

Aluminiumnitrid-Schutzschichten auf Galliumnitrid

Herstellung und Charakterisierung

von

Malte Keiser

Diplomarbeit in Physik

angefertigt im

Institut für Strahlen- und Kernphysik

vorgelegt der

Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät

der

Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn

im Februar 2001

Referent: Priv. Doz. Dr. R. Vianden

Korreferent: Prof. Dr. M. Forker

Hiermit versichere ich, daß ich diese Arbeit selbständig verfaßt und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt sowie die Zitate kenntlich gemacht habe.

Bonn, 12. Februar 2001

Inhaltsverzeichnis

Einleitung	7
1 Motivation	10
2 Sputtering	14
2.1 Grundlagen	14
2.2 Die Sputteranlage	16
2.3 Anpassung der Sputteranlage	20
3 Die Ellipsometrie	23
3.1 Das Prinzip	23
3.1.1 Der Aufbau	23
3.1.2 Die Reflektion	25
3.2 Schichtdicke und Brechungsindex	26
3.2.1 Messung	26
3.2.2 Diskussion	26
3.2.3 Fehlerbetrachtung	30
4 Rutherford-Rückstreuung	31
4.1 Das Prinzip	31
4.1.1 Die Rückstreuung	31
4.1.2 Beschreibung des Meßaufbaus	33
4.2 Zusammensetzung und Dicke der Schicht	33
4.2.1 Messung	33
4.2.2 Diskussion	35

5 Die gestörte Winkelkorrelation	37
5.1 Das Prinzip	37
5.2 Ausheilverhalten	40
5.2.1 Die Proben	40
5.2.2 Messung	41
5.2.3 Diskussion	47
6 Ausblick	52
7 Zusammenfassung	54
Literaturverzeichnis	57

Einleitung

In der Halbleitertechnologie gewinnen neben dem Elementhalbleiter Silizium die III-V-Halbleiter, d. h. Verbindungen von Elementen aus der dritten und der fünften Hauptgruppe des Periodensystems, zunehmend an Bedeutung, da sie aufgrund ihrer physikalischen Eigenschaften besonders für optoelektronische Anwendungen geeignet sind.

In jüngster Zeit wächst das Interesse an Galliumnitrid (GaN). Mit dieser Verbindung können besondere Anwendungen, wie z. B. blaue Leuchtdioden und blaue Laser realisiert werden, da dieser Halbleiter eine relativ große, direkte Bandlücke von 3,5 eV besitzt. Diese Eigenschaft möchte man ebenfalls in der Hochtemperatur- und Hochleistungselektronik ausnutzen, da der intrinsische Bereich erst bei höheren Temperaturen erreicht wird. Somit ließen sich aus diesem Material Halbleiterbauelemente, wie z. B. Transistoren oder integrierte Schaltkreise herstellen, die auch bei höheren Temperaturen noch korrekt arbeiten. Eine naheliegende Anwendung könnten elektronische Steuerungen direkt auf Motoren sein, wodurch störanfällige Sensorkabel entfielen.

Zur Herstellung von elektronischen Bauelementen benötigt man eine geeignete Strukturierung. Es wurde deshalb versucht, Feldeffekt-Transistoren durch Epitaxie, also durch Aufwachsen, aus unterschiedlich dotierten GaN-Schichten herzustellen. Dies hat jedoch den Nachteil, daß solche Transistoren verhältnismäßig groß sind. Bei den herkömmlichen Halbleiterbauelementen auf Basis von Silizium erfolgt die erforderliche Dotierung durch die Ionenimplantation, wodurch sehr viel kleinere Strukturen ermöglicht werden (typische Strukturen eines Transistors: etwa 130 nm). Dieses Verfahren würde man gerne auch auf GaN anwenden. Eine Ionenimplantation verursacht jedoch Gitterschäden im Kristall, die anschließend ausgeheilt werden müssen. Dieses Ausheilen erweist sich in GaN als schwierig.

In der Literatur (z. B. Kucheyev et al. [KUC01]), werden Versuche beschrieben, bei denen diese Defekte bei GaN durch kurzzeitiges Tempern der Probe bei höheren Temperaturen ausgeheilt werden sollten. Hierbei ergibt sich das Problem, daß ab einer Temperatur von etwa 800°C Stickstoff (N) aus der ungeschützten Oberfläche des Halbleiters diffundiert und damit implantierte Strukturen zerstört werden. Um die Gitterschäden auszuheilen, ist aufgrund der starken

kovalenten Bindungen im Kristall jedoch eine sehr viel höhere Anlaßtemperatur von ca. 1300 bis 1400°C erforderlich. Es muß also eine Diffusionssperre für die Gruppe V-Komponente auf die Oberfläche aufgetragen werden, so daß der Stickstoff nicht entweichen kann.

