dichte bei diskreten Energieeigenwerten (siehe Abb.2.3). Die Form der Zustandsdichtefunktion hat einen fundamentalen Einfluß auf den Ladungsträgertransport und die optischen Eigenschaften, besonders im Bereich der Bandkanten.

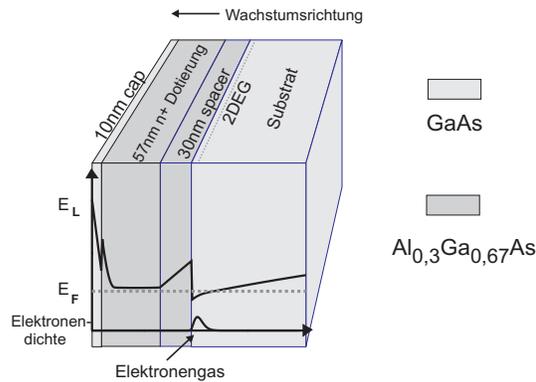


**Abb. 2.3:** Vergleich der Elektronenzustandsdichten  $D(E) \equiv dn(E)/dE$  in Quantenstrukturen bei abnehmender Dimension der Quantisierung ( $L_{x,y,z} \leq$  Fermi Wellenlänge) von 3D (**links**) zu 0D (**rechts**) [71].

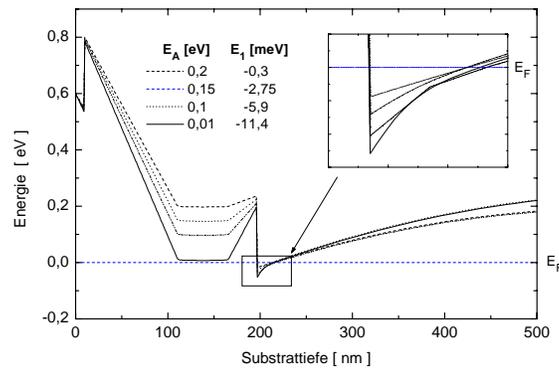
Praktisch werden Potentialwälle durch z. B. GaAs- $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Heteroübergänge erzeugt, deren Höhe in Abhängigkeit der Molfraktion  $x$  variiert (siehe Abb.2.4). Im Bereich von  $x \simeq 0,3$  ist  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  ein direkter Halbleiter und der Bandkantensprung im Leitungsband zu GaAs beträgt ca. 0,19 eV. Wird eine derartige Struktur modulationsdotiert, erfolgt im thermischen Gleichgewicht eine Trennung der freien Ladungsträger von den ionisierten Störstellen und es entsteht direkt an der Heterobarriere ein hochbewegliches Elektronengas. In Abb.2.5 ist schematisch der Aufbau einer sogenannten HEMT-Struktur dargestellt, mit der sich Ladungsträgerbeweglichkeiten oberhalb  $10^6\text{ cm}^2/\text{Vs}$  (bei 4,2 K) herstellen lassen. Die Aktivierungsenergie  $E_A$  zur Bildung eines freien Elektrons wird durch die Energiedifferenz zwischen dem Donatorniveau und der Leitungsbandkante definiert. Die Höhe der Aktivierungsenergie von Elektronen im  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}:\text{Si}$ -Volumenbereich einer HEMT-Struktur wirkt sich auf die Besetzung der Energieniveaus im zweidimensionalen Kanalbereich aus. Abbildung 2.6 zeigt anschaulich, wie sich die Energiedifferenz  $E_1$  zwischen dem untersten Subbandenergieniveau und der Fermienergie aufgrund einer verringerten Ladungsträgerdichte im Kanalbereich mit zunehmender Aktivierungsenergie



**Abb. 2.4:** Schematische Darstellung der Höhe der Hetero-Energiebarriere  $E_C$  zwischen GaAs und  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  in Abhängigkeit der Molfraktion  $x$  nach [72] bei Raumtemperatur. Die maximale Barriere der Leitungsbanddiskontinuität tritt bei einer Molfraktion von  $x \approx 0,45$  auf.



**Abb. 2.5:** Schichtaufbau einer typischen modulationsdotierten Heterostruktur bei 4K. Der Verlauf der Leitungsbandkante  $E_L$  in Bezug zum Fermi-niveaus  $E_F$  und die daraus resultierende Ladungsträgerdichte kennzeichnen den Ort des sich ausbildenden Elektronengas



**Abb. 2.6:** Mit einem 1DPoisson-Solver [73, 74] berechneter Verlauf der Energiebänder einer typischen HEMT-Struktur bei 4,2K für vier verschiedene Aktivierungsenergien  $E_A$  der Elektronen aus den Donatorniveaus in das Leitungsband. Für alle Kurven ergibt sich eine Energiedifferenzen  $E_1 < 0\text{ eV}$  zwischen dem untersten Energieniveau und dem Fermi-niveau der Elektronen im zweidimensionalen Kanalbereich.

verkleinert. Bei der Herstellung von Quantenstrukturen wird in der Regel eine möglichst hohe Ladungsträgerbeweglichkeit durch einen geringen Einfluß der ionisierten Störstellen auf die freien Ladungsträger im zweidimensionalen Kanalbereich angestrebt bei gleichzeitig hoher Ladungsträgerdichte. Um das elektrische Verhalten von dotiertem Volumenmaterial näher zu untersuchen, speziell in dem für HEMT-Strukturen interessanten Bereich einer Molfraktion von  $x = 0,3$ , werden in den beiden anschließenden Abschnitten die elektrischen Eigenschaften anhand von speziell hergestellten Proben näher untersucht.

### Zweidimensionales Elektronengas (2DEG) im Magnetfeld

Die besonderen elektrischen Eigenschaften eines niederdimensionalen Elektronengases lassen sich gut in Abhängigkeit eines von außen angelegten Magnetfeldes studieren. Durch ein senkrecht zum 2DEG angelegtes Magnetfeld wird die Bewegung der Elektronen in der Ebene des Elektronengases vollständig quantisiert. Die energetischen Zustände der 2D-Subbänder (siehe Abb. 2.3: Quantentopf) kondensieren auf sogenannten Landauniveaus. Diese Landauniveaus haben zueinander einen äquidistanten Abstand, der sich mit steigendem Magnetfeld vergrößert. Die 2D-Zustandsdichte nimmt die Form von hintereinanderliegenden Spitzen hoher Entartung an. Bei fester Elektronendichte und somit definierter Lage des Fermi-niveaus in der Energiebandlücke nimmt die Entartung mit steigendem Magnetfeld zu und es kommt zu einer sukzessiven Ladungsträgerentvölkerung der Landauniveaus beim jeweiligen energetischen Überschreiten des Fermi-niveaus. Dies hat eine starke, charakteristische Veränderung des Widerstandsverhaltens derartiger Elektronensysteme im Magnetfeld zur Folge.

### Eindimensionales Elektronengas (1DEG) im Magnetfeld

In einem 1DEG existieren bei  $B = 0$  bereits durch das hinzugekommene elektrische Einschlußpotential  $\delta$ -förmige Spitzen hoher Entartung in der Zustandsdichte. Während bei den hier interessierenden Ladungsträgerdichten in einem 2DEG nur das unterste Subband (bei tiefen Temperaturen) besetzt ist, sind in eindimensionalen Systemen dagegen in der Regel mehrere der untersten Subbänder besetzt. Wird ein äußeres Magnetfeld angelegt, hybridisieren diese Subbänder miteinander. Bei fester Elektronendichte besitzen in diesem Fall die Schnittpunkte des Fermi-niveaus mit den Hybridbändern bei steigendem Magnetfeld einen nichtäquidistanten Abstand voneinander. Erst bei hohen Magnetfeldern mit einem Zyklotronradius kleiner als die Systembreite verhält sich das System wie ein 2DEG.

## 2.3 Dotierverhalten von $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$

Als Halbleiter wird das elektrische Verhalten von  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  durch Fremdatome bestimmt. Bevorzugt werden Silizium, Germanium, Selen oder Tellurium als Donatormaterial eingesetzt. Die Erfahrung zeigt, daß sich für MBE-Anwendungen mit Silizium als Donator besonders hohe Ladungsträgerbeweglichkeiten erreichen lassen [75, 3].

Unter typischen MBE-Wachstumsbedingungen für hochbewegliche Proben

(As/Ga-Fluratenverhltnis  $> 1$ , (100)-Oberflche,  $T_{Wachstum} \sim 600^\circ\text{C}$ ) wird Si bis zu einer Dichte von ca.  $5 \cdot 10^{18}$  Atome/cm<sup>-3</sup> als Donator auf Ga- oder Al-Gitterpltzen eingebaut [71]. Bei einem noch hherem Siliziumangebot erfolgt der Einbau zu gleichen Teilen auf den Gitterpltzen der III. Hauptgruppe als Donator und der V. Hauptgruppe als Akzeptor. In diesem Fall kompensieren sich die hinzugekommenen Ladungstrger genau und die freie Ladungstrgerdichte  $n$  bleibt konstant.

Entscheidend fr das elektrische Verhalten von volumendotiertem Material ist die energetische Lage der Donatorniveaus in der Energiebandlcke des Halbleiters. Als Aktivierungsenergie  $E_A$  wird die Energiedifferenz zwischen Donatorniveau und Leitungsbandkante bezeichnet. In GaAs:Si liegt die Aktivierungsenergie nach Sze [76] bei 5,8 meV. Dieser Wert ergibt sich aus einem Modellvergleich zur Ionisationsenergie des Wasserstoffatoms mit

$$E_A \simeq R_y (m_{GaAs}^*/m_0) \varepsilon_{GaAs}^{-2} \quad (2.2)$$

$$\text{Rydberg-Konstante : } R_y = 13,6 \text{ eV}$$

$$\text{effektive Masse von GaAs : } m_{GaAs}^*/m_0 = 0,067 \text{ eV}$$

$$\text{Dielektrische Konstante von GaAs : } \varepsilon_{GaAs} = 13,1$$

Die freie Ladungstrgerdichte in einem Halbleiter ist stark temperaturabhngig. Eine Ausnahme stellen entartete Halbleiter dar. Entartung tritt bei einer freien Ladungstrgerdichte oberhalb der effektiven Zustandsdichte des Leitungsbandes  $N_C$  im Halbleiter auf:

$$N_c = 2(2\pi m_{eff}^* k_B T / h^2)^{3/2} \quad (2.3)$$

$$\text{Boltzmannkonstante } k_B = 8,6 \cdot 10^{-5} \text{ eV K}^{-1}$$

$$\text{Planck-Konstante } h = 4,134 \cdot 10^{-15} \text{ eV s}$$

$$\text{Temperatur } T$$

In einem hochdotierten Halbleiter bildet sich durch den Wellenfunktionsberlapp der Donatorzustnde ein Strstellenband unterhalb der Halbleiter-Leitungsbandkante aus, in dem sich die Elektronen frei bewegen knnen. Der Halbleiter verhlt sich in diesem Fall metallisch, da freie Ladungstrger nicht erst energetisch in das Leitungsband gehoben und somit aktiviert werden mssen. Zu geringen Temperaturen hin tritt deshalb in dieser Art von hochdotierten, entarteten Halbleitern nur eine geringe Verringerung der freien Ladungstrgerdichte auf, die vom Boltzmann-Ansatz zur Berechnung der Aktivierungsenergie in geringer dotierten Halbleiter nicht beschrieben wird.

In einem nichtentarteten Halbleiter dagegen sind die physikalischen Eigenschaften des Dotierstoffes ber temperaturabhngige, elektrische Messungen zugnglich. Zur Bestimmung der Aktivierungsenergie  $E_A$  wird i.a. ein Modell aus der Lsung der Neutralittsbedingung herangezogen [71]:

$$\frac{n(n + N_A) - n_i^2}{N_D - N_A - n - (n_i^2/n)} = \frac{N_c}{g} \exp(-E_A/k_B T) \quad (2.4)$$

$$\text{Spin-Entartung des Donator-Grundzustandes: } g = 2$$

$$\text{intrinsische Ladungstrgerdichte: } n_i = \sqrt{n p}$$

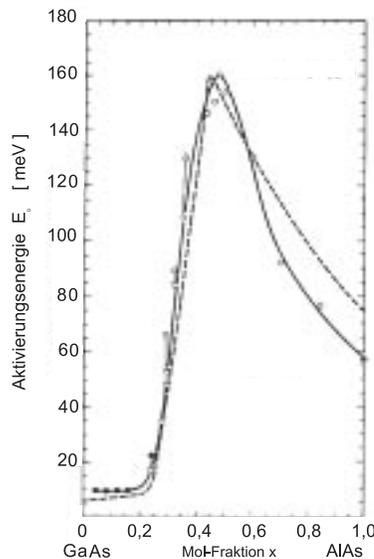
Ist die Akzeptorstörstellendichte vernachlässigbar gering ( $N_D \gg N_A$ ), läßt sich Formel (2.4) für den Temperaturbereich unterhalb der Ladungsträgersättigung wie folgt annähern [76]:

$$n \simeq \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{N_D N_c} \exp(-E_A/2 k_B T) \quad (2.5)$$

Dagegen folgt für einen mit  $N_A \gg N_c \exp(E_A/k_B T)/2$  teilweise kompensierten Halbleiter:

$$n \simeq \left( \frac{N_D - N_A}{2N_A} \right) N_c \exp(-E_A/k_B T) \quad (2.6)$$

In  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  verhält sich Si bis zu einer Molfraktion von  $x \leq 0,25$  elektrisch wie n-GaAs:Si, mit Ausnahme einer leicht reduzierte Beweglichkeit aufgrund der hinzugekommenen Legierungsstreuung [77]. Hopkins et al. haben für diesen Fall bis zu einer Wachstumstemperatur von  $650^\circ\text{C}$  eine Übereinstimmung zwischen freier Elektronen- und der Siliziumatomdichte gefunden. Nach Chand et al. [70] steigt im Bereich  $x \geq 0,25$  die Aktivierungsenergie von Si dotiertem MBE- $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  stark an und erreicht bei einer Molfraktion um  $x = 0,5$  ein Maximum (Abb. 2.7). Bisherige Untersuchungen an  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ :Si legen den Schluß nahe, daß Si im Bereich  $0 < x < 0,25$  überwiegend als flacher Donator und im Bereich  $0,35 < x < 1$  überwiegend als tiefer Donator eingebaut wird [78]. Im Übergangsbereich um  $x = 0,3$  verändert sich das Einbauverhältnis zwischen tiefen und flachen Donatorniveaus drastisch [79, 80]. Ist die freie Ladungsträgerdichte bei einer bestimmten Temperatur bekannt, können prinzipiell die Formeln (2.5) und (2.6) verwendet werden, um die Aktivierungsenergie der Ladungsträger zu berechnen. In  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ :Si mit  $x > 0,25$  verteilen sich die Ladungsträger allerdings auf je ein flaches und ein tiefes Donatorniveau sowie



**Abb. 2.7:** Aktivierungsenergie für Elektronen vom Silizium-Donator ins Leitungsband in  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  in Abhängigkeit von der Molfraktion nach [70]. Die durchgezogene Kurve verbindet experimentelle Werte; die gestrichelte Linie folgt aus theoretischen Berechnungen nach dem effektiven Massemodell.

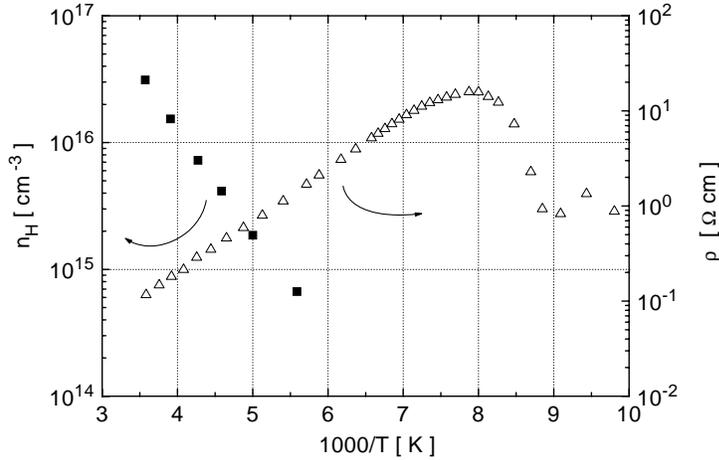
auf die drei Leitungsbänder  $\Gamma, L$  und  $X$ . Die energetische Lage der einzelnen Niveaus und Leitungsbänder variiert stark mit der Molfraktion des Materials und ist in der Regel nur unzureichend bekannt. Aus diesem Grunde ist es praktisch unmöglich, über den spezifischen Widerstand, der Beweglichkeit oder der gesamten freien Ladungsträgerdichte auf die genaue Molfraktion rückzuschließen, um so z. B. die MBE-Wachstumsraten überprüfen zu wollen. Dennoch sind über temperaturabhängige Messungen der freien Ladungsträgerdichte Aussagen über eine mittlere Aktivierungsenergie möglich, anhand derer das elektrische Verhalten des Material überprüft werden kann.

Die bisher veröffentlichten Literaturangaben für Aktivierungsenergien in  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}:\text{Si}$  weichen teilweise stark voneinander ab, speziell in dem zur Herstellung von 2 DEGs interessanten Bereich um  $x = 0,3$ . Yang et al. [81] ermitteln mit der Näherung (2.5) eine maximale Aktivierungsenergie in  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}:\text{Si}$  von 0,32 eV, während sich die meisten Gruppen auf Formel (2.6) beziehen und  $E_{Amax}$  zu  $\sim 0,16$  eV bestimmen [77, 82, 80].

Im weiteren Abschnitt werden eigene Messungen in die Diskussion von volumendotiertem Material eingebracht. Diese Ergebnisse von am Mikrostrukturzentrum Hamburg hergestellten, volumendotierten Proben stehen in engem Zusammenhang mit der vorangegangenen Diskussion und werden deshalb an dieser Stelle miteinbezogen.

**Volumendotiertes GaAs:** Zur Kalibrierung der MBE-Siliziumzelle wurde eine 50 nm dicke, hochdotierte GaAs:Si-Schicht zwischen undotiertem  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$  hergestellt (Probe HH#314, genauer Probenaufbau: siehe Anhang A). Die über eine Hall-Messung in van-der-Pauw-Geometrie bestimmte freie Ladungsträgerdichte  $n_H = B/R_e d$  ( $B$  = Magnetfeldstärke,  $R$  = elektrischer Widerstand,  $e$  = Elementarladung,  $d$  = Schichtdicke) an einem quadratischen Probenstück beträgt bei 300 K gleich  $3,5 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ . Dieser Wert liegt unterhalb des Sättigungsbereiches bei dem eine Ladungsträgerkompensation in GaAs:Si auftritt und entspricht deshalb der Si-Atomdichte. Da die effektive Zustandsdichte im Leitungsband  $N_C(\text{GaAs}) = 4,7 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  (siehe Formel (2.3)) bei 300 K beträgt, ist der Halbleiter stark entartet. Dies wird durch die Messung des spezifischen Widerstandes  $\rho = (e\mu_n n)^{-1}$  ( $\mu_n$  = Elektronenbeweglichkeit) bestätigt, der sich zwischen 300 K und 4,2 K nicht verändert:  $\rho(4,2 - 300 \text{ K}) \sim 9 \cdot 10^{-4} \Omega\text{cm}$ . Die an dieser Probe gemessene Relation zwischen der freien Ladungsträgerdichte und dem spezifischen Widerstand  $\rho$  stimmt gut mit den von Beadle et al. in [76] veröffentlichten Werten für  $\rho_{\text{GaAs}} = \rho_{\text{GaAs}}(N_D)$  überein.

**Volumendotiertes  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$ :** Das Dotierverhalten von aluminiumhaltigen Schichten wurde anhand einer Probe untersucht, die einen für HEMT-Strukturen typischen, 57 nm dicken  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}:\text{Si}$ -Bereich zwischen undotierten  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$ -Schichten besitzt (Probe: HH#312, Probenaufbau: siehe Anhang A). In Abb. 2.8 ist der spezifische Widerstand  $\rho$  und die gemessene freie Elektronendichte  $n_H$  in Abhängigkeit von der reziproken Temperatur dargestellt. Aufgrund identischer Si-Zellentemperaturen beim Probenwachstum wird die Siliziumatomdichte  $N_{\text{Si}}$  der Probe HH#312 anhand der Wachstumsraten



**Abb. 2.8:** (linker Graph) Halblogarithmische Darstellung der freien Elektronendichte  $n_H$  von  $Al_{0,33}Ga_{0,67}As:Si$  in Abhängigkeit von der reziproken Temperatur mittels Hall-Messung in van-der-Pauw-Geometrie bestimmt (Probe HH#312, Schichtstruktur: siehe Anhang A). (rechter Graph) Halblogarithmische Darstellung des spezifischen Widerstandes  $\rho = (e\mu_n n)^{-1}$  in Abhängigkeit von der reziproken Temperatur. Der Abfall von  $\rho$  bei  $T^{-1} > 8 \cdot 1000/K^{-1}$  ist vermutlich auf eine Vergrößerung der Beweglichkeit durch abnehmende Phononenstreuung zurückzuführen. Unterhalb von 100 K ließen sich aufgrund der geringen Ladungsträgerdichte mit dem verwendeten Equipment keine verlässlichen dc-Daten mehr aufnehmen.

auf  $2,5 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  (Wachstumsrate $_{Al_{0,33}Ga_{0,67}As} = 1,02$  Monolagen/s) im Vergleich zu  $N_{Si} = 3,5 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  der Probe HH#314 (Wachstumsrate $_{GaAs} = 0,734$  Monolagen/s) extrapoliert.

Bei Raumtemperatur beträgt die über eine Hall-Messung bestimmte freie Ladungsträgerdichte  $n_H = 5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$  und fällt bis 180 K auf  $7 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$  ab. Eine vergleichbar geringe Aktivierung von 2% der Ladungsträger aus den Donatorniveaus bei 300 K wurde ebenfalls von Künzel et al. beobachtet [77]. Unterhalb von 180 K war aufgrund des hohen Materialwiderstandes keine zuverlässige dc-Hallmessung mit dem verwendeten Equipment mehr möglich. Bei 4,2 K sind praktisch alle freien Ladungsträger ausgefroren. Bis zu einer Spannung von 30 V ließ sich in diesem Fall kein Strom  $> 1 \mu\text{A}$  einprägen. Erst nach Beleuchtung der Probe mit sichtbarem Licht sank der spezifische Widerstand  $\rho$  auf  $0,5 \Omega\text{cm}$ . Ursache dafür ist der bekannte Effekt der persistenten Photoleitfähigkeit, bei dem Elektronen in metastabile Leitungsbandminima gehoben werden [83, 84, 85, 82].

Anhand der Probe HH#494 (Probenaufbau, siehe Anhang A) läßt sich belegen, daß das geringe Verhältnis aus freier Ladungsträgerdichte und Siliziumatomdichte in  $Al_{0,33}Ga_{0,67}As:Si$  bei einer Siliziumatomdichte von  $8 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$  nicht durch eine Kompensation der Ladungsträger verursacht wird. Die mittels CV-Messung bestimmte effektive Ladungsträgerdichte  $N_{eff} = |N_D - N_A|$  der MBE-Probe fällt beim Übergang von  $GaAs:Si$  zu  $Al_{0,33}Ga_{0,67}As:Si$  von  $1,2 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  auf  $8 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$  ab (siehe Abb. 8.4). Dies entspricht genau dem gerin-

geren Siliziumatomeinbau durch eine erhöhte Wachstumsrate von 1,01 Monolagen/s in  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$  gegenüber 0,68 Monolagen/s in GaAs bei gleichbleibender Siliziumzellentemperatur von 930 °C.

Der Einfluß der erhöhten Legierungsstreuung in  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}:\text{Si}$  gegenüber volumendotiertem GaAs zeigt sich in einer leicht reduzierten Beweglichkeit bzw. einem leicht erhöhten spezifischen Widerstand. Der gemessene spezifische Widerstand  $\rho(300\text{ K}) \simeq 0,1\ \Omega\text{ cm}$  von  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}:\text{Si}$  (siehe Abb. 2.8) ist etwas größer als der von Beadle et al. in [76] veröffentlichte Wert für volumendotiertes GaAs mit  $\rho_{300\text{ K}} = 0,04\ \Omega\text{ cm}$  bei jeweils einer freien Ladungsträgerdichte von  $5 \cdot 10^{16}\text{ cm}^{-3}$ .

Da es sich bei  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}:\text{Si}$  um einen Halbleiter mit hoher Ladungsträgerausfrierung im Bereich unterhalb 300 K handelt, lassen sich die Formeln (2.5) und (2.6) näherungsweise zur Berechnung einer mittleren Aktivierungsenergie heranziehen.

Die Näherung (2.6) wird aufgrund der fehlenden Ladungsträgerkompensation in diesem Fall nicht verwendet.

An dieser Stelle zeigt sich eine Besonderheit von  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}:\text{Si}$  gegenüber nichtentartetem, volumendotiertem GaAs. Während Si in GaAs in einem flachen Donatorniveau eingebaut wird und nur das unterste Leitungsband mit freien Ladungsträgern besetzt ist, wird Si in  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$  in ein energetisch flaches und tiefes Niveau eingebaut. Zum Stromfluß tragen vermutlich alle drei Leitungsbänder  $X$ ,  $L$  und  $\Gamma$  bei. Über z. B. Hall-Messungen ist die freie Ladungsträgerdichte meßtechnisch einfach zugänglich, aber eine Verteilung der Ladungsträger auf die einzelnen Niveaus und Leitungsbänder ist nicht möglich. Deshalb wird anstatt der einzelnen Aktivierungsenergien der Ladungsträger aus den beiden Donatorniveaus in jeweils eins der drei Leitungsbänder im weiteren Verlauf in erster Näherung nur eine mittlere Aktivierungsenergie berechnet. Aus der Ableitung von Formel (2.5) bzw. (2.5) nach  $T^{-1}$  läßt sich diese Aktivierungsenergie  $E_A$  über die Temperaturabhängigkeit der freien Ladungsträgerdichte bestimmen:

$$\Delta \ln(n)/\Delta(1/T) = -E_A/2k_B \quad (2.7)$$

nicht kompensierter Halbleiter

$$\Delta \ln(n)/\Delta(1/T) = -E_A/k_B \quad (2.8)$$

kompensierter Halbleiter

Mit den gemessenen Hall-Werten der Ladungsträgerdichte für  $n_H(T^{-1})$  aus Abb. 2.8(links) ergibt sich dann aus Formel (2.7) eine Aktivierungsenergie  $E_A$  von 284 meV für einen nicht kompensierten bzw. aus Formel (2.8) von 142 meV für einen kompensierten Halbleiter. Der Wert für einen nicht kompensierten Halbleiter liegt mit  $E_A = 284\text{ meV}$  unrealistisch hoch und deutet somit darauf hin, daß bei einer nominellen Siliziumatomdichte von  $2,5 \cdot 10^{18}\text{ cm}^{-3}$  das  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$  bereits kompensiert ist. Im Gegensatz dazu entspricht der Wert  $E_A = 142\text{ meV}$  für einen kompensierten Halbleiter einer Molfraktion von  $x = 0,4$  (aus einem Vergleich mit den Daten aus Abb. 2.7) und liegt damit dicht am

erwarteten Wert von  $x = 0,33$  aus der MBE-Wachstumsratenkalibrierung. Der Grund für die Abweichung zwischen den Molfraktionen ist vermutlich in den vereinfachten Modellannahmen zu suchen. Der Anteil der freien Ladungsträger im  $\Gamma$ -Leitungsband aus den flachen Donatorniveaus führt aufgrund der fehlenden Ausfrierung im untersuchten Temperaturintervall zu einem zu hohen Wert für  $\Delta \ln(n)$  und somit zu einem leicht erhöhten Wert für  $E_A$ .

Dennoch wird mit diesen Messungen gezeigt, daß sich das verwendete Aluminiumgalliumarsenid weitestgehend so verhält, wie es für die Herstellung niederdimensionaler Quantensysteme notwendig ist. Das Si wird hauptsächlich in tiefen Donatorniveaus mit einer Aktivierungsenergie um 142 meV unterhalb der Leitungsbandkante eingebaut. Zu tiefen Temperaturen hin wird das Material hochohmig und bildet deshalb in einer HEMT-Struktur mit einem Elektronengaskanal keinen zweiten leitfähigen Kanal aus.

# Kapitel 3

## Ätzprozesse

Für das Materialsystem GaAs/Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As stehen heutzutage eine Vielzahl von naßchemischen und trockenphysikalischen bzw. -chemischen Ätzverfahren zur Verfügung. Die Wahl des einzusetzenden Ätzverfahrens muß sich an den Prozeßanforderungen orientieren, denn die Ätzparameter variieren je nach eingesetzter Technik erheblich.

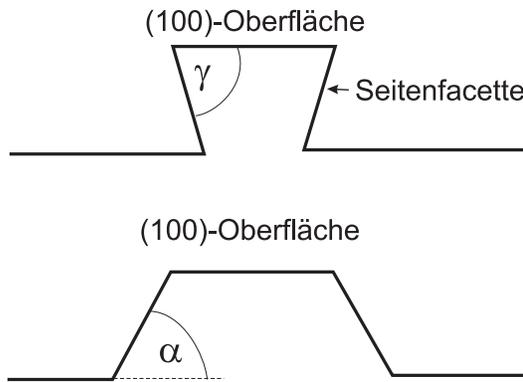
Bei typischen Prozeßdrücken von einigen mbar ist das anisotrope *Reaktive Ionenätzen* (RIE)<sup>1</sup> nicht für UHV-Anwendungen geeignet, wird aber aufgrund seiner einfachen Handhabung in diesem Projekt teilweise zur Vorstrukturierung eingesetzt. Der Großteil der Proben wurde dagegen mit naßchemische Ätzlösungen vorstrukturiert. In diesem Kapitel wird gezeigt, wie sich mit Hilfe der naßchemischen Maskenunterätzung Strukturgrößen unterhalb 100 nm herstellen lassen. Zusätzlich kann über eine leichte Variation der Ätzlösung die Anisotropie des Ätzverhaltens variiert werden, um so die Flankensteilheit von Seitenfacetten gezielt einzustellen. Gegenüber alternativen Techniken, mit denen sich Probenstrukturen im Bereich um hundert Nanometer herstellen lassen, wie z.B. der Elektronenstrahlolithographie, liegt der Vorteil der naßchemischen Präparation in der einfachen Handhabung und dem geringen Zeitaufwand in der Herstellung einer beliebigen Anzahl von Proben. Voraussetzung ist dabei die einmalige Anfertigung einer Photolithographiemaske. Für GaAs/Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As existieren eine Vielzahl von chemischen Ätzlösungen, die sich stark unterschiedlich in Bezug auf Selektivität und Isotropie verhalten.

Zur eindeutigen Kennzeichnung des Facettenwinkels der Drahtstrukturen werden in Abbildung 3.1 die Winkel  $\alpha$  und  $\gamma$  zwischen der Seitenfacette und der Substrat-Oberfläche eingeführt, die im weiteren Text jeweils als Facettenwinkel  $\alpha$  oder  $\gamma$  bezeichnet werden. Als Bezugsfläche gilt für beide Winkel die (100)-Oberfläche. Die Bezeichnung  $\alpha$  impliziert dabei ein symmetrisches trapezförmiges Drahtprofil, der Winkel  $\gamma$  ein symmetrisches unterkehliges Profil zwischen (100)-Oberfläche und der Seitenfacette.

In diesem Kapitel wird zum einen das Ätzverhalten einer auf HCl und einer auf Zitronensäurelösung basierenden Ätzlösung beschrieben. Im Anschluß an die Vorstrukturierungsprozesse werden ausführlich die wichtigsten Aspekte der verwendeten trockenphysikalischen *in-situ* Ätzprozesse diskutiert. Im Vorder-

---

<sup>1</sup>RIE : **R**eactive **I**on **E**tching



**Abb. 3.1:** Definition der Facettenwinkel  $\alpha$  und  $\gamma$  zwischen der (100)-Oberfläche und der Seitenfacette einer Drahtstruktur.

grund stehen dabei die Anforderungen an einen Ätzprozeß mit einer möglichst geringen Materialschädigung im Hinblick auf den Überwachsprozeß und die elektronischen Eigenschaften geätzter Grenzflächen. Den Abschluß dieses Kapitels bildet eine Beschreibung der verwendeten *in-situ* Ätzanlage.

## 3.1 Ex-situ Ätzprozesse

### 3.1.1 Reaktives Ionenätzen

Eine RIE-Anlage besteht im wesentlichen aus einer Vakuumkammer, in der ein Plasma reaktiven Gases zwischen einer oberen und unteren Elektrode durch ein hochfrequentes Wechselfeld aufrechterhalten wird. Das zu ätzende Substrat befindet sich dabei auf der unteren Elektrode. Die obere Platte ist zusammen mit den Kammerwänden geerdet und setzt dadurch den Plasmabereich zusammen mit der Kammer auf ein gemeinsames Potential. Die größere Beweglichkeit der Elektronen gegenüber den Ionen führt zur Bildung einer negativen Spannung an der unteren Elektrode, die eine Ionenbeschleunigung aus dem Plasmabereich zum Substrat hin zur Folge hat. Zusätzlich zu dieser physikalischen Komponente eines Ionenbeschusses mit typischen Ionenenergien unterhalb 100 eV tritt eine chemische Reaktion auf der Substratoberfläche auf. Bei entsprechender Gaszusammensetzung bezogen auf das zu ätzende Materialsystem können so die Vorteile des Plasmaätzens (hohe Selektivität) und Sputterätzens (anisotroper Abtrag) kombiniert werden [86]. Mit optimierten Prozeßparametern führt der anisotrope Materialabtrag zu senkrechten Seitenfacetten unabhängig von der Kristallorientierung bei typischen Ätzraten von ca. 100 nm/min für GaAs [87].

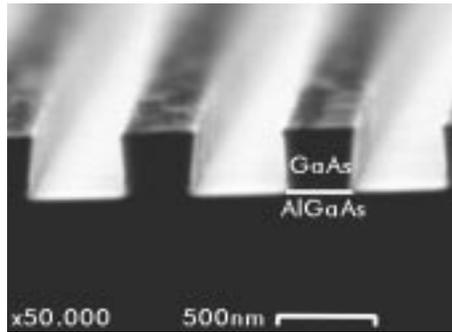
Der in dieser Arbeit verwendete Standardprozeß in einer Oxford Plasma-lab 80+ Anlage zeigt bei um mehrere Tage auseinander liegenden Ätzprozessen, deren Ätztiefen oberhalb 100 nm lagen, eine Ätztiefenfluktuation bei gleicher Ätzdauer von mehr als 50%. Die Proben waren jeweils nominell identisch vorpräpariert. Ob die Ursache dafür in einer leichten Fluktuation der RIE-Prozeßparameter oder der naßchemischen Maskenpräparation liegt, ist unklar. Um dennoch Drahtstrukturen mit definierter GaAs-Mesahöhe reproduzierbar herstellen zu können, wurde ein selektiver RIE-Prozeß verwendet, der durch Bildung von nichtflüchtigem  $\text{AlF}_3$  aluminiumhaltige Schichten nicht ätzt [88]. In Abb. 3.2 ist eine auf diese Weise hergestellte GaAs-Struktur oberhalb einer

$\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$ -Ätzstoppschicht dargestellt. Die GaAs-Schichtdicke und somit die Mesahöhe ist durch das MBE-Wachstum bis auf  $\sim 5\%$  genau vorgegeben. Die selektiven RIE-Prozeßparameter lauten:

**Prozeßparameter:**

- Ätzdauer: 150 s
- $\text{SiCl}_4$ -Fluß: 20 sccm
- $\text{SF}_6$ -Fluß: 4 sccm
- Kammerdruck: 4 mTorr
- RF Leistung: 35 W

Die Prozeßdrücke liegen beim RIE im Bereich einiger mbar. Dies hätte lange Abpumpzeiten der RIE-Kammer für einen Transfer ins UHV-System zur Folge und macht RIE deshalb für UHV-Anwendungen unbrauchbar. Weitere Nachteile des RIE-Ätzens strukturierter Proben ist die Materialredeposition der RIE-Ätzprodukte an den Strukturseitenflächen.



**Abb. 3.2:** Selektiv RIE geätzte, 400 nm hohe Drahtstruktur. Der Ätzprozeß wird durch die Bildung von nichtflüchtigem  $\text{AlF}_3$  auf der  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$ -Schicht gestoppt.

### 3.1.2 Naßchemische Ätzverfahren

Naßchemische Ätzlösungen lassen sich vielseitig einsetzen. Das Anwendungsspektrum reicht von Politurätzen, materialelektiven und störstellenselektiven bis hin zu hochanisotropen Ätzen. Oftmals gibt es Universalätzen, deren Ätzverhalten sich allein durch das Mischungsverhältnis der Komponenten variieren läßt. Temperatur- und Lichteinflüsse dagegen spielen in den meisten Fällen eine untergeordnete Rolle. Für die Strukturierung von GaAs im sub- $\mu\text{m}$ -Bereich ist eine anisotrope Ätzlösung mit einer gut zu kontrollierenden Ätzrate im Bereich kleiner 100 nm/min erforderlich. Für bestimmte Zwecke ist eine Selektivität von GaAs gegenüber  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  nützlich.

Der naßchemische Ätzprozeß eines kristallinen Festkörpers kann vereinfacht in drei Schritte unterteilt werden:

- Transport der Reaktionspartner zur Oberfläche
- Reaktion an der Oberfläche
- Transport der Reaktionsprodukte in die Lösung

Ein Ätzprozeß, der allein durch Oberflächenreaktionen limitiert ist, wird zu rauen, stark facettierten Oberflächen führen. Die Ursache dafür sind immer vorhandene, lokale Defekte, die zu einem verstärkten Ätzabtrag im Defektbereich führen. Glatte Oberflächen lassen sich dagegen durch einen diffusionslimitierten Hin- oder Abtransport der Reaktionsprodukte erzielen. In diesem Fall besteht ein über die Oberfläche homogen verteiltes Angebot an Reaktionspartner, die über ausreichend Zeit verfügen, mit den Oberflächenatomen zu reagieren und sie abzulösen. Schnellätzende Gruben können sich durch das begrenzte Angebot an Reaktionspartnern nicht ausbilden und es kommt zu einem schichtweisen Materialabtrag. Im Gegensatz zu planaren Oberflächen werden beim Ätzen von strukturierten Proben Oberflächen unterschiedlicher Kristallorientierung freigelegt. Im Fall von GaAs variiert dabei die Oberflächendichte der losen Bindungsarme sowie das Dichteverhältnis von Ga- zu As-Atomen an der Oberfläche. Wie sich dies auf die Kristallorientierung von Seitenfacetten auf strukturierten (100)-Waferoberflächen auswirkt, wird im folgenden näher untersucht. In allen Fällen wurde die Ätzlösung nicht gerührt. Speziell an strukturierten Bereichen würden Verwirbelungen zu komplizierten Strömungsverhältnissen führen, die kein kontrolliertes Ätzverhalten mehr zulassen. Ohne Rühren wird der Ätzprozeß allein durch die Diffusionskonstante entlang des Konzentrationsgradienten der Lösung definiert.

Der Großteil der GaAs-Ätzen basiert auf einem Säure-Wasserstoffperoxid-Wasser Gemisch. Die Ätzsequenz besteht aus einer Oxidation des GaAs durch  $(\text{OH})^-$  Ionen zu  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  und  $\text{As}_2\text{O}_3$  mit anschließender Lösung der Oxide durch den Säureanteil. Die Variation des Mischungsverhältnisses führt in erster Linie zu veränderten Ätzgeschwindigkeiten. Anschaulich dargestellt wird dies i. a. durch Kurven gleicher Ätzrate in sogenannten isoätz-Diagrammen in Abhängigkeit des Mischungsverhältnisses. Zur Präparation von Strukturen mit einer definierten Orientierung der Seitenfacette ( $h11$ ),  $h > 1$ , auf (100)-Substraten wird standardmäßig eine  $\text{HF} : \text{H}_2\text{O}_2 : \text{H}_2\text{O}$  Lösung eingesetzt [89, 58].

In anbetracht der toxischen Eigenschaften von HF und im Hinblick auf einen MBE-Überwachsprozeß bietet sich eher ein auf Salzsäure basierender Ätzprozeß an. Chlorrückstände auf der Oberfläche sind hochflüchtig und hinterlassen deshalb eine geringe Oberflächenkontamination. Die Tabelle 3.1 gibt einen Überblick der erzielten Ätztiefen in Abhängigkeit des Mischungsverhältnisses. Abb. 3.3 zeigt beispielhaft das seitliche Profil einer mit Photolack strukturierten und mit der HCl-Lösung geätzten (100)-Oberfläche. Der Lacksteg verläuft bei dieser Probe entlang der  $[0\bar{1}1]$ -Richtung.

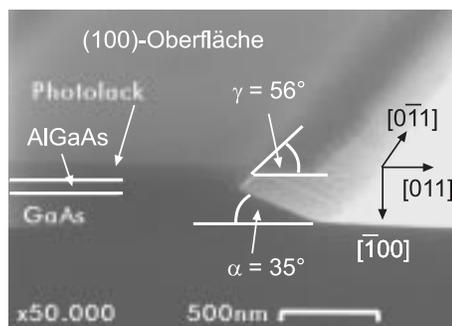
Andeutungsweise ist zu erkennen, daß die Seitenfacetten glatter als der Rand des Lacksteges sind und die Ätze somit Politurverhalten zeigt. Bei den in Tabelle 3.1 verwendeten Mischungsverhältnissen bildete sich in GaAs ein maximaler Facettenwinkel  $\alpha$  von  $36^\circ$  aus. Dies entspricht ( $h11$ )A-Oberflächen mit  $h \leq 2$ , wobei der Zusatz A eine polare Oberfläche indiziert, mit einem Verhältnis der Anzahl von Ga-Oberflächenatomen zu As-Oberflächenatomen  $< 1$ . In der oberen, 90 nm dicken  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$ -Schicht bildet sich dagegen eine ( $\bar{1}11$ )B-Oberfläche mit einem Facettenwinkel  $\gamma$  von  $56^\circ$  aus. Auf B-Oberflächen ist das Verhältnis der Anzahl von Ga- bzw. Al-Oberflächenatomen zu As-Oberflächenatomen  $< 1$ . Eine mögliche Erklärung für ein derartiges Profil wäre, daß As am langsamsten

Mischungsverhältnis HCl (30 %) : H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (30 %) : H <sub>2</sub> O	Ätzzeit	Ätztiefe	Ätztiefe/Ätzzeit
5 : 2 : 50	2 min	140 nm	70 nm/s
1 : 1 : 100	5 min	22 nm	22 nm/s
0,5 : 1 : 100	10 min	25 nm	25 nm/s
0,25 : 1 : 100	10 min	35 nm	35 nm/s
1 : 0,5 : 100	18 min	290 nm	16 nm/s
1 : 0,1 : 100	38 min	180 nm	4,7 nm/s

**Tab. 3.1:** Erzielte Ätzraten in  $[\bar{1}00]$ -Richtung mit einer auf Salzsäure basierenden Ätze. Die geätzte Schichtfolge besteht aus einer 90 nm dicken  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$ -Schicht gefolgt von GaAs.

und Al am schnellsten geätzt wird. Andererseits lassen sich ähnliche V-Profile auch in reinen GaAs-Proben erzielen [90]. In diesem Fall ist davon auszugehen, dass die niedrigindizierten Flächen, insbesondere die  $\{111\}$ -Oberflächen, die geringsten Ätzraten aufweisen und sich bei starker Maskenunterätzung zwangsläufig ausbilden und zu V-förmigen Einschnürungen in den Seitenflächen führen. Werden die Photolackstege entlang der  $[011]$ -Richtung orientiert, ist für GaAs eine typische Unterätzung der Maske mit einem Facettenwinkel  $\gamma$  kleiner  $90^\circ$  zu erwarten. Diese Ätze eignet sich daher nicht zur Herstellung von Facettenwinkeln  $\alpha$  zwischen  $70$ - $90^\circ$  und wurde nicht zur Vorstrukturierung von Drahtproben für einen anschließenden CAIBE-Prozess eingesetzt. Sie eignet sich aber für Proben, bei denen flach auslaufende Seitenfacetten von Vorteil sind. Eine detaillierte Beschreibung dieser Ätze auf Salzsäurebasis ist in der Veröffentlichung von Li-mo [90] zu finden.

Als sehr vielseitig hat sich eine auf Zitronensäure basierende Lösung herausgestellt. Im folgenden werden einige Ergebnisse in Abhängigkeit des Mischungsverhältnisses angegeben, wobei stets  $x : y : z$  ( $x$  = Zitronensäure,  $y$  = Wasserstoffperoxid,  $z$  = DI-Wasser) gilt. Die Zitronensäure ( $\text{C}_3\text{H}_4(\text{OH})(\text{COOH})_3\text{H}_2\text{O}$ )

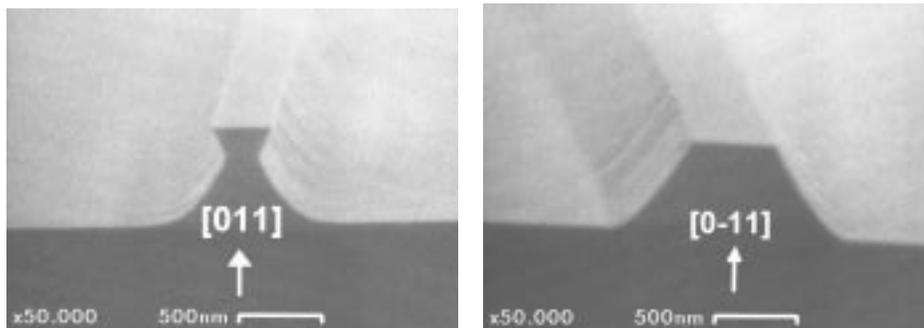
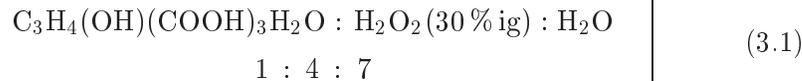


**Abb. 3.3:** REM-Aufnahme der Bruchkantenansicht einer mit Salzsäurelösung 5 min lang geätzten 90 nm dicken  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$ -Schicht auf GaAs. Das Mischungsverhältnis beträgt  $\text{HCl (30 \%):H}_2\text{O}_2 (30 \%):\text{H}_2\text{O (0,5 : 1 : 100)}$ . Der unterätzte Photolacksteg ist entlang der  $[0\bar{1}1]$ -Richtung orientiert. Die  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$ -Schicht bildet eine  $(\bar{1}11)\text{B}$ , die GaAs-Schicht eine  $(211)\text{A}$  orientierte Seitenfacette aus.

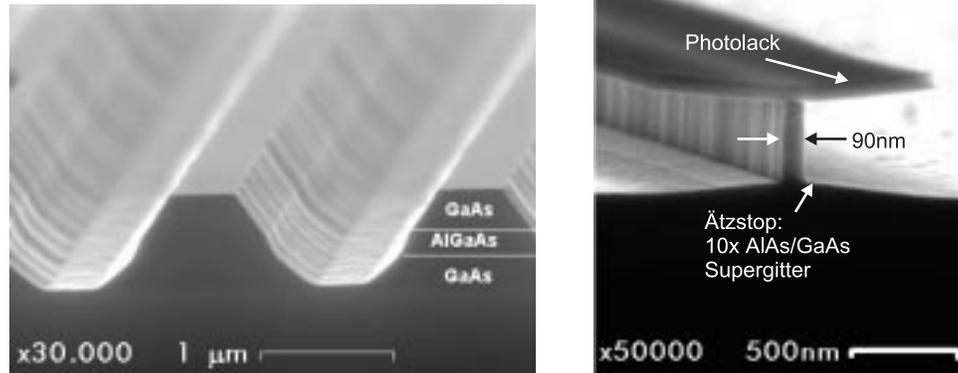
wurde mit einem Ansatz von 1 : 1 (Zitronensäuresalz : Wasser) in Gewichtsteilen angesetzt. Das Wasserstoffperoxid ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) ist eine stabilisierte  $\text{H}_2\text{O}_2$  :  $\text{H}_2\text{O}$  (30 % : 70 %) Lösung, bei der zu beachten ist, daß sich der Wasserstoffperoxidanteil im Laufe von einigen Wochen durch Selbstreduktion jeweils um einige Prozentpunkte reduzieren kann.

Bei einem hohen Säure und Peroxidgehalt von 1 : 1 : 4 verhält sich die Lösung wie eine Defektstellenätze. Wie schon oben erwähnt, laufen die Oberflächenreaktionen verstärkt ab und es bilden sich Mikrometer tiefe Gruben im GaAs-Substrat aus. Die Anzahl der Gruben stimmt mit der *etch pitch density* Angabe des Waferherstellers überein ( $1 \cdot 10^{-4}$  pits/cm<sup>2</sup>).

Eine sukzessive Verdünnung dieser Lösung reduziert die Ätzrate und führt zu diffusionsbestimmten Ätzverhalten. Der Ätzprozeß hängt zunehmend von der Kristallorientierung ab und führt zur Ausbildung langsamätzender {111}-artigen Facetten (siehe Abb. 3.4). Die Selektivität der Zitronensäurelösung zwischen GaAs und  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$  ist nur sehr gering. Beispielhaft sind in Abb. 3.5 (**rechts**) die Seitenfacetten einer geätzten Schichtfolge aus GaAs- $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$ -GaAs dargestellt. Einen effektiven Ätzstop stellen dagegen AlAs-Schichten dar, wie in Abb. 3.5 (**links**) dargestellt. In diesem Fall wurde ein AlAs(2,8 nm)-GaAs(2,8 nm)-Supergitter als Ätzstop benutzt, wobei das GaAs die Bildung dicker Aluminiumoxidschichten begrenzt. Die Ätzrate für AlAs beträgt ca. 0,3 nm/min. Anhand weiterer Proben konnte verifiziert werden, daß sich eine senkrechte Facette bereits zu Ätzbeginn ausbildet und anschließend erhalten bleibt. Auf diese Weise lassen sich bei vorgegebener GaAs-Schichtdicke beliebige Strukturbreiten über die Ätzzeit einstellen. Das optimale Mischungsverhältnis zur Herstellung von GaAs-Strukturen mit senkrechten Facetten beträgt:



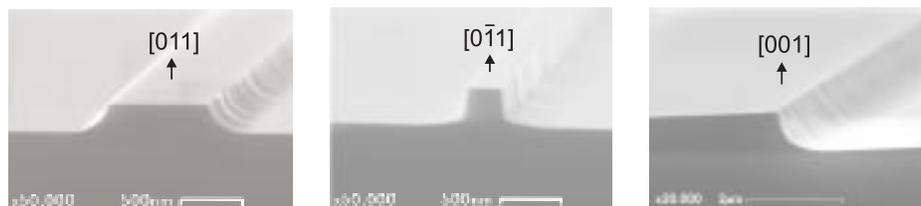
**Abb. 3.4:** REM-Bruchkantenansicht von naßchemisch geätzten GaAs-Proben. Die Photolackstege waren in [011]- (**rechts**) und  $[0\bar{1}1]$ -Richtung (**links**) orientiert und wurden anschließend entfernt. Das Mischungsverhältnis der Ätzlösung beträgt 1 : 1 : 30.



**Abb. 3.5:** (links) Mit Zitronensäurelösung geätzte GaAs- $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Proben mit unterschiedlichem Ätzstop. (links) Die Ätzzeit betrug 3 min bei einem Mischungsverhältnis von 1 : 10 : 1. Die  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht besitzt eine Molfraktion von  $x = 0,33$ . Die Photolackmaske ist naßchemisch entfernt worden. (rechts) Mit einer Ätzlösung im Mischungsverhältnis von 1 : 7 : 4 hergestellter, 90 nm breiter GaAs-Streifen mit senkrechten Wänden. Die Ätzzeit betrug 90 min.

Von diesem Mischungsverhältnis von 1 : 4 : 7 ausgehend läßt sich der Facettenwinkel  $\alpha$  von  $90^\circ$  durch eine geringe Veränderung der Lösung innerhalb von ca.  $\pm 15^\circ$  variieren. Eine leichte Erhöhung des Peroxidanteils auf 4,5 bis 5 führt zu unterkehligten Facetten mit  $\gamma \sim 85^\circ$ . Wird gleichzeitig der Wasseranteil reduziert, bilden sich bei einem Verhältnis von 1 : 5 : 4 komplexe Facetten an den Seitenwänden aus. Seitenfacetten mit einem Winkel  $\alpha$  von  $\sim 80^\circ$  wurden mit der 1 : 4 : 7-Lösung und mindestens 2 Monate altem Peroxid hergestellt. Diese Peroxidlösung besitzt aufgrund von Selbstreduktionsprozessen einen proportional leicht erhöhtem Wasseranteil. Die mit dieser Lösung hergestellten Facetten mit Lackstegorientierungen entlang der drei Hauptkristallachsen  $[011]$ ,  $[0\bar{1}1]$  und  $[001]$  sind in Abb. 3.6 in REM-Bruchkantenansichten dargestellt. In Tabelle 3.2 sind nochmal einige Ätzresultate in Abhängigkeit des Mischungsverhältnisses zusammengefaßt.

Generell gilt für die Herstellung naßchemisch geätzter Strukturen auf Zitronensäurebasis, daß aufgrund der Instabilität des Wasserstoffperoxides die Lö-



**Abb. 3.6:** Bruchkantenansicht des Ätzprofils der Seitenfacette in Abhängigkeit von der Drahtorientierung nach Entfernung des Photolackes.

Mischungsverhältnis $C_3H_4(OH)(COOH)_3H_2O : H_2O_2 : H_2O$	Ätzrate [nm/min]	Rauhigkeit [nm]	resultierende Seitenfacette
1 : 1 : 4	150	~1000	
1 : 1 : 6	117	~800	
1 : 1 : 14	93	500	
1 : 1 : 30	40	~50	
6 : 1 : 5	~100		(111)A
11 : 1 : 10	~80		(111)A
21 : 1 : 20	27		(111)A
51 : 1 : 50	110		(111)A
1 : 6 : 5	20		(111)A
1 : 11 : 10	10		(111)A
1 : 21 : 20	7		(111)A
1 : 4 : 7	10	0,7	(011)

**Tab. 3.2:** Auflistung erzielter Ätzraten auf (100)-GaAs-Oberflächen mit Lackstegen in  $[0\bar{1}1]$ -Orientierung. Nur bei einem Mischungsverhältnis von 1:4:7 bildet sich eine senkrechte Seitenfacette aus.

sung kurz vor jedem Ätzprozeß neu angesetzt werden muß. Stabilisierter Wasserstoffperoxid in lichtundurchlässigen Flaschen ist über eine Woche stabil genug, um Ätzraten und Winkel der Seitenflächen auf ca. 2% genau zu reproduzieren. Ist der Zustand des Peroxides nicht genau bekannt, sind Ätztests mit anschließender Rasterelektronenmikroskopischer Kontrolle zur Kalibrierung des Mischungsverhältnisses erforderlich. Die Substanzen der Lösung müssen auf 1-2% genau dosiert werden. Alle angegebenen Ätzraten wurden bei einer Lösungstemperatur von 20 °C unter Gelblicht erzielt, wobei das Licht den Ätzprozeß nachweislich nicht beeinträchtigt.

## 3.2 In-situ Ätzprozesse

### 3.2.1 Ionenstrahlätzen (IBE)

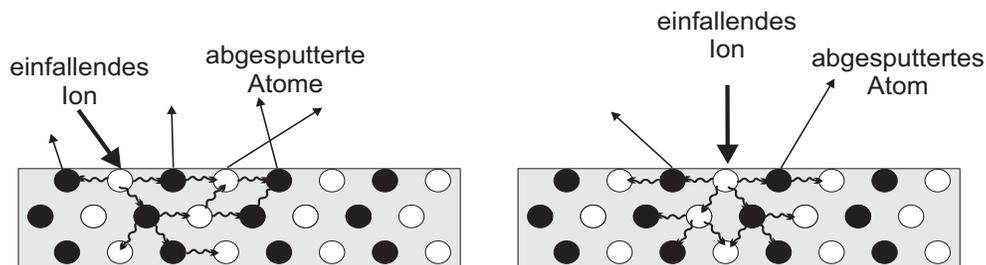
Im Prinzip sind alle Materialien der Strukturierung durch Ionenstrahlätzen (IBE)<sup>2</sup> zugänglich. Der besondere Vorteil des IBEs liegt in der Möglichkeit, die Ionenstromdichte und die Ionenenergie unabhängig voneinander einstellen zu können. Der Plasmaraum in der Ionenquelle ist durch eine Ein-, Zwei- oder Dreigitteroptik vom Probenraum getrennt. Das Vakuumpumpensystem muß ausreichend sein, um eine freie Weglänge der Ionen vom Gitter zur Probe zu gewährleisten. Die Gitter wirken dabei als Druckreduktionsstufe.

<sup>2</sup>IBE : Ion Beam Etching

Der physikalische Ätzprozeß wird durch eine Impulsumkehr der auf die Probe treffenden Ionen hervorgerufen. Der Energieübertrag der einfallenden Atome oder Ionen auf ein Gitteratom wird durch elastische Stöße an die benachbarten Kristallatome weitergegeben. Hochenergetische Projektile geben solange ihre überschüssige Energie an das Kristallgitter ab, bis sie in den Kristall eingebaut werden. Dieser Effekt wird z. B. zur gezielten Ionenimplantation eines Dotiermaterials eingesetzt. Bei Ionenenergien unterhalb  $\sim 200$  eV sinkt die übertragene Energie bereits nach wenigen Stößen unterhalb der Gitterbindungsenergie der Ga- und As-Atomen von einigen eV ab. Aus diesem Grunde führen nur die Stoßvorgänge in den obersten Atomlagen zu Sputterabträgen. Der Einbau von eintreffenden Ionen mit  $E_{Ion} < 200$  eV ins Kristallgitter ist energetisch unwahrscheinlich. Lediglich entlang der Gitterkanäle in  $[011]$ -,  $[0\bar{1}1]$ - und  $[\bar{1}01]$ -Richtung ist ein tieferes Eindringen der Ionen möglich. In diesem Fall werden die Ionen auf Zwischengitterplätzen eingebaut. Der Materialabtrag beim IBE ist unter einem Einfallswinkel der Ionen von ca.  $45^\circ$  am größten. In Abb. 3.7 ist anschaulich ein Vergleich der Stoßvorgänge bei verschiedenem Einfallswinkel dargestellt.

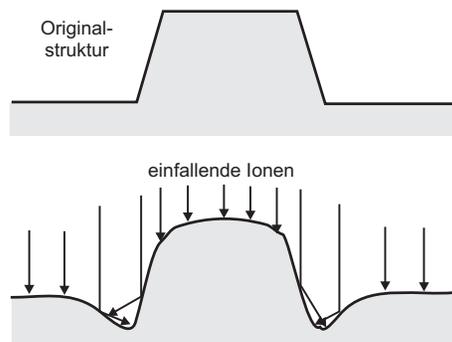
In der Hochenergiephysik und der Ionenimplantation werden mehrere theoretische Modelle eingesetzt, mit denen Projektillbahnen hochenergetischer Teilchen ins Halbleitermaterial simuliert werden. Es sind i. a. klassische Modelle, wie z. B. die *binary collision approximation* (BCA) oder das *molecular dynamics* (MD) Modell [91]. Diese Modelle lassen sich im Bereich niederenergetischer Ionen nicht anwenden. Erste Simulationsprogramme im Bereich  $E_{Ion} < 500$  eV wurden von Vaseashta et al. (Lindhard-Scharff-Schiott Theorie (LSS)) und von Orrman-Rossiter et al. (Stoßkaskadenmodell in einem Gitterarray) eingesetzt [92, 93]. Allerdings übersteigen die experimentell ermittelten Daten die theoretisch berechneten Eindringtiefen um ein Vielfaches. Dies ist vermutlich auf zu einfache Modellannahmen zurückzuführen. Der Effekt des *channeling* wird z. B. nicht berücksichtigt. Eine Abschätzung der Kristallschädigung ist in diesen Modellen nicht vorgesehen. Solange nicht alle intrinsischen Materialeigenschaften genau bekannt sind und in theoretischen Modellen einbezogen werden können, werden mit den oben genannten Modelle keine exakten Vorhersagen über das IBE Ätzverhalten möglich sein.

Beim strukturierten Ätzen treten zusätzliche Effekte auf. Aufgrund der winkelabhängigen Ätzraten werden maskenlose, vorstrukturierte Bereiche nicht struk-



**Abb. 3.7:** Schematische Darstellung des Materialabtrages durch Ionenstrahlätzen. Durch eine Stoßkaskade wird die Richtung des Ionenimpulses umgekehrt. Der Materialabtrag ist bei einem Einfallswinkel des Ions von  $45^\circ$  höher als unter  $0^\circ$ .

turkonform tiefer geätzt. Abb. 3.8 zeigt schematisch die Bildung IBE typischer Rundprofile um eine Struktur. Neben der Grubenbildung an den Strukturenden werden sich an den Kanten diejenigen Facetten ausbilden, die je nach Material dem Ioneneinfallswinkel der höchsten Ätzrate entsprechen.



**Abb. 3.8:** Schematische Darstellung der Kantenabrundung einer Drahtstruktur in Seitenansicht. **(oben)** Ausgangsstruktur eines z. B. naßchemisch strukturierten Drahtprofils. **(unten)** Profil der Drahtstruktur nach einem kurzem IBE-Ätzprozeß. Aufgrund der Ionenreflexion an den Seitenwänden wird der Ioneneinfall neben den Strukturen erhöht und es bilden sich Gräben aus. Durch die winkelabhängigen Ätzraten werden die oberen Kantenbereiche abgerundet. Bei fortschreitendem Ätzprozeß werden sich diejenigen Facettenwinkel ausbilden, die dem Ioneneinfallswinkel der höchsten Ätzrate entsprechen.

Praktikable IBE Ätzraten von GaAs oberhalb 5 nm/min lassen sich in der Regel erst mit  $E_{Ar}^+ > 1000$  eV erreichen [94]. Da sich beim Ionenstrahlätzen die induzierte Materialschädigung und die Ätzrate konträr zueinander verhalten, ist IBE allein als Verfahren zur Strukturierung elektronisch aktiver Bereiche ungeeignet.

### 3.2.2 Thermisches Gasätzen (CGE)

Das thermische Gasätzen ist ein Zweistufenprozeß. Nach einer chemischen Reaktion des Ätzgases mit dem Kristallmaterial werden die Reaktionsprodukte thermisch abgedampft. Der genaue Reaktionsablauf zwischen molekularem Chlor und GaAs ist bis heute nur unvollständig verstanden. Die Reaktionen zu  $\text{GaCl}_x$  und  $\text{AsCl}_x$  laufen in jedem Fall exotherm ab, d. h. Energie wird freigesetzt. Die Elemente  $\text{GaCl}_x$  ( $x = 1, 2, 3$ ) und  $\text{AsCl}_3$  sind bei Raumtemperatur fest und kondensieren zu einem farblosen, kristallinen Festkörper [25].

Anhand von bisherigen Veröffentlichungen läßt sich ein phänomenologisches Modell ableiten, daß im wesentlichen die experimentellen Ergebnisse erklärt. Balloch und Mokler et al. haben mittels *modulated molecular chlorine beam mass spectroscopy* bzw. *thermal desorption spectroscopy* (TDS) und *low-energy electron diffraction* (LEED) beobachtet, daß bei Raumtemperatur und kurzzeitigem, geringem Chlorangebot allein das Monochlorid GaCl gebildet wird [17, 22]. Erst bei ausreichendem Chlorangebot bilden sich höherindizierte Chloride auf der Oberfläche; hauptsächlich die Trichloride  $\text{GaCl}_3$  und  $\text{AsCl}_3$  zu gleichen teilen. Unterhalb 20°C findet keine Materialdesorption statt und es kommt bei

ausreichendem Chlorangebot zur Bildung einer bis zu 1 nm dicken chlorinierten Schicht [23]. Mit steigender Temperatur desorbiert diese Schicht und der Reaktionsprozeß beschränkt sich unabhängig vom Chlorgasdruck auf die oberste Atomlage. Erklärt wird dies durch massenspektrometrischen Untersuchungen. Arsentrichlorid desorbiert bereits bei Temperaturen um 20°C und hinterläßt eine schwer flüchtige  $\text{GaCl}_x$ -Matrix ( $x = 1 - 3$ ) auf der Oberfläche [23]. Oberhalb ca. 50°C fängt Galliumtrichlorid ebenfalls an zu desorbieren.

McNevin et al. haben den Chlorätzprozeß von GaAs thermodynamisch analysiert. Sie haben die freie Energie  $G$  des Gesamtsystems im Phasengleichgewicht in einem statischen Zustand der Ätzraten berechnet [25]. In einem abgeschlossenen System gilt bei vorgegebener Temperatur  $T$  und Druck  $p$ :

$$G = \sum_i n_i \mu_i(T, P)$$

$n_i$  = Teilchendichte des i-ten Stoffes

$\mu_i(T, P)$  = chemisches Potential des i-ten Stoffes

Mit aus Literaturangaben entnommenen Daten für die latente Verdampfungswärme der Chloride werden so die Phasendiagramme der Reaktionsprodukte in Abhängigkeit des Cl/GaAs-Verhältnisses berechnet. Anhand dieser Ergebnisse kann in Übereinstimmung der oben genannten experimentellen Daten das Ätzverhalten für  $T > 50^\circ\text{C}$  in zwei Bereiche unterteilt werden [95, 25]:

### **$\text{Cl}_2$ Angebot limitiert den Ätzprozeß**

geringer Chlordruck  $\rightarrow$  Galliumchloridbildung und -desorption überwiegt  $\rightarrow$   
arsenreiche Oberfläche bildet sich aus

### **$\text{AsCl}_3$ Desorption limitiert den Ätzprozeß**

hoher Chlordruck  $\rightarrow$  erhöhtes Abdampfen von  $\text{AsCl}_3$  gegenüber  $\text{GaCl}_x$   $\rightarrow$   
galliumreiche Oberfläche bildet sich aus

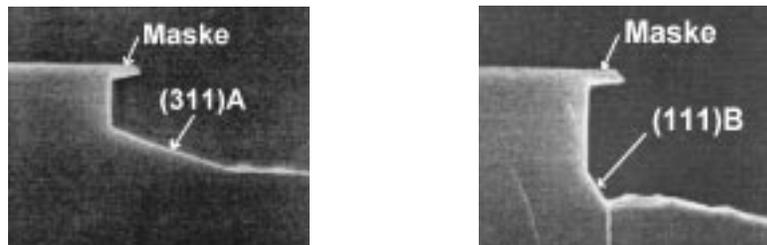
Nur im Grenzbereich dieser beiden Prozesse ist ein stöchiometrisches Ätzverhalten mit gleichgroßem Ga und As Abtrag zu erwarten. Diese Grenze verschiebt sich mit steigender Oberflächentemperatur zu höheren Chlorgasdrücken hin. Tanaka et al. geben z. B. für eine Oberflächentemperatur von 400°C den Bereich stöchiometrischen Ätzverhalten bei einem Chlordruck im oberen  $10^{-4}$  Torr Bereich an [96]. Furuhashi erzielt bei ca. 350°C die glattesten (100)-Oberflächen, die sich nur bei stöchiometrischen Ätzverhalten ausbilden können. Der Chlordruck wird mit  $8 \cdot 10^{-5} - 1 \cdot 10^{-3}$  Torr angegeben. Da für den Ätzprozeß die auf die GaAs-Oberfläche auftreffende Moleküldichte relevant ist, lassen sich Partialdruckangaben nicht direkt zwischen verschiedenen experimentellen Aufbauten vergleichen.

Das eben diskutierte Ätzverhalten läßt sich auf weitere Elemente der III. und V. Hauptgruppe übertragen. Ungefähr gleiche Ätzraten wie für GaAs in Chloratmosphäre haben McNevin et al. für InP, Chavarkar et. al. für GaInAs und Lee et al. für AlAs festgestellt [25, 97, 24]. Allerdings sind Indiumchloride weniger flüchtig als Gallium- und Arsenchloride und erfordern deshalb etwas höhere Oberflächentemperaturen im Vergleich zum GaAs, um stöchiometrisches

Ätzen zu gewährleisten. Zum tiefmesa Ätzen indiumhaltiger Schichten bietet sich deshalb ein kombinierter CAIBE- und CGE-Schritt an [98].

Dieses Ätzverhalten läßt sich auch auf strukturierte Bereiche übertragen. Bei geringen Temperaturen und Chlorangebot werden sich generell Ga-stabilisierte Flächen ausbilden. Entlang einer Maskierung in Richtung der Hauptkristallachsen  $[011]$  und  $[0\bar{1}1]$  ist somit die Bildung von  $(h11)$ A-terminierten Flächen ( $h > 1$ ) bevorzugt. Die stabilste Fläche ist die  $(111)$ A-Fläche, auf der die Ga-Atome drei Bindungsarme in Kristallrichtung besitzen. Furuhata et al. haben die Entstehung von Seitenfacetten beim Chlorgasätzen für diesen Fall untersucht [20]. Für Strukturen entlang der  $[011]$ -Richtung wird bei  $150^\circ\text{C}$  ein unterkehliges Profil mit einem Facettenwinkel  $\alpha > 90^\circ$  beobachtet. Bei Temperaturen bis zu  $500^\circ\text{C}$  steigt der Facettenwinkel auf  $115^\circ\text{C}$  an. Dies läßt sich auch als Übergang von einer Ga-stabilisierten Oberflächenstruktur zu einer As-stabilisierten Oberfläche ansehen, wie es bereits in den vorangegangenen Abschnitten diskutiert wurde. Bei ca.  $350^\circ\text{C}$  beobachten Furuhata et al. einen Flankenwinkel von  $90^\circ$ . Der bisherigen Argumentation folgend, ist in diesem Fall ein stöchiometrisches Ätzverhalten erreicht.

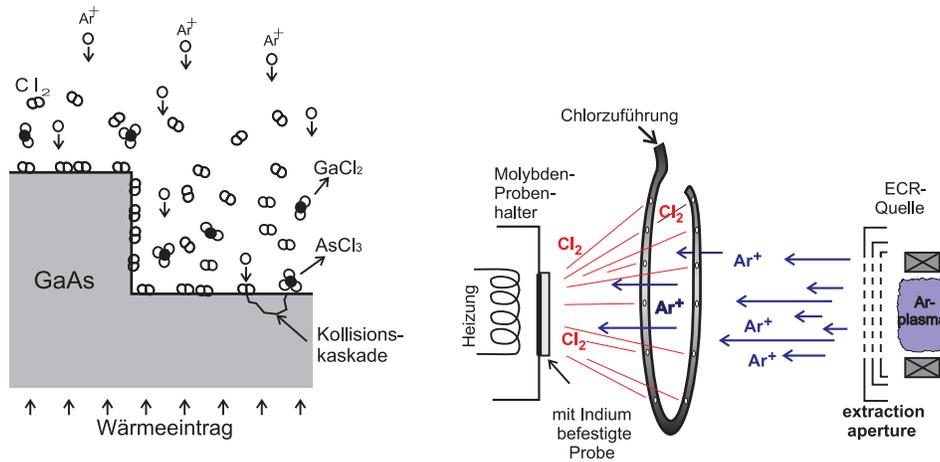
Entlang maskierter Bereiche in  $[0\bar{1}1]$ -Richtung dagegen beobachten Furuhata et al. unabhängig von der Temperatur immer die Bildung einer  $(111)$ A-Fläche [20]. Der Chlordruck wird mit  $8 \cdot 10^{-5} - 1 \cdot 10^{-3}$  Torr angegeben und läßt aufgrund des großen Druckbereiches keinen direkten Vergleich mit in  $[011]$ -Richtung strukturierten Proben zu. Guyaux et al. haben das CGE-Ätzverhalten von GaAs in  $\text{AsCl}_3$ -Atmosphäre untersucht [99]. Bei einer Ätztemperatur von  $420^\circ\text{C}$  werden Seitenprofile in  $[0\bar{1}1]$ -Richtung beobachtet, die denen von Furuhata et al. entsprechen. Dagegen bilden sich bei  $580^\circ\text{C}$  sowohl entlang der  $[011]$ - als auch der  $[0\bar{1}1]$ -Richtung senkrechte Facetten mit  $\alpha = \gamma = 90^\circ$  aus (siehe Abb. 3.9).



**Abb. 3.9:** Von Guyaux et al. [99] hergestellte, maskierte GaAs-Stege in Bruchkanntenansicht. Die Proben wurden bei  $580^\circ\text{C}$  mit  $\text{AsCl}_3$  geätzt. Die Masken verlaufen entlang der  $[0\bar{1}1]$  (**links**) bzw. der  $[011]$  (**rechts**) Richtung. Der Chlordruck wird als entsprechend einer GaAs-Ätzrate von  $33 \text{ nm/min}$  in  $[\bar{1}00]$  Richtung angegeben.

### 3.2.3 Chemisch unterstütztes Ionenstrahlätzen (CAIBE)

Im Prinzip kann CAIBE als ein Mischprozeß aus IBE und CGE betrachtet werden, der die Vorteile beider Verfahren vereinigt: Eine hohe Ätzrate bei hoher Anisotropie. Nach einer Reaktion der Oberflächenatome mit molekularem Chlor werden die Reaktionsprodukte durch den Einfall niederenergetischer Ionen *abgesputtert*. In Abbildung 3.10 ist schematisch das CAIBE-Ätzverhalten



**Abb. 3.10 :** (links) Schematische Darstellung des CAIBE-Ätzverhaltens. (rechts) Skizze einer typischen CAIBE-Versuchsanordnung mit ECR-Ionenquelle und ringförmigen Chlorgaseinlaß.

im Zusammenhang mit einem typischen CAIBE-Aufbau dargestellt. An vertikalen Facetten findet bei senkrechtem Ionenbeschuß kein Materialabtrag statt. Das genaue Ätzverhalten hängt technologisch betrachtet von einem großen Parameterraum ab:

- Oberflächentemperatur
- Ar-Ionenenergie
- Ionenstromdichte
- Einfallswinkel der Ionen
- partialer Chlorgasdruck
- partialer Argongasdruck
- Kristallorientierung

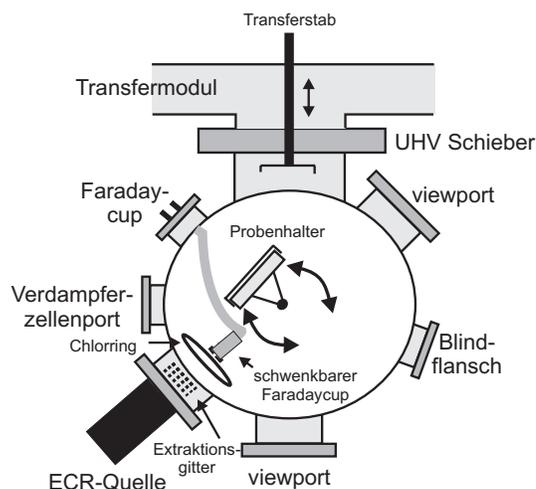
Die lokalen Ätzparameter (z. B. die Reaktionsgeschwindigkeit der Chlormoleküle mit dem Gallium bzw. Arsen, Chlorbedeckung der Oberfläche, Einfluß der Ionenenergie auf die chemischen Reaktionsabläufe, Bindungsenergien der Reaktionsprodukte) sind zum größten Teil nicht genau bekannt und machen eine Modellbeschreibung schwierig. Anhand bisheriger Publikationen läßt sich ein grobes, phänomenologisches Verhalten ablesen. Davies et al. finden bei zunehmendem Chlorgasangebot einen Anstieg der Ätzrate bis zu einer Sättigungsrate. Je größer dabei die Ar-Ionenstromdichte ist, desto später setzt die Sättigungsätzrate ein. Dagegen tritt bei gleichbleibendem Chlorangebot und steigender Ionenenergie kein Sättigungsverhalten auf, sondern lediglich ein abnehmender Anstieg der Ätzrate. Diese Verhaltensweisen werden auch von anderen Gruppen beobachtet, wobei sich die Ätzparameter aufgrund der unterschiedlichen Anlagengeometrien nicht direkt vergleichen lassen [33, 32]. Grande et al. haben entlang maskierter Bereiche senkrechte Facetten in GaAs geätzt und beobachten bei steigendem Chlorangebot bzw. Oberflächentemperatur die Bildung von Facetten mit einem Winkel abweichend von  $90^\circ$ , wie es bereits im Zusammenhang mit dem CGE-Ätzverhalten in Kapitel 3.2.2 diskutiert wurde [39]. Gene-

rell übersteigen die CAIBE-Ätzraten die CGE-Ätzraten um ein vielfaches. Erste phänomenologische Modelle des CAIBE-Prozesses wurden von Davies et al. und Balooch et al. entwickelt [17, 34]. Hagberg et al. haben diese Modelle um die Annahme eines durch Ionenbeschuß stimulierten Reaktionsprozesses auf der Oberfläche erweitert [33].

### 3.3 Aufbau der verwendeten Ätzkammer

Die verwendete Ätzkammer ist von Dr. Chr. Heyn geplant und in Zusammenarbeit mit der institutseigenen mechanischen Werkstatt aufgebaut worden. Das im Kammerbodenbereich installierte Pumpsystem besteht aus einer chemiefesten Turbopumpe der Firma Leybold (Turbovac 340 MCT, Saugvermögen ( $N_2$ ): 340 l/s,  $p_{min} < 10^{-10}$  mbar) und einem Vorpumpensystem aus einer Membranpumpe mit zwei vorgeschalteten Rootspumpen der Firma Vacubrand (max. Saugvermögen  $\sim 40$  m<sup>3</sup>/h, Enddruck  $\sim 0,05$  mbar absolut). Der Basisdruck der Kammer liegt bei  $p \geq 1 \cdot 10^{-9}$  Torr. Zur Prozeßkontrolle stehen eine im Kammerbodenbereich befindliche Kaltkathode (HPS 937:  $1 \cdot 10^{-11} < p < 1 \cdot 10^{-2}$  mbar absolut) und ein Leybold Massenspektrometer des Typs QX 2000 (Einsatzbereich:  $5,0 \cdot 10^{-12} < p < 4,0 \cdot 10^{-4}$  mbar) zur Verfügung. Die Kammer ist über einen mechanischen UHV-Schieber mit dem gleichen Transfermodul verbunden, an dem sich auch die MBE-Kammer befindet (siehe Abb. 4.1 und 3.11). Mit Hilfe von Transferstäben werden die Proben auf einen schwenkbaren, strahlungsbeheizbaren 3" Manipulator montiert. In der Mitte des Manipulators befindet sich ein Thermoelement zur Temperaturkontrolle.

Der Chloreinlaß in die Kammer erfolgt über ein ringförmig gebogenes Rohr mit gleichmäßig verteilten Bohrungen in Richtung des Probenhalters. Die Durchflußmenge des molekularen Chlorgases (Reinheitsstufe 4.8) wird über ein Dosierventil der Firma VacuumGenerators (MD7, Leckrate:  $10^{-6}$  bis  $10^{-11}$  mbar l/s) direkt an der Kammeraußenseite geregelt. Die realen, auf die Probe treffenden Chlorflüsse können nur indirekt über den Kammerdruck an der Kaltkathode



**Abb. 3.11:** Schematischer Aufbau des Equipments in der Ätzkammer. Zur Funktionskontrolle der Ionenquelle steht ein in den Ionenstrahl schwenkbarer Faradaycup zur Verfügung.

und der Partialdruckanzeige des Massenspektrometers bestimmt werden. Der mit dem Leckventil gut regelbare Druckbereich liegt im Kammerdruckbereich von  $p > 10^{-5}$  mbar.

Bei den eingesetzten Ionenquellen handelt es sich um *electron cyclotron resonance* (ECR) Quellen. Die zur Erzeugung eines Plasmas notwendige Energie in Form von 2,45 GHz Mikrowellen aus einem Magnetron wird über einen Hohlleiter durch ein Glasfenster in einen argondurchströmten Kammerbereich geleitet. In diesem Kammerbereich, dem sogenannten Plasmaraum, existieren bereits in geringer Zahl ionisierte Ionen. Durch außerhalb der Kammer symmetrisch angeordnete Permanentmagnete wird ein radialsymmetrisches Magnetfeld senkrecht zum elektrischen Feld der Mikrowellen im Plasmaraum aufgebaut. Die Ionen werden somit durch das elektrische Feld beschleunigt und zusätzlich durch das Magnetfeld auf Kreisbahnen mit einer Umlauffrequenz von  $\omega_{Zyklotron} = eB/m_e$  gezwungen. Dadurch wird die Verweildauer der Ionen im Plasmabereich erhöht. Die aus dem elektromagnetischen Feld  $\vec{E} = \vec{E}_0 \cdot e^{i\omega_{em}t}$  absorbierte Energie der Ionen durchläuft bei der ECR-Bedingung  $\omega_{Zyklotron} = \omega_{em}$  ein Maximum. Werden die Magnetronleistung, die Magnetfeldstärke und der Argondruck auf diese ECR-Bedingung abgestimmt, steigt die Ionisationsrate durch Kollision der beschleunigten Ionen mit den Argonatomen stark an. Dieser Effekt wird als Zünden des Plasmas bezeichnet und tritt bei einer Elektronenerzeugungsrate größer als die Elektronenverlustrate ein. ECR-Quellen erreichen Ionisationsgrade bis zu 25% [100].

Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei *electron cyclotron resonance* (ECR)-Ionenquellen ähnlichen Typs eingesetzt. Bei der ersten Anlage handelt es sich um eine institutseigene Entwicklung, die in den letzten Jahren fortwährend optimiert und für einen Einsatz im UHV-Bereich umkonstruiert wurde [101, 102, 103, 100]. Bei der ab Mai 1999 eingesetzten ECR-Quelle handelt es sich um eine kommerzielle Weiterentwicklung dieser Quelle von der Firma Tectra, die für das Ätzprojekt verbesserte Parametereigenschaften besitzt. Zusammen mit dem Einbau der ECR-Quelle wurde ein neuer, ringförmiger Chloreinlaß installiert, der einen kleineren Durchmesser besitzt und dichter am Probenmanipulator positioniert wurde. Dieser Gaseinlaß sorgt für ein erhöhtes Chlorgebot auf die Proben. Durch das große Saugvermögen der Turbopumpe bedingt, stellt sich während eines Ätzprozesses ein dynamisches Druckgleichgewicht in der Kammer ein, bei dem die Druckverhältnisse an verschiedenen Orten in der Kammer unterschiedlich sind. Über die Kammerdruckanzeige bzw. den Partialdruckwerten des Massenspektrometers lassen sich deswegen immer nur Druckverhältnisse reproduzieren. Über die tatsächliche Chlorflußmenge in die Kammer und speziell die Anzahl der auf die Probe treffenden Chlormoleküle lassen sich keine genauen Angaben machen. Aus diesem Grund sind quantitative Vergleiche zu anderen Anlagen schwierig. Der beste Vergleich läßt sich indirekt über Ätzraten von GaAs herstellen. Die beiden Installationen mit verschiedenem Chlorring und Ionenquelle werden im weiteren Text als 1. bzw. 2. Aufbau bezeichnet. Die wichtigsten Parameter beider Aufbauten sind in Tab. 3.3 zusammengefaßt. Bei vergleichbaren Chlorpartialdrücken lassen sich mit dem 2. Modell um ca. Faktor 10 höhere CAIBE-Ätzraten erzielen. Ausführlichere Daten zur Funktion und Charakterisierung beider Aufbauten finden sich in der Arbeit von C. Klein [94].

	1. Aufbau	2. Aufbau
min. erreichbare Ionenenergie	250 eV	100 eV
Ionenstromdichte	$3 \pm 1 \mu A/cm^2$	$100 \pm 30 \mu A/cm^2$
Extraktionsspannung	600 V	440 V
Magnetronstrom	60 mA	80 mA
Substrattemperatur	100 °C	100 °C
Chlor-Partialdruck	$\sim 1 \cdot 10^{-4} \text{ mbar}$	$\sim 9,5 \cdot 10^{-5} \text{ mbar}$
Kammerdruck	$\sim 1 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$	$\sim 1 \cdot 10^{-4} \text{ mbar}$
GaAs-Ätzrate (CAIBE)	$7,5 \pm 0,5 \text{ nm/min}$	$70 \pm 5 \text{ nm/min}$

**Tab. 3.3:** Vergleich der Trockenätzprozessparameter der beiden eingesetzten Ionenquellen und Chloringe anhand eines CAIBE Prozesses. Der 1. Aufbau besteht aus der am Institut für Angewandte Physik, Hamburg, entwickelten Ionenquelle und einen Chloreinlaßring mit 10 cm Durchmesser, der 2. Aufbau besteht aus der kommerzielle Weiterentwicklung der ECR-Quelle von der Firma Tectra und einem Chloreinlaßring mit 6 cm Durchmesser. Die Daten beziehen sich jeweils auf eine minimale Ionenenergie, unterhalb derer kein praktikabler Ätzprozeß mehr möglich war. Die gemessene Ionenstromdichte ist bei den angegebenen Extraktionsspannungen und Magnetronströmen am größten.

# Kapitel 4

## Molekularstrahlepitaxie

An die epitaktische Abscheidung von Halbleitermaterialien auf kristallinen Substraten zur Herstellung niederdimensionaler Elektronensysteme werden hohe Anforderungen gestellt. Hochreine Verdampfermaterialien und Ultrahochvakuumtechnologie (UHV) mit Kammerrestgasdrücken  $< 10^{-10}$  Torr sind notwendig, um den Einbau von Verunreinigungen im Material möglichst gering zu halten. Neben der Reproduzierbarkeit des Abscheideprozesses ist die Herstellung eines variablen Dotierprofils und einer atomlagengenauen Änderung der Materialkomposition erforderlich. Allerdings läßt sich epitaktisches Wachstum mit guter Schichtmorphologie nur auf bestimmten Substratorientierungen und in einem relativ engen Parameterraum erzielen. Da es sich bei der MBE um eine UHV-Technik handelt, sind verschiedene *in-situ* Diagnosemeßverfahren einsetzbar, wie z. B. **R**eflection **H**igh-**E**nergy **E**lectron **D**iffraction (RHEED) und Ellipsometrie, Pyrometrie oder **A**uger **E**lectron **S**pectroscopy (AES). Erst eine sorgfältige Prozeßkontrolle macht erfolgreiches MBE-Wachstum möglich.

Alle wichtigen Funktionsprinzipien zum MBE-Wachstum von III-V Halbleitern auf planaren Oberflächen werden in diesem Kapitel diskutiert. Obwohl die MBE-Technik seit ihrer Einführung 1970 eine rasante Entwicklung vollzogen hat, sind viele Wachstumsprozesse bis heute nicht vollständig verstanden und basieren oftmals auf empirischen Modellen. Dennoch sind sie der Schlüssel zum Verständnis des Wachstums auf strukturierten Unterlagen und werden im folgenden Kapitel diskutiert.

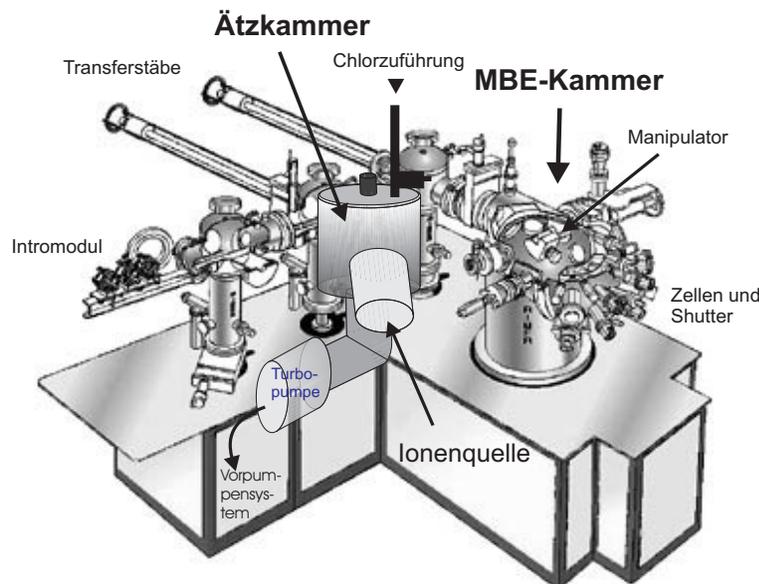
### 4.1 Funktionsprinzip

In der MBE Kammer werden die Verdampfermaterialien aus Effusionszellen in Richtung des Probenmanipulators thermisch verdampft bzw. sublimiert. Kollisionen zwischen den Molekülen sind unter typischen Kammergeometrien und Wachstumsbedingungen unterhalb  $5 \cdot 10^{-2}$  Torr ausgeschlossen [71]. Auf Flüssigstickstofftemperatur gehaltene LN<sub>2</sub>-Kälteschilde um die Kammerwände und Zellenports verhindern ein Reflektieren der Moleküle von den Wänden durch die Teilchenkondensation. Die Gasflußmenge wird entsprechend der Dampfdruckkurve des Verdampfermaterials über die Zellentemperatur eingestellt und kann mit einem Flußmeßgerät am Ort der Probe kontrolliert werden. Sogenannte

*shutter* vor den Zellenöffnungen können innerhalb von Zehntelsekunden den Gasfluß einzelner Zellen ein- oder abschalten und ermöglichen bei typischen Wachstumsgeschwindigkeiten um 1 Monolage/s eine atomlagenweise Änderung der Materialkomposition. Die Zellen und *shutter* sind dicht beieinander montiert, um im Zusammenspiel mit der rotierenden Probe eine hohe Schichtdickenhomogenität zu gewährleisten. Je nach Anforderung kann die Anlage mit III-V-, II-VI-Material, n- und p-Dotierstoffen bestückt werden.

## 4.2 Aufbau der verwendeten MBE-Anlage

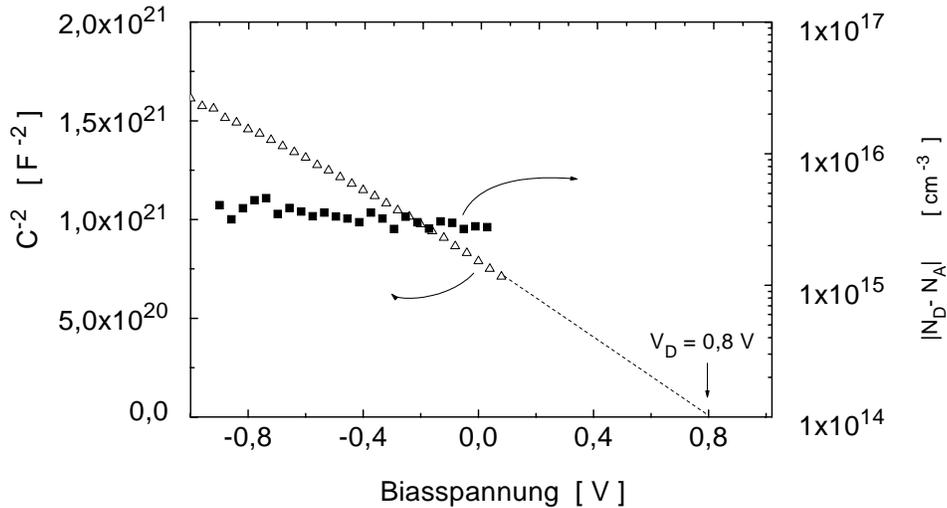
Die verwendete MBE ist ein Riber 32P System für 3" III-V-Halbleiterepitaxie (Abb.4.1). Die Effusionszellen sind mit Si, As, Ga, Al und In bestückt. Das Pumpsystem besteht aus einer PI-400 Ionenpumpe (Pumpleistung: 400 l/s, Enddruck:  $10^{-12}$  mbar), einem Titansublimator Typ 304, einer CTI LHe-Cryopumpe und großflächigen, mit  $\text{LN}_2$  gefüllten Kühlschilden an den Kammerinnenwänden und vor den Zellenports. Der Restgasdruck der MBE-Kammer wird mit einem Bayard-Alpert-Vakuummeter JBA12I (Meßbereich:  $10^{-3} - 2 \cdot 10^{-11}$  Torr) gemessen und liegt im Grenzbereich des Drucksensors bei  $2 \cdot 10^{-11}$  Torr. Der Probenmanipulator ist mit einer Flußmeßröhre und einer rotierbaren 3"-Probenhalterung bestückt. In der Standardwachstumsposition ist der Manipulator genau zwischen den oberen As-Zellen und der unteren Ga- bzw. Al-Zelle ausgerichtet. Die verwendeten 3"-Molybdän-Probenhalter sind für eine indiumfreien Montage von 2" Wafern konzipiert. Eingebaute Wafer werden über die Rückseite strahlungsbeheizt. In die Heizung ist ein Thermoelement integriert, mit dem Rückschlüsse auf die tatsächliche Probenoberflächentemperatur gezogen werden können. Zusätzlich stehen ein 0,2 mm dickes 2"-Molybdänblech und spe-



**Abb. 4.1 :** Schematische Darstellung der RIBER 32 P MBE Anlage mit der an das Transfermodul adaptierten Ätzkammer.

zielle 2"-Molybdänhalterungen zur Verfügung, die geviertelte 2"-Wafer oder 0,3 bzw. 0,7 mm dicke Molybdänbleche aufnehmen können. Auf die Molybdänbleche können mehrere Waferstücke mit Indium aufgeklebt werden. Die Restgasanalyse wird mit einem Massenspektrometer QX 2000 der Firma Leybold (minimaler Partialdruck:  $6,7 \cdot 10^{-12}$  Torr) durchgeführt. Zur *in-situ* Analyse der Probenoberfläche wird ein 12 kV RHEED-System der Firma STAIB EK-12-R eingesetzt.

Um Aussagen über den Einfluß des vorhandenen Restgases in der verwendeten MBE-Anlage am Institut für Angewandte Physik, Hamburg, auf die Schichtqualität machen zu können, wurde eine nominell undotiert gewachsene GaAs-Probe mit geschlossenem *shutter* vor den heißen Si- und Al-Zellen hergestellt und mit CV-Spektroskopie vermessen (Abb. 4.2). Die Probe zeigt ein p-Dotierverhalten, vermutlich durch den Einbau von Kohlenstoff verursacht. Dieser Effekt wurde schon von Swaminathan et al. [104] in UHV-Systemen anhand von Photolumineszenz-Messungen beobachtet und wird auf Kohlenstoffemission aus heißen Filamenten zurückgeführt. Die effektive Störstellendichte beträgt  $3 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ . Die Interpolation der  $C^{-2}(V)$ -Kurve auf die Abzisse würde eine Diffusionsspannung von 0,8 V ergeben (siehe Kapitel 7.2, woraus sich eine unrealistisch hohe Schottky-Barriere von 0,9 V ergibt). Die leicht konkave Wölbung der  $C^{-2}(V)$ -Kurve läßt auf die Anwesenheit sowohl flacher als auch tiefer Akzeptoren schließen.



**Abb. 4.2:** CV-Messung an einem Al-Kontakt auf  $6 \mu\text{m}$  nominell undotiert gewachsenem GaAs. Die Probe zeigt p-Typ-Verhalten. Die offenen Dreiecke zeigen die reziproke  $C^2$ -Kurve in Abhängigkeit von der Biasspannung. Die Interpolation der  $C^{-2}(V)$ -Kurve schneidet die Abzisse (gestrichelte Linie) bei dem Wert der Schottky-Kontakt-Diffusionsspannung  $V_D = 0,8 \text{ V}$ . Die vollen Quadrate zeigen die Netto-Dotierstellendichte  $N_{eff} = |N_D - N_A|$  in Abhängigkeit von der Biasspannung. Der Spannungsbereich von 0,1 bis 0,8 V entspricht einer Breite der Raumladungsträgerverarmungszone von 600 bis 800 nm. Die Messung wurde bei einer Temperatur von 300 K mit einer Meßfrequenz von 1 MHz durchgeführt. Die Kontaktgröße beträgt  $1,96 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2$ .

ßen, wie es durch eingebauten Kohlenstoff verursacht werden kann. In diesem Fall ist eine einfache Interpolation der  $C^{-2}(V)$ -Kurve auf die Abzisse unzulässig und würde zu dem beobachteten leicht überhöhten Wert für  $V_D$  führen. Da eine CV-Messung nur die effektive Dotierdichte  $N_{eff} = |N_D - N_A|$  mißt, ist eine teilweise Kompensation der Dotierstoffe nicht ausgeschlossen.

### 4.3 Wachstumsprozeß

Beim epitaktischen MBE-Wachstum von GaAs müssen die Substratoberflächentemperatur, die Materialflüsse und die Substratorientierung aufeinander abgestimmt sein. Bereits oberhalb von  $\sim 663^\circ\text{C}$  (ohne As-Gegendruck) sublimiert As nichtkongruent aus dem Kristallgefüge heraus und führt zur Bildung flüssiger Ga-Tröpfchen auf der Oberfläche [105]. Ab  $800^\circ\text{C}$  beginnt der thermische Ätzbereich von GaAs. Unterhalb von  $500^\circ\text{C}$  ist die Dissoziation der  $\text{As}_4$ -Moleküle zu  $\text{As}_2$  auf der Probenoberfläche unzureichend und es kommt zum Einbau großer As-Cluster ins Kristallgefüge beim MBE-Wachstum [106].

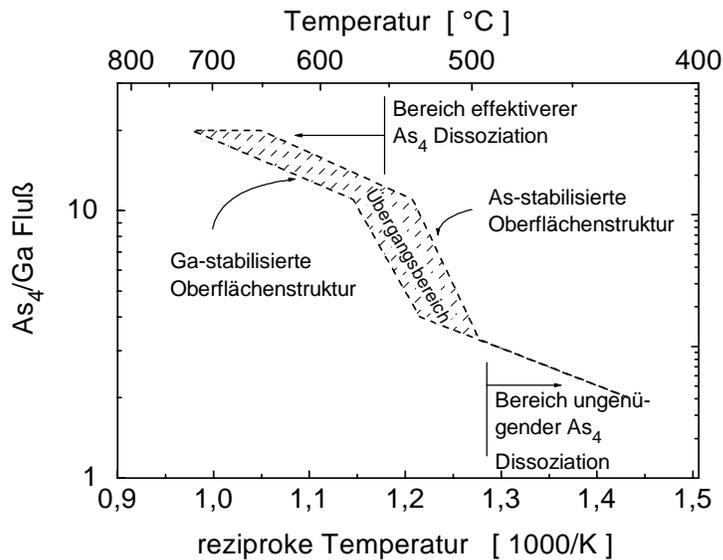
Das schichtweise Lagenwachstum (Frank-van der Merwe Wachstumsmodus) bei  $T \sim 600^\circ\text{C}$  auf einer  $(2 \times 4)$  rekonstruierten GaAs-Oberfläche besteht aus einer Reihe von mehreren Unterprozessen:

- Adsorption der auftreffenden  $\text{As}_4$  Moleküle (*precursor* Zustand: Physisorption über van der Waals-Kräfte)
- Dissoziation von  $\text{As}_4$  zu  $\text{As}_2$
- Oberflächenmigration der Atome und Desorption ungebundener Atome
- Chemische Reaktion zwischen den Bindungspartnern (chemisorbierter Zustand)
- Einbau der Atome in das Oberflächengefüge
- Diffusionsprozesse

Die Dynamik der einzelnen Prozeßabläufe während des Wachstums ist komplex und bis heute nicht vollständig verstanden. Die Chemisorbtion von Arsen verläuft nach dem Modell von Joyce und Foxon über einen *precursor*-Zustand von zwei  $\text{As}_4$ -Molekülen auf der Oberfläche zu je zwei  $\text{As}_2$  Molekülen unter Beteiligung eines Ga-Atoms mit anschließender Desorption eines  $\text{As}_4$  Moleküls [107]. Dieses Modell erklärt auch den maximal möglichen Einbaukoeffizienten von 0,5 für  $\text{As}_4$  gegenüber dem von  $\sim 1$  für Ga und Al. Nach einer Diffusion der Adatome oder GaAs-Moleküle auf der Oberfläche erfolgt anschließend der Einbau an energetisch bevorzugten Plätzen. Dies können bereits bestehende Wachstumsstufen oder spontan neugebildete Wachstumsinseln (zweidimensionale Keimbildung) sein. Es kommt zur Bildung immer größer werdender, stetig zusammenwachsender Inselbereiche, wobei mit geringerer Dichte der Wachstumsstufen die Keimbildungsrate ansteigt [108]. Diese Art des zweidimensionalen Inselwachstums hat eine zwischenzeitliche Aufrauung der Oberfläche zur Folge, die in Form von

RHEED-Oszillation gemessen werden kann und gleichzeitig der Wachstumskontrolle dient [109].

Hochbewegliche Elektronensysteme auf GaAs-Basis werden heutzutage standardmäßig unter arsenreichen Wachstumsbedingungen und in einem Temperaturbereich von  $570^\circ\text{C} < T_{\text{Substrat}} < 630^\circ\text{C}$  hergestellt (siehe Abb. 4.3). In diesem Fall haben die Ga-Atome genügend freie As-Bindungspartner zur Verfügung und werden praktisch zu 100% ins Kristallgitter eingebaut. Nicht eingebautes As desorbiert wieder von der Oberfläche. Als optimal hat sich eine Wachstumsrate um  $1\ \mu\text{m}/\text{h}$  erwiesen, die ausreichend Zeit zur Moleküldiffusion auf der Oberfläche zur Herstellung glatter Oberflächen gewährleistet bei gleichzeitig geringem Fremdstoffeinbau aus dem Anlagenhintergrundgas.



**Abb. 4.3:** Darstellung des  $\text{As}_4/\text{Ga}$ -Flußratenverhältnisses als Funktion der Temperatur auf (100)-Oberflächen. Der Ga-Fluß auf das Substrat beträgt  $8 \cdot 10^{-7}$  Torr und führt zu einer Wachstumsrate von  $1\ \mu\text{m}/\text{h}$  [110].

#### 4.3.1 Oberflächenrekonstruktion und -diffusion

Während des MBE-Wachstums bildet sich auf einer GaAs-Oberfläche eine regelmäßige Anordnung der Oberflächenatome aus, die von der Volumenanordnung des Kristallgitters abweicht. Diese Rekonstruktion wird durch die Hybridisierung der Oberflächenatome gebildet und läßt sich als  $(m \times n)$ -fache Überordnung des Kristallgitters klassifizieren und kann mit niedrigenergetischer Elektronenbeugung (z. B. RHEED) beobachtet werden. Unter As-Gegendruck besteht die letzte Atomlage des Übergitters auf einer (100)-Oberfläche ausschließlich aus As-Atomen. Däweritz et al. haben auf  $2^\circ$  gekippten (100)-Oberflächen in einem Temperaturbereich von  $320^\circ\text{C}$  bis  $800^\circ\text{C}$  und einem  $\text{As}_4/\text{Ga}$ -Flußratenverhältnis von 0,8 bis 100 insgesamt 14 verschiedene Oberflächenrekonstruktionen beobachten können. Der Übergang von einer Rekonstruktion zu einer benachbarten ist durch die Wachstumsparameter einstellbar. In Abhängigkeit von den

Wachstumsbedingungen gibt die Oberflächenrekonstruktion einen ersten Anhaltspunkt über die angestrebte Oberflächenordnung.

Die Bewegung der Atome auf der Oberfläche vollzieht sich in zwei unterschiedlichen Bindungszuständen. Zuerst erfolgt eine Migration der auftreffenden Atome im physisorbierten Zustand. Auf einer arsenterminierten Oberfläche bei  $T \sim 600^\circ\text{C}$  beträgt die Migrationslänge von  $\text{As}_4$  ca. 10 nm bis zur chemischen Bindung an einen Reaktionspartner bzw. bis zur Desorption [109]. Im chemisorbierten Zustand werden die Platzwechsel während der Adatomdiffusion stärker von der energetischen Ordnung der Oberflächenstruktur beeinflusst. Adatom-Diffusionslängen werden entweder durch RHEED-Messungen oder über die Bildung von Facetten an Strukturkanten bestimmt. Die Ergebnisse beider Verfahren zeigen tendenziell das gleiche Verhalten, quantitativ weichen die Daten aber stark voneinander ab. Die Ga-Diffusionslänge entlang der Arsenoberflächendimere in  $[0\bar{1}1]$ -Richtung ist gegenüber der  $[011]$ -Richtung um Faktor 4 größer und beträgt z. B. bei  $560^\circ\text{C} \sim 8 \mu\text{m}$ . Die obersten Arsenatome belegen zum Teil Galliumgitterplätze. Mit geringerem Arsenangebot nimmt die obere Arsenbedeckung ab und es entstehen vermehrt Einbaumöglichkeiten für Ga- und Al-Atome. Dies hat eine Abnahme der Diffusionslängen zur Folge [111, 112]. Bei steigender Temperatur dagegen nimmt die Wahrscheinlichkeit für einen Gitterplatzwechsel und somit die Atomdiffusionslänge wieder zu.

#### 4.3.2 Siliziumeinbau in Abhängigkeit von der Oberflächenorientierung

Der Einbau von Silizium ins GaAs-Gitter wird durch die Kristallorientierung, die Oberflächentemperatur und das  $\text{As}/(\text{Ga-Al})$ -Flußratenverhältnis bestimmt. Bei typischen Wachstumstemperaturen um  $600^\circ\text{C}$  für hochbewegliche Proben ist der Einbaukoeffizient von Silizium ins Kristallgitter gleich eins.

Ob Si als Donator oder Akzeptor eingebaut wird, hängt in erster Linie von der Oberflächenterminierung ab. Auf (100) Oberflächen wird Si unter arsenreichen Wachstumsbedingungen bis zu einer Atomdichte von ca.  $5 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  allein an As-Atome gebunden und somit auf Ga-Plätzen eingebaut. Bei einem höheren Si-Fluß wird Si zu gleichen Teilen auf Ga- und As-Plätzen eingebaut. Dies hat zur Folge, daß sich die Ladungsträger in diesem Fall kompensieren und die freie Elektronendichte nicht weiter zunimmt. Si wird auf einem Ga-Platz (III. Hauptgruppe) Donatorverhalten, auf einem As-Platz (V. Hauptgruppe) Akzeptorverhalten zeigen. Der Si-Einbau in  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  ist kristallographisch betrachtet ähnlich wie beim GaAs, lediglich die Höhe der Aktivierungsenergie variiert. Dies wurde in Kapitel 2 bereits ausführlich diskutiert.

Der Einbau von Si-Atomen auf polaren A- (Ga terminiert) oder B-Oberflächen (As terminiert) unter normalen Wachstumsbedingungen ( $\text{As}_4/\text{Ga}$ -Flußratenverhältnis  $\gg 1$ ) erfolgt durch Bindung an As- oder Ga-Oberflächenatome und somit zur Besetzung eines Ga bzw. As Gitterplatzes. Unter arsenreichen Wachstumsbedingungen wird Si deshalb auf (n11)B-Flächen ( $n \leq 1$ ) immer an ein As-Atom gebunden und somit auf einen Ga-Platz eingebaut werden. Dies führt zu n-leitenden Schichten. Auf einer (111)A-Fläche dagegen stehen allein Ga-Bindungspartner zur Verfügung. In diesem Fall wird Si auf As-Plätzen eingebaut

und führt zu p-leitenden Schichten. Zu höher indizierten (n11)A-Flächen ( $n > 1$ ) hin, nimmt das Verhältnis von einem losen Bindungsarm in Richtung Oberfläche zu zwei losen Bindungsarmen zu (siehe Anhang B, Abb. B.1). Allgemein gilt:

$$\frac{\text{Atome mit zwei freien Valenzbindungen}}{\text{Atome mit einer freien Valenzbindung}} = \frac{n-1}{2} \quad n \geq 1 \quad (4.1)$$

Watanabe et al. haben festgestellt, daß auf (n11)A-Oberflächen Silizium bei  $n = 1, 2, 3$  überwiegend auf As-Plätzen eingebaut wird und zu p-leitenden Schichten führt [113]. Gilt  $n > 3$ , werden unter arsenreichen Bedingungen vermehrt As-Atome an die doppelten Valenzen der Ga-Atome gebunden. Dem Si stehen in diesem Fall weniger Ga- aber vermehrt As-Bindungspartner zur Verfügung, so daß der Einbau überwiegend auf Ga-Plätzen erfolgt und zu n-leitenden Schichten führt. Für  $n \rightarrow \infty$  folgt aus Gleichung (4.1) die (100)-Oberfläche mit zwei Bindungsarmen in Oberflächenrichtung.

Die unpolaren {110}-Typ-Oberflächen besitzen eine gleich große Anzahl von Ga- und As-Atomen mit jeweils 2 offenen Valenzbindungen. Je nach Oberflächentemperatur und III/V-Flußratenverhältnis können auf ihr n- oder p-leitende Schichten hergestellt werden.

In Tabelle 4.1 sind die diskutierten Ergebnisse nochmal zusammengefaßt dargestellt.

Oberflächenorientierung	Typ der freien Ladungsträger (Wachstumsbedingungen)
(100)	n (As reich)
(100)	p (Ga reich)
(111)A	p
(211)A	p
(311)A	p
(n11)A $n > 4$	n
(n11)B $n > 0$	n

**Tab. 4.1:** Zusammenstellung des resultierenden Ladungsträgertyps beim (Al)GaAs:Si Halbleiterwachstum unter arsenreichen Wachstumsbedingungen (wenn nicht anders vermerkt) nach Wang et al. [113].

# Kapitel 5

## Kontamination und Kristalldefekte

In diesem Kapitel werden mögliche Verunreinigungen und Kristalldefekte diskutiert, die entweder direkt durch einen Ätzprozeß oder indirekt durch einen Überwachungsprozeß in das Kristallgefüge induziert werden können. Da ein Hauptziel des Projektes die Vermeidung von Grenzflächendefekten ist, stellt das Studium der Defektursachen sowie deren Auswirkungen auf das Elektronensystem eine zentrale Voraussetzung zur Defektminimierung dar. Die gewonnenen Erkenntnisse sind wichtig für die spätere Gestaltung eines geeigneten Probedesigns. In den nächsten Abschnitten werden die drei prinzipiell relevanten Defekttypen diskutiert:

- Der intrinsische Einbau von Verunreinigungen in das Kristallgitter
- Oberflächennahe Schädigungen des Kristallgitter durch einen trockenphysikalischen bzw. -chemischen Ätzprozeß
- Durch Oberflächenschäden induzierte Wachstumsdefekte

### 5.1 Verunreinigungen

Zu den typischen Verunreinigungen von MBE-gewachsenen Proben zählen Wasserstoff, Sauerstoff und Kohlenstoff aus der Restgasatmosphäre der Kammer und aufgeschwemmte Verunreinigungen von der Originaloberfläche der Proben. Bei kontinuierlich gewachsenen GaAs-Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As-Schichten ist deren Konzentration im Normalfall  $< 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ . Dagegen führen bereits Wachstumsunterbrechungen von einigen Sekunden zu einer meßbaren Kontamination der Zwischenschicht durch Fremdatome aus dem Hintergrunddruck der Kammerrestgasatmosphäre (siehe auch Kap. 8.3).

Wird die Probenoberfläche einem *in-situ* Trockenätzprozeß ausgesetzt, können Verunreinigungen aus den Ätzgasen die Oberfläche zusätzlich kontaminieren. Speziell Chlorgas ist zum einen kommerziell nur bis zu einer Reinheitsklasse von 5.0 erhältlich und kann zum anderen aufgrund seiner Reaktivität Verunreinigungen aus der Gasversorgung an sich binden und damit die Probe

kontaminieren. Die Reinheit der Ätzgase kann durch vorheriges Ausheizen des Equipments und Spülen der Leitungen verbessert werden. Detaillierte Angaben zu diesem Prozessschritt finden sich in der Arbeit von C. Klein [94].

Fremdatome können auf vielfältige Weise in das Gitter eingebaut werden. Kohlenstoff z. B. wird als Akzeptor eingebaut und reduziert die mögliche freie Ladungsträgerdichte durch Kompensation der Elektronen. Sauerstoff dagegen wird als tief unterhalb des Leitungsbandes eingebaute Elektronenfängstelle angesehen, die mehrere Elektronen aufnehmen kann, bis das Störstellenniveau energetisch unterhalb des Fermi-Niveaus liegt. Von Wasserstoff wird angenommen, daß es komplexe Bindungen mit Akzeptor- und Donatoratomen eingeht, sie absättigt und somit ebenfalls die mögliche freie Elektronendichte reduziert [114]. Bei einer hohen Anzahl von Fremdatomen kann es zu einer Clusterbildung kommen, die wiederum zusätzliche Defektniveaus induziert. Von den meisten Fremdatomen ist nicht genau bekannt, welche Defektniveaus sie in einem Halbleiter verursachen können.

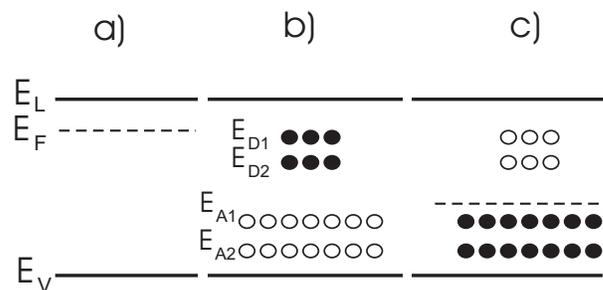
## 5.2 Schädigungen durch einen Trockenätzprozeß

In Kapitel 3.2.2 wurde diskutiert, daß bei einem stöchiometrischen CGE-Ätzprozeß keine Tiefenschädigung des Halbleitermaterials zu erwarten ist, da sich der Reaktionsprozeß zwischen GaAs und Chlor bei  $T > 20^\circ\text{C}$  auf die oberste Atomlage beschränkt. Chlorrückstände auf der Probenoberfläche verdampfen spätestens beim Aufheizen der Probe auf typische MBE Wachstumstemperaturen.

Dagegen kann bei einem IBE- oder CAIBE-Prozeß eine Tiefenschädigung durch den Impulsübertrag energiereicher Teilchen nicht ausgeschlossen werden. Die Amorphisierung kristalliner Schichten durch den Einfall hochenergetischer Teilchen in den Halbleiter ist seit langem aus der Hochenergiephysik bekannt. Die Restschäden eines Ionenimpakts im sub-keV-Bereich sind dagegen wenig erforscht. Vaseashta et al. haben mit DLTS eine Vielzahl von tiefen Störstellen in 1000 eV geätzten GaAs gemessen, die eine hohe Defektdichte implizieren [92]. Gnaser hat in LEED-Messungen auf mit  $E_{Ar^+} < 1 \text{ keV}$  geätzten (110) GaAs-Oberflächen keine Amorphisierung mehr beobachtet können [115]. Allerdings zeigen sich in *electron energy-loss spectroscopy* (EELS) Messungen der Oberflächenzustandsdichte bis zur Auflösungsgrenze von 200 eV noch Kristalldefekte. Nach einem Argonionenbeschuß der (110)-GaAs-Oberfläche mit  $E_{Ion} \geq 200 \text{ eV}$  konnten Gnaser et al. mit EELS und AES eine Arsenverarmung der Oberfläche (Ga-Dichte/As-Dichte = 1,25) feststellen, die zu höheren Ätztemperaturen geringer wird und bei 730 K ganz verschwindet [116]. Pearton et al. haben bei Ar-Ionenenergien um 200 eV eine Materialschädigung bis 10 nm unterhalb der Oberfläche beobachtet, in der überwiegend tiefe Akzeptoren entstanden sind. Durch einen Ausheizschritt bei  $500^\circ\text{C}$  konnten die Materialschäden im Rahmen der verwendeten Photolumineszenz-Meßgenauigkeit beseitigt werden [117].

Es ist relativ unwahrscheinlich, daß es unterhalb der Amorphisierung oberflächennaher Schichten bei  $E_{Ion} < 1000 \text{ eV}$  zu einem direkten Übergang zum alleinigen *Absputtern* der Oberflächenatome kommt, ohne weitere Tiefenschäden zu verursachen. Analog dem Auftreten von Strahlungsschäden im Halbleiterkristall

kann es vielmehr zu punktartigen Defekten in Form von aus dem Atomverband herausgelösten Ga- oder As-Atomen kommen. Matare gibt für die Bildung eines offenen Bindungspaares in einem Ionenkristall Energien um 2 eV an [118]. 8 bis 10 eV reichen demnach aus, um ein Ga- oder As-Atom aus dem Gitterverband herauszulösen und somit eine Gitterleerstelle (Schottky-Defekt) mit vier losen Bindungsarmen (*vacancies*) und einem Atom auf einem Zwischengitterplatz zu bilden (Frenkel-Defekt). Da beide Defekte eine geringe Gitterverspannung verursachen, benötigen sie laut Matare nur eine Energie  $< 1$  eV zu einem Gitterplatzwechsel. Dadurch wird der von Pearton et al. beobachtete Effekt erklärt, daß bei einem Ausheizprozeß sich beide Defekte gegenseitig auslöschen. Ein geringer Teil der Defekte kann möglicherweise durch Diffusion tiefer in das Material eindringen. In diesem Fall bleiben akzeptorartige Ga- oder donatorartige As-Atome auf Gitterzwischenplätzen bzw. akzeptor- oder donatorartige Gitterfehlstellen im Kristall bestehen. Die Art und Anzahl der resultierenden Ladungszustände und Energieniveaus hängt zusätzlich noch von der Energiebandlücke ab und ist schwer zu berechnen. Abbildung 5.1 zeigt beispielhaft das Absenken des Fermi-Niveaus durch eingebrachte Defektstellen. Es besteht die Möglichkeit, daß ein Ga- oder As-Atom auf einem Zwischengitterplatz genau so viele Energieniveaus ausbildet, wie die hybridisierte Gitterfehlstelle Akzeptorzustände, so daß insgesamt ein lokaler Ladungsträgerausgleich stattfindet. Von n-leitendem Germanium ist bekannt, daß es durch Strahlungsschäden p-leitend wird, während n- oder p-leitendes Silizium sich nach einem hochenergetischen Strahlungsbeschuß intrinsisch verhält [118]. Singer et al. beobachten bei einem Argonionenbeschuß mit 500 eV und Orrman-Rossiter mit 150 eV eine Arsendiffusion zur (100)-GaAs-Oberfläche hin [119, 93]. Dies kann als Indiz dafür gesehen werden, daß hauptsächlich As durch Ionenbeschuß aus dem Kristallgefüge gelöst wird. Von *low-temperature* MBE-GaAs ist bekannt, daß überschüssiges As im Kristall zu Energieniveaus in der Energiebandmitte oder darunter führt



**Abb. 5.1 :** Darstellung möglicher, durch einen trockenphysikalischen Ätzprozeß induzierte Defektniveaus  $E_D$  und  $E_A$  in einem n-Halbleiter. Der Übersicht wegen sind die flachen Donatorniveaus nicht miteingezeichnet. **a)** Lage des Fermi-Niveaus in der Energiebandlücke des Halbleiters ohne tiefe Störstellenniveaus. **b)** Eingebrachte Defektniveaus: Schwarze Kreise entsprechen mit Elektronen besetzter Donatoren, weiße Kreise entsprechen unbesetzte Akzeptorzustände. **c)** Halbleiter im neuen thermischen Gleichgewicht mit einem energetisch abgesunkenem Fermi-Niveau. Die Donatorniveaus sind nun unbesetzt, die Akzeptorniveaus dagegen besetzt. Die Zahl freier Ladungsträger hat in diesem Fall deutlich abgenommen.

[120]. In diesem Fall hätte sowohl das As auf einem Gitterzwischenplatz als auch die entstandene Gitterfehlstelle Akzeptorcharakter. Die Folge wäre eine Verarmung von freien Elektronen um einen ionengeätzten Bereich herum, was auch typischerweise in Messungen beobachtet wird. Yu et al. haben mit DLTS-Messungen an mit Argonionen geätzten GaAs-Grenzflächen drei Defektniveaus bei  $E_{Ion} = 60$  eV beobachtet, die erst bei einer Ionenenergie von  $E_{Ion} < 10$  eV nicht mehr auftraten [121].

Wenig bekannt ist über den Einfluß von Argonatomen im GaAs-Kristallgitter auf die elektrischen Eigenschaften eines Elektronensystem. Argonatomen auf Gitterzwischenplätzen können z. B. durch einen Ar-Ionenätzprozeß in einen Kristall eingebracht werden. Es gibt Vermutungen, daß Ar durch einen *channeling*-Effekt entlang der Hauptkristallachsen tief in das GaAs-Gitter eindringen kann. Ob die z. B. von Pearton et al. in Photolumineszenz gemessene Verringerung der Signalintensität auf den Einfluß des Argons oder auf einen der oben diskutierten Ätzdefekte zurückzuführen ist, läßt sich nur schwer auseinanderhalten.

### 5.3 Vom Ätzprozeß induzierte Wachstumsdefekte

In diesem Projekt sollen durch das epitaktische Überwachsen der Grenzfläche die Elektronenfangstellen an der Oberfläche von den elektrisch aktiven Bereichen entfernt werden. Es stellt sich die Frage, welche Wachstumsschäden von einer gering geschädigten Unterlage ausgehen können, welche Orientierung sie dabei im GaAs-Kristall annehmen und inwiefern sie Elektronenfangstellen darstellen. Die Entstehung von Korngrenzen ist bei einer gering geschädigten (100)-Unterlage ausgeschlossen und wird im weiteren nicht näher diskutiert. Ziel dieser Diskussion ist es, die Frage zu klären,

Die Stufenversetzung<sup>1</sup> ist ein typischer Liniendefekt in Halbleiterkristallen und besteht aus einer zusätzlichen Gitterebene in einem Teilbereich des Kristalls. Stufenversetzungen, die in der Oberfläche enden, können durch eine Defektstellenätze lokalisiert werden. Entlang dem Rand einer Stufenversetzung befindet sich eine Kette loser Atombindungsarme. Versetzungen können durch mechanische Einwirkung nachträglich in einen Halbleiterkristall eingebracht werden. Beim nicht gitterangepaßtem Wachstum dienen Versetzungen dazu, die unterschiedlichen Gitterkonstanten zweier Schichtsysteme auszugleichen. Inwiefern Stufenversetzungen beim epitaktischen, gitterangepaßten Überwachsen strukturierter Unterlagen auftreten, ist unklar. Oberflächenkontaminationen oder lokale Kristallschädigungen dagegen sind typische Ursprünge für Versetzungen. Eine Oberflächenbedeckung mit Kohlenstoff  $> 10\%$  oder Oxidreste aus einer unvollständigen Desorption können Liniendefekte initiieren. Stirland et al. diskutieren die möglichen Orientierungen von Liniendefekte im GaAs-Kristall [122]. Am wahrscheinlichsten ist ein Verlauf der Defektlinie entlang der Hauptkristallrichtungen  $[011]$  oder  $[0\bar{1}1]$ . Je nachdem, ob die eingeschobene Fläche in der Versetzung Ga- oder As-terminiert ist, besitzt die Linienversetzung einen positiven bzw. negativen Ladungscharakter. Aus diesem Grund üben Stufenversetzungen einen starken Einfluß auf das Elektronensystem aus.

---

<sup>1</sup>engl.: dislocation

Ein weiterer Defekt, der typischerweise durch Oberflächenkontamination hervorgerufen wird, sind die sogenannten Zwillingings-Stapelfehler. Zwillinge sind abrupte Wechsel in der Stapelreihenfolge eines Kristalls und stellen eine Spiegelfläche zweier Kristallschichten dar. Beim GaAs-Wachstum sind die  $\{111\}$ B-Facetten gegenüber den  $\{111\}$ A-Facetten die bevorzugten Zwillingingsflächen. Zwillingingsflächen besitzen aufgrund der geringen Gitterverspannung eine niedrige freie Energie. Sie verursachen deshalb nur eine geringe Energiebanddeformation und induzieren keine Defektniveaus in der Energiebandlücke [118].

## Kapitel 6

# Strukturierung mit Kontaktlithographie

Eine laterale Substratstrukturierung im sub- $\mu\text{m}$ -Bereich ist mit einem Standardprozeß z.B. aus Photolithographie und anschließendem trockenphysikalischen Ätzen nicht ohne weiteres möglich. Es sind in den letzten Jahren einige Techniken und Prozeßabläufe entwickelt worden, die Strukturgrößen bis hinunter zu 10 nm zugänglich machen. Diese Techniken besitzen jeweils unterschiedliche Vor- und Nachteile, die den jeweiligen Anwendungsbereich limitieren.

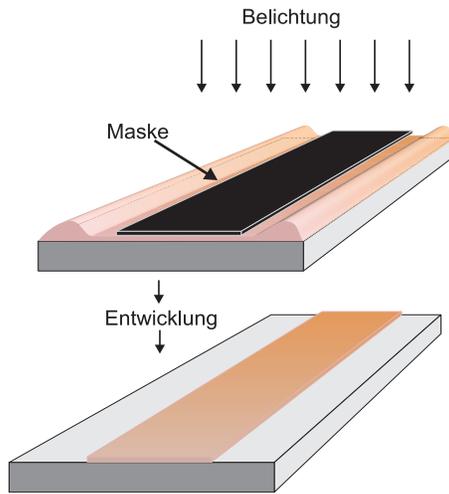
Eine oftmals eingesetzte Technik zur Herstellung niederdimensionaler Systeme ist die Laserholographie. Zwei geteilte, monochromatische Laserstrahlen wird über einer mit Photoresist belackten Probe zur Interferenz gebracht und führt nach dem Entwicklungsprozeß zu einem periodischen Lackstreifenmuster auf der Probe. Allerdings ist diese Technik mit einem erheblichen Justageaufwand verbunden. Die großflächigen, periodischen Strukturen sind hauptsächlich für optische Anwendungen geeignet. Vielseitiger, aber noch aufwendiger, ist die Elektronenstrahlolithographie. Hier lassen sich beliebige Muster bis zu 10 nm Größe in einen auf Elektronenimpakt sensitiven Resist übertragen. Für industrielle Produktionszwecke und Forschungsprojekte mit hohem Probandurchsatz ist diese Technik wenig geeignet und wurde deswegen in dieser Arbeit auch nicht eingesetzt.

In Kapitel 6.1 wird eine Belichtungstechnik beschrieben, bei der mittels Kontaktlithographie an einem herkömmlichen Maskaligner Lackstege mit einer Breite kleiner 350 nm hergestellt werden können. Mit einem naßchemischen Ätzprozeß in einer Zitronensäurelösung wird anschließend die Struktur ins Substrat übertragen. Der Winkel der Seitenfacetten läßt sich dabei in bestimmten Grenzen variieren, wie in Kapitel 3.1.2 ausführlich beschrieben wurde. Die Ätztiefe und die Verringerung der lateralen Strukturbreite durch das Unterätzen der Maske müssen dabei aufeinander abgestimmt werden.

Der große Vorteil einer photolithographischen Maske liegt darin, verschiedene Strukturen auf einer Probe in einem Arbeitsschritt herstellen zu können.

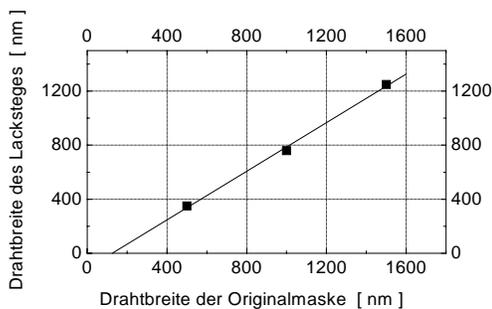
## 6.1 Belichtungs- und Entwicklungsprozess

In der Kontaktlithographie werden die Strukturen einer Maske mit UV-Licht im Wellenlängenbereich um 300 nm in den photosensitiven Lack übertragen. Um mehrere Quadratmillimeter große Masken, auf der sich wiederum Strukturen im sub- $\mu\text{m}$ -Bereich befinden, gleichmäßig in den Photolack übertragen zu können, ist ein homogen aufgeschleudertes Lack erforderlich. Gute Ergebnisse lassen sich dabei mit Schichtdicken zwischen 100 und 200 nm erzielen. Der hier verwendeten 1805 Lack der Firma Shipley mit AZ-*Thinner* 1:1 verdünnt, bei 6000 U/min und einer Rampe von 60 U/s 30 s lang aufgeschleudert, führt zu Lackdicken um 150 nm. Die unvermeidbaren Lackaufwölbungen am Probenrand sind in einem ersten Belichtungs- und Entwicklungsschritt zu entfernen, um einen guten Kontakt zwischen Maske und Photolack herzustellen (siehe Abb.: 6.1). Die sonst



**Abb. 6.1:** Schematische Darstellung zur Beseitigung der Lackaufwölbungen im Probenrandbereich. In einem ersten Belichtungsschritt wird der mittlere Bereich der Probe mit einer rechteckigen Maske abgedeckt und die Ränder 60 s lang mit 275 W UV-Licht belichtet. Nach einer 30 s Entwicklung in Microdeposit Developer 1:1 mit DI-Wasser verdünnt steht ein homogen dicker und unbelichteter Lackbereich für einen zweiten Belichtungsprozess zur Verfügung.

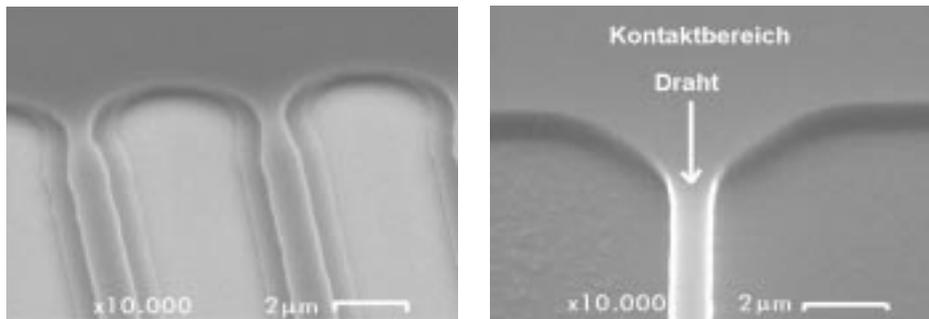
typischen Newtonschen Ringe während der Kontaktlithografie treten nach dieser Vorbehandlung nicht mehr auf. In Abbildung 6.2 sind anhand einer Graphik die erreichten Lackstegbreiten bis zu einer Breite von 375 nm dargestellt. Mit höheren Belichtungs- und Entwicklungszeiten können die Stegbreiten weiter reduziert werden, was aber im Rahmen dieser Arbeit nicht erforderlich war.



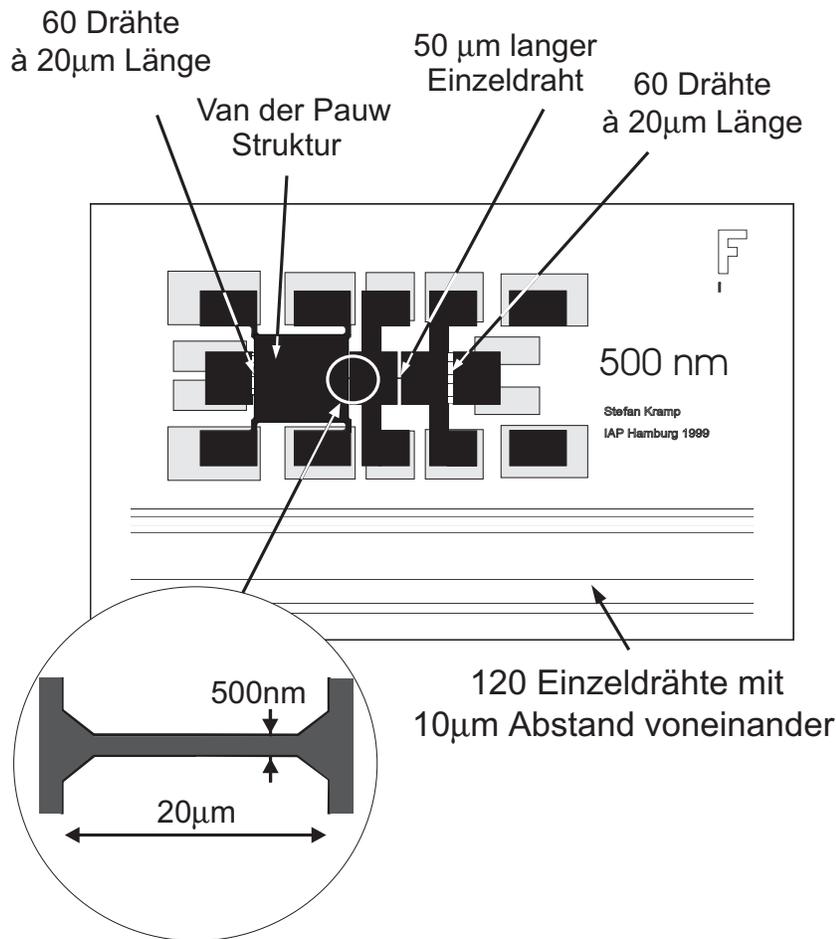
**Abb. 6.2:** Darstellung der erreichbaren Lackstegbreiten bei mit 6000 U/min aufgeschleuderten AZ1805 Lack 1:1 verdünnt, 4 s mit 275 W belichtet und 30 s in Developer 1:1 verdünnt mit DI-Wasser entwickelten Proben. Bei diesen Parametern werden Maskenstrukturen um den Faktor 0,75 schmaler in den Lack übertragen.

## 6.2 Naßchemische Präparation von Einzeldrahtstrukturen

Im sub- $\mu\text{m}$ -Bereich gewinnen Beugungseffekte zunehmend an Bedeutung. Mit den oben genannten Parametern ist die Lackdicke geringer als die verwendete Wellenlänge des Lichtes. Die stehenden Lichtwellen, die sich beim Belichtungsprozeß über der spiegelnden GaAs-Oberfläche im Lack ausbilden, führen zu Interferenzerscheinungen und limitieren eine maßstabsgetreue Abbildung von rechtwinkligen Strukturen. Im Fall von Einzeldrahtstrukturen bilden sich unerwünschte Drahtverengungen im Übergang vom Draht zum 2DEG-Bereich aus (siehe Abb. 6.3, linkes Bild). Bei größeren Lackdicken um 1000 nm und damit geänderten Interferenzbedingungen treten diese Verengungen nicht auf, aber in diesem Fall ist auch die hohe Schichtdickenhomogenität nicht mehr gewährleistet. Im anderen extrem dünner Lackschichten unter 50 nm ist keine Maskenstabilität für den folgenden naßchemischen Ätzprozeß mehr gegeben. Das Problem der Drahtverengungen läßt sich bereits durch den Einbau von einer  $45^\circ$ -Phase in den rechtwinkligen Eckenbereichen der Maske vermeiden. Dies wird anschaulich an dem Beispiel eines typischen Maskendesigns in Abbildung 6.4 dargestellt. Einen mit dieser Maskenstruktur hergestellten Übergang von einem Draht zum Kontaktbereich nach der Maskenentwicklung und anschließendem naßchemischem Ätzprozeß wird in Abbildung 6.3 (rechtes Bild) gezeigt. Es treten keine Einschnürungen mehr auf. Das verwendete Maskendesign aus Abbildung 6.4 ermöglicht eine komplette elektrische Charakterisierung des Ätz- und Überwachsprozesses.



**Abb. 6.3** : REM-Aufnahmen unter  $60^\circ$  Einfallswinkel: Vergleich der Eckenform zweier in ein GaAs-Substrat geätzter Drahtstrukturen im Übergangsbereich zur Kontaktfläche nach dem Belichten und naßchemischen Ätzen. **(links)** Die rechtwinklige Kantenform der Originalmaske wurde aufgrund von Beugungseffekten abgerundet in den Photolack übertragen. Um die Struktur herum ist der nichtentfernte Photolack zu erkennen. **(rechts)** Mit einer modifizierten Maske (siehe Abbildung 6.4) hergestellte Kantenform, die eine  $45^\circ$ -Phase in allen rechtwinkligen Kanten besitzt. Die Kantenform der Originalmaske wird nahezu unverändert in den Photolack übertragen. Auch nach dem naßchemischen Ätzprozeß und Entfernen des Lackes entsteht keine Verengung.



**Abb. 6.4:** Beispiel einer verwendeten Maske mit 500 nm breiten Stegen. Mit schwarz gekennzeichnet sind die Chrombereiche, die als Maske in den Photolack übertragen werden. Mit dieser Art von Maskendesign können im Fall von durchätzten Elektronengasbereichen 6 Strukturen zur Prozeßkontrolle vermessen werden. i) zwei Einzelkontakte zur Kontrolle eines hohen elektrischen Widerstandes bei vollständig durchätzten Ladungsträgerbereichen, ii) ein  $0,5 \times 0,5 \text{ mm}^2$  großes Quadrat um, in van-der-Pauw-Geometrie, das zwei- bzw. dreidimensionale Ladungsträgerverhalten messen zu können iii, iv) 20 bzw. 50 µm lange Einzeldrähte für Vierpunktmessung, v, vi) 60 jeweils 20 bzw. 50 µm lange Einzeldrähte mit 10 µm Abstand zueinander, die in Vierpunktmessung kontaktiert werden können. Mit grau unterlegt ist eine zweite Maske, die zur Herstellung ohmscher Kontakte in einem abschließenden *lift off* Prozeß dient. Die Herstellung der Chrommaske wurde von der Firma DuPont übernommen.

# Kapitel 7

## Elektrische Meßmethoden

Es existieren eine große Anzahl an mehr oder weniger aufwendigen Untersuchungsmethoden, um die Vielfalt der bereits in Kapitel 5.2 angesprochenen Defekte in einem Halbleiterkristall zu untersuchen. Existiert in einem Volumenkristall nur eine Art von Punktdefekt oder Verunreinigung, lassen sich über optische (z. B. Photolumineszenz, Raman-Spektroskopie) und elektrische Meßmethoden (z. B. DLTS) genaue Aussagen über die Störstellendichte und deren energetischer Lage im Energieband machen. Anders herum ist es aber wegen der Fülle potentieller Einbaumöglichkeiten praktisch ausgeschlossen, anhand von Meßergebnissen eine Zuordnung unbekannter Defekte zu bestimmten Meßkennlinien zu treffen. Dies liegt zum einen daran, daß sich Defekte in bisher veröffentlichten Tabellen nur unpräzise einordnen lassen, und zum anderen daran, daß die evaluierten Ergebnisse aus verschiedenen Meßmethoden in der Regel zu leicht unterschiedlichen Werten führen. Im Fall von Grenzflächendefekten kommt erschwerend hinzu, daß sich aufgrund der geringen Signalstärke optische Meßmethoden zur direkten Defektstellencharakterisierung nicht einsetzen lassen.

Großflächige Defekte wie z. B. Cluster oder Stapelfehler können über direktabbildende Meßverfahren (Raster-Elektronenmikroskopie, Transmissions-Elektronenmikroskopie) bestimmt und im Hinblick auf eine mögliche Beeinflussung des Elektronensystems interpretiert werden.

Die Konzentration von Fremdatomen in Grenzflächen läßt sich mit SIMS (*secondary ion mass spectroscopy*) bestimmen. Die Auflösungsgrenze ist von der relativen Atommasse abhängig und beträgt im Volumenmaterial  $10^{17} - 10^{18}$  Atome/cm<sup>-3</sup>. Fremdstoffe, die sich auf einen Grenzflächenbereich beschränken, können als lokaler Anstieg der Meßsignale gemessen werden. Der Einfluß der gemessenen Kontamination auf das Elektronensystem muß indirekt bestimmt werden.

Direkter sind da Meßverfahren, mit denen das elektrische Verhalten eines Schichtsystems und somit der direkte Einfluß von Materialdefekten auf das Elektronensystem gemessen werden. Optische Messungen (FIR) an geätzten und überwachsenen HEMT-Strukturen wurden im Rahmen dieses Projektes von C. Klein durchgeführt [94]. Die Standard-Charakterisierungsmethode zur elektrischen Analyse von Defekten in schwach dotiertem Halbleitermaterial ist die

*deep level transient spectroscopy* (DLTS). DLTS ermöglicht, Aussagen über die energetische Lage und die lokale Konzentration von Defektstellen zu machen. Voraussetzung einer DLTS-Messung ist eine statische Kapazitäts-Spannungsmessung, mit der vorab die effektive Dotierdichte  $N_{eff} = |N_D - N_A|$  bestimmt wird. Besonders sensitiv sind Magnetotransportmessungen an überwachsenen HEMT-Strukturen.

Im folgenden Kapitel wird zu Beginn die für elektrische Messungen notwendige Metallisierung zur Herstellung von ohmschen und gleichrichtenden Kontakten auf GaAs diskutiert. Daran schließt sich ein Überblick über die Funktionsweise von CV- und Magnetotransport-Meßverfahren an.

## 7.1 Metallisierung

Unter Metallisierung versteht man die Aufbringung eines Metalles auf einen Halbleiter zur Herstellung eines elektrischen Kontaktes. In Abhängigkeit vom Halbleiter und dem verwendeten Metall variieren dabei die möglichen Gleich- und Wechselspannungswiderstände im Kontaktbereich [123]. Metall-Halbleiterkontakte lassen sich in drei Klassen sowie deren Mischformen einteilen.

Eine mehr als 20 nm dicke Oxidschicht auf der Oberfläche wirkt wie ein Isolator und unterbindet einen Gleichstromfluß durch den Halbleiter. Dadurch wirkt eine auf das Oxid aufgebrachte Metallschicht als *Gate*, mit dem sich ein elektrischer Potentialabfall im Halbleiter erzeugen läßt.

Schwieriger ist es, einen definierten Stromfluß in einen Halbleiter einzuprägen. Dazu ist ein direkter Kontakt des Metalls zu einer dotierten Halbleiterschicht notwendig, wobei bereits natürliche Oxidschichten eine Minderung der Kontaktgüte darstellen. Es lassen sich ohmsche Kontakte mit linearem Strom-Spannungs-Verhältnis oder gleichrichtende, sogenannte Schottky-Kontakte, herstellen. Durch einfaches Aufbringen eines Metalles auf einen Halbleiter wird in der Regel ein Mischzustand beider Kontaktarten erzielt. Erst wenn Metall und Halbleitermaterial aufeinander abgestimmt werden, können durch entsprechende Probenpräparation gute Kontakte erzielt werden.

In Kapitel 7.1.1 werden die beiden Standardverfahren zur Herstellung eines ohmschen Kontaktes zu einer n-dotierten GaAs-Schicht mit niedrigem Serienwiderstand beschrieben. Daran schließt sich ein Konzept zur Herstellung eines temperatur- und langzeitstabilen Schottky-Kontaktes zu n-GaAs an.

### 7.1.1 Ohmscher Kontakt

Bei einem idealen ohmschen Kontakt zu einem volumendotiertem Halbleitermaterial sollte keine Potentialbarriere zwischen dem Metall und Halbleiter existieren. Praktisch bildet sich für alle Metall-GaAs:Si Kontakte immer eine Potentialbarriere aus, die deshalb möglichst schmal gehalten werden muß. Dies kann zum einen bei der Probenherstellung durch den Einbau einer mit  $N_D > 10^{19} \text{ cm}^{-3}$  hochdotierten oberen GaAs-Schicht erreicht werden. Spannungsunabhängige Tunnelströme durch die Barriere führen dann zu ohmschen Kontaktverhalten [124, 125]. Zum anderen kann nachträglich durch Temperung

eine Dotierung ins GaAs bzw.  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  eindiffundiert werden. Auf diese Weise können auch tiefer gelegene, zweidimensionale Ladungsträgerbereiche ankontaktiert werden. Eine weitere Möglichkeit stellt das Materialintermixing dar. Als weitestgehend zuverlässig hat sich dabei in den letzten Jahren eine Gold(78%)Germanium(12%)-Nickel-Legierung zur Herstellung ohmscher Kontakte etabliert [126, 127, 128]. Minimale spezifische Kontaktwiderstände bis  $r_c \sim 10^{-6} \Omega\text{cm}^2$  können mit dieser Methode erzielt werden [125]. Es ist bis heute nicht vollständig verstanden, welcher physikalischer Prozeß für die niedrige Kontaktwiderstände verantwortlich ist. Aus TEM- und Auger-Elektronenspektroskopie-Untersuchungen ist bekannt, daß sich beim Tempern oberhalb der eutektischen Temperatur von AuGe ( $360^\circ\text{C}$ ) komplexe Halbleiterlegierungen ausbilden [129, 130, 131]. In der Veröffentlichung von Murakami et al. [132] werden verschiedene Modellvorstellungen diskutiert, wie sich aus den AuGe-GaAs-Legierungen ohmsche Kontakte mit geringen Kontaktwiderständen ergeben können. Taylor et al. [133] haben speziell getemperte AuGe-Ni-Kontakte an 2 DEGs in einer HEMT-Struktur untersucht. Sie diskutieren eine Kombination der beiden oben genannten Effekte aus Metallisierung des Halbleiters und Materialintermixing. TEM-Aufnahmen belegen, daß sich nadelförmig Bereiche unterhalb des Metallpads ausbilden, die leitfähige Kanäle zum 2 DEG bilden. Es wird eine minimale Kontaktgröße von  $0,5 \mu\text{m}$  Durchmesser angegeben, die zum Ausbilden der Kanäle erforderlich ist.

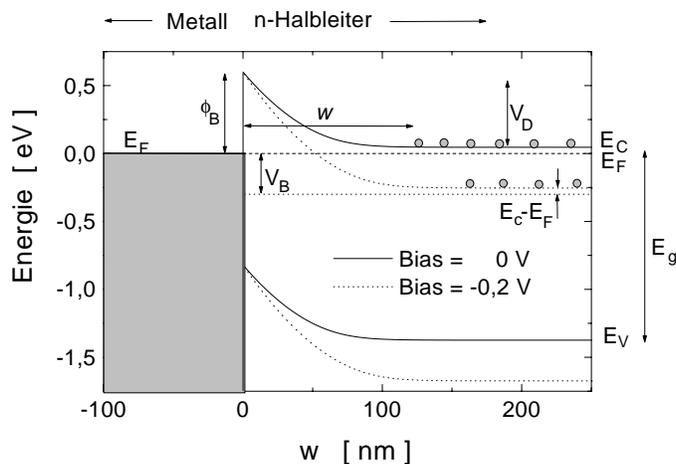
Wesentlich besser verstanden ist die Herstellung ohmscher Indium-GaAs:Si-Kontakte durch Tempern oberhalb der eutektischen Temperatur von InGaAs ( $363^\circ\text{C}$ ). Lakhani [134] schlägt ein Diffusionsmodell von Indium ins GaAs vor. Es stellt sich dabei ein gradueller Anstieg der  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  Molfraktion vom GaAs zum In-Kontakt ein, der im Zusammenspiel mit der um  $0,8 \text{ eV}$  geringeren Bandlücke von InAs gegenüber GaAs die Bildung einer Heterobarriere verhindert. Die erreichbaren minimalen spezifischen Kontaktwiderstände liegen mit  $r_c \sim 10^{-5} \Omega\text{cm}^2$  nur leicht über den von AuGe-Ni-Kontakten [135].

In diesem Projekt wurden sowohl AuGe-Ni-Kontakte (thermisch aufgedampfte Schichten:  $40 \text{ nm Au}(88\%)\text{Ge}(12\%)$ - $4 \text{ nm Ni}$ - $40 \text{ nm Au}(88\%)\text{Ge}(12\%)$ ) als auch In-GaAs:Si-Kontakte hergestellt. Thermisches Einlegieren (1 min bei  $400^\circ\text{C}$ ) der Metallisierung in volumendotierte Schichten führte bei beiden Kontaktarten zu guten und reproduzierbaren Ergebnissen. Als schwieriger erwies sich das Ankontaktieren von 2 DEGs, die je nach Probe zwischen  $70$  und  $400 \text{ nm}$  unterhalb der Oberfläche lokalisiert waren. Typische Längswiderstände von HEMT-Strukturen in Vierpunktgeometrie im Bereich von  $300 \Omega$  bei Raumtemperatur wurden in einigen Fällen beim Abkühlen auf  $4,2 \text{ K}$  hochohmig ( $R > 2 \text{ M}\Omega$ ). Vermutlich waren die Einlegierparameter unzureichend und die ohmschen Kontaktbereiche reichten nur bis zum oberen dotierten  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As:Si}$ -Bereich. Dort verarmen bei geringen Temperaturen die freien Ladungsträger. Durch wiederholtes Nach- bzw. Neulegieren der Proben war es in den meisten Fällen möglich, das 2 DEG zu kontaktieren.

### 7.1.2 Schottky Kontakt

Tritt ein Metall mit einem Halbleiter in Berührung, stellt sich ein thermodynamisches Gleichgewicht der Elektronenverteilung ein und die Fermi-Niveaus gleichen sich an (Abb. 7.1). Die sich ausbildende Potentialbarriere  $\phi_B$  wird dabei im einfachsten Modell durch die Differenz der Austrittsenergien der Elektronen bestimmt:  $\phi_B = \phi_{Metall} - \phi_{Halbleiter}$ . Verunreinigungen, Korngrenzen oder amorphisierte Oberflächen im Kontaktbereich bilden Grenzflächenzustände in der Energiebandlücke. Befindet sich eine hohe Zahl von Grenzflächenzuständen im Kontaktbereich, wird die Barrierenhöhe  $\phi_B$  allein durch das *Fermi level pinning* im Nullpunktpotential des Defektstellenniveaus  $\phi_0$  bestimmt:  $\phi_B = E_G/e - \phi_0$ . Eventuell vorhandene Zwischenschichten aus z. B. wenigen Å dickes natürliches Oxid im Kontaktbereich haben ebenfalls einen sehr komplexen Einfluß auf die Höhe der Potentialbarriere [136]. Bei realen Kontakten handelt es sich meistens um Zwischenformen der oben genannten Kontaktarten. In der Veröffentlichung von Myburg et al. [137] findet sich eine detaillierte Übersicht über praktisch erzielter, *ex-situ*-hergestellter Schottky-Barrierenhöhen von 43 verschiedenen Elementen auf n-GaAs.

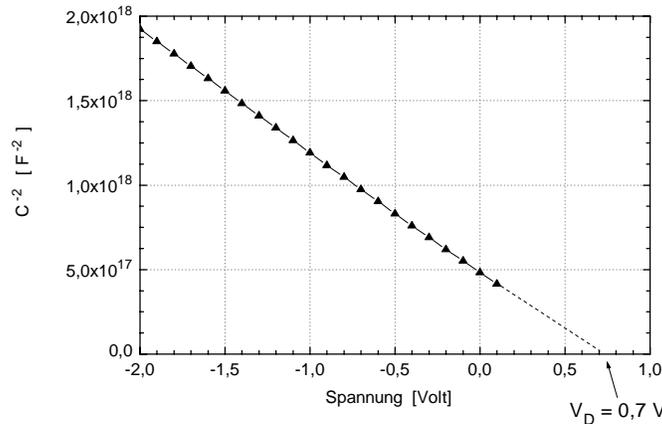
Nahezu perfekte Metall-Halbleiterkontakte ohne natürliche Oxidschichten bzw. Kontamination im Kontaktbereich können durch Niedertemperatur-MBE-Wachsen von Aluminium auf epitaktischem n-GaAs hergestellt werden [138, 139]. Missous et al. [140] vergleichen die von verschiedenen Gruppen erzielten Barrierenhöhen  $\phi_B$  von MBE-gewachsenen Al-GaAs:Si-Kontakten und stellen eine Abweichung der gemessenen Barrierenhöhen im Bereich von 0,66 bis 0,83 eV fest. Sie führen diese Abweichungen auf systematische Fehler zurück, verursacht



**Abb. 7.1 :** Schematische Darstellung des Energiebandverlaufs eines gleichrichtenden Metall-n-Halbleiterkontaktes bei einer Biasspannung  $V_B$  von 0 V und  $-0,2$  V. Eine negative Biasspannung verschiebt die freien Elektronen in den Halbleiter hinein und führt zu breiteren Verarmungszonen  $w$ .

durch das verwendete Equipment der Vakuumsysteme. Dennoch können die verschiedenen Gruppen jeweils ihre Daten reproduzieren, selbst der Einfluß der Kohlenstoffkontamination heißer Filamente in der MBE ist detektierbar. Cho et al. [141] haben festgestellt, daß die Barrierenhöhe von MBE-gewachsenen Al-Kontakten auf As-stabilisierten 0,66 V, dagegen auf Ga-stabilisierten Oberflächen 0,72 V beträgt. Missous et al. [140] haben beobachtet, daß das Abschalten der Cryopumpe und aller Heißfilamente bei der Metallisierung zu reproduzierbaren Ergebnissen von  $\phi_B = 0,77 \pm 0,01 \text{ V}$  bei Al-GaAs:Si und  $\phi_B = 0,64 \pm 0,01 \text{ V}$  bei Al auf p-GaAs führt, unabhängig von der GaAs-Rekonstruktion. Es liegt die Vermutung nahe, daß diese geringfügigen aber schwer zu kontrollierenden systematischen Abweichungen allein auf den Einfluß der sensiblen Oberflächenzustandsdichte zurückzuführen ist. Die energetische Verteilung und Höhe von Halbleiteroberflächenzustände ist schwer zu detektieren und kann deshalb nur indirekt über die Bestimmung der Schottky-Barrierenhöhe abgeschätzt werden. Andererseits macht aber genau dieser Effekt die Halbleiteroberfläche zu einem guten Detektor von Oberflächeneinflüssen die z. B. durch Kontamination oder Ätزشäden verursacht werden.

Für einen am Institut für Angewandte Physik, Hamburg, hergestellten *in-situ* Al-GaAs:Si-Kontakt wurde die Barrierenhöhe mittels CV-Messung in guter Übereinstimmung mit den obigen Referenzen zu 0,73 V bestimmt (siehe Abb. 7.2).



**Abb. 7.2:** In der MBE-Kammer aufgedampfter Al-Kontakt auf epitaktischem n-GaAs (Probe: HH #186). Die Durchbruchspannung der auf diese Weise hergestellten Kontakte liegt im Lawinendurchbruchbereich bei -12 V. Die Kontaktgröße beträgt 1 mm<sup>2</sup> und die gemessene effektive Ladungsträgerdichte  $3 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ . Aus der Graphik wird die Diffusionsspannung mit 0,7 V bestimmt. Die Barrierenhöhe beträgt somit 0,73 eV.

Zur *ex-situ*-Herstellung von Schottky-Kontakten auf geätzten n-GaAs-Oberflächen wurde in dieser Arbeit ebenfalls Aluminium eingesetzt. Aluminium läßt sich problemlos thermisch aufdampfen und besitzt im Gegensatz zum oftmals eingesetzten Gold eine gute Haftung auf GaAs. Die elektrischen Eigenschaften

von Al-GaAs:Si-Kontakten verhalten sich bis 700 °C temperaturstabil [142, 143]. Lediglich ein leichter Anstieg der Potentialbarriere läßt sich feststellen. Missous et al. [140] führen diesen Anstieg auf die Bildung von  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  im Bereich der obersten Atomlagen zurück.

## 7.2 Kapazitäts-Spannungs-Messung

Mit Kapazitätsmessungen an einem Halbleiter lassen sich sowohl die elektrischen Eigenschaften von Volumenmaterial als auch von niederdimensionalen Elektrodensystemen charakterisieren. Voraussetzung dafür ist das Vorhandensein einer Raumladungszone im Halbleiter. Diese wird im Fall eines Schottky-Kontaktes auf Volumenmaterial durch die Breite  $w$  der Verarmungszone bestimmt, die durch Anlegen einer Biasspannung  $V_B$  verändert werden kann (Abb. 2.6).

Bei planaren Strukturen verhält sich ein Schottky-Kontakt wie ein veränderlicher Plattenkondensator und die Breite der Verarmungszone  $w$  läßt sich auf einfache Weise durch eine Kapazitätsmessung ermitteln:

$$w = \varepsilon_{\text{Halbleiter}} / A C \quad (7.1)$$

$A$  =Fläche des Verarmungszonenrandes

Die Abhängigkeit der dynamische Kapazität  $C$  von der Biasspannung wird gegeben durch [123]:

$$C(V) = \sqrt{\frac{e \varepsilon_{\text{Halbleiter}} |N_D - N_A| A^2}{2}} / \sqrt{\frac{V_D - V_B - k_B T}{e}} \quad (7.2)$$

Eine inhomogene Verteilung der Dotierung  $N(w)$  läßt sich bei Abwesenheit von tiefen Störstellen über die effektive Ladungsträgerdichte  $|N_D - N_A|$  aus einer Kapazitäts-Spannungs-(CV) Messung ermitteln

$$N_{\text{eff}}(w) = |N_D - N_A| = \frac{2}{e \varepsilon_{\text{Halbleiter}} A^2} \left( \frac{dC^{-2}}{dV_B} \right)^2 \quad (7.3)$$

Die sich ausbildende Potentialbarriere  $\phi_B$  ist materialspezifisch und wurde theoretisch von Louie et al. für Al-GaAs:Si-Kontakte zu  $0,8 \pm 0,2$  V berechnet [144]. Aus einer CV-Messung ist durch Interpolation der  $1/C^2(V)$ -Kurve auf die Abszisse bei  $1/C^2 = 0 \text{ F}^{-2}$  die Diffusionsspannung  $V_D$  bestimmbar:

$$\frac{1}{C^2} \rightarrow 0 \quad \Rightarrow \quad V \rightarrow V_D - \frac{k_B T}{e} \quad (7.4)$$

Wird der Nullpunkt der Energie ins Valenzband gesetzt ( $E_V = 0 \text{ eV}$ ), ergibt sich die Potentialbarriere aus

$$V_D + E_C - E_F = e\phi_B \quad (7.5)$$

Für die Fermienergie gilt bei zu vernachlässigender Kompensation im nichtentarteten Halbleiter ( $N_D \gg N_A$ ):

$$E_F = k_B T \ln \left( \frac{1}{4} \exp \left( \frac{E_D}{k_B T} \right) \left( \sqrt{1 + \frac{8 N_D}{N_{eff}} \exp \left( \frac{E_C - E_D}{k_B T} \right)} - 1 \right) \right) \quad (7.6)$$

$E_D$  = energetische Lage der Donatorniveaus

$$N_{eff(GaAs)} = 4,7 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$$

### 7.3 Magnetotransport

Magnetotransportmessungen an Hall-Bar Strukturen erfordern eine photolithographische Maskenpräparation. Eine weniger aufwendige Alternative zu diesen Strukturen stellen in den Ecken einer quadratischen Probe (van der Pauw-Geometrie) ohmsche, einlegierte Indiumkontakte zu einem Elektronengas dar. Für am Institut für Angewandte Physik, Hamburg, hergestellte und präparierte Proben hat T. Koch eine maximale Abweichung von 10% zwischen den Magnetotransportergebnissen von Proben aus beiden Präparationsverfahren festgestellt [145].

Im Fall einer Volumendotierung läßt sich der Ladungsträgertransport über die klassische Näherung des spezifischen Längs-  $\rho_{xx}$  und Hallwiderstandes  $\rho_{xy}$  beschreiben:

$$\rho_{xx} = 1/n_{3D} e \mu \quad (7.7)$$

$$\rho_{xy} = B/e n_{3D} \quad (7.8)$$

In der van-der Pauw-Geometrie wird der Längswiderstand einer dünnen, quadratischen Schicht über eine Vierpunktmessung (zwei Stromsonden an den Ecken A und B; zwei Spannungssonden an den gegenüberliegenden Ecken C und D) bestimmt [146]:

$$\rho_{xx} = \frac{\pi d}{\ln 2} \frac{R_{ABCD} + R_{BCDA}}{2} \cdot f \quad (7.9)$$

$f$  = Korrekturfaktor für nichtquadratische Probengeometrien

$$f \sim 1 \text{ für } |R_{ABCD}/R_{BCDA}| > 0,9 \text{ d = Schichtdicke}$$

Der Hall-Koeffizient  $R_H$  ergibt sich aus

$$R_H = -\frac{1}{ne} = \frac{d}{B} \frac{R_{ACBD} + R_{BDAC}}{2} \quad (7.10)$$

Bei einem zweidimensionalen Elektronengas treten mit steigendem Magnetfeld sogenannte Shubnikov-de Haas-Oszillationen im Längswiderstand sowie Hall-Plateaus im transversalen Hallwiderstand auf, die sich als Folge des angelegten Magnetfeld und der sich einstellenden Elektronenzustandsdichte ausbilden. Aus

dem Abstand  $\Delta 1/B$  zweier Oszillationsminima bzw. Hallplateaus kann die zweidimensionale Ladungsträgerdichte bzw. die Beweglichkeit bestimmt werden:

$$n_{2D} = 4,83 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-2} \frac{1}{\Delta 1/B} \quad [\text{cm}^{-2}], \text{ BinTesla} \quad (7.11)$$

$$\mu_{2D} = 5,71 \cdot 10^7 \frac{\Delta 1/B}{R_{ABCD} + R_{BCDA}} \quad [\text{cm}^2/\text{Vs}], \text{ BinTesla} \quad (7.12)$$

Für den Fall eines eindimensionalen Elektronengases haben Berggren et al. [147] unter der Annahme eines parabolischen Einschlußpotentials die Schrödinger-Gleichung gelöst. Sie erhalten eine Näherungsformel, die die freie Ladungsträgerdichte  $n_{1D}$  und den Füllfaktor  $F$  miteinander Relation setzt:

$$F \simeq \left( \frac{3\pi}{4} n_{1D} \omega_0 \sqrt{\frac{\hbar}{2m_{eff}^*}} \right)^{2/3} \cdot \omega \quad (7.13)$$

$$\omega = \sqrt{\omega_c^2 + \omega_0^2}$$

$$\omega_c = eB/m_{eff}^* : \text{Zyklotronfrequenz}$$

$\omega_0$  : charakteristische, das Einschlußpotential definierende Kreisfrequenz

Zu hohen Magnetfeldern hin und immer kleiner werdenden Zyklotronradien der Ladungsträgerbewegung wird der Einfluß des Einschlußpotentials geringer und das System verhält sich wie ein 2DEG. Die Abhängigkeit von  $F$  zu  $1/B$  in Formel (7.13) geht in diesem Bereich mit  $\omega \rightarrow \omega_c$  in ein lineares Verhalten über. Unter der Annahme einer homogenen Ladungsträgerverteilung im Kanalbereich läßt sich aus Formel (7.13) eine elektronische Breite  $W$  des parabolischen Troges ableiten:

$$W = n_{1D}/n_{2D} = 2\pi (n_{1D})^{1/3} \left[ \frac{2\hbar}{3\pi m_{eff}^* \omega_0} \right]^{2/3} \quad (7.14)$$

Nach der Bestimmung der Sublevelindices  $F$  in Abhängigkeit des reziproken Magnetfeldes läßt sich aus der Steigung des linearen Kennlinienbereiches bei hohen Magnetfeldern aus Formel (7.13) mit  $\omega = \omega_0$  ein Wert für  $(n_{1D} \cdot \omega_0)$  berechnen. Ein Fit des gesamten Kennlinienverlauf mit Formel (7.13) an den gemessenen Fan-Plot ermöglicht die separate Bestimmung von  $n_{1D}$  und  $\omega_0$ , wodurch schließlich aus Formel (7.14) die elektronische Drahtbreite folgt.

## Kapitel 8

# Ätzen und Überwachsen von planaren Proben

Es bietet sich an, einige Voruntersuchungen des Ätz- und Überwachsprozesses an planaren Proben durchzuführen. Zum einen entfällt hierbei die aufwendige Präparation von Drahtstrukturen, zum anderen läßt sich eine Materialschädigung anhand planarer Proben in vielen Fällen direkter messen.

Die große Anzahl von Ätzparametern (Probentemperatur, Ionenenergie, Ionenstrom, Chlor- und Argonpartialdruck, Ätzdauer, Oberflächenbeschaffenheit, Zustand des Equipments) und Überwachparameter (Transferzeit, Probentemperatur, Ga/As-Flußratenverhältnis, Wachstumsrate) muß in einem ersten Schritt auf praktikable Ätzraten größer als 5 nm/min und RMS<sup>1</sup>-Rauigkeiten unterhalb eines Nanometers hin optimiert werden. In einem zweiten Schritt wird der Einfluß des Ätzprozesses auf das Elektronensystem untersucht. Hierzu eignen sich besonders elektrische Meßverfahren. In dieser Arbeit wurden Kapazitäts-Spannung-Untersuchungen (CV) an geätzten Oberflächen und überwachsenen Grenzflächen durchgeführt. Mit Hilfe der CV-Messungen sind Grenzflächendefektdichten bis oberhalb  $10^{12} \text{ cm}^{-2}$  detektierbar, wodurch sich die Ätzparameter grob optimieren lassen. Bei geringen Defektdichten konnten auch die sehr sensitiven Meßmethoden Magnetotransport und Ferninfrarotspektroskopie (FIR)<sup>2</sup> eingesetzt werden (siehe auch [94]).

### 8.1 Ätzraten

Die Bestimmung der Ätzraten in Abhängigkeit der Prozeßparameter wurde mithilfe MBE-gewachsener Markerstrukturen durchgeführt. Diese Markerstrukturen bestehen aus einem genau bekanntes Schichtsystem aus GaAs und AlAs bzw.  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$ . Teilstücke dieser Wafer wurden zusammen mit anderen Proben auf Molybdänbleche geklebt und prozessiert. Nach Prozeßende konnten die Schichtdicken in der Bruchkantenansicht des Markers im REM ausgemessen werden. Mit einer naßchemischen, selektiven  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$ - über GaAs-Ätze

---

<sup>1</sup>(RMS: **r**oot **m**ean **s**quare)

<sup>2</sup>FIR: **f**ar **i**nfrared **s**pectroscopy

(siehe Anhang C: Ätzzrezepte) ließ sich ein verbesserter Topographiekontrast an Materialübergängen erzeugen.

Bei der Bestimmung der Ätzzraten ist zu beachten, daß *ex-situ* vorpräparierte Proben aufgrund ihrer Oxidschicht einen CGE-Ätzzprozeß unterbinden und bei einem CAIBE-Prozeß zu einem Ätzzverzug führen. Das Oxid wird von molekularem Chlor nicht angegriffen, kann aber durch vorherigen Ionenbeschuß *abgesputtert* werden. CGE-Ätzzraten in  $[\bar{1}00]$ -Richtung können deswegen nur mit *in-situ*-transferierten, MBE-gewachsenen Markerstrukturen oder Probenstücken, deren Oxid vorher desorbiert (siehe dazu Kapitel 9) oder *abgesputtert* wurde, bestimmt werden. Laterale Ätzzraten senkrecht zu den  $\{011\}$ - und  $\{0\bar{1}1\}$ -Facetten konnten mit  $\text{SiO}_2$  maskierten und CAIBE-vorgeätzten Proben ermittelt werden (Probenherstellung siehe Kapitel 10.3). In Tabelle 8.1 sind erzielte CGE- und CAIBE-Ätzzraten in Abhängigkeit der Prozeßparameter für verschiedene Kristallrichtungen zusammengefaßt.

Aufbau	Nr.	$p_{\text{Cl}_2}$ [ $10^{-5}$ mbar]	T [°C]	$E_{\text{Ion}}$ [eV]	$j_{\text{Ar}^+}$ [ $\frac{\mu\text{A}}{\text{cm}^2}$ ]	t [min]	Ätzzrate [ $\frac{\text{nm}}{\text{min}}$ ]	Oxid
1	a)	10	400	-	-	35	$11 \pm 0,5 [\bar{1}00]$	nein
2	a)	10	400	-	-	8,5	$\sim 40 \pm 4 [\bar{1}00]$	nein
1	139	2	500	-	-	20	$5 \pm 0,5 [01\bar{1}]$	nein
2	379	2	500	-	-	10	$15 \pm 1 [01\bar{1}]$	nein
2	393	2	600	-	-	12	$25 \pm 2 [01\bar{1}]$	nein
1	144*	$8 \pm 2$	100	250	$\sim 5$	85	$2 \pm 0,2 [\bar{1}00]$	ja
1	145	$3 \pm 0,2$	100	250	$\sim 5$	45	$6,7 \pm 0,5 [\bar{1}00]$	nein
1	246	$8 \pm 2$	100	250	$\sim 5$	30	$3,1 \pm 0,2 [\bar{1}00]$	ja
2	396	$7 \pm 2$	32	100	63	6	$55 \pm 5 [\bar{1}00]$	nein
2	392	5,5	39	100	63	3	$18 \pm 3 [\bar{1}00]$	nein
2	374	$5 \pm 0,5$	40	100	63	3	$40 \pm 5 [\bar{1}00]$	nein
2	378	$6 \pm 1$	56	100	63	10	$17 \pm 2 [\bar{1}00]$	ja
2	354	$4,5 \pm 0,5$	41	50	63	10	$9 \pm 1 [\bar{1}00]$	ja
2	337*	$5,5 \pm 0,2$	100	50	13	5	$70 \pm 2 [\bar{1}00]$	ja

**Tab. 8.1:** Ätzzraten in Abhängigkeit der wichtigsten Ätzzparameter ( $p_{\text{Cl}_2}$ =Chlorpartialdruck,  $E_{\text{Ion}}$ =Ionenenergie,  $j_{\text{Ar}^+}$ =Ionenstromdichte, t=Ätzzzeit). Der Argonpartialdruck betrug bei allen Prozessen  $1,0 \pm 0,1 \cdot 10^{-3}$  mbar (1. Aufbau) bzw.  $1,3 \pm 0,1 \cdot 10^{-4}$  mbar (2. Aufbau). Die mit a) gekennzeichneten Daten stammen aus der Arbeit von Klein [94]. Bei den mit \* gekennzeichneten Proben handelt es sich um 1/4-Waferstücke, während die Probenstücke A396, A392, A374 mit Indium auf ein 0,7 mm und die restlichen auf ein 0,3 mm dickes Molybdänblech aufgeklebt waren.

Aus den Daten lassen sich folgende Schlüsse ziehen:

- Durch den reduzierten Chloringdurchmesser beim 2. Aufbau gegenüber dem 1. Aufbau wird das Chlorangebot auf der Probenoberfläche deutlich erhöht, bei jeweils gleichgroßer Kammerdruckanzeige. Dies führt zu einer um Faktor 3-4 höheren Ätzrate.
- Selbst bei einer geringeren Ionenenergie (100 eV im Vergleich zu 250 eV) läßt sich mit der optimierten ECR-Ionenquelle des 2. Aufbaus bereits eine 3-5 fach größere Ätzrate gegenüber dem 1. Aufbau erzielen.
- Proben mit oxidierten Oberflächen zeigen im Vergleich zu nichtoxidierten Oberflächen im Schnitt eine um Faktor 2-4 geringe CAIBE-Äztiefe, die durch den Ätzverzug der langsamätzenden Oxidschicht verursacht wird.
- Die Ätzraten lassen sich nur schwer reproduzieren. Die Ursache dafür ist nicht genau geklärt. Vermutlich liegt der Hauptgrund hierfür im Ätzverzug, der durch die langsamätzenden Oberflächenoxide entsteht.

## 8.2 Oberflächenrauigkeit

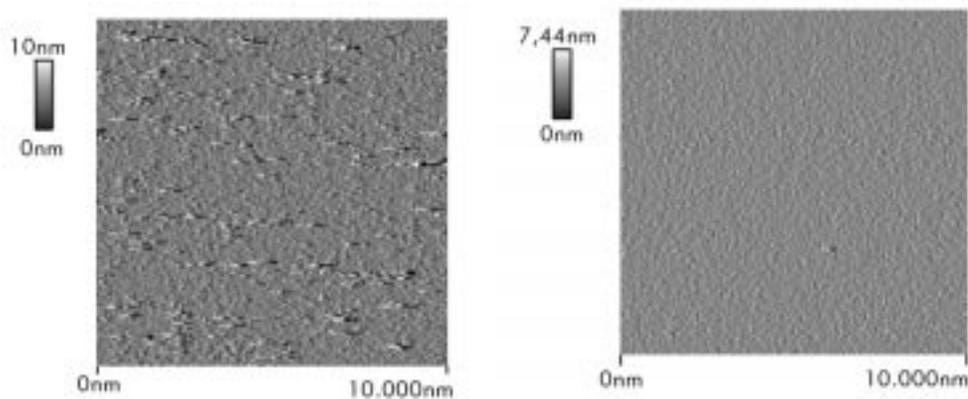
In Kapitel 5 über vom Ätzprozeß induzierte Kristalldefekte wurde die Notwendigkeit eines stöchiometrischen Ätzprozesses zur Herstellung einer gering geschädigten und glatten Oberfläche angesprochen. Topographische Oberflächenuntersuchungen wurden mit einem *atomic force microscope* (AFM) der Firma Topometrix durchgeführt. In Tabelle 8.2 sind RMS-Rauigkeiten unterschiedlich behandelte Oberflächen zusammengefaßt. Die minimal meßbare RMS-Rauigkeit

Oberflächenpräparation	RMS
epi-ready	0,3 nm
naßchemisch geätzt	0,7 nm
naßchemisch geätzt + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	0,9 nm
naßchemisch geätzt + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> + HCl	0,7 nm
<sup>1)</sup> epi-ready + MBE-oxid desorbiert	0,5 nm
<sup>1)</sup> MBE-oxid desorbiert + überheizt	2,4 nm
<sup>2)</sup> CAIBE (E <sub>Ion</sub> = 500 eV)	3 nm
<sup>1)</sup> CAIBE (E <sub>Ion</sub> = 50 eV)	1,4 nm
<sup>1)</sup> CAIBE (E <sub>Ion</sub> = 50 eV) + CGE (T=500°C, p <sub>Cl</sub> = 2 · 10 <sup>-5</sup> Torr)	0,7 nm

**Tab. 8.2:** Vergleich der aus AFM-Messungen (Nichtkontaktmodus, Bezugsfläche= 0,25 μm<sup>2</sup>) ermittelten RMS-Rauigkeiten unterschiedlich präparierter Oberflächen. Bei den mit 1) gekennzeichneten Oberflächen handelt es sich um Indium gebundene, mit 2) um 1/4-Wafer-Probenstücke. Alle CAIBE-Proben waren *epi-ready*-Wafer. Die in der linken Spalte aufgeführten Präparationsschritte stehen für: naßchemisch geätzt: 30 min in Zitronensäurelösung (Formel (3.1)); H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>: 30 s in 30%igem H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>; HCl: 5 s in 30%igem HCl.

ist durch das Eigenrauschen des Cantilevers gegeben und beträgt in diesem Fall ca. 0,3 nm.

Die höchsten Oberflächenrauigkeiten werden auf überheizten ( $T_{\text{Oberfläche}} > 650^\circ\text{C}$  ohne Arsengegendruck) oder rein CAIBE-geätzten Proben beobachtet. Ersteres wird durch ein nichtkongruentes Abdampfen von As aus dem Kristallgefüge hervorgerufen. Nach einem CAIBE-Prozeß liegt die Rauigkeit sowohl bei einer Ionenenergie von 500 eV als auch bei 50 eV oberhalb eines Nanometers. Erst durch einen CGE-Prozeß ( $T=500^\circ\text{C}$ ,  $p_{\text{Cl}} = 2 \cdot 10^{-5}\text{Torr}$ ) im Anschluß an einen CAIBE-Prozeß ( $E_{\text{Ion}} = 50\text{ eV}$ ) kann die Rauigkeit auf unter einen Nanometer reduziert werden. Dies wird in Abbildung 8.1 durch AFM-Messungen der beiden angesprochenen Probenoberflächen (CAIBE, CAIBE+CGE) in planarer Aufsicht anschaulich dargestellt. Die Spitzen auf dem linken Bild sind vermut-



**Abb. 8.1** : AFM-Bilder von geätzten epi-ready Proben. Die linke Probe (HH#364) wurde mit  $E_{\text{Ion}} = 50\text{ eV}$  CAIBE-geätzt, die rechte Probe wurde nach einem identischen CAIBE-Prozeß einen zusätzlichen CGE-Ätzschritt ausgesetzt.

lich auf Reste der Oxidmikromaskierungen zurückzuführen, die, wie im rechten Bild deutlich wird, durch einen CGE-Prozeß unterätzt werden und abfallen. Es ist nicht zu erwarten, daß ein CGE-Prozeß auf einer (100)-Oberfläche Politur-Ätzeigenschaften besitzt, wenn überhaupt, dann nur auf einer (111)B-Oberfläche (siehe Kapitel 3.2.2). Die raue Oberfläche nach einem CAIBE-Prozeß mit  $E_{\text{Ion}} = 50\text{ eV}$  wird durch einen sukzessiven CGE-Schritt zwar etwas glatter, aber eine anfangs erworbene Rauigkeit wird generell erhalten bleiben. Aus diesem Grunde müssen *ex-situ* vorstrukturierte und oxidierte Proben vor einem Ätzprozeß gereinigt werden. Dieser Prozeßschritt wird im nächsten Kapitel näher beschrieben. Die Entwicklung der Oberflächenrauigkeit in Abhängigkeit von der *ex-situ* Vorpräparation ist ebenfalls in Tabelle 8.2 aufgeführt. Alle RMS-Rauigkeiten der jeweiligen Oberflächen liegen unterhalb eines Nanometers.

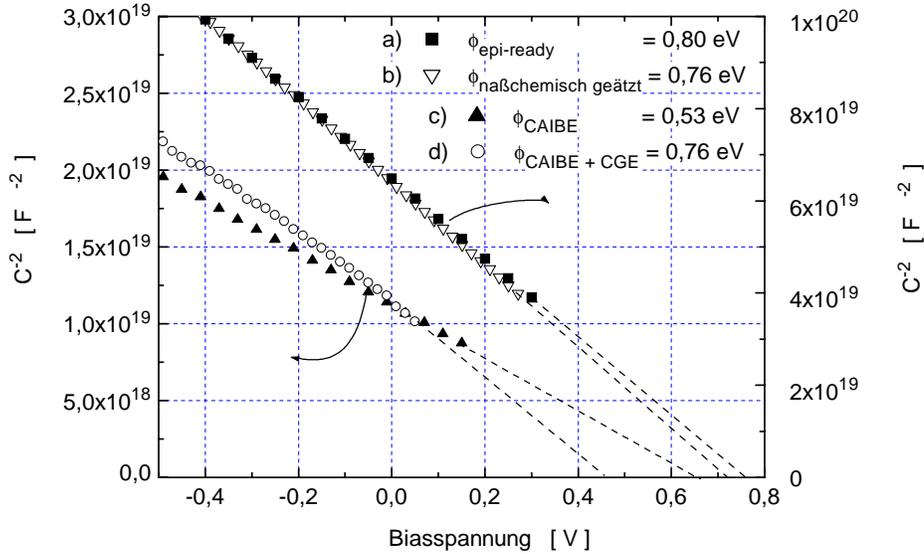
## 8.3 Elektrische Charakterisierung von geätzten Flächen

### 8.3.1 Kapazitäts-Spannungs-Messungen

Ätزشäden auf planaren Flächen können mit CV-Spektroskopie an Schottky-Kontakten auf zwei Wegen untersucht werden. Zum einen mit direkt auf geätzten GaAs:Si-Oberflächen aufgebrachte Schottky-Kontakte, deren Potentialbarriere durch die Oberflächenzustände des Halbleiters bestimmt wird. Die Höhe der Potentialbarriere wird durch das *Fermi-level-pinning* der vom Ätzprozeß induzierten Defektstellen bestimmt und stellt somit ein grobes Maß für die vorhandene Materialschädigung dar. Zum anderen kann die Ladungsträgerdichte über einer geätzten und überwachsenen GaAs:Si-Grenzfläche durch einen CV-Scan bestimmt werden. Im Gegensatz zur ersten Methode ist in diesem Fall die Probenpräparation aufwendiger, aber aus der meßbaren Grenzflächenzustandsdichte  $N_{ss}$  läßt sich die Höhe der induzierten Ätزشäden genauer ablesen. Alle zitierten CV-Messungen wurden mit einem Kapazitätsmeter der Firma Boonton 7200 bei 1 MHz Anregungsfrequenz aufgenommen.

Für beiden Arten von Proben wurde schwach dotiertes GaAs:Si ( $N_{Si} \sim 2 \cdot 10^{16} - 2 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ ) als Ausgangsmaterial verwendet. Der ohmsche Rückkontakt wird durch großflächiges Indiumeinlegieren vor dem Ätzprozeß hergestellt. Dadurch wird vermieden, daß nach einem Ätzprozeß die zu charakterisierende Oberfläche durch eine Aluminiumdiffusion vom Kontakt in den Halbleiter verändert wird. Bei überwachsenen Grenzflächen ist zu beachten, daß die Breite der Raumladungszone einer Al-GaAs-Schottky-Barriere im thermodynamischen Gleichgewicht für  $N_{Si} = 1 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  bereits 100 nm beträgt. Diese Schichtdicke zuzüglich der erwarteten Verarmung durch die Grenzschicht muß mindestens an überwachsenem Material aufgebracht werden. Für den Fall einer zu breiten Überwachsschicht, bei der bereits die Durchbruchspannung des Schottky-Kontaktes vor dem vollständigen Scan der Grenzfläche erreicht wird, läßt sich die obere Schichtdicke naßchemisch verringern. Zu diesem Zweck wurde eine schädigungsfreie Phosphorsäureätze verwendet (Rezept, siehe Anhang C). Die Schottky-Kontakte wurden durch Aufdampfen von 80-100 nm Al auf einer mit Photolack maskierten Probe im *lift-off* Verfahren hergestellt. Um den elektrischen Kontakt zwischen Meßspitze und den Aluminiumkontakten zu verbessern, wurde zusätzlich eine 10-20 nm dicke Goldschicht auf dem Aluminium aufgebracht, um die Bildung von Aluminiumoxiden zu vermeiden. Die in dieser Arbeit hergestellten und gemessenen Schottky-Barrierenhöhen auf identisch präparierten GaAs-Oberflächen ließen sich mit weniger als fünf Prozent Abweichung reproduzieren.

Durch Ätzprozesse modifizierte Oberflächen führen zu einer deutlichen Verringerung der Potentialbarriere  $\phi_B$ . In Abbildung 8.2 ist die Veränderung der Diffusionsspannung durch einen sukzessiven CGE-Schritt nach einem CAIBE-Prozeß mit  $E_{Ion} = 50 \text{ eV}$  dargestellt. Die durch Ionenschäden bei  $\phi_B = 0,53 \text{ eV}$  gepinnte Potentialbarriere verschiebt sich durch den CGE-Prozeß nach  $\phi_B = 0,72 \text{ eV}$ . Dieser Wert entspricht einer Potentialbarriere von  $\phi_B = 0,80 \text{ eV}$ , die mehrfach reproduzierbar an Al-Schottky-Kontakten auf *epi-ready*-GaAs:Si ge-



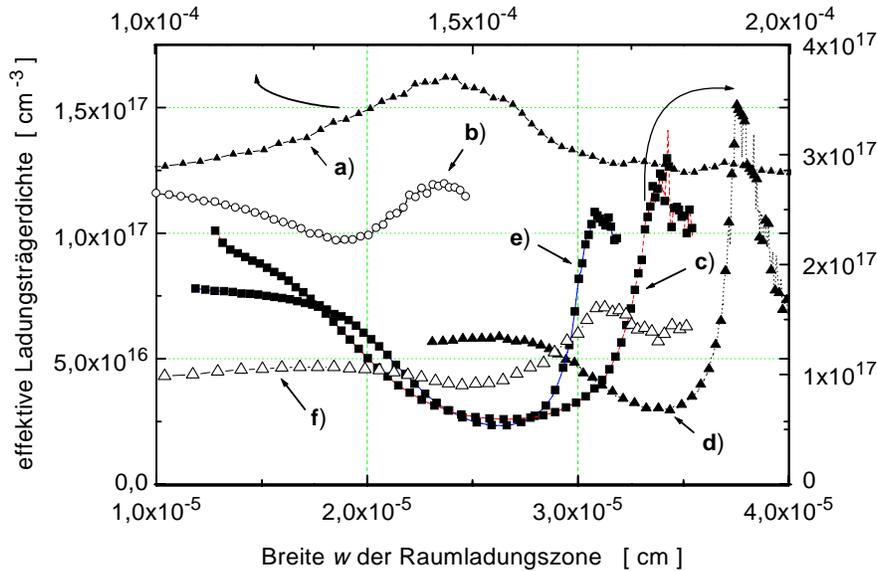
**Abb. 8.2:** CV-Messungen an Schottky-Kontakten auf unterschiedlich präparierten Oberflächen in  $C^{-2}(V)$ -Darstellung. Kurve a) stellt eine Referenz für einen Schottky-Kontakt auf einer unbehandelten *epi-ready*-Probenoberfläche dar. Die Interpolation der Meßkurve auf die Abszisse ergibt einen Wert von 0,75 V für die Diffusionsspannung des Kontaktes, wodurch sich mit Formel (7.5) die Potentialbarriere  $\phi_B$  zu 0,80 eV berechnen läßt. Eine naßchemisch geätzte Oberfläche (Phosphorsäurelösung, 60 nm abgetragen, Kurve b)) zeigt dagegen nur eine geringfügig reduzierte Barrierenhöhe von 0,76 eV. Im Vergleich zu dieser Probe wird die Barriere auf einer mit 50 eV CAIBE ( $t=20$  min,  $p_{Cl} = 5 \cdot 10^{-5}$  mbar) geätzten GaAs-Oberflächen (Kurve c)) auf 0,53 eV verringert. Eine CAIBE-geätzte (gleiche Ätzparameter wie Probe c)) Probe (Kurve d) mit anschließendem CGE-Prozeß ( $t=10$  min,  $T=500^\circ\text{C}$ ,  $p_{Cl} = 5 \cdot 10^{-5}$  mbar) zeigt dagegen bereits eine Erhöhung der Potentialbarriere auf 0,76 eV, die nur um 0,04 eV unter dem Wert der Referenzprobe liegt. Die Proben c) und d) waren für den Ätzprozeß auf ein 0,3 mm dickes Molybdänblech geklebt. Die Proben a) und b) besitzen eine homogene Siliziumdotierung von  $\sim 2,5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$  (rechte Achse), die Proben c) und d) von  $\sim 1 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  (linke Achse). Die Indiumrückkontakte wurden vor den Ätzprozessen einlegiert. Die Kontaktgröße beträgt  $1,98 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^2$ .

messen wurde. Er stimmt ebenfalls mit dem experimentell und theoretisch erwarteten Wert aus bisheriger Veröffentlichungen überein (siehe Kapitel 7). Zum Vergleich ist eine geringfügig auf  $\phi_B = 0,76$  eV reduzierte Potentialbarriere durch einen naßchemischen Ätzprozeß angeführt. Die generelle Reduzierung der Schottky-Barrierenhöhe durch einen trockenphysikalischen Ätzprozeß wurde ebenfalls von Auret et al. [148] beobachtet. Au-GaAs:Si-Schottky-Kontakte auf mit 500 eV Argonionen gesputterten Oberflächen zeigten eine Verringerung der Barriere auf 0,75 V gegenüber ungeätzten Oberflächen mit 0,92 V.

Die Beseitigung der CAIBE-Schädigung durch einen sukzessiven CGE-Prozeß wurde, im Rahmen der Meßgenauigkeit dieses Experimentes, bis zu einer Argon-Ionenenergie von 450 eV beobachtet. Die Tiefe der Schädigung kann-

te durch einen schrittweisen, naßchemischen Abtrag der oberen geschädigten Bereiche von CAIBE-geätzten Proben abgeschätzt werden. Bei Ionenenergien von 150 eV, 350 eV und 450 eV war bereits nach 10 nm Materialabtrag keine Erniedrigung der Schottky-Barriere mehr feststellbar. Lediglich bei einer mit  $E_{Ion} = 250$  eV geätzten Probe zeigte die Oberfläche erst bei 45 nm Abtrag keine Schädigung mehr.

Abbildung 8.3 zeigt die über Formel (7.3) berechneten Verläufe der effektiven Ladungsträgerdichten  $N_{eff}$  von CV-spektroskopischen Messungen über Grenzflächen hinweg. Die resultierenden Grenzflächenzustandsdichten dieser und einiger zusätzlicher Proben sind in Tabelle 8.3 nochmals zusammengefaßt. Da es sich bei den Proben um homogen dotiert gewachsene Schichten mit eingebauter Grenzfläche handelt, wird eine Ladungsträgerverarmung oder -anreicherung um einen lokal veränderten Energiebandverlauf erwartet. Daran orientiert sich die Interpretation der gemessenen Kennlinien. Die Grenzflächenzustandsdichte wird



**Abb. 8.3:** Aus CV-Messungen berechnete Ladungsträgerdichten  $N_{eff} = |N_D - N_A|$  in Abhängigkeit der Raumladungszonenbreite  $w$  von geätzten bzw.  $\delta$ -dotierten Grenzflächen. Die Fläche zwischen einer jeweils konstanten Ladungsträgerdichte und den Meßkurven entspricht der gesamten Grenzflächenverarmung  $N_{ss}$ . Bis auf Kurve a) beziehen sich alle Meßkurven auf die untere Abzisse, und die linke Ordinate, allein die Kurve c) bezieht sich auf die rechte Ordinate. **a)** 60 s Wachstumspause mit offenem Si-shutter bei  $T=930^\circ\text{C} \Rightarrow N_{ss} = 2 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-2}$  **b)** Wachstumspause und Hin- und Rücktransfer in die Ätzkammer (Kammerrestgaszustand: 30 min nach dem Ende eines Ätzprozesses)  $N_{ss} = 1,0 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  **c)** 6 minütiger CAIBE-Prozeß bei  $T=200^\circ\text{C}$ , 1. Aufbau,  $E_{Ion} = 250$  eV, 1/4 Waferstück  $N_{ss} = 1,2 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-2}$  **d)** CAIBE (analog Prozeß e)) + 2 min CGE bei  $T=500^\circ\text{C}$ ,  $p(\text{Cl})=2 \cdot 10^{-5}$  mbar  $N_{ss} = 1,6 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  **e)** 45 minütiger CAIBE-Prozeß bei  $T=100^\circ\text{C}$ , 1. Aufbau,  $E_{Ion} = 250$  eV, 1/4 Waferstück  $N_{ss} = 4,4 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  **f)** 10 min CGE bei  $T=500^\circ\text{C}$ ,  $p_{Cl} = 2 \cdot 10^{-5}$  mbar, 2. Aufbau, 1/4 Waferstück

Probe	Grenzflächenpräparation	Probe	$T_{Wachs}$	$N_{ss}$ [ $\text{cm}^{-2}$ ]
#260	$\delta$ -Dotierung	1/4	620°C	$2 \cdot 10^{12}$
.....	.....	.....	.....	.....
#228	Transfer in die Ätzkammer	1/4	590°C	$1,0 \cdot 10^{11}$
.....	.....	.....	.....	.....
A83	CAIBE ( $E_{Ion} = 250$ eV, $T=200^\circ\text{C}$ )	1/4	630°C	$1,2 \cdot 10^{12}$
.....	.....	.....	.....	.....
A146	CAIBE ( $E_{Ion} = 250$ eV, $T=100^\circ\text{C}$ )	1/4	630°C	$4,4 \cdot 10^{11}$
.....	.....	.....	.....	.....
A147	CAIBE ( $E_{Ion} = 250$ eV, $T=100^\circ\text{C}$ ) + CGE ( $T=500^\circ\text{C}$ , $p(\text{Cl})=2 \cdot 10^{-5}$ mbar)	1/4	630°C	$1,6 \cdot 10^{11}$
.....	.....	.....	.....	.....
A317	CGE ( $T=500^\circ\text{C}$ , $p(\text{Cl})=2 \cdot 10^{-5}$ mbar)	1/4	630°C	$\sim 1,2 \cdot 10^{11}$
.....	.....	.....	.....	.....
#470	epi-ready direkt überwachsen	In	700°C	$1 \cdot 10^{12}$
.....	.....	.....	.....	.....
A283	CAIBE ( $E_{Ion} = 100$ eV, $T=120^\circ\text{C}$ ) + IBE ( $E_{Ion} = 100$ eV)	In	480°C	$1,1 \cdot 10^{12}$
.....	.....	.....	.....	.....
A282	CAIBE ( $E_{Ion} = 100$ eV, $T=120^\circ\text{C}$ )	In	480°C	$2,1 \cdot 10^{12}$
.....	.....	.....	.....	.....
A372	CAIBE ( $E_{Ion} = 100$ eV, $T=160^\circ\text{C}$ ) + CGE ( $T=500^\circ\text{C}$ , $p(\text{Cl})=2 \cdot 10^{-5}$ mbar)	In	600°C	$7 \pm 2 \cdot 10^{11}$

**Tab. 8.3:** Zusammenstellung der Grenzflächenzustandsdichten von unterschiedlich behandelten und überwachsenen Grenzflächen. 1/4 steht für einen geviertelten 2" Wafer, In bedeutet eine mit Indium auf ein 0,3 mm dickes Molybdänblech geklebte Probe. In der Spalte  $T_{Wachs}$  sind die MBE-Wachstumstemperaturen aufgelistet. Die obersten 5 Proben wurden mit dem 1. Aufbau, die restlichen mit dem 2. Aufbau hergestellt.

als Integral über die Differenz aus der eingebrachten konstanten Dotierdichte und der gemessenen Ladungsträgerdichte berechnet. Eine detaillierte Diskussion des  $C(V)$ -Kennlinienverlauf über eine Grenzfläche hinweg findet sich in der Arbeit von Ikeda et al. und dem Buch von Blood und Orton [149, 150].

Anhand der Daten aus Tabelle 8.3 lassen sich verschiedene Erkenntnisse ablesen. Mit der CV-Meßmethode läßt sich eindeutig zwischen einer Siliziumanreicherung (Probe #260:  $\delta$ -dotierte Probe) und einer Ladungsträgerverarmung unterscheiden. Während z. B. vom AsBr-Ätzen bekannt ist, daß sich Si auf einer geätzten Oberfläche anreichert [15], ist beim Ätzen mit Chlor sowohl nach einem CGE- als auch einem CAIBE-Prozeß keine Si-Anreicherung feststellbar. Ob sich bei der Oberflächenreaktion zwischen Si und molekularem Chlor  $\text{SiCl}_4$  oder  $\text{SiCl}_x$  ( $x < 4$ ) bildet, ist nicht bekannt.  $\text{SiCl}_4$  und vermutlich alle weiteren Siliziumchloride sind im Gegensatz zu Gallium- und Arsenchloriden bei

Raumtemperatur gasförmig und deshalb hochflüchtig.

Bei allen geätzten Grenzflächen wurde eine Ladungsträgerverarmung beobachtet. Bereits der Hin- und Rücktransfer einer MBE-gewachsenen Probe in die Ätzkammer verursacht eine Störstellendichte von  $N_{ss}=1,0 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ . Dieser Wert liegt nahe an der Auflösungsgrenze des CV-Meßverfahrens. Von der Anlagenkonzeption her ist ein Rücktransport einer geätzten Probe in die MBE unvermeidlich und die gemessene Oberflächenkontamination ist deswegen gleichbedeutend mit der minimalen Defektdichte. Die Ursache dieser Verarmung liegt vermutlich in einer Oberflächenkontamination durch Kohlenstoff. Kohlenstoff reagiert nicht mit Chlor und bindet als Akzeptor freie Elektronen (siehe Kapitel 5.1). Im Vergleich zu Literaturangaben liegt die minimale Defektdichte von  $N_{ss}=1,0 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  unterhalb alternativer *ex-situ* Ätzprozesse. Miller et al. ermitteln für naßchemisch gereinigte und überwachsene Grenzflächen mit CV-Spektroskopie eine Grenzflächendefektdichte von  $3 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  [151]. Saito et al. haben GaAs-Wafer thermisch bei  $450^\circ \text{C}$  oxidiert und das Oxid in der MBE-Kammer wieder desorbiert. Die resultierende Defektdichte aus CV-Messungen wird mit  $4 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  angegeben [152]. Zum Vergleich, Kawai et al. haben für MBE-gewachsene Proben mit einer Wachstumsunterbrechung und kurzzeitiger Raumluftkontamination eine effektive Grenzflächendefektdichte  $N_{ss}$  von  $1,6 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  mit CV-Spektroskopie gemessen. Lediglich bei reinen Wachstumsunterbrechungen in der MBE (30 min unter  $\text{As}_4$ -Gegendruck) wurden Defektdichten  $\leq 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  beobachtet [153]. Mui et al. haben CGE-geätzte und überwachsene GaAs-Proben mit Kapazitätsspektroskopie untersucht und eine Grenzflächendefektdichte von  $0,84 - 4,0 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  beobachtet [154]. Die geringste Schädigung wurde bei einer Ätztemperatur von  $180^\circ$  gemessen. Im Vergleich dazu zeigt Probe A317 aus Tabelle 8.3 mit  $N_{ss} \sim 1,2 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  eine vergleichbare Schädigung. Dieser Wert liegt genau zwischen den ermittelten Grenzflächenzustandsdichten der transferierten Probe #228 und der CAIBE+CGE-geätzten Probe A147.

Die höheren Zustandsdichten der Grenzflächendefekte von CAIBE- bzw. IBE-geätzten Oberflächen läßt neben der Oberflächenkontamination auf eine zusätzliche Materialschädigung durch akzeptorartige As-Gitterleerstellen und As-Atome auf Gitterzwischenplätzen schließen, wie es bereits im Kapitel 5.2 diskutiert wurde. Vaseasheta et al. haben DLTS-Messungen auf mit 1 keV Argonionen geätzten (100) GaAs-Oberflächen durchgeführt. Während auf der ungeätzten Probe die Defektdichte unterhalb der Auflösungsgrenze lag, wurden bei der geätzten Probe zwei tiefe Störstellen mit einer Defektdichte von  $4,2 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-3}$  und  $5,9 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$  in Energieniveaus von  $E_1 = 0,32$  bzw.  $E_2 = 0,52$  unterhalb des Leitungsbandes festgestellt [92].

Neben der Charakterisierung von n dotierten GaAs-GaAs-Grenzflächen ist in diesem Projekt speziell die Defektstellendichte an geätzten und überwachsenen GaAs-AlGaAs-Heteroübergängen von Interesse. Im weiteren Text wird eine Charakterisierungsmethode dieser Grenzfläche mittels CV-Spektroskopie vorgestellt. Dieses Verfahren wird in den Veröffentlichungen von Kroemer et al., Missous et al. und Kim et al. ausführlich beschrieben [155, 156, 157].

Die Höhe einer Heterobarriere  $\Delta E_c$  folgt aus der jeweiligen Diffusionsspan-

nung  $V_D$  und der Differenz aus  $E_c - E_F = \delta$ , die sich jeweils ober- und unterhalb der Grenzfläche ausbilden:

$$\Delta E_c = e V_D (Al_{0,33}Ga_{0,67}As) + V_D (GaAs) + \delta (Al_{0,33}Ga_{0,67}As) - \delta (GaAs) \quad (8.1)$$

$$\delta = -k_B T \ln(N_D / N_c)$$

$$V_D (Al_{0,33}Ga_{0,67}As) + V_D (GaAs) = \frac{e}{\epsilon} \int_{-\infty}^{\infty} [N_{eff}(w) - N_D(w)] (w - w_i) dw$$

$w_i$ : Ort des Heteroübergangs

$N_D(w)$ : Donatorkonzentration

$N_{eff}(w)$ : experimentell bestimmte Ladungsträgerdichte

Die Dichte der lokalisierten Ladungsträger an der Grenzfläche  $\sigma_i$  folgt aus der Neutralitätsbedingung:

$$\sigma_i = \int_{-\infty}^{\infty} [N_{eff}(w) - N_D(w)] \quad (8.2)$$

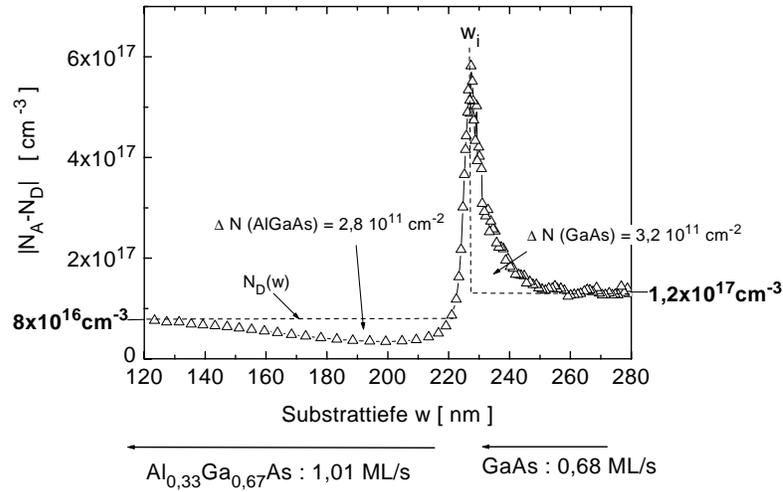
Ein positiver (negativer) Wert für  $\sigma_i$  bedeutet einen Donatortyp (Akzeptortyp) der Grenzflächenzustände. In Abbildung 8.4 ist beispielhaft der Verlauf der effektiven Dotierdichte in Abhängigkeit der Substrattiefe an einem durchgehend gewachsenem  $Al_{0,33}Ga_{0,67}As$ - $GaAs$ -Heteroübergang dargestellt. Mit Formel (8.2) und (8.1) läßt sich  $\sigma_i$  zu  $+1,6 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  und die Diffusionsspannung  $V_D$  zu 0,22 V bestimmen. Mit  $\delta(Al_{0,33}Ga_{0,67}As) = -0,15 \text{ eV}$  und  $\delta(GaAs) = 0,035 \text{ eV}$  ergibt sich eine Barrierenhöhe  $\phi_B$  von 0,105 eV. Aus der Graphik in Abbildung 2.4 würde sich mit diesem Wert eine Molfraktion von  $x = 0,15$  für das  $Al_xGa_{1-x}As$  ergeben. Woher die Diskrepanz zur MBE-kalibrierten Molfraktion von  $x = 0,33$  kommt, ist unklar. Eine leichte Unsicherheit kommt durch die Wahl des Heteroüberganges  $w_i$  (Vergleiche Abbildung: #494 in Kapitel A) zustande, die aber hauptsächlich den Wert von  $\sigma_i$  und nicht den Wert von  $\Delta E_c$  beeinflusst.

Für geätzte und überwachsene  $GaAs$ - $Al_{0,33}Ga_{0,67}As$ -Grenzflächen wird eine deutliche Abweichung von dem in Abbildung 8.4 dargestellten Kennlinienverlauf erwartet, die mit den Ergebnissen aus  $GaAs$ - $GaAs$ -Grenzflächen verglichen werden können. Derartige Proben konnten aber aus Zeitgründen bisher nicht im Rahmen dieses Projektes hergestellt werden.

### 8.3.2 2DEG an geätzten Grenzflächen

Die Untersuchung von planar geätzten und überwachsenen, modulationsdotierten Heterogrenzflächen stellt eine weitere Möglichkeit dar, den Einfluß eines Ätzprozesses auf ein Elektronengas zu untersuchen. Im Gegensatz zu durchätzten und überwachsenen HEMT-Strukturen liegt die Grenzfläche in diesem Fall nicht an den Rändern eines Elektronengases, sondern in der gleichen Ebene wie das Elektronengas selbst. Eine Grenzflächenkontamination in Form von Elektronenfangstellen und -streuungszentren sowie die Grenzflächenrauigkeit haben einen großen Einfluß auf das zweidimensionale Elektronensystem.

Mit der Magnetotransport-Meßmethode können die Ladungsträgerdichte und -beweglichkeit des Elektronensystems bei niedrigen Temperaturen bestimmt

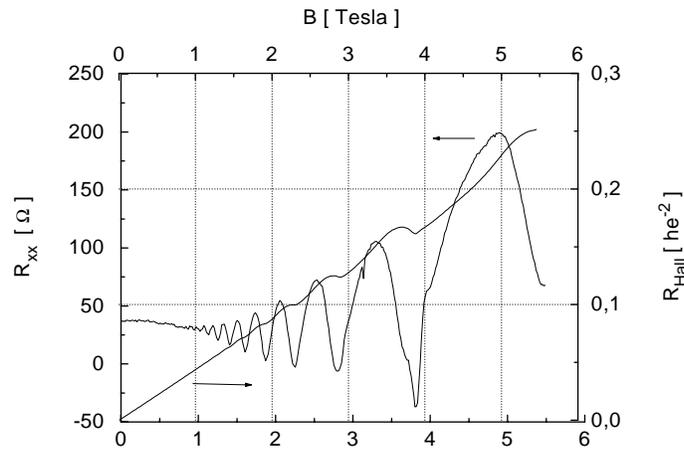


**Abb. 8.4:** Mit Formel 7.1 berechneter Verlauf der effektiven Ladungsträgerdichte  $N_{eff}$  über eine n-dotierte  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$ -GaAs-Grenzfläche aus den Daten einer CV-Messung (Probenaufbau: siehe Anhang A). Unterhalb der Graphik sind die Wachstumsgeschwindigkeiten eingetragen (1/4 Wafer mit  $T_{Wachstum} = 630^\circ\text{C}$ ). Mit  $w_i$  ist der Ort der Grenzfläche bezeichnet. Die über das MBE-Wachstum eingebrachte Donatordichte  $N_D(w)$  ( $1,2 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  für GaAs und  $8 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$  für  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$ ) ist gestrichelt in der Graphik eingetragen. Die angegebenen Zahlenwerte  $\Delta N$  ergeben sich aus dem Integral zwischen der gemessenen Ladungsträgerdichte  $N_{eff}$  und  $N_D(w)$ .

werden. Allerdings ist dieses Meßverfahren erst bei Ätzprozessen einsetzbar, die eine geringe Defektdichte verursachen. Defektdichten  $> 10^{12} \text{ cm}^{-2}$  führen bereits zu einer kompletten Ladungsträgerverarmung des Kanals.

Abbildung 8.5 zeigt die Magnetotransportmessung an einem 2DEG einer HEMT-Struktur. Die Probe ist ein Teilstück eines  $1 \text{ cm}^2$  großen epi-ready Waferstückes, das für den Einbau in die MBE mit Indium auf ein  $0,3 \text{ mm}$  dickes Molybdänblech geklebt wurde. Der Kennlinienverlauf zeigt die typischen Shubnikov-de Haas-Oszillationen eines Elektronengases im Magnetfeld. Mit dieser Probe wird gezeigt, daß sich auf Indium gebondeten Waferstücken mit dem zur Verfügung stehenden Equipment eine elektrisch aktive HEMT-Struktur herstellen läßt.

In Tabelle 8.4 sind weitere Magnetotransport-Messungen von Proben mit unterschiedlich präparierter Heterogrenzfläche zusammengefaßt. Die mit einer Wachstumsunterbrechung und Hin- und RÜchtransfer in die Ätzkammer präparierte Probe ist von der eingebrachten Grenzflächenschädigung her identisch mit Probe #228 aus Tabelle 8.3. Im Bereich dieser Defektdichte überschneidet sich das Auflösungsvermögen beider Meßverfahren. Defektdichten unterhalb der von Probe #228 lassen sich über Magnetotransportmessungen gut charakterisieren, während bei höhere Defektdichten die Kapazitätsspektroskopie im Gegensatz zu den Transportmessungen noch Meßdaten liefert. Aus Tabelle 8.4 läßt sich ebenfalls ablesen, daß sich auf dreiminütig, CGE-geätzten Grenzflächen noch ein 2DEG ausbildet. Auf CAIBE-geätzten Oberflächen konnte kein Elektronengas



**Abb. 8.5:** Magnetotransportmessung in van-der-Pauw-Geometrie an einem zweidimensionalen Elektronengas (Probenaufbau: siehe Probe A in Anhang A). Die Probe wurde mit Indium auf ein 0,3 mm dickes Molybdänblech gebondet. Die Wachstumstemperatur von 660°C (Thermoelementanzeige lag 10°C über der beobachteten Oxid-desorption). Dargestellt sind die Shubnikov-de Haas-Oszillationen und die Hallspannung in Abhängigkeit von der magnetischen Feldstärke bei 4,2 K. Die Ladungsträgerdichte und -beweglichkeit betragen  $n_{2D} = 5,5 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  und  $\mu_n = 90\,000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ .

beobachtet werden. Weitere Messungen an planar-geätzten und überwachsenen Heterogrenzflächen finden sich in der Arbeit von C. Klein [94]. Dort konnte an

Präparation der Grenzfläche	$n_{2D} [\text{cm}^{-2}]$	$\mu_{2D} [\text{cm}^2/\text{Vs}]$
Referenz ohne Wachstumsunterbrechung	$5,1 \cdot 10^{11}$	120 000
.....	.....	.....
15 min Wachstumsunterbrechung	$4,8 \cdot 10^{11}$	114 000
.....	.....	.....
Hin- und Rücktransfer in die Ätzkammer	$3,6 \cdot 10^{11}$	110 000
.....	.....	.....
CGE ( $t = 3 \text{ min}$ , $p(\text{Cl}) = 1 \cdot 10^{-5} \text{ Torr}$ , $T = 400^\circ \text{ C}$ )	$4,7 \cdot 10^{11}$	81 000
.....	.....	.....
CAIBE	keine freien Ladungsträger meßbar	

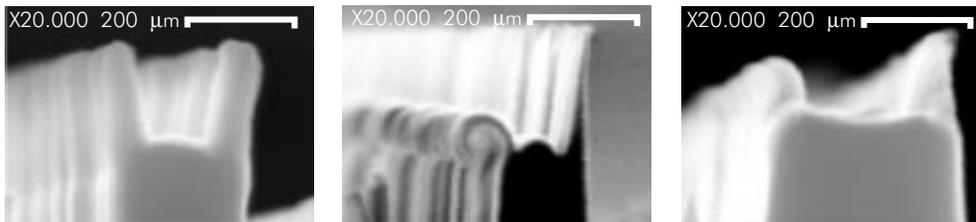
**Tab. 8.4:** Zusammenstellung der Ladungsträgerdichten und -beweglichkeiten unterschiedlich präparierter Heterogrenzflächen einer HEMT-Struktur. Alle Proben sind geviertelte 2" Waferstücke und bis auf die Grenzfläche gleich hergestellt. Die Spacer-Dicke der HEMT-Struktur beträgt 5 nm.

keiner der untersuchten, CAIBE-geätzten Grenzflächen bis zu einer Ionenenergie von 100 eV ein Elektronengas beobachtet werden. Erst bei CAIBE-geätzten Grenzflächen und einem anschließenden CGE-Ätzabtrag größer 40 nm wurden Ladungsträgerdichten um  $1 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  beobachtet. Es ist nicht gelungen, nach einem CAIBE-Prozeß durch einen CGE-Ätzschritt die Oberflächenqualität einer allein CGE-geätzten Probe wiederherzustellen. Dies kann an zwei verschiedenen Ursachen liegen. Zum einen ist aus den AFM-Daten aus Tabelle 8.2 ersichtlich, daß die geringen RMS-Rauhigkeiten einer mit Ionen geätzten Probe durch einen CGE-Schritt nicht wiederherzustellen sind. Zum anderen können, wie in Kapitel 5.2 diskutiert, Gitterfehlstellen und Atome auf Gitterzwischenplätzen durch die relativ hohe Temperatur beim CGE-Ätzen tiefer ins Material eindiffundieren und als Elektronenfangstellen und Streuzentren das elektrische Verhalten des 2DEGs beeinflussen.

## Kapitel 9

# Reinigungsprozeß von *ex-situ* strukturierten Proben zum *in-situ* Ätzen

Oxidschichten auf der Probenoberfläche haben einen erheblichen Einfluß auf das Ätzresultat. Unabhängig von den verwendeten *ex-situ* Wafer-Reinigungsprozeduren ist die Bildung einer mehreren Monolagen dicken, sogenannten natürlichen Oxidschicht bei Kontakt mit Luft unvermeidlich. Gallium- und Arsenoxide reagieren nicht mit molekularem Chlor und werden zu Beginn eines CAIBE-Prozesses allein durch den Ionenimpakt abgesputtert. Ist das darunterliegende GaAs erstmal freigelegt, steigt die Ätzrate rasant an. Dieser Ätzverzug führt bei planaren Proben zu erhöhten Oberflächenrauigkeiten. Bei strukturierten Proben liegen Teile der Oxidschicht im ungünstigsten Fall parallel zur Ionenrichtung. In Abb. 9.1 ist anschaulich der Einfluß unterschiedlich dicker Oxidschichten auf ein Drahtprofil dargestellt. Bereits eine natürliche Oxidschicht stellt in einem niederenergetischem CAIBE-Prozeß eine effektive Ätzbarriere dar und wirkt als Mikromaskierung. Diese sich ausbildenden sogenannten *Hasenohren* an den oberen Profilkanten sind thermisch stabil und lassen sich durch einen



**Abb. 9.1 :** Bruchkantenansicht von Proben mit unterschiedlich dicker Oxidschicht auf der Strukturoberfläche nach einem CAIBE-Ätzschritt mit 250 eV Ionenenergie. Die Vorreinigungsequenz aller Proben war identisch: Spülen in Acteton, Isopropanol und DI-Wasser unter Ultraschalleinwirkung. Die Herstellungsverfahren der Oxidschichten unterscheiden sich durch: **(links)** 20 min Beschuß mit niederenergetischen Sauerstoff-Radikalen, **(mittig)** 5 min in  $O^+$ -Atmosphäre, **(rechts)** nur Vorreinigung

nachträglichen CGE-Schritt bis zu 400°C Oberflächentemperatur (Thermoelementanzeige) nicht beseitigen. Die eben genannten Effekte erfordern einen *in-situ* Reinigungsprozeß der Probenoberfläche. Reaktive Gase, wie z. B. atomarer Wasserstoff zur Beseitigung von Gallium- und Arsenoxiden (siehe Kapitel 11.4) standen in diesem Projekt nicht zur Verfügung.

Eine weitere Möglichkeit besteht im Absputtern der Oxide durch Ar-Ionenbeschuß. Dieser Prozeß muß gleichmäßig über alle Seitenflächen erfolgen, um die Geometrie der vorpräparierten Strukturen nicht allzu stark zu verändern. Da sich der verwendete Probenhalter nur entlang einer Achse rotieren läßt, konnten nur parallel zur Achse orientierte Drähte durch schwenkenden Ionenbeschuß gereinigt werden. Auf diese Weise vorgereinigte sowie anschließend tiefmesageätzte und überwachsene Drahtstrukturen werden in der Arbeit von C. Klein vorgestellt [94].

In Anlehnung an die Oxiddesorption von planaren GaAs-Wafern vor Wachstumsbeginn wurde im Rahmen dieser Arbeit eine Waferreinigungsequenz strukturierter Proben mit abschließender thermischer Oxiddesorption unter As-Gegendruck entwickelt. Die Form der Ausgangsstruktur bleibt nach diesem Prozeßschritt unverändert und schwer kontrollierbare Ätztiefen durch langsamätzende Oxidschichten werden vermieden.

Als Testproben zur Überprüfung einer vollständigen Oxiddesorption eignen sich dabei besonders Strukturen mit einer senkrechten Seitenfacette. Lassen sich nach einem niederenergetischen CAIBE-Prozeß keine *Hasenohren* mehr beobachten, ist dies ein eindeutiges Indiz für die Beseitigung der Oxid-Mikromaskierungen. Im folgenden wird die Vorstrukturierung und naßchemische Reinigungssequenz der Proben bis hin zum Einbau in UHV-Anlage beschrieben. Die optimalen Prozeßparameter zur Oxiddesorption unter As-Gegendruck werden in Kap. 9.2 vorgestellt.

## 9.1 Naßchemische Vorstrukturierung

Die Herstellungsverfahren für naßchemisch strukturierte Proben wurde einheitlich nach folgendem Schema durchgeführt:

- Photolackmaskierung (siehe Kap. 6)
- naßchemische Strukturierung mit der Zitronensäurelösung (siehe Kap. 3.1.2)
- Auflösen des Photolackmaske in Aceton (30 s in Ultraschall)
- Beseitigung der Acetonreste durch Spülen in Isopropanol (30 s in Ultraschall)
- Beseitigung der Isopropanolreste in DI-Wasser (1 min in Ultraschall)

Mit dem letzten Präparationsschritt ist bereits eine Oxidation der oberen GaAs-Atomlagen durch die Hydroxidionen (OH)<sup>-</sup> des Wassers verbunden. Proben, die zum Überwachsen in der MBE bestimmt waren, wurden zusätzlich 3 min unter einer Sauerstoffradikalen-Atmosphäre in einem Barrelreaktor gereinigt. Dieser

Schritt wurde aus Sicherheitsgründen durchgeführt, um zu vermeiden, daß etwaige kohlenstoffhaltige Lackreste die MBE-Kammer kontaminieren können. Zum Abschluß wurden die Probenstücke mit Indium (Schmelzpunkt= 154°C) auf ca. 200°C aufgeheizte Molybdänbleche für den Einsatz in die UHV-Anlage gebondet. Dieser Aufheizprozeß kann die Dicke der Oberflächenoxidschicht wiederum um einige Å erhöhen.

Bei einigen Proben wurde zur Beseitigung der prozeßbedingten Oxidschichten ein weiterer Reinigungsschritt durchgeführt. Zu diesem Zweck wurden die bereits mit In auf die Molybdänhalter gebondeten Proben in eine 30%ige Salzsäure getaucht, welche selektiv GaAs-Oxide löst, während GaAs nicht angegriffen wird. HCl besitzt den Vorteil, das mögliche Chlorreaktionsprodukte vollständig im darauffolgenden *in-situ* Ätzprozeß entfernt werden. Die Reinigungssequenz wurde dreimal wiederholt, um definiert einige Monolagen Material abzutragen:

- 5 s in 30%iger Salzsäure bei 20°C
- 30 s in 30%igem Wasserstoffperoxid bei 20°C

Den Abschluß bildete jedesmal sorgfältiges Spülen mit DI-Wasser.

## 9.2 Oxiddesorption

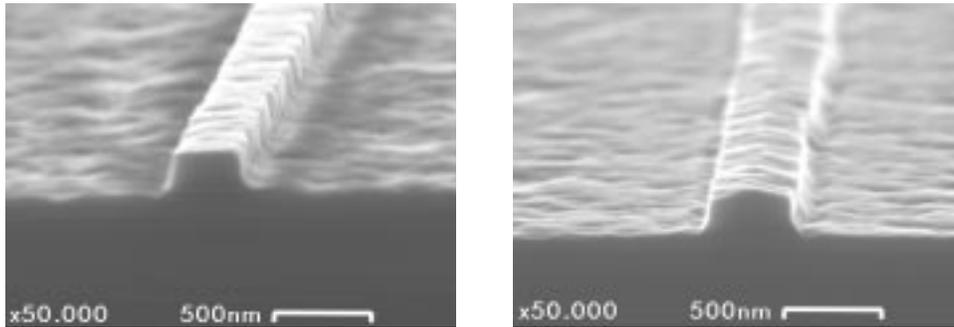
Die Oxiddesorption von planaren GaAs-Wafern wird standardmäßig unter Arsenegendruck vor jedem MBE-Wachstum durchgeführt. Heutzutage sind in Inertgas versiegelte *epi-ready* Wafer erhältlich, deren Oxiddesorptionstemperatur  $T_{Ox}$  von Hersteller zu Hersteller aufgrund unterschiedlicher Oberflächenbehandlung zwischen  $\sim 580^\circ\text{C}$  und  $\sim 640^\circ\text{C}$  variieren kann [158]. Stabilere Oxide können durch zusätzliche *ex-situ* Präparations- und Reinigungsschritte erzeugt werden. Der eigentliche Desorptionsprozeß läuft lediglich in einem kleinen Temperaturintervall von  $\leq 5^\circ\text{C}$  ab. Während sich die Oxiddesorption über die RHEED Beugungsmuster eindeutig überprüfen läßt, liegt das Hauptproblem in der Bestimmung der tatsächlichen Oberflächentemperatur. Bei dem verwendeten Probenmanipulator erfolgt die Temperaturmessung über ein Thermoelement auf der Heizungsrückseite. Die Temperaturanzeige ist auf 2" Wafer im zugehörigen Molybdänhalter kalibriert. Bei den mit Indium gebondeten Proben auf Molybdänblechen in Spezialhaltern ist die Wärmestrahlungseinkopplung auf die Probe reduziert. In diesem Fall läßt sich über die Thermoelementanzeige nur proportional auf die reale Oberflächentemperatur rückschließen.

Eine weitere Möglichkeit zur Bestimmung der realen Oberflächentemperatur besteht in der Beobachtung von Rekonstruktionsübergängen. Z. B. liegt bei einem Arsen- zu Gallium-Flußratenverhältnis von 50 der Übergang von dem Mischzustand der  $(2 \times 4)$ - $c(4 \times 4)$ - zur reinen  $(2 \times 4)$ -Rekonstruktion bei  $540^\circ\text{C}$  [159, 160]. Allerdings läßt sich eine Rekonstruktion erst auf nahezu atomar glatten Oberflächen beobachten. Auf den verhältnismäßig rauhen Oberflächen einer naßchemisch vorbehandelten Probe läßt sich dagegen nur die Oxiddesorption durch eine Helligkeitsintensivierung der 3D Reflexe beobachten, Linienreflexe einer rekonstruierten Oberfläche werden aber erst nach dem Anwachsen einer

mindestens 10–20 nm dicken GaAs-Schicht sichtbar. Dadurch wird die Ausgangsform der Struktur verändert. Zusätzlich muß bei gebondeten Proben die Wärmeeinkopplung soweit erhöht werden, daß die auf dem RHEED-Schirm fallende Wärmestrahlung des Heizers die schwachen Linien der Rekonstruktionsreflexe überdeckt.

Eine stabile Temperaturanzeige mithilfe eines Pyrometers konnte ebenfalls nicht erzielt werden. Ein  $1\text{ cm}^2$  großes Probenstück wurde mit Indium auf ein 0,7 mm dickes Molybdänblech gebondet. Diese für ein  $\frac{1}{4}$  Blech maximale Probengröße liegt im Bereich der minimal möglichen Referenzfläche des verwendeten Pyrometersignals. Bei der Oxidations- und Oxidations-Temperatur von  $780^\circ\text{C}$  (Thermoelementanzeige) wurden mit dem Pyrometer Oberflächentemperaturen zwischen  $540^\circ\text{C}$  und  $600^\circ\text{C}$  gemessen, je nach Rotationswinkel der Probe. Diese große Unsicherheit von  $60^\circ\text{C}$  konnte durch eine Neujustage des Strahlenganges nicht verringert werden und macht pyrometrische Messungen in diesem Fall zu keinem zuverlässigen Temperaturmeßinstrument.

Reale Oberflächentemperaturen  $> 650^\circ\text{C}$  können bei nicht ausreichendem Arsengegendruck bereits zur Bildung von flüssigem Ga auf der Oberfläche führen [161]. In Abb. 9.2 sind naßchemisch vorstrukturierte und 3 min *gebarrelte* Proben nach einem Oxidationsprozeß dargestellt. Auf dem linken Bild ist eine deutliche Oberflächenaufräuhung, vermutlich durch Ga-Tröpfchen, zu sehen. Die Rauigkeit bleibt nach einem CAIBE-Prozeß erhalten (Abb. 9.2 (links)). Durch eine Testserie von Proben mit unterschiedlicher Vorpräparation konnten



**Abb. 9.2:** Bruchkantenansicht von strukturierten Proben nach einer Oxidation unter Arsen-Gegendruck. Die Proben waren jeweils mit Indium auf ein 0,7 mm dickes Molybdän-Blech gebondet. **(links)** Zur vollständigen Oxidbeseitigung wurde die Probe 30 min auf  $T_{Ox} = 820^\circ\text{C}$  (Thermoelementanzeige) gehalten. **(rechts)** Ansicht einer Probe nach 5 min auf  $T_{Ox} = 800^\circ\text{C}$  (Thermoelementanzeige) und 200 nm Materialabtrag durch einen CAIBE-Prozeß.

die optimalen Desorptionstemperaturen und -zeiten empirisch bestimmt werden. In Tabelle 9.1 werden die beobachteten Desorptionstemperaturen in Abhängigkeit der Oberflächenbeschaffenheit und Molybdän-Blechdicke miteinander verglichen. Bei dem verwendeten Wafermaterial handelt es sich um 2" epi-ready Wafer der Firma Wafer Technology mit einer typischen Oxidations-Temperatur von  $550 \pm 10^\circ\text{C}$  laut Thermoelement.

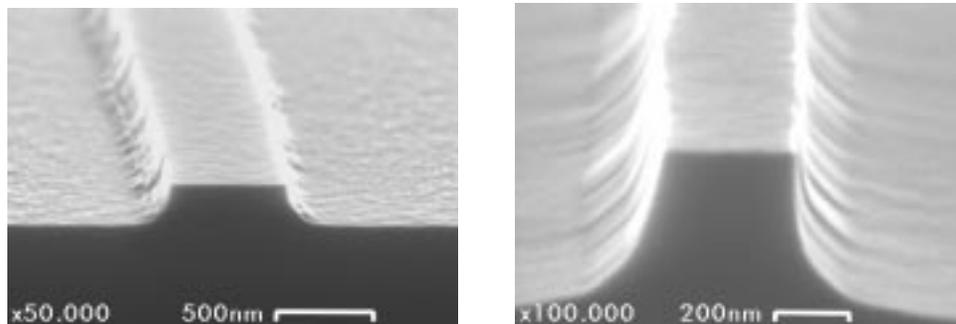
Nr.	Art der Probenoberfläche				Molybdän- Blechdicke	$T_{Ox}^{1)}$
	epi-ready	geätzt <sup>2)</sup>	gebar. <sup>3)</sup>	HCL rein. <sup>4)</sup>		
#548	✓				0,7 mm	710°C
#552	✓				0,7 mm	750°C
#547	✓				0,7 mm	750°C
#528	✓	✓	✓		0,7 mm	800°C
#522	✓	✓	✓		0,7 mm	800°C
#523	✓	✓	✓		0,7 mm	800°C
#542	✓		✓		0,7 mm	805°C
#567	✓	✓	✓	✓	0,7 mm	700°C
#529	✓	✓	✓		0,4 mm	800°C
#546	✓				0,4 mm	650°C
#555	✓	✓	✓	✓ <sup>5)</sup>	0,4 mm	640°C
#524	✓	✓	✓		1/4 Wafer*	630°C
#553	✓				1/4 Wafer*	610°C

**Tab. 9.1:** Auflistung der im RHEED-Beugungsbild beobachteten Oxiddesorptionstemperaturen in Abhängigkeit der Probenvorbereitung und Molybdän-Blechdicke. **1)** Laut Thermoelementanzeige. **2)** in Zitronensäurelösung geätzt und mit Aceton, Isoprop und DI-Wasser gereinigt. **3)** Barreldauer: 180 s, **4)** dreimal hintereinander mit folgender Sequenz behandelt: 30 s  $H_2O_2$  + 5 s HCl. **5)** Prozeß 4) wurde erst nach dem Bonden der Probe auf das Molybdän-Blech durchgeführt. \*) Bei den 1/4 Wafern handelt es sich um geviertelte 2" Wafer, die nicht mit Indium auf eine Molybdänblech gebondet wurden. Der Arsengegendruck wurde von der Temperatur beeinflusst und betrug bei Temperaturen um 600°C  $1 \cdot 10^{-5}$  Torr, sowie bei  $T \sim 800^\circ C$   $3 \cdot 10^{-5}$  Torr.

Epi-ready Waferstücke, die mit Indium auf Viertelwaferblechen gebondet wurden, zeigen laut Thermoelement einheitlich eine erhöhte Oxiddesorptionstemperatur gegenüber Viertelwaferstücken in denselben Probenhaltern. Ein Vergleich der Proben #555 und #546 zeigt, daß die zusätzliche Oxidschicht, die durch das thermische Indiumbonden der Proben auf die Halter entsteht, nur zu einer leichten Erhöhung von  $T_{Ox}$  um 10°C führt. Deutlicher ist der Einfluß einer naßchemischen Präparation mit abschließendem Barrelprozeß, der  $T_{Ox}$  z. B. bei Proben auf 0,7 mm dicken Blechen um  $\sim 70^\circ C$  erhöht. Ein Vergleich der Proben #555 und #529 verdeutlicht, daß die abschließende  $H_2O_2 + HCl$  Reinigungssequenz die Oxiddesorptionstemperatur von naßchemisch strukturierten Proben um über 100°C reduziert. Erst durch diese Beseitigung des Barreloxids wird der Desorptionsprozeß kontrollierbar.

Ein eindeutiges Indiz für eine vollständige Oxiddesorption stellt die Beseitigung der *Hasenohren* von einer CAIBE-geätzten Probe dar. Abb. 9.3 zeigt die

Struktur einer selektiv RIE sowie einer naßchemisch vorstrukturierten Probe nach einem CAIBE-Prozeß mit einer Argon-Ionenenergie von 100 eV. Nicht auf den Bildausschnitten abgebildet sind direkt unterhalb der Struktur befindliche AlAs Markerschichten. Mit deren Hilfe konnte die Ätztiefe der abgebildeten Proben zu  $120 \pm 10$  nm bestimmt werden. Dies entspricht ca. einem Drittel der Drahtstrukturhöhe vor dem Ätzprozeß. Somit ist ausgeschlossen, daß die kompletten ex-situ Seitenwände beim Ätzen freigelegt wurden und anschließend abgefallen sind. Neben den nicht mehr vorhandenen Mikromaskierungen in Form von *Hasenohren* ist beachtenswert, daß die naßchemisch präparierte Probe eine wesentlich glattere Oberfläche aufweist, als die RIE geätzte.



**Abb. 9.3** : Bruchkantenansicht zweier unterschiedlich vorpräparierter und im gleichen Prozeß oxiddesorbierter und CAIBE-geätzter Proben. Die Ätztiefe beträgt bei beiden Proben  $120 \pm 20$  nm. (**links**) RIE ex-situ vorstrukturiert (**rechts**) naßchemisch ex-situ vorstrukturiert.

Als besonders praktikabel haben sich folgende Parameter für die Oxiddesorption erwiesen (die Temperaturangaben sind Thermoelementwerte):

**Blechdicke: 0,4 mm**

- Arsengegendruck  $2 \cdot 10^{-5}$  Torr
- $450^\circ\text{C} \rightarrow 650^\circ\text{C}$  mit  $30^\circ\text{C}/\text{min}$
- $650^\circ\text{C} \rightarrow 750^\circ\text{C}$  mit  $10^\circ\text{C}/\text{min}$
- 1 min warten
- $750^\circ\text{C} \rightarrow 600^\circ\text{C}$  mit  $40^\circ\text{C}/\text{min}$
- 10 min warten
- auf Wachstumstemperatur gehen

**Blechdicke: 0,7 mm**

- Arsengegendruck  $2 \cdot 10^{-5}$  Torr
- $450^\circ\text{C} \rightarrow 700^\circ\text{C}$  mit  $30^\circ\text{C}/\text{min}$
- $700^\circ\text{C} \rightarrow 800/820^\circ\text{C}$  mit  $10^\circ\text{C}/\text{min}$
- 1 min warten
- $800/820^\circ\text{C} \rightarrow 600^\circ\text{C}$  mit  $40^\circ\text{C}/\text{min}$
- 10 min warten
- auf Wachstumstemperatur gehen

# Kapitel 10

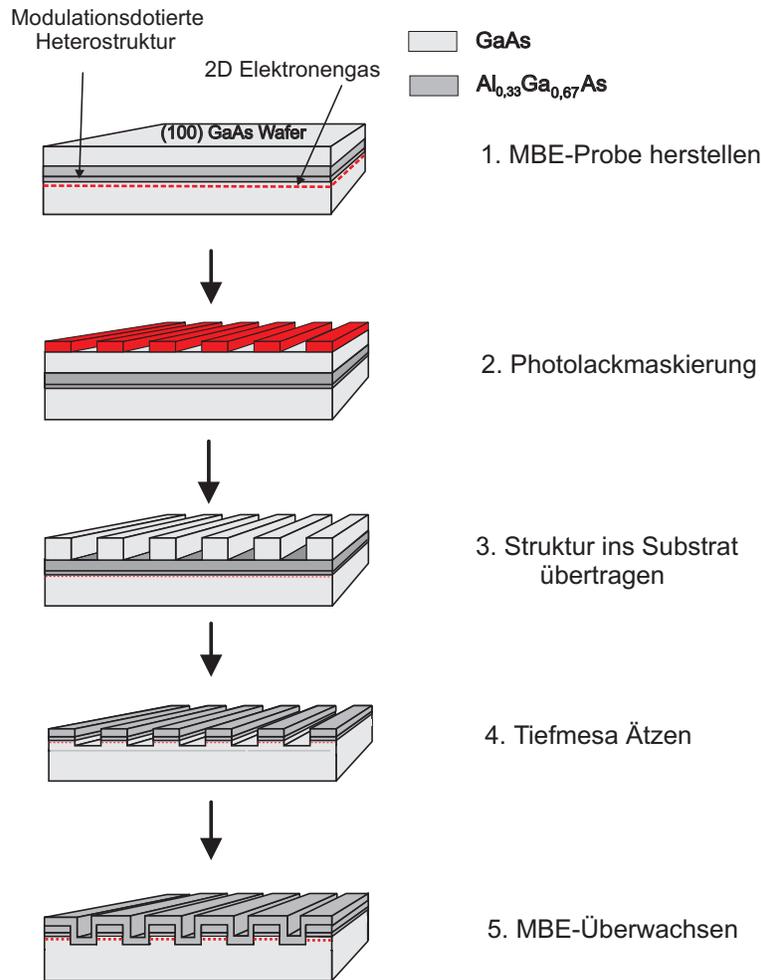
## Herstellung geätzter und überwachsener quasi-1D Strukturen

Aus den Erkenntnissen der vorherigen Kapitel ergibt sich ein Herstellungskonzept für die Probenpräparation von tiefmesa geätzten und überwachsenen quasi-eindimensionalen Quantenstrukturen, das in dieser Arbeit verwendet wurde und im nächsten Abschnitt näher erläutert wird. Die Präparationsschritte des IBE-, CAIBE- und CGE-Ätzens sowie des Überwachsens strukturierter Unterlagen werden untersucht und anschließend zur Herstellung von geätzten und überwachsenen HEMT-Strukturen eingesetzt. Zum Abschluß des Kapitels werden Magnetotransportmessungen an derart hergestellten Drahtstrukturen vorgestellt.

### 10.1 Konzept

Das in dieser Arbeit verfolgte Herstellungskonzept tiefmesa geätzter und *in-situ* molekularstrahlüberwachsener HEMT-Strukturen ist in Abbildung 10.1 anschaulich dargestellt. Das Konzept besteht im wesentlichen aus 5 Schritten:

- Als Ausgangsstruktur zur *ex-situ* Präparation von Drahtstrukturen werden MBE-gewachsene Proben mit einem elektronisch aktiven Bereich in Form eines 2DEGs hergestellt. Der Schichtaufbau entspricht der im Anhang A vorgestellten Probe HH#454. Die obere GaAs-Schicht dient der *ex-situ* Drahtstrukturierung und ist den in Tabelle 8.1 gemessenen Unsicherheiten der CAIBE-Ätzraten angepaßt. D. h., bei einer *Cap*-Schichtdicke von 300 nm und einer Soll-Äztiefe von 400 nm besteht eine Toleranz der Äztiefe von  $\pm 100$  nm, um auf jeden Fall ein Durchätzen des Elektronengases zu gewährleisten. Das GaAs-AlAs-Supergitter unter dem GaAs-*Cap* dient als Ätzstop für die in Kapitel 3.1.2 diskutierte naßchemische Drahtpräparation. Die 150 nm Dicke undotierte  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$  Schicht verhindert die Bildung eines zweiten Elektronengases.



**Abb. 10.1:** Skizze des Konzeptes der *ex-situ* Probenvorstrukturierung und *in-situ* tiefmesa Ätzens mit anschließendem Überwachsprozess. Das Konzept beinhaltet im wesentlichen 5 Herstellungsschritte.

- Die Photolackmaskierung wird nach dem in Kapitel 6 vorgestellten Verfahren der Kontaktlithographie hergestellt. Für Testzwecke wurde in den meisten Fällen eine Maskenstruktur aus parallelen Drähten mit einer Breite  $< 1 \mu\text{m}$  verwendet, die in einem Abstand von  $10 \mu\text{m}$  zueinander stehen. Dieser große Abstand verhindert eine Materialreposition während des Trockenätzens.
- Die *ex-situ* Strukturierung der oberen GaAs-Schicht wurde zum einen mit dem in Kapitel 3.1 beschriebenen selektiven RIE-Prozess zur Herstellung senkrechter Seitenfacetten und zum anderen mit der in Kapitel 3.1.2 vorgestellten naßchemischen Ätze auf Zitronensäurebasis zur Herstellung von Seitenfacetten mit einem Facettenwinkel  $\alpha$  von ca.  $80^\circ$  durchgeführt.
- Das tiefmesa Ätzen erfolgte in drei Schritten: 1.: Kurzer IBE-Prozess mit  $E_{Ion} = 500 \text{ eV}$  unter senkrechtem Ioneneinfallswinkel zur Beseitigung even-

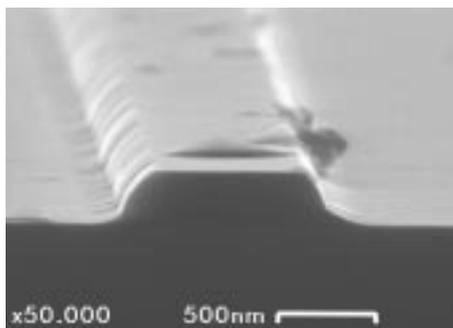
tueller Aluminiumoxide auf den planaren Oberflächenbereichen. 2.: CAIBE-Prozeß bei minimaler Ionenenergie mit 400 nm Soll-Ätztiefe zum Durchätzen des elektrisch aktiven Bereiches. 3.: Kurzer, stöchiometrischer CGE-Prozeß analog der in Kapitel 8.3 gewonnenen Erkenntnisse zur Beseitigung der CAIBE-Schäden.

- Epitaktisches Überwachsen der Seitenflächen zur Absättigung der Oberflächenzustände.

Dieses Konzept beinhaltet verschiedene Vorteile. Die *ex-situ* präparierten GaAs-Strukturen stellen die Maskierung für das zu strukturierende Elektronengas dar. Dadurch wird die Verwendung von z. B. SiO<sub>2</sub>-Masken vermieden, die nicht nur eine potentielle Kontaminationsquelle darstellen, sondern auch kein epitaktisches Überwachsen der maskierten Bereiche gewährleisten. Durch die gewählte Prozeßführung erfahren die herzustellenden Elektronengaskanäle keine direkte Ätزشädigung durch einen Ionenbeschuß von oben. Lediglich entlang der Seitenwände sind Ätزشäden zu erwarten, die durch den abschließenden CGE-Ätzschrift minimiert werden sollen. Durch die Beseitigung der GaAs-Oxide über den in Kapitel 9.2 beschriebenen Oxiddesorptionsschritt lassen sich prinzipiell beliebig orientierte Strukturen tiefmesa Ätzen.

## 10.2 IBE- und CAIBE-Ätzen von strukturiertem GaAs

Um die Aluminiumoxide auf den planaren Oberflächenbereichen zu beseitigen, wurde ein 60 sekündiger IBE-Schritt mit  $E_{Ion} = 500$  eV durchgeführt. Die zu erwartende, erhöhte Ätzrate an den oberen Strukturkanten führt zu einer Profilabrundung, wie in Abbildung 10.2 zu erkennen ist. Die Ionenstromdichte war mit  $j_{Ar^+} = 1200 \mu A/cm^2$  relativ hoch (2. Aufbau) und führte zu einer Ätztiefe von ca. 70 nm. Eine reduzierte Ätzzeit von ca. 30 Sekunden müßte somit völlig ausreichend zur Beseitigung der Aluminiumoxide sein. Es ist notwendig, nach kurzen IBE-Ätzprozessen, die lediglich die Aluminiumoxide auf den unteren, planaren Flächen beseitigen, ein Oxiddesorptionsprozeß durchzuführen. Nur durch diesen Desorptionsprozeß ist gewährleistet, daß die an den Seitenflächen befindlichen Oxide abgetragen werden und keine Mikromaskierung für den nachfolgenden CAIBE-Prozeß mehr darstellen.



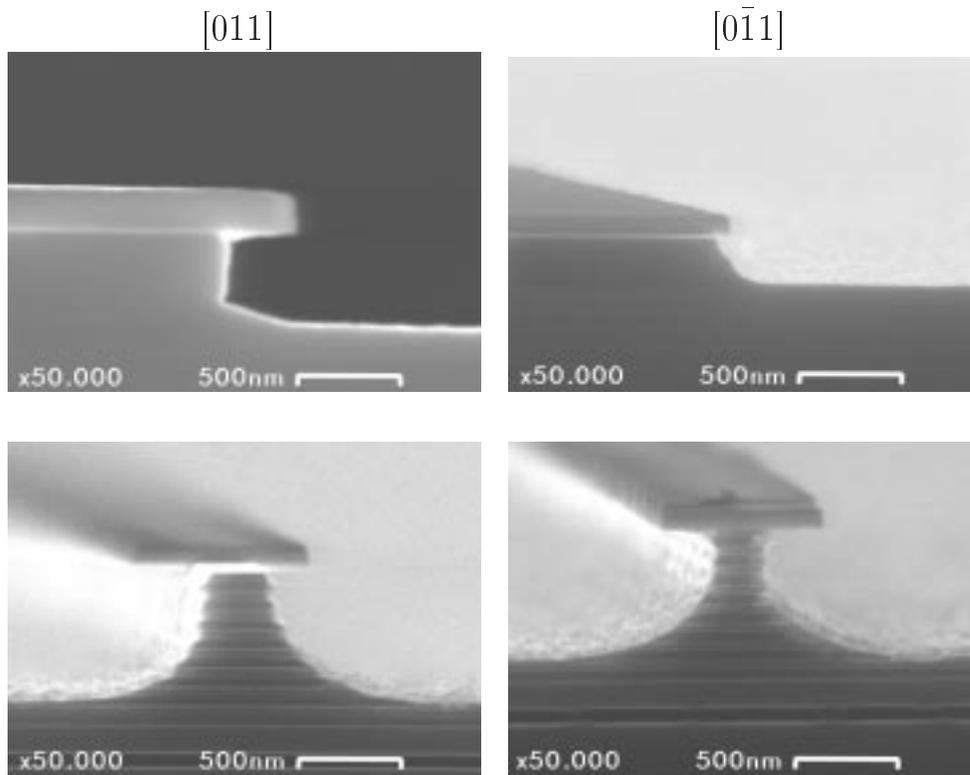
**Abb. 10.2:** Profil eines naßchemisch strukturierten GaAs-Drahtes mit einer anfangs ca. 80° geneigten Seitenfläche nach einem IBE Prozeß (60 s bei  $E_{Ion} = 500$  eV). Die schwarzen Flecken auf der Probe rühren nicht vom Ätzprozeß her, sondern stammen aus einer nachträglichen Verunreinigung der Probe.

Eine nach der Oxiddesorption CAIBE-geätzte Drahtstruktur wurde bereits in Abbildung 9.3 (rechtes Bild) vorgestellt. Bei einer derartigen Probe wird keine konvexe Abrundung der oberen Strukturkanten nach dem Ätzprozeß beobachtet. Die Gallium- und Arsenchloridschichten scheinen in diesem Fall den Impuls- und Energieübertrag auf den inneren Kristallbereich bei  $E_{Ion} \leq 100 \text{ eV}$  abzufangen und führen zu einem lagenweisen Abtrag der Reaktionsprodukte. Im unteren Strukturbereich tritt dagegen eine konkave Abrundung der Struktur unter Ausbildung von  $\{111\}$ -facettenartigen Flächen auf. Der Grund dafür liegt in der erhöhten Bindungsenergie von Atomen auf  $\{111\}$ -Typ Flächen im Verhältnis zu anderen Oberflächen, die bei Ionenenergien von  $\leq 100 \text{ eV}$  zu einem anisotropen CAIBE-Ätzverhalten führen. Diese Abrundung der Seitenbereiche wurde beim CAIBE-Ätzen mit Ionenenergien  $\leq 100 \text{ eV}$  von Drahtstrukturen entlang aller drei Hauptkristallachsen  $[011]$ ,  $[0\bar{1}1]$  und  $[01\bar{1}]$  beobachtet. Aus diesem Grunde sind die unterschiedlichen Flankenwinkel der Seitenfacetten, die sich aus den in Kapitel 3 beschriebenen *ex-situ* Präparationsprozessen ergeben, für eine tiefmesa Trockenätzprozeß unerheblich. Für Ätztiefen größer als die Originalmesahöhe ergeben sich gleichartige abgerundete Seitenprofile unabhängig von der eigentlichen Drahtorientierung.

### 10.3 CGE-Ätzen strukturierter Stege

Um das CGE-Ätzverhalten von strukturierten Flächen zu untersuchen, wurde eine ca. 100 nm dicke  $\text{SiO}_2$ -Schicht in einem Standard PECVD-Prozeß (Oxford Plasmalab) bei  $300^\circ\text{C}$  auf planarem Wafermaterial abgeschieden. Vor dem anschließenden Belacken einzelner Probenstücke mit Photoresist ist eine Erwärmung der Oberfläche auf ca.  $90^\circ\text{C}$  notwendig, um die Feuchtigkeit zu entfernen und so die Haftung des Resist zu verbessern. Der anschließende Belichtungs- und Entwicklungsprozeß wurde bereits in Kapitel 6 besprochen. Die  $\text{SiO}_2$ -Strukturierung erfolgte in einem RIE-Prozeß mit  $\text{CHF}_3$ -Gas.

In einem ersten Schritt wurden mit einem CAIBE-Prozeß entlang der  $\text{SiO}_2$  Maskierungen senkrechte Gräben in das Material geätzt. Von dieser Struktur ausgehend konnte anhand verschiedener CGE-Prozesse die Facettenbildung der unterätzten Maske studiert werden. Abbildung 10.3 zeigt in Bruchkantenansicht das Ätzresultat für Streifen entlang der  $[011]$ - und  $[0\bar{1}1]$ -Richtung bei jeweils gleichem Chlordruck aber verschiedener Oberflächentemperatur. Die beiden oberen Bilder zeigen eine typische Facettenbildung, wie sie schon von Furuhashi et al. (siehe Kapitel 3.2.2) bei Temperaturen um  $350^\circ\text{C}$  beobachtet wurde. Durch das Indiumbünden der Proben auf ein Molybdänblech ist die Wärmeeinkopplung auf die Probenoberfläche reduziert. Die  $500^\circ\text{C}$  Thermoelementanzeige wird vermutlich der von Furuhashi et al. angegebenen realen Oberflächentemperatur von  $350^\circ\text{C}$  entsprechen. Die bei einer Temperatur von  $600^\circ\text{C}$  (geschätzte reale Oberflächentemperatur  $\sim 420^\circ\text{C}$ ) geätzten Proben zeigen dagegen ein identisches, abgerundetes Profil. In diesem Fall ist bereits die Temperatur für stöchiometrisches Ätzen leicht überschritten. Die unteren  $(111)$ - bzw.  $(311)$ -Facetten, wie sie von Guyaux et al. beobachtet werden (siehe Abb. 3.9), bilden sich nicht mehr aus. Die hohe Oberflächenrauigkeit läßt auf ein nichtstöchiometrisches Ätzverhalten



**Abb. 10.3** : Vergleich von mit  $\text{SiO}_2$  maskierten und geätzten Drahtstrukturen. Alle Proben wurden auf ein 0,3 mm dickes Molybdänblech mit Indium gebondet und in einem ersten Schritt CAIBE geätzt. Die so hergestellten senkrechten Seitenwände wurden in einem zweiten Schritt mit CGE bei  $p_{Cl} \simeq 2 \cdot 10^{-5}$  Torr unterätzt. Die CGE-Ätztemperatur und -zeit betrug bei den Proben auf den oberen Bildern (reines GaAs maskiert)  $500^\circ\text{C}$  und 10 min, bei den Proben auf den unteren Bildern (je 50 nm dicke alternierende GaAs- $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$ -Schichten)  $600^\circ\text{C}$  und 12 min. Der Prozeß wurde mit dem 2. Aufbau der Ätzkammer durchgeführt. Die Temperaturangaben sind Werte der Thermoelementanzeige.

schließen. Die optimale CGE-Ätztemperatur für indiumgebundene Proben auf 0,3 mm dicken Molybdänblech bei einem Chlordruck von  $2 \cdot 10^{-5}$  Torr wird somit im Bereich von  $550^\circ\text{C}$  vermutet. Für diesen Fall sind die  $\{110\}$ -Seitenfacetten für Drahtstrukturen entlang  $[011]$  und  $[0\bar{1}1]$  identisch (siehe Kapitel B: Gittermodell des GaAs-Kristalls). Die Anzahl der As- und Ga-Oberflächenatome ist gleichgroß und jedes Atom besitzt zwei offene Valenzen.

## 10.4 Facettenbildung beim MBE-Überwachsen strukturierter Bereiche

Das molekularstrahlepitaktische Überwachsen von oxidfreien Strukturen wurde in Abhängigkeit der Oberflächentemperatur, der Drahtorientierung und des

Winkels der Seitenfacette untersucht. Für den Winkel  $\alpha$  zwischen einer (100)-Oberfläche und einer Seitenfacette besteht folgender Zusammenhang zum ersten Millerschen Indize der Oberflächenorientierung (Vergleich Abb.3.3):

$$\alpha_{(h11)} = \arctan \frac{2}{h\sqrt{2}} \quad h \geq 1 \quad (10.1)$$

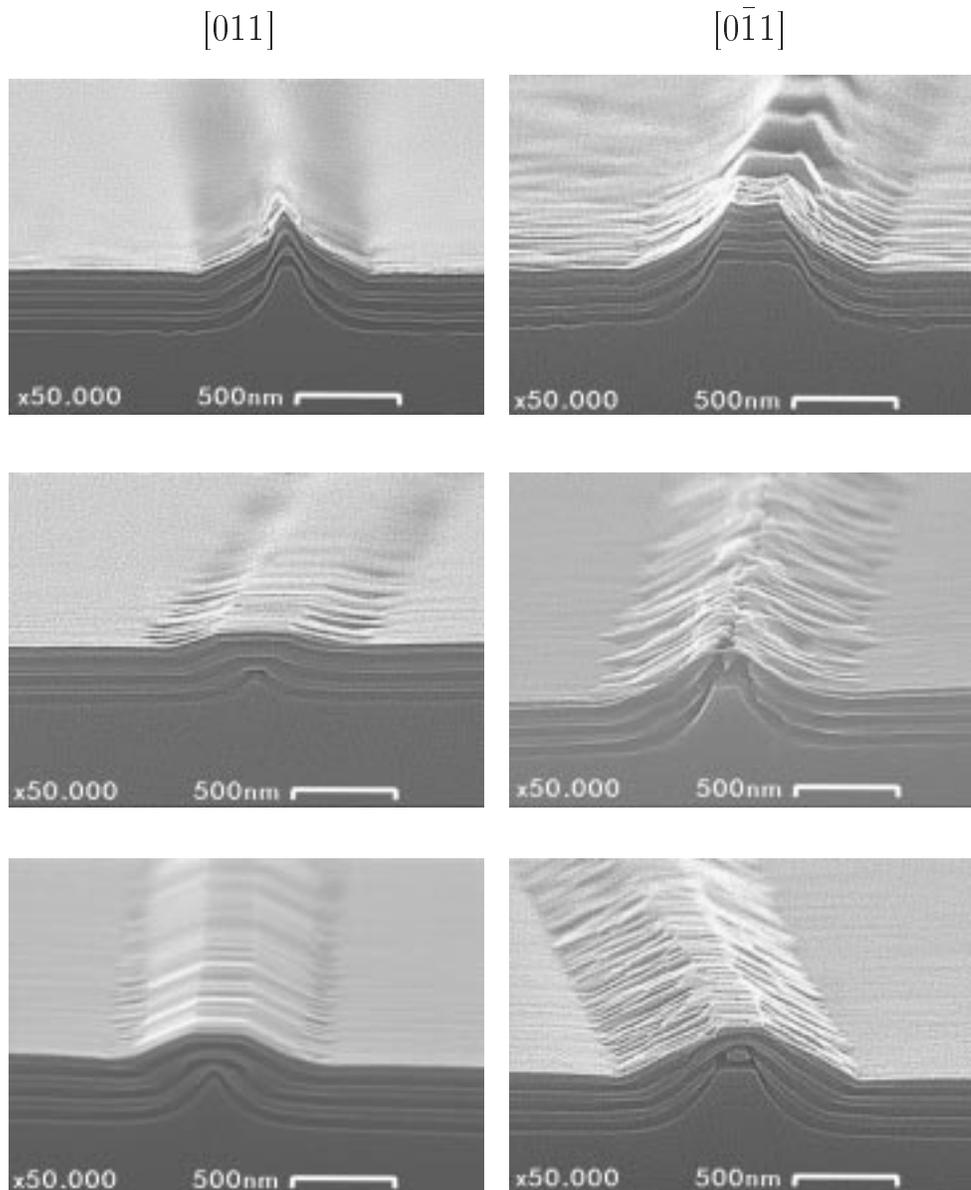
$$\alpha_{(100)-(111)} = 55,73^\circ \quad \alpha_{(100)-(211)} = 35,26^\circ \quad \alpha_{(100)-(311)} = 25,24^\circ$$

$$\alpha_{(100)-(411)} = 19,47^\circ$$

In Abbildung 10.4 sind in Bruchkantenansicht Raster-Elektronenmikroskopische Aufnahmen von überwachsenen Drahtstrukturen entlang der [011]- und [0 $\bar{1}$ 1]-Richtung dargestellt. Alle in diesem Kapitel gezeigten Proben in Bruchkantenansicht wurden zur Verbesserung des Topographiekontrastes nach dem Brechen für eine Sekunde in eine selektive Al<sub>0,33</sub>Ga<sub>0,67</sub>As- über GaAs-Ätze gehalten (Ätzrezept, siehe Anhang C). Sämtliche Temperaturangaben beziehen sich auf Thermoelementanzeigen.

Mit dem Übergang der Wachstumstemperatur von T= 480°C auf 600°C ist eine deutliche Abnahme der (100)-Oberflächenrauigkeit zu beobachten. Gleichzeitig setzt ein geordnetes Wachstum an den Seitenflächen durch die Bildung von {311}-artigen Seitenfacetten ein. Die Höhe des deponierten Materials auf den (100)-Drahtoberseiten ist gegenüber den (100)-Flächen in der Ebene um ca. 30% reduziert. Im Gegensatz zu den Drahtstrukturen in [0 $\bar{1}$ 1]-Richtung aus Abbildung 10.4 zeigt sich bei den überwachsenen Strukturen in Abbildung 10.5 keine verringerte Materialdeposition auf der Drahtoberseite. Dieser Effekt wurde generell bei allen überwachsenen Drahtstrukturen beobachtet, die eine Seitenfacette mit einem Winkel  $\alpha \geq 90^\circ$  besaßen. Bei allen Strukturen mit einem Seitenfacettenwinkel  $\alpha \leq 75^\circ$  bei einer Überwachstemperatur  $\geq 540^\circ\text{C}$  dagegen war die Höhe des deponierten Materials geringer als die gewachsene Gesamtschichtdicke. Dieses Verhalten kann nur durch eine Materialdiffusion von der (100)-Drahtoberseite auf die Seitenfacetten erklärt werden. Die in Kapitel 4.3.1 diskutierte Temperaturabhängigkeit der Diffusionslänge spielt beim Überwachsen strukturierter Bereiche demnach ebenfalls eine besondere Rolle. Dies wird durch die Proben in Abbildung 10.6 verdeutlicht. Bei identischer Unterstruktur und überwachsener Materialdicke bilden sich bei einer Oberflächentemperatur von 540°C doppelt so breite (311)-Seitenfacetten aus als bei der mit T= 480°C gewachsenen Probe.

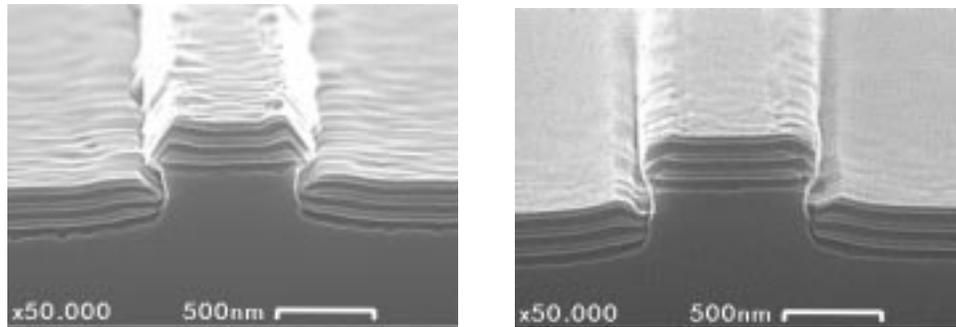
Die obigen Ergebnisse sprechen für die Bildung einer effektiven Diffusionsbarriere durch die rechtwinklige Kantenstruktur an den oberen Strukturkantenbereichen. Die aufgebrachte Materialmenge auf den Drahtoberbereich bleibt insgesamt erhalten. Koshiba et al. haben eine theoretische Modellvorstellung für den Diffusionsprozeß von Adatomen zwischen benachbarten (100)- und (111)B-Flächen vorgestellt [162]. Dieses Modell läßt sich im Prinzip auf beliebige Flächen übertragen. Die Adatome bewegen sich dabei entlang der energetischen Gitterminima einer Oberfläche. Aufgrund der unterschiedlichen Konfiguration besitzen zwei benachbarte Oberflächen unterschiedliche Energien mit  $E_1 < E_2$ , die durch eine Energiebarriere  $\Delta E$  an der Kante voneinander getrennt sind.



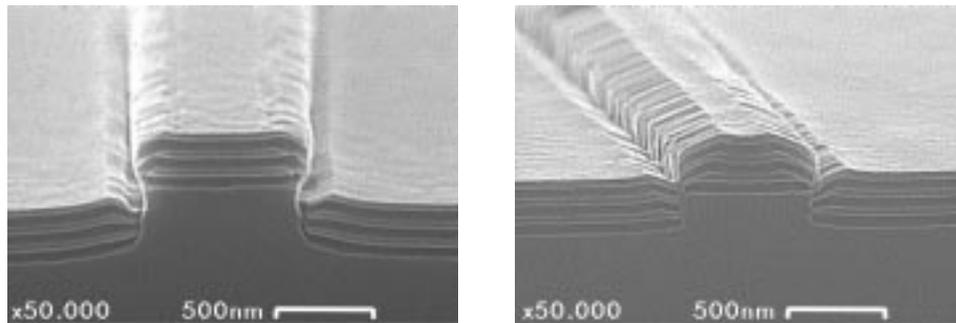
**Abb. 10.4:** Vergleich von überwachsenen GaAs-Drahtstrukturen in Abhängigkeit der Drahtorientierung und Überwachstemperatur: (von oben nach unten)  $T = 480^\circ\text{C}$ ,  $540^\circ\text{C}$ ,  $600^\circ\text{C}$ . Der  $\text{As}_4$ -Fluß lag bei  $6,5 \pm 1 \cdot 10^{-8}$  Torr. Die Proben wurden mit Indium auf ein  $0,7$  nm dickes Molybdänblech gebondet. Nach der Oxiddesorption wurde ein 3 minütiger CAIBE-Ätzprozeß mit  $E_{\text{Ion}} = 100$  eV durchgeführt. Anschließend folgte der *in-situ* Transfer in die MBE und das epitaktische Überwachsen mit einer dreifachen Sequenz aus je  $50$  nm  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$  und GaAs.

Bei einer Oberflächentemperatur  $T$  mit  $k_B T \geq \Delta E$  setzt somit ein effektiver Materialfluß von  $E_2$  nach  $E_1$  ein.

Wider Erwarten zeigt sich in den Abbildungen 10.5 und 10.6 auch, daß kein Materialfluß von den unteren (100)-Flächen auf die Seitenflächen vom  $\{011\}$ -Typ stattfindet. Unter einem Einfallswinkel von  $\sim 90^\circ$  für  $\text{As}_4$  und Ga bzw.



**Abb. 10.5** : Vergleich der sich bildenden Seitenfacetten beim Überwachsen strukturierter Proben in Abhängigkeit der Kristallorientierung bei  $T_{Wachs} = 480^\circ\text{C}$ : **(links)**  $[011]$  bzw. **(rechts)**  $[0\bar{1}1]$ . Die Proben wurden mit Indium auf ein  $0,7\text{ nm}$  dickes Molybdänblech gebondet. Nach der Oxiddesorption wurde ein 3 minütiger CAIBE-Ätzprozeß mit  $E_{Ion} = 100\text{ eV}$  durchgeführt. Anschließend folgte der *in-situ* Transfer in die MBE und das epitaktische Überwachsen mit einer dreifachen Sequenz aus je  $50\text{ nm}$   $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$  und  $\text{GaAs}$ .



**Abb. 10.6** : Direkter Vergleich der sich bildenden Seitenfacetten beim Überwachsen senkrechter Stege entlang der  $[0\bar{1}1]$ -Richtung in Abhängigkeit der Wachstumstemperatur: **(links)**  $480^\circ\text{C}$  bzw. **(rechts)**  $540^\circ\text{C}$ . Die Probenpräparation ist identisch mit der aus Abbildung 10.5.

Al ist der direkte Materialfluß auf die Seitenwände nahezu null. Aus den Arbeiten von Pfeiffer et al. ist bekannt, daß der Haftkoeffizient für Ga auf einer  $\{011\}$ -Typ-Fläche im Vergleich zu einer  $(100)$ -Fläche bei einer realen Oberflächentemperatur um  $600^\circ\text{C}$  sehr gering ist, aber zu tieferen Temperaturen hin stark zunimmt [3]. Bei einer Temperatur von  $480^\circ\text{C}$  beträgt die Diffusionslänge maximal  $100\text{ nm}$  (siehe: obere Bilder in Abbildung 10.4). Adatome, die auf eine mehr als  $400\text{ nm}$  breite  $\{011\}$ -Typ-Seitenfläche diffundieren, müssen demnach dort auch eingebaut werden. Dieser Effekt wird nicht beobachtet. Wahrscheinlicher ist, daß für die Oberflächenenergien die Bedingung  $E_{\{011\}} > E_{\{100\}}$  gilt und Adatome, die auf einer  $(100)$ -Oberfläche in Richtung der Seitenflächen diffundieren, von ihnen reflektiert werden. Identische Beobachtungen haben Takebe et al. beim Überwachsen von strukturiertem GaAs gemacht [56]. Erst ab einem

Winkel ungefähr  $> 20^\circ$  zwischen der oberen (100)-Fläche und der Seitenfläche wurde die Bildung von  $\{h11\}$ -artigen ( $h > 1$ ) Facetten an den Seitenflächen beobachtet.

Die Ausbildung von  $\{111\}$ -Facetten entlang der  $[011]$ -Richtung und  $\{311\}$ -Facetten entlang der  $[0\bar{1}1]$ -Richtung wird bei MOCVD, MBE-gewachsenen und sogar bei geätzten Proben (siehe Abb.3.9) beobachtet. Die genauen Gründe dafür sind nicht bekannt. Anscheinend ist unter arsenreichem Wachstum die freie Energie  $G$  der  $\{111\}$ B-Flächen größer als die der  $\{311\}$ B-Flächen, was die Bildung von  $\{111\}$ -artigen Facetten entlang von Drahtstegen in  $[011]$ -Richtung begünstigt (siehe Abb.10.5 (rechts)). Entsprechend gilt  $G_{\{111\}A} < G_{\{311\}A}$  für Strukturen entlang der  $[011]$ -Richtung. Die  $\{111\}$ A-Flächen bilden sich erst aus, wenn die spitzzulaufenden  $\{311\}$ A-Facetten bereits die gesamte Struktur bedecken. In Abbildung 10.7 ist dieser Fall dargestellt.

Die bereits angesprochenen Ausbildung von Unterstrukturen auf einer Oberfläche zur Verringerung der freien Oberflächenenergie wurde bereits mehrfach erwähnt. Shchukin et al. diskutieren die Bildung von zusätzlichen Facetten auf einer thermodynamisch ungünstigen Oberflächenstruktur [163]. Als notwendige Voraussetzung zur Oberflächenneustrukturierung muß folgende Bedingung gelten:

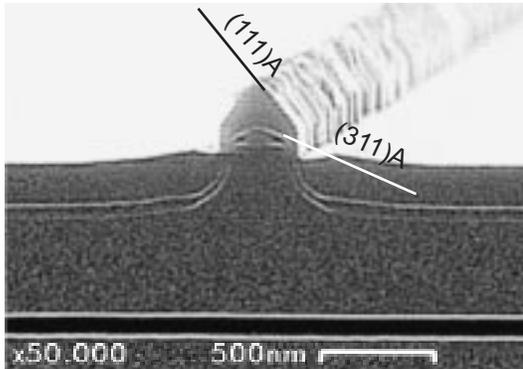
$$\Delta t_{eq} \ll \Delta t_{dep} \tag{10.2}$$

$\Delta t_{eq}$  = Zeitintervall, um durch Migration die Oberfläche  
in einen thermodynamischen Zustand zu bringen  
 $\Delta t_{dep}$  = Zeitintervall zur Deposition von einer Monolage Material

Die resultierende Helmholtzsche freie Energie  $F$  setzt sich nach Marchenko [164] aus drei Termen zusammen:

$$F = E_{Facetten} + E_{Kanten} + E_{elastisch} \tag{10.3}$$

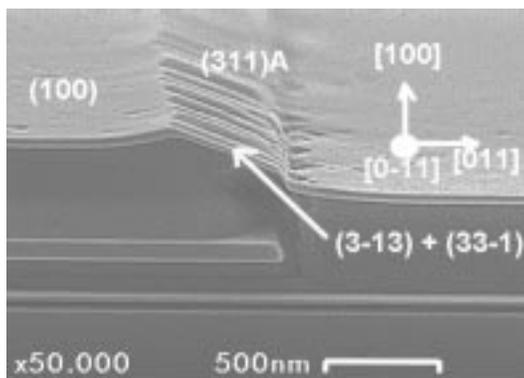
$E_{Facetten}$  = freie Energie der Facettenflächen  
 $E_{Kanten}$  = kurzreichweitige Energie der Facettenkanten  
 $E_{elastisch}$  = elastische Energie im Bereich der Kanten



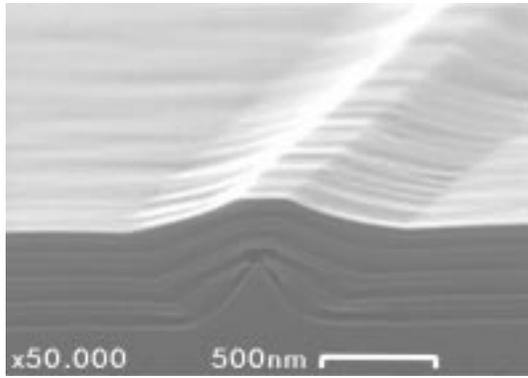
**Abb. 10.7:** Bruchkantenansicht einer GaAs-Struktur in  $[0\bar{1}1]$  Richtung nach der Oxiddesorption, einem 5 min CAIBE-Prozeß und epitaktischem Überwachsen (50 nm  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$  + 250 nm GaAs,  $T_{Wachstum} = 570^\circ\text{C}$ , Indium gebondet auf ein 0,2 mm  $2''$  Molybdänblech).

Die beobachteten Rauigkeiten an den Seitenfacetten sind somit nicht auf Ätzeffekte oder rauhe Seitenflächen zurückzuführen, sondern eher auf eine wachstumsbedingte Selbstfacettenbildung. In Abbildung 10.8 ist die regelmäßige Struktur der hochfacettierten Strukturen auf einer (311)A-Fläche nochmals deutlich zu sehen. Nötzel et al. beobachten ebenfalls das spontane Auftreten von eindimensionalen Facetten auf (311)A-Flächen. Nötzel et al. [165] gibt für diese Strukturen eine Mesahöhe und Periodizität unterhalb 4 nm an. In dem in Abb. 10.8 dargestellten Probe zeigen sich dagegen Strukturmaße um 30 nm. Abbildung 10.9 zeigt einen überwachsenen Drahtsteg entlang der [011]-Richtung, auf dessen Seitenflächen sich keine hochfacettierten Unterstrukturen ausgebildet haben, im Gegensatz zu anderen Probenstücken, die sich ebenfalls auf dem Molybdänblech befanden. Je nach lokaler Position der Proben auf dem Molybdänblech oder der Schichtdicke des zum Bonden benutzten Indiums kann die reale Oberflächentemperatur variieren und die Bildung hochindizierter Flächen offenbar unterdrücken. An den Seitenflächen ist bereits der Übergang von (311)-Typ-Seitenflächen zu (211)-Typ-Flächen zu erkennen. Das Kantenprofil und die gewählten Wachstumsparameter begünstigen somit eine Nivellierung von überwachsenen Strukturen und ermöglichen eine einfache Weiterpräparation derartiger Strukturen.

Die beobachteten glatten Seitenflächen bei Überwachstemperaturen oberhalb 600°C und somit in einem zur Herstellung von HEMT-Strukturen bevorzugtem Bereich führen zu stark unterschiedlichen Diffusionslängen von Ga und Al. In Abbildung 10.4 wird deutlich, daß das aufgebrachte Schichtdickenverhältnis aus GaAs und  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$  am oberen Strukturkantenbereich zu höheren Wachstumstemperaturen hin abnimmt. Dieser Effekt ist unabhängig von der Drahtorientierung und wird auch von anderen Gruppen beim Überwachsen von strukturierten Unterlagen beobachtet [51, 96, 56]. In diesem Temperaturbereich beträgt die Diffusionslänge der Al-Adatome ca. 10-20 nm gegenüber einer stark richtungsabhängigen Diffusionslänge der Ga-Adatome von ca. 0,5-2  $\mu\text{m}$  in [011]- und 4-8  $\mu\text{m}$  in [0 $\bar{1}$ 1]-Richtung. Unter arsenreichen Wachstumsbedingungen sind die Diffusionslängen auf (111)A- und B-Flächen größer als auf (100)-Flächen. Die großen Unterschiede zwischen den Ga-Diffusionslängen  $L_{\text{Ga}}$  aus unterschiedlichen Veröffentlichungen lassen sich über den in Kapitel 4.3.1 angesprochenen Effekt der von Hata et al. beobachtete Reduzierung von  $L_{\text{Ga}}$  durch einen verringerten As-Gegendruck erklären.

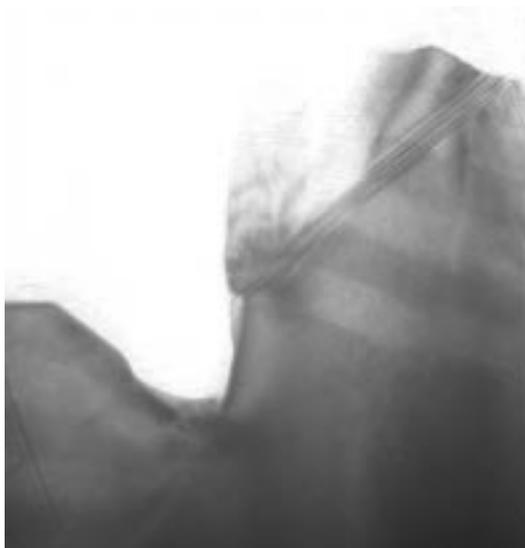


**Abb. 10.8:** Tiefmesa geätzte, 50 nm dicke GaAs-Schicht nach dem Überwachsen mit 400 nm  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$  und einer 50 nm dicken GaAs-Deckschicht. Auf der (311)A-Seitenfacette sind regelmäßig verteilte Zusatzfacetten zu erkennen, die nach theoretischen Betrachtungen von Shchukin et al. vermutlich aus  $(3\bar{1}3)$ - und  $(3\bar{3}\bar{1})$ -Flächen gebildet werden [163].



**Abb. 10.9:** Bruchkantenansicht einer spitz zulaufenden GaAs-Struktur in [011]-Richtung nach der Oxidation und epitaktischem Überwachsen (je 4 Lagen aus 50 nm  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$  + 50 nm GaAs,  $T_{\text{Wachstum}} = 600^\circ\text{C}$ , Indium gebondet auf ein 0,7 mm dickes Molybdänblech). Die Seitenfacetten werden aus (311)- und (211)-Flächen gebildet.

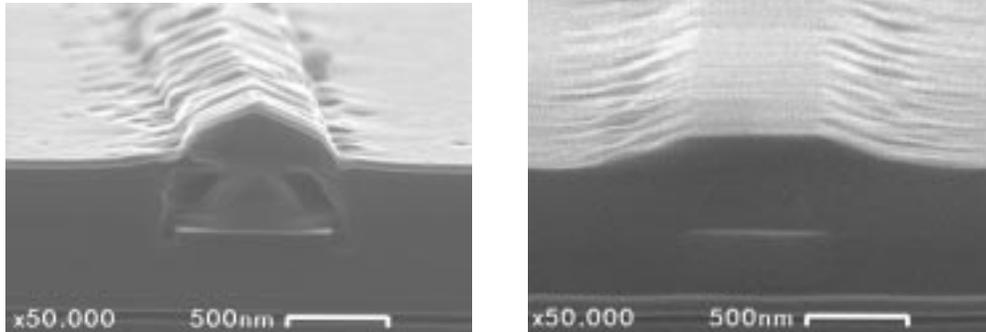
In Abbildung 10.10 ist eine TEM-Querschnittsaufnahme der Probe aus Abbildung 10.5 (rechtes Bild) dargestellt. Von der oberen, senkrechten Kante ausgehend haben sich beim Überwachsen Defekte auf der (111)A-Oberfläche gebildet. Identische Effekte wurden auch von Dilger et al. beobachtet, die über HREM-Aufnahmen als Stapelfehler identifiziert werden konnten [53]. Der Ursprung dieser Defekte kann in dem gitterverspannten Wachstum auf der zur Kante hin entspannten Unterlage liegen. Möglicherweise können die Zwillingsdefekte durch eine andere Wahl des As-Gegendrucks von vornherein vermieden werden. Steinemann und Zimmerli haben festgestellt, daß die Bildung der Zwillingsflächen sehr sensitiv vom As-Druck abhängt [166]. Aus der Diskussion in Kapitel 5.3 wird nur ein geringer Einfluß auf das Elektronensystem durch diese Defekte erwartet.



**Abb. 10.10:** TEM-Querschnittsaufnahme der Probe aus Abbildung 10.5 (rechtes Bild).

## 10.5 Charakterisierung geätzter und überwachsener Heterostrukturen

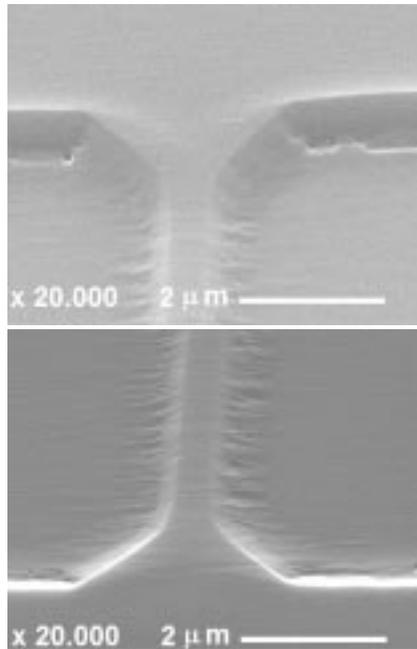
Anhand der im vorherigen Kapitel gewonnenen Erkenntnisse über das MBE-Wachstum auf strukturierten Unterlagen wurden naßchemisch präparierte Strukturen tiefmesa durch das Elektronengas eines 20 nm breiten Quantentrog geätzt und anschließend überwachsen. Der Schichtaufbau des Ausgangsmaterials entspricht der Probe #515 in Anhang A. In Abbildung 10.11 werden in Bruchkantensicht geätzte und überwachsene Drahtstrukturen entlang der  $[0\bar{1}1]$ - und  $[011]$ -Richtung miteinander verglichen. Der 20 nm dicke Quantentrog wur-



**Abb. 10.11** : *In-situ* geätzte (1 min IBE mit  $E_{Ion} = 500$  eV + 6 min CAIBE bei  $T = 50^\circ\text{C}$ ,  $p(\text{Cl}) = 6 \cdot 10^{-5}$  Torr,  $E_{Ion} = 100$  eV + 10 min CGE bei  $T = 500^\circ\text{C}$ ,  $p_{\text{Cl}} = 2 \cdot 10^{-5}$  Torr) und überwachsenen (400 nm  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$  + 50 nm GaAs,  $T_{\text{Wachstum}} = 700^\circ\text{C}$ ) Drahtproben in  $[0\bar{1}1]$ - (**linkes Bild**) und  $[011]$ -Richtung (**rechtes Bild**). Die Probenstücke waren mit Indium auf ein 2" Molybdänblech aufgeklebt. Die Proben wurden für eine Sekunde selektiv angeätzt.

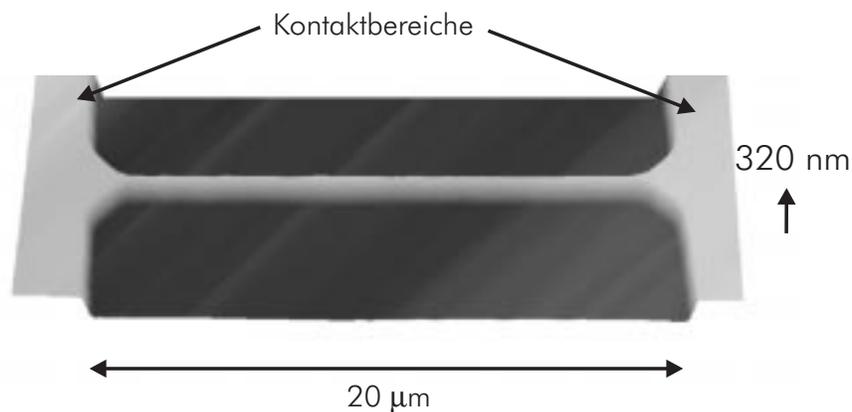
de erfolgreich durchätzt und überwachsen. Die Strukturnivellierung beim Überwachsen von Drahtstegen in  $[011]$ -Richtung ist gegenüber den spitzzulaufenden Facetten auf Drahtstegen in  $[0\bar{1}1]$ -Richtung ein Vorteil für eine mögliche weitere Probenpräparation. Bei der Probe auf dem linken Bild zeigen sich Hohlräume rechts und links oberhalb des Quantentrog, die nach dem selektiven Ätzprozeß entstanden sind. Diese Orte höherer Ätzrate entstehen durch einen erhöhten Aluminiumanteil gegenüber den übrigen  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$  Bereichen. Die Ursache liegt in der bereits diskutierten Ga-Diffusion von den Seitenflächen auf die (100)-Oberflächen, während die Al-Diffusion wesentlich geringer ausfällt. Auf dem rechten Bild dagegen wird eine Entmischung der  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$ -Legierung nicht beobachtet. Ein erhöhter Aluminiumanteil kann für die Bildung der Heterobarriere zwischen dem GaAs des Quantentrogandes und dem  $\text{AlGaAs}$  ein Vorteil bedeuten. Die maximale Barrierenhöhe und somit das höchste Einschlußpotential wird bei  $x = 0,5$  erreicht (siehe Abbildung 2.4). Wegen der hohen Aktivierungsenergie der Ladungsträger wird diese Komposition zur Herstellung von HEMT-Strukturen nicht verwendet. Beim undotierten Überwachsen spielt dies aber keine Rolle.

Die raster-elektronenmikroskopische Ansicht von einem tiefmesa geätzten und überwachsenen Einzeldraht, der mit Hilfe der in Kapitel 6.2 vorgestellten photolithografischen Maske hergestellt wurde, ist in Abbildung 10.12 dargestellt. Die Bereiche entlang der oberen und unteren Kontaktträger in  $[0\bar{1}1]$ -Richtung

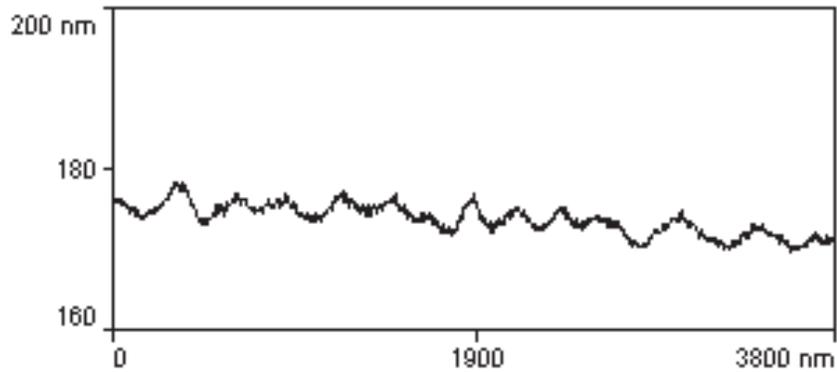


**Abb. 10.12 :** Raster-Elektronenmikroskopische Aufnahme eines tiefmesa geätzten und überwachsenen Einzeldrahts in  $[011]$ -Orientierung. Der Draht besitzt eine Länge von  $20\ \mu\text{m}$ . Zu sehen ist das obere und untere Ende der Drahtstruktur mit dem Übergang zum großflächigen Kontaktbereich.

sind nicht vollständig homogen überwachsen worden. Entlang des Elektronenkanals in  $[011]$ -Richtung zeigt sich dagegen eine gleichmäßige Ausbildung von  $(311)$ -Seitenfacetten. Der dreieckförmige Übergang vom Kontaktbereich zum Draht zeigt keine Einschnürungen und eignet zum Einkoppeln von Ladungsträgern in den Drahtbereich. Eine AFM-Messung über die  $20\ \mu\text{m}$  Gesamtlänge des Drahtes ist in Abbildung 10.13 dargestellt. Die Graphik verdeutlicht die

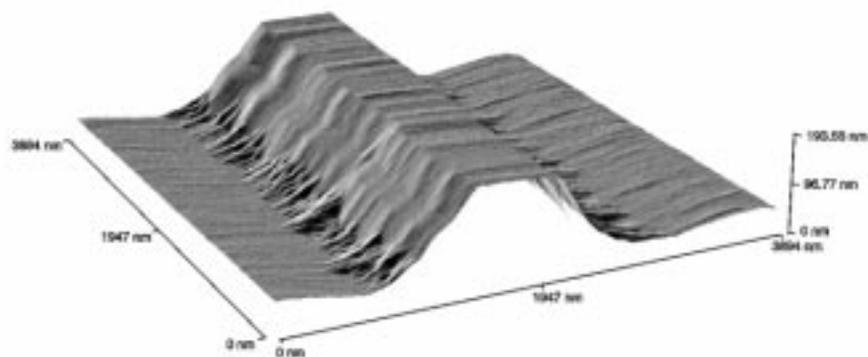


**Abb. 10.13 :** AFM Messung in dreidimensionale Ansicht über einen tiefmesa geätzten und überwachsenen Einzeldrahtes. Das Bild zeigt den Verlauf der gesamten Drahtstruktur zwischen den beiden Kontaktbereichen. Die Drahthöhe beträgt  $320\ \text{nm}$ .

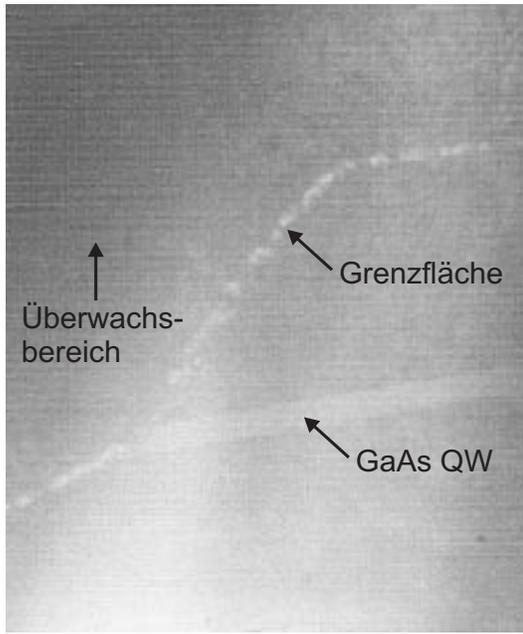


**Abb. 10.14:** AFM-Linienscan über einen  $3,8 \mu\text{m}$  langen Teilbereich der oberen (100)-Drahtfläche aus Abb. 10.13.

Flächenhomogenität der verwendeten Vorpräparations- und Trockenätzprozesse. Abbildung 10.14 zeigt einen Linienscan über einen oberen Drahtteilbereich. Die RMS-Rauhigkeit beträgt  $\sim 5 \text{ nm}$  und zeigt eine Periodizität von ca.  $250 \text{ nm}$ , die wahrscheinlich auf eine Facetterierung der (100)-Oberfläche zurückzuführen ist. Dies wird über die hochaufgelöste, dreidimensionale Ansicht des Drahtbereiches in Abbildung 10.15 verdeutlicht. Unter den gewählten Ätz- und Überwachparametern entstehen keine Flächendefekte in der aufgetragenen Materialschicht. In der TEM-Querschnittsansicht des tiefmesa geätzten und überwachsenen Quantentroges (Abb. 10.16) zeigt sich lediglich eine Kette von punktförmigen Defekten, die vermutlich Kohlenstoffanreicherungen darstellen.



**Abb. 10.15:** Dreidimensionale Ansicht einer hochaufgelösten AFM-Messung über eine tiefmesa geätzte und überwachsene Drahtstruktur.

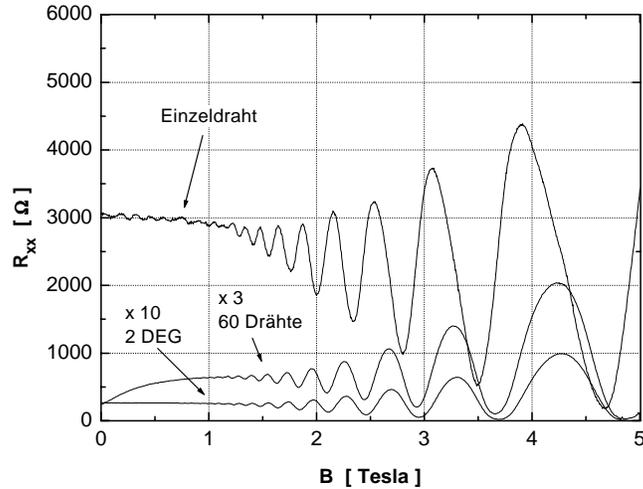


**Abb. 10.16 :** TEM-Querschnittsansicht des durchätzten und überwachsenen 20 nm breiten GaAs-Quantentroges (QW) aus Abbildung 10.11. Die Grenzfläche nach dem *in-situ* Trockenätzprozeß ist durch die Kette von punktförmigen Defekten zu erkennen.

## 10.6 Magnetotransport-Messungen an quasi-1D Strukturen

An vier der hergestellten, tiefmesa geätzten Proben ließen sich an der in Kapitel 6 vorgestellten Maskengeometrie Magnetotransport-Messungen durchführen. Bei der ersten Probe handelt es sich um eine rein RIE-geätzte Probe, während alle übrigen Proben CAIBE+CGE-geätzt und anschließend epitaktisch überwachsen wurden. Bei den letzteren Proben ist es gelungen, die strukturierten GaAs-Bereiche derart in die Tiefe zu ätzen, daß die 2DEG-Bereiche durchätzt wurden, ohne die verbleibenden elektronischen Strukturen zu beschädigen. Dies wird jeweils durch eine Zweipunkt-Widerstandsmessung über die zwei separaten und durchätzten Kontaktbereiche zum 2DEG bestätigt. Zwischen diesen Kontakten lag der ohmsche Widerstand oberhalb von  $40 \text{ M}\Omega$ , wodurch der Abtrag aller dotierten Schichten zwischen den Kontakten bestätigt wird. Die freie Ladungsträgerdichte und die Ladungsträgerbeweglichkeit in dem geätzten und überwachsenen 2DEG-Bereich stimmen jeweils mit den Werten einer ungeätzten Referenzprobe praktisch überein. Dies ist eine Indiz für eine ausreichende Höhe der Mesastrukturen, die verhindert, daß die elektronischen Bereiche von oben durch die energetischen Ätzionen geschädigt werden.

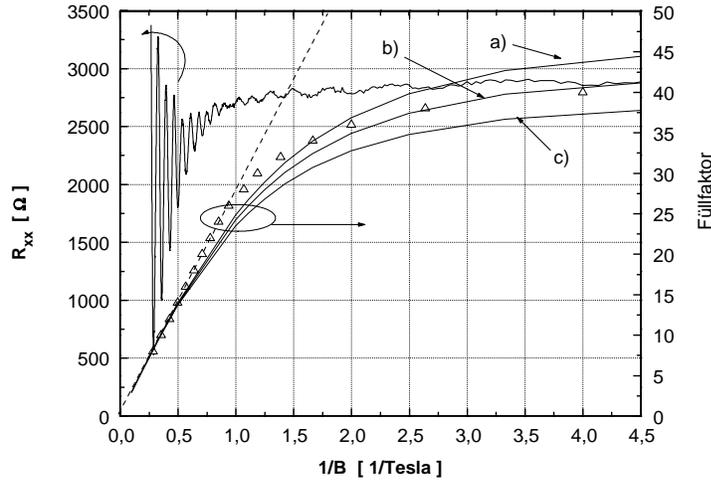
In Abbildung 10.17 sind die in Magnetotransport bestimmten Längswiderstände  $R_{xx}(B)$  der RIE-durchätzten 2DEG- und zweier Drahtbereiche dargestellt. Eine Auswertung der  $R_{xx}(B^{-1})$ -Messung vom 2DEG-Bereich ergibt mit den Formel (7.11) und (7.12) eine Ladungsträgerdichte von  $n_{2D} = 7,3 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  und eine Beweglichkeit von  $\mu_n = 72\,700 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ . Für die 60 parallelen Drähte folgt eine Ladungsträgerdichte von  $n_{60} = 7,1 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  und für den Einzeldraht von  $n_{1D} = 6,0 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ . Obwohl die 60 parallelen Drähte und der



**Abb. 10.17:** Magnetotransport-Messung des Längswiderstandes  $R_{xx}$  in Abhängigkeit des Magnetfeldes an den elektrisch aktiven Bereichen einer RIE-geätzten Probe. Diese MBE-gewachsene Probe #116 ist vom Schichtaufbau her identisch mit Probe #454 (siehe Anhang), bis auf die Spacerdicke, die nur 1 nm beträgt. Nach dem Aufbringen einer in Abb. 6.4 dargestellten, analogen Maskenstruktur mit einer nominellen Drahtbreite von 1500 nm, wurde die Probe 90 s RIE geätzt (Ätztiefe ca. 140 nm). In der Graphik dargestellt sind die Meßkurven an dem 2 DEG-Bereich (in 10facher Vergrößerung), an 60, je 20  $\mu\text{m}$  langen, parallelen Drähten (in 3facher Vergrößerung) und einem 20  $\mu\text{m}$  langen Einzeldraht. Die Messungen wurden bei einer Proben temperatur von 4,2 K durchgeführt. Mit einer dc-Messung wurden die Kennlinien über den 2 DEG-Bereich bei einem Strom von 5  $\mu\text{A}$  und entlang der 60 parallelen Drähte bei 1  $\mu\text{A}$  aufgenommen. Die Magnetotransport-Messung am Einzeldraht wurde mit LockIn-Technik bei 39 Hz und einem Probenstrom von 1 nA durchgeführt. Alle Messungen erfolgten in Vierpunktgeometrie zur Vermeidung der Kontaktwiderstände. Die Drahtbreite des Einzeldrahtes wurde nachträglich durch eine AFM-Messung auf 1600 nm bestimmt.

Einzeldraht nominell eine identische Geometrie besitzen, ist der Längswiderstand des Einzeldrahtes mit 3000  $\Omega$  geringer, als der 60fache Längswiderstand des Mehrdrahtbereiches mit  $60 \cdot 81 \Omega = 4860 \Omega$ . Dies läßt auf eine noch vorhandene Inhomogenität der Drahtbreiten durch den Präparationsprozeß schließen. Der Verlauf der Widerstandsminima verdeutlicht dies. Während die Minima bei der Messung am Einzeldraht bereits bei geringen Magnetfeldern deutlich einsetzen, ist durch die Überlagerung der Signalbeiträge von 60 Drähten mit jeweils leicht variierender Drahtbreite erst bei größeren Magnetfeldern der Einsatz von Widerstandsminima zu erkennen. Diese sind äquidistant in Abhängigkeit vom reziproken Magnetfeld und entsprechen einem Ladungsträgerverhalten wie in einem 2 DEG-Bereich, in dem aufgrund des geringen Zyklotronradius der Einfluß von Drahtseitenwänden verschwindet.

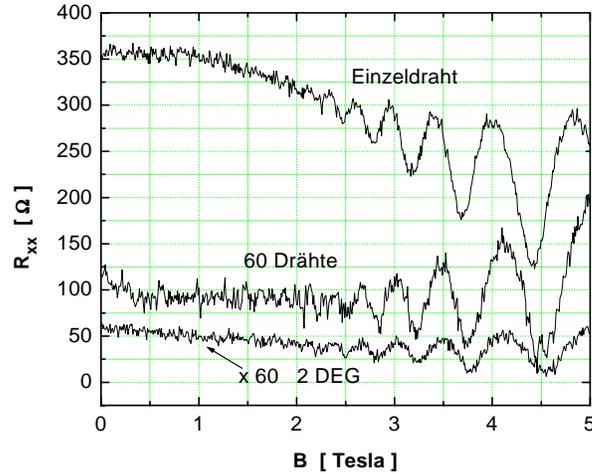
In Abbildung 10.18 ist die Magnetotransport-Messung des Einzeldrahtes aus Abbildung 10.17 nochmals in Abhängigkeit des reziproken Magnetfeldes dar-



**Abb. 10.18:** Magnetotransport-Messung des Längswiderstandes  $R_{xx}$  (aus Abb. 10.17) in Abhängigkeit des reziproken Magnetfeldes an einem RIE-durchätzten Einzeldraht. Die Messung wurde mit LockIn-Technik in Vierpunktgeometrie bei 39 Hz und einem Probenstrom von 1 nA durchgeführt. Die Drahtbreite des Einzeldrahtes wurde nachträglich durch eine AFM-Messung auf 1600 nm bestimmt. Die offenen Dreiecke entsprechen den Füllfaktoren am Ort der Widerstandsminima in Abhängigkeit von  $B^{-1}$ . Die gestrichelte Linie kennzeichnet die Steigung im Bereich des linearen  $F(B^{-1})$ -Verlaufs. Die besten Fits an den Kennlinienverlauf sind anhand der mit Formel (7.13) berechneten Kurven a), b) und c) eingezeichnet. Für die Separation der freien Ladungsträgerdichte und der Kreisfrequenz des Einschlußpotentials folgt daraus a):  $n_{1D} = 6 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-1}$ ,  $\omega_0 = 1,61 \cdot 10^{12} \text{ s}^{-1}$ , b):  $n_{1D} = 5,5 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-1}$ ,  $\omega_0 = 1,76 \cdot 10^{12} \text{ s}^{-1}$  bzw. c):  $n_{1D} = 5 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-1}$ ,  $\omega_0 = 1,93 \cdot 10^{12} \text{ s}^{-1}$ .

gestellt. Deutlich ist in diesem Fall die Abweichung der  $F(B^{-1})$ -Kurve vom linearen Verlauf zu geringen Magnetfeldern hin zu erkennen. Aus dem linearen Bereich der Kurve ergibt sich mit  $\omega \rightarrow \omega_c$  aus Formel (7.13)  $(n_{1D} \cdot \omega_0) = 9,67 \cdot 10^{21} (\text{ms})^{-1}$ . Aus dem besten Fit entlang des gesamten Kurvenverlaufes (b)) lassen sich  $n_{1D} = 5,5 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-1}$  und  $\omega_0 = 1,76 \cdot 10^{12} \text{ s}^{-1}$  (entspricht einem  $\Delta E$  von 1,16 meV) voneinander separieren. Diese Daten in Formel (7.14) eingesetzt ergeben einen Wert für die elektronische Drahtbreite von  $W = 390 \text{ nm}$ . Im Vergleich zur geometrischen Drahtbreite von 1600 nm ergibt sich daraus eine Breite der Verarmungszone von 605 nm. Dieser Wert erscheint in Anbetracht einer Ladungsträgerdichte von  $6 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  im Kanal relativ hoch. Entweder induziert der verwendete Strukturierungsprozeß tatsächlich diese breiten Verarmungszonen, oder aber die Modellannahmen eines parabolischen Einschlußpotentials treffen in diesem Fall nicht zu.

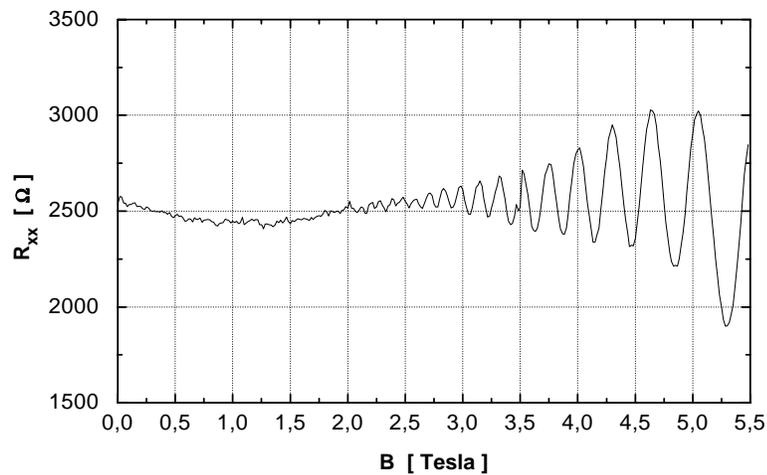
In den Abbildungen 10.19 und 10.20 sind Magnetotransport-Messungen an CAIBE+ CGE-tiefgeätzten Strukturen mit sukzessiven MBE-überwachsen der Oberflächen dargestellt. Diese Messungen belegen, daß sich mit dem verwendeten Konzept Proben herstellen lassen, an denen vergleichende Messungen zwi-



**Abb. 10.19:** Magnetotransport-Messungen der Längswiderstände  $R_{xx}(B)$  an einer CAIBE ( $E_{Ar} = 100 \text{ eV}$ ,  $p_{Cl} = 6 \cdot 10^{-5} \text{ Torr}$ ,  $T = 50^\circ \text{C}$ ,  $t_{tz} = 6 \text{ min}$ ) und CGE ( $p_{Cl} = 2 \cdot 10^{-5} \text{ Torr}$ ,  $T = 500^\circ \text{C}$ ,  $t_{tz} = 2 \text{ min}$ ) geätzten Probe. Nach dem Ätzen wurde die Probe bei  $T_{\text{Oberfläche}} = 700^\circ \text{C}$  mit 400 nm undotiertem  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$  und 50 nm GaAs überwachsen. Die Probe war mit Indium auf einem 2Molybdänblech gebondet. Die Messungen wurden mit LockIn-Technik in Vierpunktgeometrie bei 39 Hz, einem Probenstrom von 1 nA und einer Temperatur von 4,2 K durchgeführt. Dargestellt sind Magnetotransport-Messungen an dem 2 DEG-Bereich und den benachbarten Bereichen von 60 parallelen Drähten und einem Einzeldraht mit jeweils  $20 \mu\text{m}$  Länge. Die Drähte sind entlang der [011]-Richtung orientiert. Die Drahtbreite beträgt  $600 \pm 100 \text{ nm}$ . Alle dargestellten Meßkurven zeigen ein starkes Rauschen, daß vermutlich durch nichtohmsche Kontakte verursacht wird. Aus den Abständen der Widerstandsminima ergeben sich Ladungsträgerdichten von  $n_{2\text{DEG}} = 1,1 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ ,  $n_{60\text{Drähte}} = 1,09 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-2}$  und  $n_{60\text{Drähte}} = 1,08 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ .

schen zweidimensionalen und quasi-eindimensionalen Strukturbereichen durchführen lassen. Diese Herstellungsmethode unterstützt insbesondere die einfache Präparation von Einzeldrähten mit Kontaktsonden in Vierpunktgeometrie.

Abb.10.19 zeigt einen Vergleich der Transport-Messungen zwischen einem 2 DEG-Bereich und 60 parallelen Drähten sowie einem Einzeldraht. Die Minima der Subbandindices in Abhängigkeit des reziproken Magnetfeldes verhalten sich linear. Die Dichte der freien Ladungsträger im Drahtkanal ist gegenüber der Dichte im 2 DEG-Bereich lediglich um 1% reduziert. Dies läßt darauf schließen, daß die in Abb. 10.16 erkennbare Kontamination der Grenzfläche möglicherweise Elektronenfängerstellen darstellt, die einen Teil der Ladungsträger lokalisiert. Im Vergleich dazu ist in Abb.10.20 die Magnetotransport-Messung an einem Draht in [011]-Orientierung dargestellt, der im gleichen Prozeß wie die Probe aus Abb.10.19 hergestellt wurde. Der Kurvenverlauf ist mit einer Schwebung überlagert, die durch die Besetzung eines zweiten Subbandes verursacht wird. Die Subbandindices in Abhängigkeit des reziproken Magnetfeldes zeigen ebenfalls ein lineares Verhalten.



**Abb. 10.20 :** Magnetotransport-Messung des Längswiderstandes  $R_{xx}(B)$  an einem CAIBE+CGE-geätzten sowie überwachsenen Einzeldraht von  $20 \mu m$  Länge (Parameter mit denen aus Abb. 10.19 identisch). Die Messung wurde mit LockIn-Technik in Vierpunktgeometrie bei 39 Hz, einem Probenstrom von 1 nA und einer Temperatur von 4,2 K durchgeführt. Der Draht ist entlang der [011]-Richtung orientiert. Er Draht ist identisch mit dem in Abb. 10.12 gezeigten REM-Bild. Die geometrische Drahtbreite wird durch die Breite der oberen (100)-Facette bestimmt (vergleiche Abb. 10.11) und beträgt  $540 \pm 50$  nm.

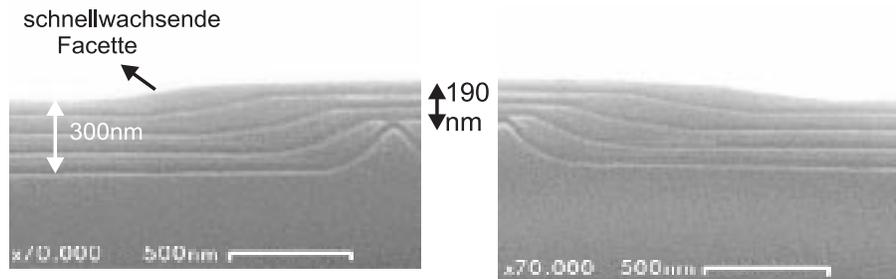
# Kapitel 11

## Ausblick

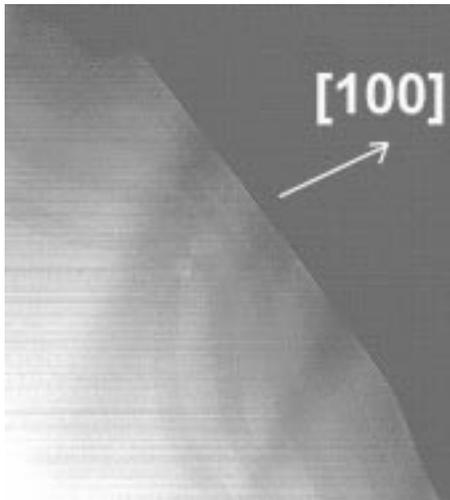
Aus dieser Arbeit ergeben sich verschiedene Ansätze für neuartige Proben-  
designs, mit denen sich durch *in-situ* Ätzen und Überwachsen Quantenstruk-  
turen herstellen lassen. Im folgenden werden zwei vielversprechende Proben-  
designs und erste Ergebnisse vorgestellt. Anschließend wird ein schädigungsfreies  
und anisotropes Strukturierungsverfahren sowie eine nachträgliche Oberflächen-  
reinigungsmethode beschrieben.

### 11.1 Selbstorganisiertes Wachstum

R. Nötzel hat auf entlang der  $[01\bar{1}]$ -Richtung strukturierten  $(311)A$ -GaAs-Ober-  
flächen ein selbstorganisierten Wachstumsmodus gefunden, der zu einem schnell-  
wachsenden, konvexen Facettenprofil der Seitenfläche führt [165]. Beim Über-  
wachsen derartiger Strukturen mit einer  $Al_{0,33}Ga_{0,67}As$ -GaAs- $Al_{0,33}Ga_{0,67}As$ -  
Schichtfolge zur Herstellung eines Quantentroges bildet sich in den Seitenkanä-  
len ein Quantendraht aus. Ein diesem Verhalten entsprechender Wachstums-  
modus wurde in dieser Arbeit bei spitz zulaufenden Drahtstrukturen entlang  
der  $[011]$ -Richtung auf  $(100)$ -GaAs-Substraten entdeckt (siehe Abbildung 11.1).  
Im Gegensatz zu der von Nötzel beobachteten selbstorganisierten Bildung zwei-



**Abb. 11.1:** Bruchkantenansicht eines spitz zulaufenden und überwachsenen Drahtes in  $[011]$ -Richtung. Die Probe ist naßchemisch strukturiert und mit Indium auf ein 0,2 mm dickes 2" Molybdänblech geklebt worden. Nach der Oxiddesorption wurde die Struktur mit vier alternierenden, je 50 nm dicken  $Al_{0,33}Ga_{0,67}As$ -GaAs Schichten überwachsen ( $T_{Wachstum} = 700^\circ C$  (Thermoelementanzeige)). Das  $Al_xGa_{1-x}As$  wurde selektiv angeätzt (siehe Anhang C).



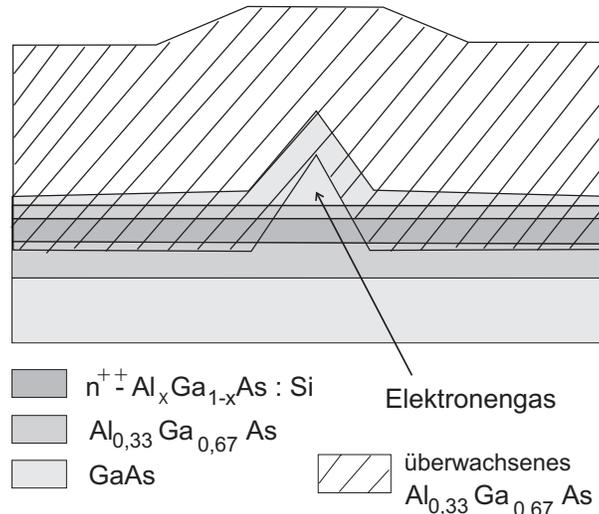
**Abb. 11.2:** Transmissions-Elektronenmikroskopische Aufnahme der selbstorganisierten Wachstumsstruktur aus Abbildung 11.1. Die Abbildung ist im Gegensatz zur Abbildung 11.1 um ca.  $45^\circ$  nach rechts gekippt und um Faktor drei vergrößert dargestellt. Es sind keine Flächendefekte innerhalb der überwachsenen Schichtstruktur zu erkennen.

er unterschiedlich gewölbter Seitenprofile, basiert die in Abbildung 11.1 gezeigte Struktur auf gleichartige (h11)-Oberflächentypen der Seitenflächen, die zu einem spiegelsymmetrischen Wachstumsprofil führen. Dieses besondere Wachstumsverhalten kann für die Herstellung von *in-situ* geätzten und überwachsenen Quantenstrukturen eingesetzt werden.

## 11.2 Ausgangsstruktur: invertierter HEMT

Die hohe Defektdichte an geätzten und überwachsenen  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Bereichen (siehe Abbildung 10.16) der in dieser Arbeit verwendeten Ausgangsstruktur wurde auf die Reaktivität des Aluminiums zurückgeführt. In Abbildung 11.3 ist eine alternative Ausgangsstruktur dargestellt, die vier Vorteile mit sich bringt.

- Das Elektronengas befindet sich oberhalb der Dotierschicht. Die verjüngende Trapezform des Drahtbereiches gewährleistet eine erweiterte Dotierschichtbreite im Vergleich zur geometrischen Breite des GaAs-Drahtes. Das große Angebot an freien Elektronen kann somit mögliche Grenzflächenzustände absättigen bei einem großen *confinement*-Potential der restlichen freien Elektronen im GaAs-Kanal.
- Der zu überwachsene Drahtbereich besteht komplett aus GaAs und beinhaltet deswegen eine geringe Oberflächenkontamination.
- Aufgrund der bereits in der Unterlage vorhandenen Dotierung kann undotiert Überwachsen werden. Dies ermöglicht eine von der Kristallorientierung unabhängige Strukturierung.
- Eine exakte Vorpräparation, die keine aluminiumhaltigen Bereiche freilegt, ermöglicht die Herstellung einer gereinigten Oberfläche durch Oxiddesorption. Die geringe erforderliche Ätztiefe (*Spacer* + Dotierschichtdicke) erlaubt eine alleinige CGE-Strukturierung, unter eventueller Inkaufnahme isotropen Ätzverhaltens.



**Abb. 11.3:** Schematische Darstellung einer invertierten HEMT-Struktur (GaAs-Substrat + 150 nm  $Al_{0,33}Ga_{0,67}As$  + 57 nm  $n^{++}Al_{0,33}Ga_{0,67}As:Si$  +  $Al_{0,33}Ga_{0,67}As$  spacer + GaAs cap nach einer dreieckförmigen *ex-situ cap*-Strukturierung. Gestrichelt eingezeichnet ist die nach einem *in-situ* Ätzschritt aufzuwachsene  $Al_xGa_{1-x}As$ -Schicht.

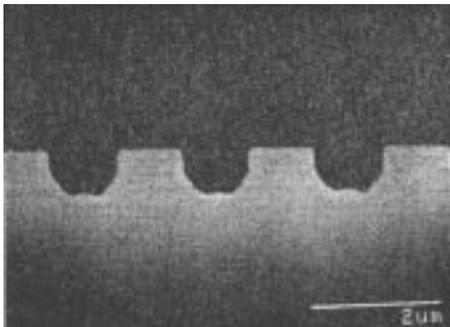
Der Nachteil dieses Designs besteht in der eingeschränkten Einsatzmöglichkeit des CAIBE-Prozesses. Bei ausreichender Höhe des GaAs-Drahtes ( $> 400$  nm), bildet sich nur ein unteres Elektronengas aus, das nicht durch einen Ionenimpakt von oben geschädigt wird. Derartig hohe GaAs-Stege lassen allerdings keine geometrischen Strukturbreiten unterhalb  $\sim 100$  nm zu. Flache GaAs-Stege  $< 100$  nm Höhe können dagegen allein mit CGE-geätzt werden.

Das Problem in der Herstellung hochbeweglicher invertierter HEMT-Strukturen ist die Si-Segregation in Wachstumsrichtung, die bis zu 20 nm bei einer typischen Wachstumstemperatur von  $\sim 630^\circ C$  betragen kann [167]. Cho et al. haben 2 DEGs in invertierten HEMT-Strukturen mit Beweglichkeiten  $> 10^5$  cm<sup>2</sup>/Vs bei 77 K hergestellt, die für eine qualitative Funktionskontrolle des obigen Herstellungsschemas von Quantendrähten völlig ausreichend sind [168].

### 11.3 Photonen-unterstütztes Ätzen

Als Alternative zum CAIBE-Prozeß wird seit einigen Jahren Photonen-unterstütztes Ätzen von GaAs in Chloratmosphäre untersucht. Durch die Einstrahlung von Laserpulsen wird zum einen der Reaktionsprozeß zwischen molekularem Chlor und der Probenoberfläche stimuliert und zum anderen die Desorption der Reaktionsprodukte angeregt [169, 170].

Berman et al. haben bei einer Laserpulsrate von 10 Hz bei 360 mJ/cm<sup>2</sup>, einer Oberflächentemperatur von 298 K und  $p_{Cl} = 1,2$  Torr eine Ätzrate von  $> 2000$  nm/min erzielt [171]. Die Anisotropie dieses Ätzverfahren wurde von Shih et al. demonstriert (siehe Abb. 11.4). Typische durch Ionen- oder Elektronenbeschuß verursachte Ätzschäden im Halbleitermaterial sind bei dieser Technik nicht zu erwarten.



**Abb. 11.4:** REM-Bruchkantenansicht einer in  $[1\bar{1}0]$ -Richtung strukturiert und Photonenunterstützt in Chlorgasatmosphäre geätzten Probe [172].

## 11.4 Oberflächenreinigung mit Wasserstoff

Die GaAs-Waferreinigung von Oberflächenoxiden und anderen Verunreinigungen mittels Wasserstoffradikale oder niederenergetischen Wasserstoffionen aus ECR-Plasmen ist von verschiedenen Gruppen untersucht worden [173, 174, 175]. Burke et al. haben die elektronischen Eigenschaften von 2 DEGs 50 nm oberhalb einer bei  $500^\circ\text{C}$  in einer  $\text{H}^+$ -Atmosphäre gereinigten Oberfläche mit einer bei  $630^\circ\text{C}$  thermisch gereinigten *ex-situ*-Oberfläche verglichen [176]. Die mit Wasserstoffradikalen gereinigten Proben zeigten eine Ladungsträgerdichte von  $5,3 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  nach Beleuchtung, die ca. eine Größenordnung besser als thermisch gereinigte Grenzflächen sind. Niwa et al. haben mit ECR-Wasserstoffplasmen gereinigte und überwachte GaAs-Grenzflächen anhand von CV- und SIMS-Messungen untersucht [177]. Sauerstoff- und Kohlenstoffkontaminationen der Oberfläche konnten bis unterhalb der SIMS-Auflösungsgrenze (Grenzflächenatomdichte  $< 2 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ ) beseitigt werden. Die Oberflächenreinigung mit Wasserstoff besitzt somit das Potential, die Kontamination der in diesem Projekt hergestellten trockenphysikalisch geätzten Oberflächen zu reduzieren.

In einem ersten Testversuch wurde ein Plasma aus einem Argonwasserstoffgemisch (90% Ar + 10%  $\text{H}_2$ ) in der verwendeten ECR-Quelle gezündet. Allerdings konnte auf einer Probe nach 15 minütigem Ätzen mit einer Ionenenergie von  $E_{Ion} = 100 \text{ eV}$  und  $j_{Ion} = 100 \mu\text{A}/\text{cm}^2$  kein GaAs-Materialabtrag nachgewiesen werden. Bei diesem Testversuch wurde ein Teilstück der Installation mit Schlauchverbindungen durchgeführt. Aus diesem Grunde war ein Abpumpen von Sauerstoffrückständen in der Leitung nicht möglich. Mehrmaliges Spülen der Leitungen mit dem Ar/ $\text{H}_2$ -Gas konnte den Sauerstoffgehalt der Gasmischung nicht unterhalb ca. 1-5% reduzieren.

Es wird vermutet, daß der hohe Sauerstoffanteil im Ätzgasgemisch die Oberflächenoxidschichtdicke auf der zu ätzenden Probe aufrecht erhielt und einen effektiven Ätzprozeß verhinderte. Eine komplette Installation von reinem Wasserstoffgas mit vollständig ECR-verschraubten Leitungen zur Ätzkammer hin würde eine Sauerstoffkontamination des Ätzgases vermeiden und sollte zu einem Ätzeffekt von GaAs-Proben führen.

# Kapitel 12

## Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit befaßt sich mit einer neuartigen Technologie zur Herstellung von *in-situ* trocken geätzten und sukzessiv molekularstrahlepitaktisch überwachsenen, modulationsdotierten  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -GaAs-Heterostrukturen. Ziel ist es, die Oberflächendefekte eines strukturierten Schichtsystems derart abzusättigen, daß niederdimensionale Elektronensysteme mit hohen Einschlußpotentialen hergestellt werden können.

Für das verwendete, MBE-gewachsene  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$ -Volumenmaterial wurde eine Aktivierungsenergie  $E_A$  der Elektronen von den Donatorniveaus in das Leitungsband mit 142 meV bestimmt. Die freie Elektronendichte im GaAs:Si stimmt bei 4,2 K mit der Siliziumatomdichte ( $N_{Si} \leq 3,5 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ ) überein, während beim  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As:Si}$  in diesem Temperaturbereich alle Ladungsträger in tiefen Niveaus ausgefroren sind.

Zur *ex-situ*-Vorstrukturierung wurde eine speziell entwickelte photolithographische Maske eingesetzt, die mittels Kontaktlithographie eine Photolackmaskierung von Draht- und Kontaktstrukturen mit Abmessungen bis unterhalb 500 nm ermöglicht. Die anschließende Strukturierung der GaAs-Deckschicht oberhalb des aktiven Elektronenbereiches erfolgte zum Teil über einen selektiven GaAs- über  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$ -RIE-Prozeß als auch über einen naßchemischen, selektiven GaAs- über AlAs-Ätzprozeß. Das Ätzverhalten der dabei verwendeten Zitronensäurelösung wurde in Abhängigkeit des Mischungsverhältnisses charakterisiert und auf die Herstellung von Drahtstrukturen mit definierter Orientierung der Seitenfacetten hin optimiert.

Die zur Desorption des Oberflächenoxids nötige Temperatur konnte für die hergestellten GaAs-Strukturen mithilfe von RHEED Messungen bestimmt und durch eine naßchemische, *ex-situ* Reinigungssequenz reduziert werden.

Die Vor- und Nachteile der zur Verfügung stehenden *in-situ* Trockenätzprozesse IBE, CGE und CAIBE wurden in Hinblick auf ihre Eignung zum tiefmesa Ätzen von strukturierten Bereichen untersucht. Die Ätzraten für einen anisotropen CAIBE-Prozeß bei einer minimalen, praktikablen Ionenenergie von 100 eV lagen bei 70 nm/min, während das CGE-Ätzverhalten stark anisotrop verläuft und sich nicht zum strukturierten tiefmesa Ätzen eignet. Bei einer gemessenen Oberflächentemperatur von  $\sim 550^\circ\text{C}$  (entspricht einer realen Temperatur von ca.  $\sim 400^\circ\text{C}$ ) konnte bei einem Partialchlordruck von  $2 \cdot 10^{-5}$  Torr ein stöchio-

metrisches CGE-Ätzverhalten beobachtet werden. Der IBE-Prozeß wurde aufgrund seiner geringen Ätzrate und hohen Materialschädigung lediglich zur Beseitigung von Aluminiumoxiden auf planaren Oberflächenbereichen eingesetzt. Das tiefmessa Ätzen von strukturierten Bereichen wurde mit einem CAIBE- und mit einem anschließenden kurzen, stöchiometrischen CGE-Prozeß (zur Beseitigung der Ätzschäden durch den Ionenbeschuß) durchgeführt. Aus der Diskussion über Ätzschäden durch Ionenbeschuß ergibt sich eine Vorgehensweise, bei der nach einem CAIBE-Prozeß der CGE-Prozeß bei einer geringen Temperatur unterhalb von  $100^{\circ}\text{C}$  durchzuführen ist, um eine Diffusion der Defektstellen (As auf Gitterzwischenplätzen, Gitterfehlstellen) in das Material zu verhindern. Der Chlordruck muß entsprechend gering gewählt werden, um ein stöchiometrisches Ätzverhalten zu gewährleisten.

AFM-Voruntersuchungen an planaren Proben zeigten, daß unter den optimierten Ätzparametern des kombinierten CAIBE- und CGE-Prozesses die RMS-Oberflächenrauigkeit  $< 1\text{ nm}$  und damit vergleichbar MBE-gewachsenen Oberflächen ist. Mit Hilfe von Kapazitäts-Spannungs-Messungen (CV) an Schottky-Kontakten auf geätzten Oberflächen konnte eine Reduzierung der Defektdichte durch den kombinierten Ätzprozeß festgestellt werden. Genauere Ergebnisse lieferten CV-Messungen zur Bestimmung der Grenzflächenverarmungsdichte  $N_{ss}$  an geätzten und überwachsenen Grenzflächen.  $N_{ss}$  entspricht in diesem Fall der in den Grenzflächendefekten eingefangenen Elektronendichte. Als Referenz wurde bei einer Probe mit Wachstumsunterbrechung inklusive eines *in-situ* Transfers in die Ätzkammer  $N_{ss}$  zu  $1,0 \cdot 10^{11}\text{ cm}^{-2}$  bestimmt. Während bei einer rein CAIBE-geätzten Probe die Grenzflächenverarmungsdichte  $4,4 \cdot 10^{11}\text{ cm}^{-2}$  beträgt, lag bei einer CAIBE- und CGE-geätzten Probe die Grenzflächenschädigung mit  $N_{ss} = 1,6 \cdot 10^{11}\text{ cm}^{-2}$  im Bereich der Referenzprobe. Eine Siliziumanreicherung durch den Ätzprozeß wurde nicht beobachtet.

Die Ergebnisse der CV-Messungen wurden mit Magnetotransportmessungen an Elektronengasen einer HEMT-Struktur verglichen, die an dem Heteroübergang einer vergleichbaren Wachstumsunterbrechung bzw. einem Ätzprozeß ausgesetzt gewesen waren. An CAIBE-geätzten Grenzflächen konnten keine freien Ladungsträger beobachtet werden, während die Schädigung einer mit optimalen Parametern CGE-geätzten Grenzfläche ( $n_{2D} = 4,7 \cdot 10^{11}\text{ cm}^{-2}$ ,  $\mu_{2D} = 81000\text{ cm}^2/\text{Vs}$ ) vergleichbar mit einer Referenzprobe ( $n_{2D} = 3,6 \cdot 10^{11}\text{ cm}^{-2}$ ,  $\mu_{2D} = 110000\text{ cm}^2/\text{Vs}$ ) ist. Diese Referenzprobe wurde ohne Ätzprozeß lediglich von der MBE zur Ätzkammer hin- und rücktransferiert. Die Daten einer durchgehend gewachsenen Probe betrug  $n_{2D} = 3,6 \cdot 10^{11}\text{ cm}^{-2}$  und  $\mu_{2D} = 110000\text{ cm}^2/\text{Vs}$ .

Beim molekularstrahlepitaktischen Überwachsen von strukturierten GaAs-Bereichen wurde die Bildung von  $\{111\}$ B-Facetten auf Drahtstegen entlang der  $[011]$ -Richtung und von  $\{311\}$ A-Facetten auf Drahtstegen entlang der  $[011]$ -Richtung beobachtet. Dies wird mit der Entstehung von Oberflächen entsprechend der jeweilig geringsten freien Energie erklärt.  $\{111\}$ A-Facetten entstehen erst als energetisch nächsthöhere Oberflächenstruktur, nachdem sich die lokal eingegrenzten  $\{311\}$ A-Facetten vollständig ausgebildet haben. Bei Wachstumstemperaturen oberhalb von ca.  $400^{\circ}\text{C}$  wird keine Materialabscheidung auf  $\{011\}$ - und  $\{0\bar{1}1\}$ -Typ-Seitenflächen beobachtet. Bei einem Winkel  $< 70^{\circ}$  zwi-

schen der (100)-Oberfläche und den jeweiligen Seitenfacetten bilden sich ( $h11$ )-Facetten ( $h \leq 3$ ) beim Überwachsen aus. Die glattesten Oberflächen werden bei einer Wachstumstemperatur um ca.  $600^\circ\text{C}$  erzielt. Bei Wachstumsraten von  $0,67\ \mu\text{m/h}$  (GaAs) bzw.  $1\ \mu\text{m/h}$  ( $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$ ) bilden sich an Strukturen entlang der  $[011]$ -Richtung stabile (311)B- und an Strukturen entlang  $[0\bar{1}1]$ -Richtung stabile (111)A-Seitenflächen aus. Die teilweise Ausbildung von stark facettierten Unterstrukturen an den Seitenfacetten wird auf eine lokale Verringerung der freien Oberflächenenergie zurückgeführt und ist rein wachstumsbedingt.

Beim Überwachsen von Drahtstrukturen entlang der  $[0\bar{1}1]$ -Richtung mit  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$  wird eine erhöhte Diffusion des Galliums relativ zum Aluminium von der Drahtseitenfläche weg beobachtet, was zu einem graduellen Anstieg der Aluminiumkonzentration zur Grenzfläche hin führt. Dieser Effekt tritt bei Strukturen entlang  $[011]$  nicht auf.

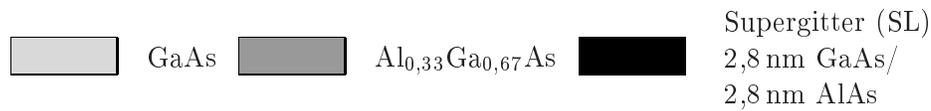
Anhand von REM-Bildern wird das erfolgreiche tiefmesa Ätzen und Überwachsen von  $500\ \text{nm}$  breiten Drahtstrukturen durch einen  $20\ \text{nm}$  dicken Quantentrog dokumentiert. In Transmissions-Elektronenmikroskopischen Aufnahmen werden bei dieser Probe keine Flächendefekte beobachtet. Punktartige Defekte im Grenzflächenbereich werden auf Kohlenstoffkontaminationen zurückgeführt. Magnetotransport-Untersuchungen an geätzten und überwachsenen Proben, die sowohl Messungen an einem 2DEG-Bereich als auch an einem Einzeldraht ermöglichen, bestätigen die Funktionsweise des entwickelten Herstellungsprozesses.

In einem Ausblick werden alternative Probendesigns und erweiterte Präparationstechniken vorgestellt. Speziell das beobachtete selbstorganisierte Wachstum einer schnellwachsenden Seitenfacette an konkaven Grenzflächen in  $[011]$ -Richtung scheint eine weitere, vielversprechende Technik zur weiteren Präparation von Quantenstrukturen zu sein.

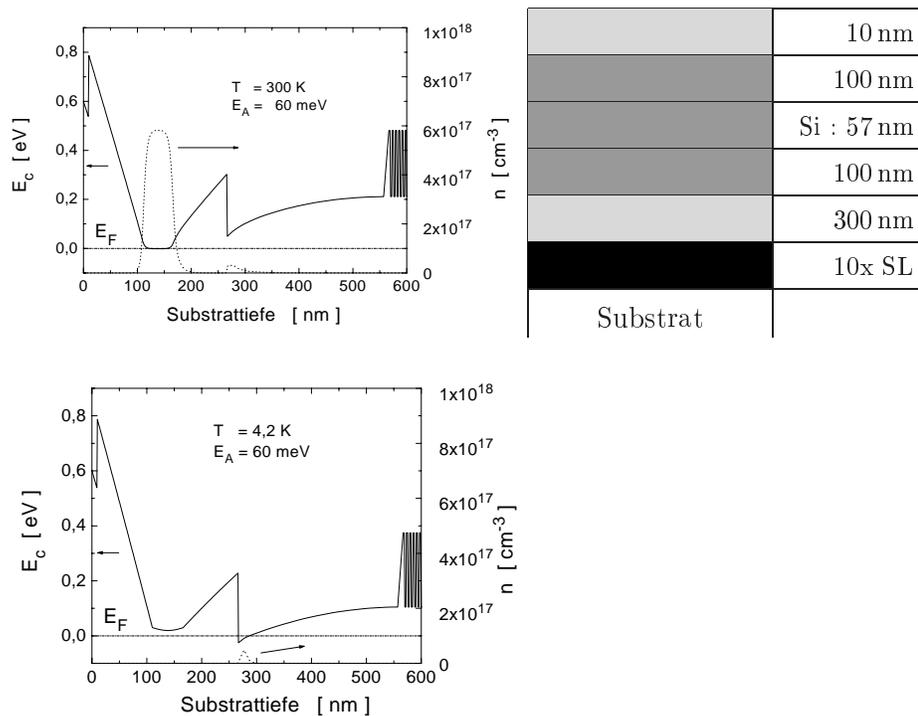
# Anhang A

## Probenaufbau

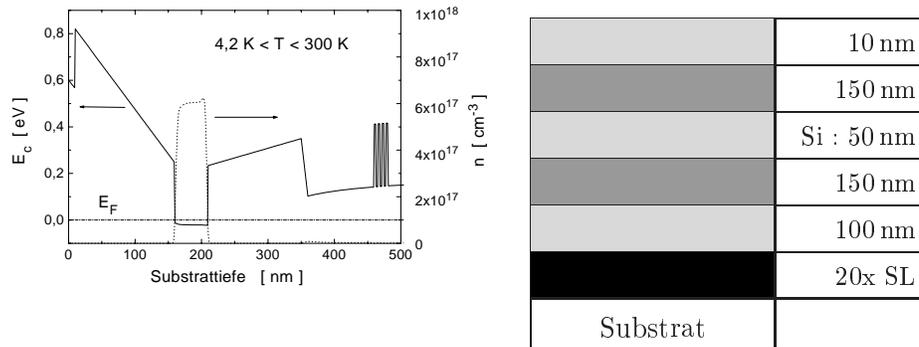
Aufistung der im Text erwähnten MBE-Proben, die im Institut für Angewandte Physik, Hamburg, gewachsen wurden. Es werden neben dem schematischen Schichtaufbau der Proben die mit einem eindimensionalen Poisson-Solver [73] berechneten Ladungsträgerdichten und Energiebandverläufe in Abhängigkeit der Temperatur gezeigt. Die verwendete Si-Standarddotierung beträgt bei allen Proben  $N_{Si} = 3,5 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  in GaAs und  $N_{Si} = 2 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  in  $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}$ . Die Siliziumzelltemperatur betrug, wenn nicht anders angegeben,  $1063^\circ\text{C}$ .



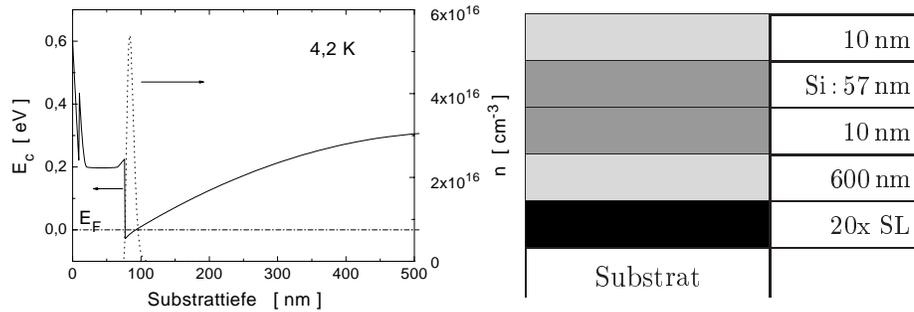
### Probe: HH #312



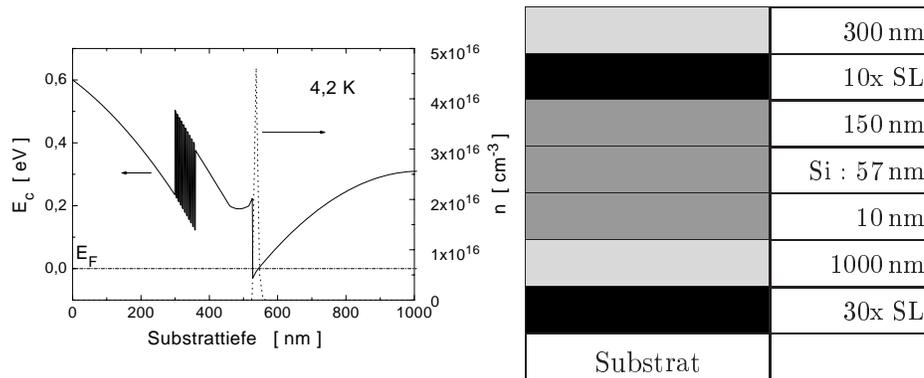
### Probe: HH #314



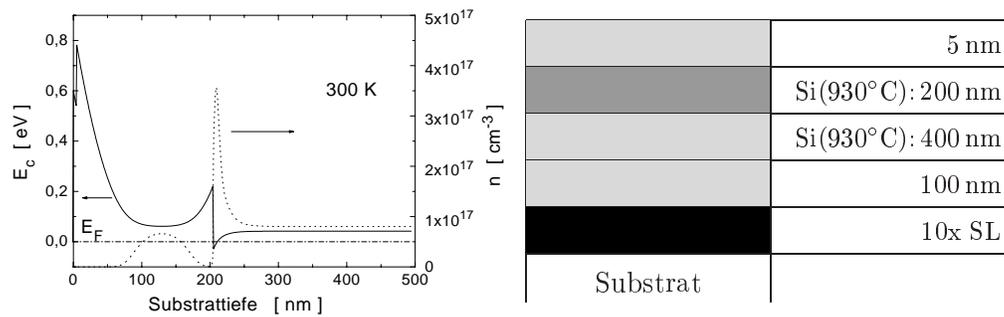
### Probe: HH #313: HEMT auf 0,3 mm Molybdänblech



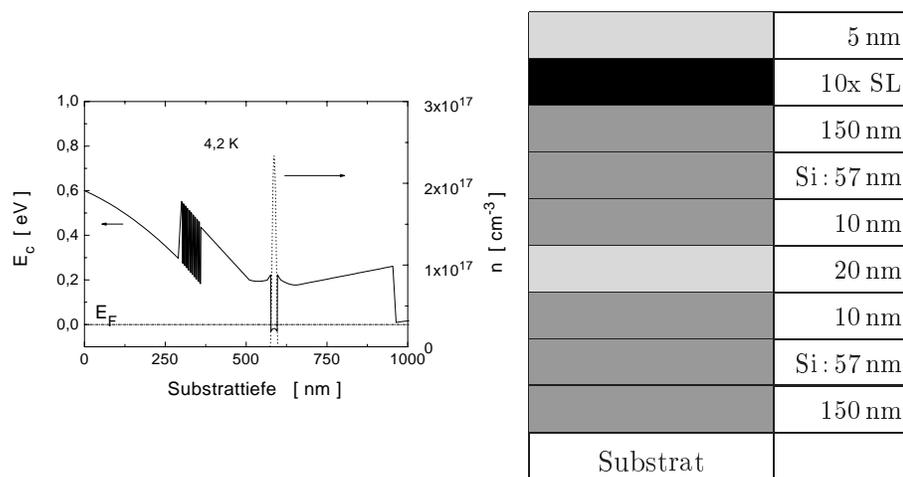
### Probe: HH #454 HEMT mit 10 nm Spacer



## Probe: HH #494 $\text{Al}_{0,33}\text{Ga}_{0,67}\text{As}:\text{Si}-\text{GaAs}:\text{Si}$ Barriere

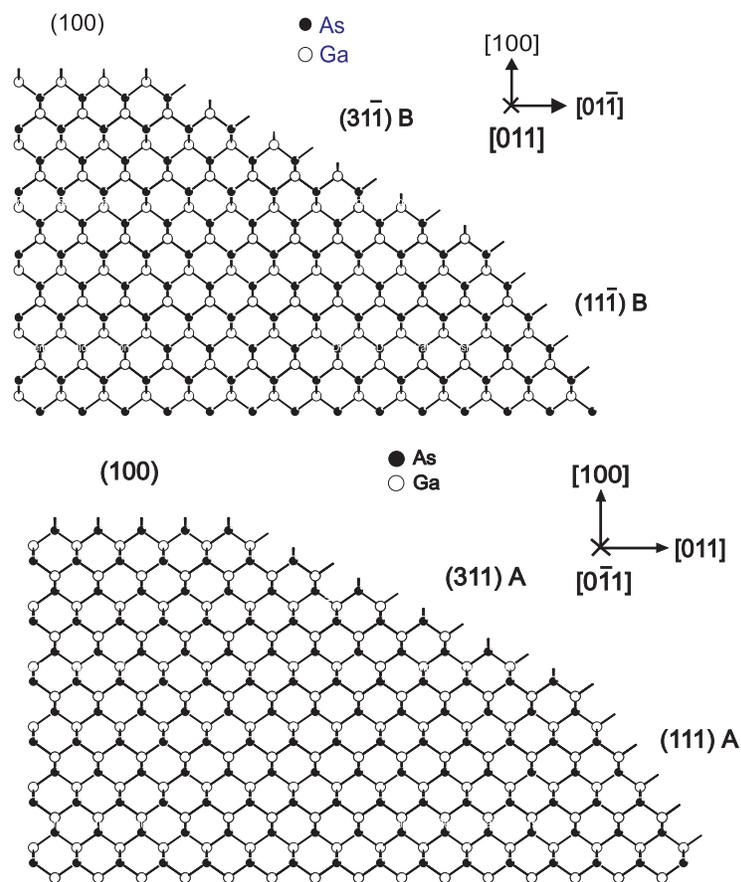


## Probe: HH #515 20 nm dicker Quantentrog



## Anhang B

# Atommodelle des GaAs-Kristallgitters



**Abb. B.1:** Ansicht des GaAs-Kristallgitters entlang der [011]- (**oberes Bild**) und  $[0\bar{1}1]$ -Richtung (**unteres Bild**). Gezeigt wird jeweils die obere (100)-Fläche sowie der Aufbau einer  $(31\bar{1})$ B- und  $(11\bar{1})$ B-Seitenfläche (**oberes Bild**) sowie einer  $(311)$ A- und  $(111)$ A-Seitenfläche (**unteres Bild**). Jedes Atom hat vier tetraedrisch angeordnete, gleichlange Bindungsarme. In dieser Perspektive stehen die beiden längeren Bindungsarme in einem Winkel von  $109,5^\circ$  zueinander. Die unter dieser Perspektive kürzeren Bindungsarme entsprechen den beiden übrigen, hintereinanderstehenden Bindungen.

# Anhang C

## Ätzrezepte

### Selektive $\text{Al}_{0,3}\text{Ga}_{0,7}\text{As}$ - über $\text{GaAs}$ -Ätze [178]:

- 15 ml der Lösung
  - 25 ml  $\text{H}_2\text{O}$
  - 16,25 g  $\text{I}_2$  (Jod)
  - 27,8 g KI (Kaliumjodid)
- 15 ml gepufferte  $\text{H}_2\text{SO}_4$  Lösung (pH=0,9)

Die Selektivität beträgt ca. 137 : 1 bei einer  $\text{Al}_{0,3}\text{Ga}_{0,7}\text{As}$  Ätzrate von  $1\mu\text{m}/\text{min}$ .

---

### Mischungsverhältnis der Phosphorsäureätze:

- 3 ml 85%ige Phosphorsäure
- 1 ml  $\text{H}_2\text{O}_2$
- 100 ml DI-Wasser

Die  $\text{GaAs}$ -Ätzrate beträgt  $30 \pm 3 \text{ nm}/\text{min}$  bei Raumtemperatur.

# Literaturverzeichnis

- [1] L. Esaki and R. Tsu, IBM J. Research and Development **14** (1970) 6.1-5.
- [2] R. Dingle, H. L. Störmer, A. C. Gossard and W. Wiegmann, Appl. Phys. Lett. **33** (1978) 665.
- [3] L. Pfeiffer, K. W. West, H. L. Störmer and K. W. Baldwin, Appl. Phys. Lett. **55** (1989) 1888.
- [4] K. von Klitzing, G. Dorga and M. Pepper, Phys. Rev. Lett. **45** (1982) 1559.
- [5] D. C. Tsui, H. L. Störmer and A. C. Gossard, Phys. Rev. Lett. **48** (1980) 494.
- [6] B. J. van Wees, H. van Houten, C. W. J. Beenakker, J. G. Williamson, L. P. Kouwenhoven, D. van der Marel and C. T. Foxon, Phys. Rev. Lett. **60(9)** (1988) 848.
- [7] D. A. Wharam, M. Pepper, H. Ahmed, J. E. F. Frost, D. G. Hasko, D. C. Peacock, D. A. Ritchie and G. A. C. Jones, J. Phys. C: Solid State Phys. **21** (1988) L887.
- [8] A. Y. Cho, R. W. Dixon, H. C. Casey Jr. and R. L. Hartman, Appl. Phys. Lett. **28** (1976) 501.
- [9] J. R. Arthur, J. Appl. Phys. **39** (1968) 4032.
- [10] A. Y. Cho, J. Appl. Phys. **41** (1970) 2780.
- [11] T. J. Thornton, M. Pepper, H. Ahmed, D. Andrews and G. J. Davies, Phys. Rev. Lett. **56** (1986) 1198.
- [12] L. Pfeiffer, H. L. Störmer, K. W. Baldwin, K. W. West, A. R. Goni, A. Pinczuk, R. C. Ashoori, M. M. Dignam and W. Wegscheider, J. Crys. Growth. **127** (1993) 849.
- [13] M. Lopez, N. Tanaka, I. Matsuyama and T. Ishikawa, Appl. Phys. Lett. **68** (1995) 658.
- [14] E. Colas, E. Kapon, S. Simhony, H. M. Cox, R. Bhat, K. Kash and P. S. D Lin, Appl. Phys. Lett. **55** (1989) 867.

- [15] M. Ritz, T. Kaneko and K. Eberl, *Appl. Phys. Lett.* **71(5)** (1997) 695.
- [16] H. Schuler, MPI Stuttgart, mündliche Mitteilung (1999).
- [17] M. Balooch, D. R. Olander and W. J. Siekhaus, *J. Vac. Sci. Technol. B* **4(4)** (1986) 794.
- [18] F. Osaka, T. Ishikawa, N. Tanaka, M. Lopez and I. Matsuyama, *J. Vac. Sci. Technol. B* **12(5)** (1994) 2894.
- [19] N. Furuhashi, H. Miyamoto, A. Okamoto and K. Ohata, *J. Appl. Phys.* **65(1)** (1989) 168.
- [20] N. Furuhashi, H. Miyamoto, A. Okamoto and K. Ohata, *J. Electr. Mater.* **19(2)** (1990) 201.
- [21] J. H. Ha, E. A. Ogryzlo and S. Polyhronopoulos, *J. Chem. Phys.* **89(5)** (1988) 2844.
- [22] S. M. Mokler, P. R. Watson, L. Ungier and J. R. Arthur, *J. Vac. Sci. Technol. B* **10(6)** (1992) 2371.
- [23] C. Su, M. Xi, Z.-G. Dai, M. F. Vernon and B. E. Bent, *Surf. Sci.* **282** (1993) 357.
- [24] H. G. Lee, R. J. Fischer, G. J. Zydzik and A. Y. Cho, *J. Vac. Sci. Technol. B* **11(3)** (1993) 989.
- [25] S. C. McNevin, *J. Vac. Sci. Technol. B* **4(5)** (1986) 1216.
- [26] L. A. DeLouise, *Surf. Sci. Lett.* **244** (1991) L87.
- [27] T. Senga, Y. Matsumi and M. Kawasaki, *J. Vac. Sci. Technol. B* **14(5)** (1996) 3230.
- [28] D. G. Lishan and E. L. Hu, *J. Vac. Sci. Technol. B* **8(6)** (1990) 1951.
- [29] Y. Kadoya, T. Yoshida and H. Noge, *J. Appl. Phys.* **83(1)** (1997) 567.
- [30] Y. Kadoya, T. Yoshida, Y. Nagamune, H. Noge and H. Sakaki, *J. Crys. Growth.* **150** (1995) 317.
- [31] Y. Kadoya, H. Noge, H. Kano and H. Sakaki, *J. Crys. Growth.* **127** (1993) 877.
- [32] M. S. Ameen and T. M. Mayer, *J. Appl. Phys.* **63(4)** (1988) 1152.
- [33] M. Hagberg, B. Johnsson and A. G. Larsson, *J. Vac. Sci. Technol. B* **12(2)** (1993) 555.
- [34] R. J. Davies and E. D. Wolf, *J. Vac. Sci. Technol. B* **8(6)** (1990) 1798.
- [35] G. C. Tyrrell, D. Marshall, J. Beckman and R. B. Jackman, *J. Phys.: Condens. Matter* **3** (1991) S179.

- [36] H. Kawanishi, T. Morioka, A. Shimonaka, M. Taneya and A. Suzuki, *Jpn. J. Appl. Phys.* **35** (1996) L880.
- [37] S. C. McNevin and G. E. Becker, *J. Appl. Phys.* **58(12)** (1985) 4670.
- [38] W. L. O'Brien, C. M. Paulsen-Boaz, T. N. Rhodin and L. C. Rathbun, *J. Appl. Phys.* **64(11)** (1988) 6523.
- [39] W. J. Grande, J. E. Johnson and C. L. Tang, *J. Vac. Sci. Technol. B* **8(5)** (1990) 1075.
- [40] G. A. Lincoln, M. W. Geis, S. Pang and N. N. Efremow, *J. Vac. Sci. Technol. B* **1(4)** (1983) 1043.
- [41] W. D. Goodhue, S. W. Pang, G. D. Johnson, D. K. Astolfi and D. J. Ehrlich, *Appl. Phys. Lett.* **51(21)** (1987) 1726.
- [42] J. S. Smith, P. L. Derry, S. Margalit and A. Yariv, *Appl. Phys. Lett.* **47(7)** (1985) 712.
- [43] H. Saito, M. Sugimoto, M. Anan and Y. Ochiai, *Jpn. J. Appl. Phys.* **32** (1994) L1034.
- [44] S. Nilsson, E. Van Gieson, D. J. Arent, H. P. Meier, W. Walther and T. Forster, *Appl. Phys. Lett.* **55(10)** (1989) 972.
- [45] W. T. Tsang and A. Y. Cho, *Appl. Phys. Lett.* **30(6)** (1977) 293.
- [46] X.-Q. Shen, D. Kishimoto and T. Nishinaga, *Jpn. J. Appl. Phys.* **33** (1994) 11.
- [47] M. Walther, T. Röhr, G. Bohm, G. Tränkle and G. Weimann, *J. Crys. Growth.* **127** (1993) 1045.
- [48] T. Röhr, H. Kratzer, G. Bohm, W. Klein, G. Tränkle and G. Weimann, *J. Crys. Growth.* **150** (1995) 306.
- [49] S. Koshiba, T. Noda, H. Noge, Y. Nakamura, H. Ichinose, T. Shitara, D. D. Vvedensky and H. Sakaki, *J. Crys. Growth.* **150** (1995) 322.
- [50] T. Hayakawa, M. Morishima, M. Nagai, H. Horie and K. Matsumoto, *Surf. Sci.* **267** (1992) 8.
- [51] Y. Liu, S. Shimomura, N. Sano, K. Gamo, A. Adachi and S. Hiyamizu, *Semicond. Sci. Technol.* **8** (1993) 2197.
- [52] A. Madhukar, *Thin Solid Films* **231** (1993) 8.
- [53] M. Dilger, M. Hohenstein, F. Phillipp, K. Eberl, A. Kurtenbach, P. Grambow, A. Lehmann, D. Heitmann and K. von Klitzing, *Semicond. Sci. Technol.* **9** (1994) 2258.
- [54] T. Yamada and Y. Horikoshi, *Jpn. J. Appl. Phys.* **33** (1994) L1027.

- [55] N. Haider, M. R. Wilby and D. D. Vvedensky, *J. Crys. Growth.* **62(24)** (1993) 3108.
- [56] T. Takebe, M. Fujii, T. Yamamoto, K. Fujita and T. Watanabe, *J. Vac. Sci. Technol. B* **14(4)** (1996) 2731.
- [57] E. Böckenhoff and H. Benisty, *J. Crys. Growth.* **114** (1991) 619.
- [58] H. P. Meier, R. F. Broom, P. W. Epperlein, E. van Gieson, Ch. Harder, H. Jäckel, W. Walther and D. J. Webb, *J. Vac. Sci. Technol. B* **6(2)** (1988) 692.
- [59] B. E. Maile, A. Forchel, R. Germann, J. Straka, L. Korte and C. Thanner, *Appl. Phys. Lett.* **57(8)** (1990) 807.
- [60] R. Bergmann, A. Menschig, G. Lehr, P. Kubler, J. Hommel, R. Rudeloff, B. Henle, F. Scholz and H. Schweizer, *J. Vac. Sci. Technol. B* **10(6)** (1992) 2893.
- [61] K. Eberl, P. Grambow, A. Lehmann, A. Kurtenbach, K. v. Klitzing, D. Heitmann, M. Dilger and M. Hohenstein, *Appl. Phys. Lett.* **63(8)** (1993) 1059.
- [62] M. Lopez, T. Ishikawa and Y. Nomura, *Jpn. J. Appl. Phys.* **32** (1993) L1051.
- [63] J. P. Harbison, A. Scherer, D. M. Hwang, L. Nazar and E. D. Beebe, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **126** (1988) 11.
- [64] E. M. Clausen Jr., J. P. Harbison, L. T. Florez and B. Van der Gaag, *J. Vac. Sci. Technol. B* **8(6)** (1990) 1960.
- [65] T. Ishikawa, I. Matsuyama, N. Tanaka, M. Lopez, M. Tamura and Y. Nanbu, *Jpn. J. Appl. Phys.* **34(2)** (1995) L1412.
- [66] K. D. Choquette, M. Hong, R. S. Freund, S. N. G. Chu, J. P. Mannaerts and R. C. Wetzel, *Appl. Phys. Lett.* **60(14)** (1992) 1738.
- [67] M. Hong, *J. Crys. Growth.* **150** (1995) 277.
- [68] Ch. Kittel, *Einführung in die Festkörperphysik*, Oldenbourg (1991) 101.
- [69] J. R. Chelikowsky and M. L. Cohen, *Phys. Rev. B* **14** (1976) 556.
- [70] N. Chand, T. Henderson, J. Klem, W. T. Masselink and R. Fischer, *Phys. Rev. B* **30** (1984) 4481.
- [71] M. A. Herman and H. Sitter, *Molecular Beam Epitaxy*, 2nd Edition, Springer-Verlag 1996.
- [72] P. M. Solomon, *The physics and fabrication of microstructures and microdevices* (ed. M. J. Kelly and C. Weisbuch), Springer Verlag (1986).

- [73] G. L. Snider, I.-H. Tan and E. L. Hu, *J. Appl. Phys.* **68** (1990) 2849.
- [74] I.-H. Tan, G. L. Snider, L. D. Lang and E. L. Hu, *J. Appl. Phys.* **68** (1990) 4071.
- [75] T. J. Drummond, W. G. Lyons, R. Fischer, R. E. Thorne, H. Morkoc, C. G. Hopkins and C. A. Evans Jr., *J. Vac. Sci. Technol.* **21(4)** (1982) 957.
- [76] S. M. Sze, *Physics of Semiconductor Devices*, 2nd Edition, Wiley 1982.
- [77] H. Künzel, A. Fischer, J. Knecht and K. Ploog, *Appl. Phys. A* **32** (1983) 69.
- [78] M. O. Watanabe and H. Maeda, *Jpn. J. Appl. Phys.* **20(9)** (1984) L734.
- [79] M. O. Watanabe, K. Morizuka, M. Mashita, Y. Ashikawa and Y. Zohta, *Phys. Rev. Lett.* **45** (1982) 1559.
- [80] E. F. Schubert and K. Ploog, *Phys. Rev. B* **30(12)** (1984) 7021.
- [81] J. J. Yang, L. A. Mandy and W. I. Simpson, *Appl. Phys. Lett.* **40** (1982) 244.
- [82] R. J. Nelson, *Appl. Phys. Lett.* **31(5)** (1977) 351.
- [83] T. N. Theis and S. L. Wright, *Appl. Phys. Lett.* **48(20)** (1977) 1374.
- [84] Y. B. Jia and H. G. Grimmeis, *J. Appl. Phys.* **80(6)** (1996) 3493.
- [85] Y. B. Jia, H. G. Grimmeis and L. Dobaczewski, *J. Appl. Phys.* **80(2)** (1996) 859.
- [86] M. Köhler, *Ätzverfahren für die Mikrotechnik*, Wiley (1970).
- [87] S. J. Pearton, U. K. Chakrabarti, W. S. Hobson and A. P. Kinsella, *J. Vac. Sci. Technol. B* **8** (1990) 607.
- [88] S. Salimian, C. B. Cooper III, R. Norton and J. Bacon, *Appl. Phys. Lett.* **51(14)** (1984) 1083.
- [89] T. Takebe, T. Yamamoto, M. Fujii and K. Kobayashi, *J. Electrochem. Soc.* **140** (1993) 1169.
- [90] W. Li-mo, *Chinese Physics* **4(4)** (1984) 951.
- [91] W. Eckstein, *Computer Simulation of Ion-Solid Interaction*, Springer Series in Materials Science, 1991.
- [92] A. Vaseashta, A. Elshabini-Riad and L. C. Burton, *Mat. Sci. and Engineering B* **9** (1991) 489.
- [93] K. G. Orrman-Rossiter, A. H. Al-Bayati and D. G. Armour, *Surf. Sci.* **225** (1990) 341.

- [94] C. Klein, Dissertation, Universität Hamburg (1999).
- [95] M. Tanaka, N. Tomita, T. Higuchi, S. Shimomura, A. Adachi, N. Sano and S. Hiyamizu, *J. Crys. Growth.* **150** (1995) 388.
- [96] N. Tanaka, M. Lopez, I. Matsuyama and T. Ishikawa, *J. Vac. Sci. Technol. B* **13(6)** (1995) 2250.
- [97] P. Chavarkar, D. S. L. Mui, T. Strand, L. A. Coldren and U. K. Mishra, *J. Crys. Growth.* **175/176** (1997) 393.
- [98] S. Miyakuni, M. Sakai, R. Hattori, S. Izumi, K. Sato and H. Takano, *J. Vac. Sci. Technol. B* **12(2)** (1994) 530.
- [99] J. L. Guyaux, J.- M. Ortion, Y. Cordier, M. Kappers, E. Chirlias and J.- Ch. Garcia, *J. Crys. Growth.* **201/202** (1999) 614.
- [100] U. Priebe, Diplomarbeit, Universität Hamburg, 1997.
- [101] K. Lohden, Diplomarbeit, Universität Hamburg, 1992.
- [102] S. Mitzlaff, Diplomarbeit, Universität Hamburg, 1996.
- [103] D. Tietjen, Diplomarbeit, Universität Hamburg, 1998.
- [104] V. Swaminathan and W. T. Tsang, *Appl. Phys. Lett.* **38** (1981) 347.
- [105] B. Goldstein, D. J. Szostak and V. S. Ban, *Surf. Sci.* **57** (1976) 733.
- [106] M. R. Melloch, C. L. Chang, N. Otsuka, K. Mahalingam, J. M. Woodall and P. D. Kirchner, *J. Crys. Growth.* **127** (1993) 499.
- [107] B. A. Joyce and C. T. Foxon, *Conf. Ser.-Inst. Phys.* **32** (1977) 17.
- [108] J. H. Neave, P. J. Dobson, B. A. Joyce and J. Zhang, *Appl. Phys. Lett.* **47** (1985) 100.
- [109] R. F. C. Farrow, *Molecular Beam Epitaxy: Applications to Key Materials*, Noyes Publications (1995).
- [110] A. Y. Cho, in: *Technology and Physics of MBE*, ed. E. C. H. Parker, Plenum Press, New York 1985.
- [111] M. Hata, A. Watanabe and T. Isu, *J. Crys. Growth.* **16** (1991) 83.
- [112] K. Ohta, T. Kojima and T. Nakagawa, *J. Crys. Growth.* **95** (1989) 71.
- [113] W. I. Wang, E. E. Mendez, T. S. Huan and L. Esaki, *Appl. Phys. Lett.* **47(8)** (1985) 826.
- [114] M. Stavola, *Identification of Defects in Semiconductors*, Semiconductors and Semimetals, Eds. R. K. Willardson and E. R. Weber, Vol. **51B**, (1996) 173.

- [115] H. Gnaser, *Appl. Surf. Sci.* **100/101** (1996) 316.
- [116] H. Gnaser, B. Heinz, W. Bock and H. Oechsner, *Phys. Rev. B* **52(19)** (1995) 14086.
- [117] S. J. Pearton, U. K. Chakrabarti and A. P. Persley, *Mat. Res. Soc. Symp.* **216** (1991) 507.
- [118] H. F. Matare, *Defect Electronics in Semiconductors*, Wiley-Interscience, 1971.
- [119] I. L. Singer and J. S. Murday, *Surf. Sci.* **108** (1981) 7.
- [120] A. C. Warren, J. M. Woodall, P. D. Kirchner, X. Yin, F. Pollack, M. R. Melloch, N. Otsuka and K. Mahalingam, *Phys. Rev. B* **46(8)** (1992) 4617.
- [121] J.-Z. Yu, N. Masui, Y. Yuba, T. Hara, M. Hamagaki, Y. Aoyagi, K. Gamo, and S. Namba, *Jpn. J. Appl. Phys.* **28** (1989) 2391.
- [122] D. J. Stirling and B. W. Straughan, *Thin Solid Films.* **31** (1976) 139.
- [123] E. H. Rhoderick and R. H. Wikkiams, *Metal-Semiconductor Contacts*, Calendon Press, Oxford [1988].
- [124] C. R. Crowell, *Solid-State Electronics* **9** (1966) 1033.
- [125] N. Braslau, *J. Vac. Sci. Technol. B* **19(3)** (1981) 803.
- [126] A. Calleridge, E. T.-S. Pan and M. Murakami, *Appl. Phys. Lett.* **46(12)** (1985) 1141.
- [127] W. Patrick, W. S. Mackie, S. P. Beaumont and C. D. W. Wilkinson, *Appl. Phys. Lett.* **48(15)** (1986) 986.
- [128] D. D. Cohen, T. S. Kalkur, G. J. Sutherland and A. G. Nassibian, *J. Appl. Phys.* **60(9)** (1986) 3100.
- [129] Y.-C. Shih, M. Marukami, E. L. Wilkie and A. C. Callegari, *J. Appl. Phys.* **62** (1987) 582.
- [130] H. Beneking, *III-V Semiconductor Devices*, Ed. R. J. Malik, Elsevier (1989) 495.
- [131] V. L. Rideout, *Solid-State Electronics* **18** (1975) 541.
- [132] M. Murakami, K. D. Childs, J. M. Baker and A. Callegari, *J. Vac. Sci. Technol. B* **44** (1986) 903.
- [133] R. P. Taylor, P. T. Coleridge, M. Davies, Y. Feng, J. P. McCaffrey and P. A. Marshall, *J. Appl. Phys.* **76(12)** (1994) 7966.
- [134] A. A. Lakhani, *J. Appl. Phys.* **56** (1984) 1888.

- [135] T. Otsuki, H. Aoki, H. Tahagi and G. Kano, *J. Appl. Phys.* **63(6)** (1987) 2011.
- [136] S. Kramp, Diplomarbeit, Technische Universität Hamburg-Harburg and Universität Hamburg, Dezember 1996.
- [137] G. Myburg, F. D. Auret, W. E. Meyer, C. W. Louw and M. J. van Staden, *Thin Solid Films.* **325** (1998) 181.
- [138] M. Missous, W. S. Truscott and K. E. Singer, *J. Appl. Phys.* **68** (1990) 2239.
- [139] H. Sakaki, Y. Sekiguchi, D. C. Sun, M. Taniguchi, H. Ohno and A. Tanaka, *Jpn. J. Appl. Phys.* **20(2)** (1981) L107.
- [140] M. Missous, E. H. Rhoderick and K. E. Singer, *J. Appl. Phys.* **60** (1986) 2439.
- [141] A. Y. Cho and P. D. Dernier, *J. Appl. Phys.* **46(6)** (1978) 3328.
- [142] M. Missous, E. H. Rhoderick and K. E. Singer, *J. Appl. Phys.* **59** (1986) 3189.
- [143] J.-R. Chen and N.-L. Chang, *Appl. Surf. Sci.* **65/66** (1993) 762.
- [144] S. G. Louie, J. R. Chelikowsky and M. L. Cohen, *Phys. Rev. B* **15** (1977) 2154.
- [145] T. Koch, Diplomarbeit, Universität Hamburg, 1992.
- [146] L. J. van der Pauw, *Philips Res. Repts.* **13** (1958) R334.
- [147] K.-F. Berggren, G. Roos and H. van Houten, *Phys. Rev. B* **37(17)** (1988) 10118.
- [148] F. D. Auret, S. A. Goodman, G. Myburg and W. E. Meyer, *J. Vac. Sci. Technol. B* **10(6)** (1992) 2366.
- [149] E. Ikeda, H. Hasegawa, S. Ohtsuka and H. Ohno, *Jpn. J. Appl. Phys.* **27(2)** (1988) 180.
- [150] P. Blood and J. W. Orton, *The Electrical Characterization of Semiconductors: Majority Carriers and Electron States*, Ed. N. H. March, Academic Press London 1992.
- [151] D. L. Miller, C. K. Elliot and S. P. Kowalczyk, *J. Appl. Phys.* **57(6)** (1984) 1922.
- [152] J. Saito, K. Nanbu, T. Ishikawa and K. Kondo, *J. Vac. Sci. Technol. B* **6(2)** (1988) 731.
- [153] N. J. Kawai, C. E. C. Wood and L. F. Eastman, *J. Appl. Phys.* **53(9)** (1982) 6208.

- [154] D. S. L. Mui, T. A Strand, B. J. Thibeault, L. A. Coldren, P. M. Petroff and E. L. Hu, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **141**, Int. Symp. Compound Semicon., San Diego (1994) 291.
- [155] H. Kroemer, W.-Y. Chien, J. S. Harris, Jr. and D. D. Edwall, *Appl. Phys. Lett.* **36(4)** (1979) 295.
- [156] M. Missous and E. H. Roderick, *Solid-State Electronics* **28(3)** (1984) 233.
- [157] D. Kim and A. Madhukar, *J. Appl. Phys.* **70(11)** (1991) 6877.
- [158] A. J. Thorpe, S. J. Ingrey, B. Emmersdorfer, P. Mandeville and W. T. Moore, *Appl. Phys. Lett.* **50(2)** (1986) 77.
- [159] L. Däweritz and R. Hey, *Surf. Sci.* **236** (1990) 15.
- [160] S. M. Newstead, R. A. A. Kubiak and E. H. C. Parker, *J. Crys. Growth.* **81** (1987) 49.
- [161] C. Chatillon and D. Chatain, *J. Crys. Growth.* **151** (1995) 91.
- [162] S. Koshiba, Y. Nakamura, M. Tsuchiya, H. Noge, H. Kano, Y. Nagamune, T. Noda and H. Sakaki, *J. Appl. Phys.* **76(7)** (1994) 4138.
- [163] V. A. Shchukin, A. I. Borovkov, N. N. Ledentsov and P. S. Kop'ev, *Phys. Rev. B* **51(24)** (1995) 17767.
- [164] V. I. Marchenko, *Sov. Phys. JETP* **54** (1980) 605.
- [165] R. Nötzel, *Microelectronics J.* **28** (1997) 876.
- [166] A. Steinemann and U. Zimmerli, *Solid-State Electronics* **6** (1963) 597.
- [167] J. J. Harris, R. B. Beall, J. B. Clegg, C. T. Foxon, S. J. Battersby, D. E. Lacklison, G. Duggan and C. M. Hellon, *J. Crys. Growth.* **95** (1989) 257.
- [168] N. M. Cho, D. J. Kim and A. Madhukar, *Appl. Phys. Lett.* **52(24)** (1988) 2037.
- [169] B. Li, I. Twesten and N. Schwentner, *Appl. Phys. A* **57** (1993) 457.
- [170] M. V. Dobrotvorskaya, V. Stepanenko, H. Raaf, U. Streller and N. Schwentner, *Appl. Surf. Sci.* **136** (1998) 331.
- [171] M. R. Berman, *Appl. Phys. A* **53** (1991) 442.
- [172] M. C. Shih, M. B. Freiler, R. Scarmozzino and R. M. Osgood Jr., *J. Vac. Sci. Technol. B* **13(1)** (1994) 43.
- [173] Z. Lu, M. T. Schmidt, D. Chen and R. M. Osgood Jr., *Appl. Phys. Lett.* **58(11)** (1991) 1143.

- [174] T. Kimura and C. Yamada, *Jpn. J. Appl. Phys.* **34** (1995) 1498.
- [175] T. Baba, T. Uemura and M. Mizuta, *J. Crys. Growth.* **127** (1993) 887.
- [176] T. M. Burke, E. H. Linfield, D. A. Richter, M. Pepper and J. H. Burroughes, *J. Crys. Growth.* **175** (1997) 416.
- [177] T. Niwa, N. Furuhata and T. Maeda, *J. Crys. Growth.* **175/176** (1997) 441.
- [178] W. S. Lau, E. F. Chor, S. P. Kek, W. H. bin Abdul Aziz, H. C. Lim, C. H. Heng and R. Zhao, *Jpn. J. Appl. Phys.* **36** (1997) 3770.

# Eigene Publikationen

C. Klein, S. Kramp, J. Lohse, Ch. Heyn, W. Hansen und D. Heitmann,  
*In-situ Ätzen und MBE Überwachsen zur Herstellung von GaAs/AlGaAs  
Quantendrähten*,  
Verhandlungen der Deutschen Physikalischen Gesellschaft, Festkörperphysik,  
S. 737 (1998)

S. Kramp, C. Klein, Ch. Heyn, W. Hansen und D. Heitmann,  
*In-situ etching and overgrowth of GaAs/AlGaAs Heterostructures*,  
Workbook Conference MBE X, Cannes (1998)

S. Kramp, C. Klein, Ch. Heyn, W. Hansen und D. Heitmann,  
*In-situ Ätzen und Überwachsen zur Herstellung von GaAs/AlGaAs  
Quantendrähten*,  
Verhandlungen der Deutschen Physikalischen Gesellschaft, Festkörperphysik,  
S. 728 (1999)

S. Kramp, C. Klein, S. Günther, Ch. Heyn, W. Hansen und D. Heitmann,  
*In-situ Etching and Molecular Beam Epitaxial Overgrowth of Quasi 1D  
Structures*,  
18th North American Conference on Molecular Beam Epitaxy, Banff (1999)

# Danksagung

Den Professoren D. Heitmann und W. Hansen danke ich für die Betreuung und Begutachtung dieser Arbeit am Institut für Angewandte Physik, Hamburg. Die Finanzielle Sorgen übernahm das BMBF durch die Förderung des Projektes *Quantenstruktursysteme 01BM619/3*.

Ein spezieller Dank geht an Dr. Christian Heyn, der viel Vorarbeit in dieses Projekt gesteckt hat und mich in die Geheimnisse des molekularstrahlepitaktischen Wachsen einweihte. Ihm seien stets eine leckfreie MBE und konvergierende DGLs gegönnt. Mein Kollege Dr. cand Christian Klein, '*Der große Meister*' der Ionenquelle. Wir haben gemeinsam an diesem Projekt gearbeitet und trotz zwischenzeitlich zäher Experimente und Ergebnisse war unsere Zusammenarbeit stets Quelle neuer Motivation.

Ganz besonderer Dank gilt meiner Frau Aurette, die sicherlich von allen Beteiligten am meisten Geduld aufbringen mußte, mich stets unterstützte und meine unendliche Vorfreude auf unser erstes Kind teilte. Mille Grazie, Bella.

Für eine angenehme Arbeitsatmosphäre voller Klönschnack und spannender Diskussionen über Kind, Kegel, Computer, Nanostrukturen, Reisen, etc. war stets durch eine nette Bürogemeinschaft gesorgt mit teils wechselnder Besetzung nach dem universitären Rotationsprinzip: Silke Bargstädt-Franke, Kai Zhang, Jörg Lohse und schon erwähnte Personen.

Was mir gleich auffiel, als ich neu in der Arbeitsgruppe anfang: Die allgemeine Hilfsbereitschaft aller Mitarbeiter untereinander, die es einem ermöglicht, schnell, kompetent und unkompliziert (sieht man mal vom Bestellwesen ab) neues Equipment kennenzulernen und Knowhow auszutauschen. Darum mal ganz allgemein, vielen Dank an alle Mitarbeiter der Gruppen W, H, N und G.

Besonders wertvoll war stets die Unterstützung durch unsere Techniker, den Herrn Ahrens, Hatje, Gancarz, den Reinraumingenieuren Frank Runkel und Thomas Finger sowie den MBE-Technikern Ingo 'Al' Lohse und Sandra Schnüll. Ein spezieller Dank wiederum geht an unsere Elektronik- und die mechanischen Werkstatt, den für eine technologische Arbeit unverzichtbare Horte von Neuanfertigungen und Zubehörteilen. Für die Anfertigung von TEM Bildern möchte ich Susanne Günther, Prof. Anton und Wolfgang Pfützner danken. Unterstützt wurde ich weiterhin von Jörg Lohse mit Transportmessungen, Björn Hoffmann mit CV-Messungen und Sven Beyer sowie Stephan Schulz mit ihrem Engagement beim DLTS Meßplatz.

Nicht zu vergessen: Unsere Kaninchen Rudi und Albert, meinen idealen Zimmergenossen während des Zusammenschreibens, die wenig ablenken und trotzdem Gesellschaft bieten. Tolle Leistung Jungs.

Nach all dem Dank bleibt mir nur noch allen noch Forschenden weiterhin viel Erfolg bei ihrer Arbeit zu wünschen. Vielleicht kann dieses Buch dem einen oder anderen eine nützliche Hilfe sein. Carpe Diem!