Bei dem III-V-Halbleiter Galliumarsenid hat sich eine Schutzschicht aus Siliziumnitrid bewährt, um die Ausdiffusion von Arsen zu unterbinden [WEH97]. Diese Schutzschicht, die auch als *Cap* bezeichnet wird, kann für GaN nicht verwendet werden, da sie nur bis zu einer Temperatur von etwa 1100°C stabil ist. Auch andere, häufig angewendete Verfahren zum Schutz der Oberfläche, genügen den hohen Anforderungen beim Tempern von GaN nicht.

Das Ziel dieser Diplomarbeit ist es, auf GaN eine dünne Schutzschicht aus Aluminiumnitrid (AlN) mit einer Dicke von ca. 500 bis 1000 Å aufzutragen, um eine Diffusionssperre zu realisieren. Die Verbindung AlN scheint als Cap für GaN aufgrund der ähnlichen physikalischen Eigenschaften besonders geeignet zu sein: Sie besitzt eine hohe thermische Stabilität, und beide haben einen ähnlichen, geringen thermischen Expansionskoeffizienten [DRÜ00], so daß kaum mechanische Spannungen beim Erhitzen auf höhere Temperaturen entstehen.

Für die Herstellung dünner, zusammengesetzter Schichten bietet sich das *reaktive Sputtern* an. Dabei werden Ionen auf eine kinetische Energie beschleunigt, die ausreicht, um beim Aufprall auf ein Target eine Stoßkaskade hervorzurufen und Atome von der Oberfläche abzulösen. Diese können anschließend mit den ursprünglichen Strahlionen eine chemische Verbindung eingehen. Es ist möglich, daß sich diese Moleküle auf einem *Substrat*, also der zu beschichtenden Probe, niederschlagen, und sich dort eine dünne Schicht bildet. Für die Herstellung einer AlN-Schicht wird Stickstoffgas ionisiert und auf ein Aluminiumtarget beschleunigt.

Da die Sputteranlage des Targetlabors des Instituts für Strahlen- und Kernphysik der Universität Bonn bisher noch nicht für das reaktive Sputtern ausgelegt, und somit die Herstellung von AlN-Schichten nicht möglich war, mußte diese zunächst angepaßt werden. Zum einen galt es, eine geeignete Geometrie für einen Probenhalter zu finden, bei der das Target und das Substrat so angeordnet sind, daß die Schichten homogen und in einer akzeptablen Zeit durch das Sputtern aufgetragen werden können. Zudem war es notwendig, den Gasfluß, der für den Ionenstrahl in die Ionenquelle der Sputteranlage

eingelassen wird, zu stabilisieren.

Nach der Anpassung der Anlage konnten zwar AlN-Schichten hergestellt werden, doch es war noch unbekannt, welche kinetische Energie die Ionen besitzen müssen und wie lange der Sputterprozeß durchgeführt werden muß, um die gewünschte Schichtdicke zu erhalten. Deshalb wurden Schichten unter verschiedenen Bedingungen auf Proben unterschiedlichen Typs aufgetragen und anschließend untersucht. Dies geschieht mit der Methode der *Nulllellipsometrie*, der *Rutherford-Rückstreuung* und der *gestörten $\gamma\gamma$ -Winkelkorrelation*.

Eine erste Analyse der Schichten erfolgte mit der *Nulllellipsometrie*, bei der die Drehung der Polarisationssebene bei der Reflektion von Laserlicht an der Oberfläche und der Rückseite der Schicht untersucht wird. Da sich die Polarisationssebene in Abhängigkeit des Brechungsindex und der Dicke der AlN-Schicht ändert, lassen sich somit diese beiden physikalischen Größen bestimmen.

Weitere Informationen über die Schicht erhält man mit der *Rutherford-Rückstreuung* (RBS = Rutherford-Backscattering). Hierbei wird sie mit α -Teilchen beschossen. Aus der Energie der elastisch zurückgestreuten Teilchen kann auf die Dicke und die Zusammensetzung der Schicht geschlossen werden. Die Untersuchungen sind am Instituto Tecnológico e Nuclear (ITN) in Lissabon durchgeführt worden; die dort erhaltenen Ergebnisse werden in dieser Arbeit verwendet.

Die bei der Implantation zur Dotierung von GaN entstehenden Gitterschäden und deren Ausheilverhalten werden mit der kernphysikalischen Meßmethode der *gestörten $\gamma\gamma$ -Winkelkorrelation* (PAC = Perturbed Angular Correlation) untersucht. Dabei findet eine Analyse der räumlichen und zeitlichen Ausstrahlcharakteristik von γ -Quanten, die aus einer implantierten, radioaktiven Sonde stammen, statt. Durch die Hyperfeinwechselwirkung zwischen einem *elektrischen Feldgradienten* (EFG) und dem *Kernquadrupolmoment* (Q) während der Lebensdauer des Zwischenzustandes einer $\gamma\gamma$ -Kaskade wird die Ausstrahlrichtung gedreht. Die Messung der Präzessionsfrequenz erlaubt Rückschlüsse auf die Beschaffenheit der unmittelbaren Gitterumgebung der implantierten Sondenatome und somit auf den Erfolg des Ausheilprozesses [SCH97].

1 Motivation

Implantationsschäden lassen sich bei den III-V-Halbleitern im Prinzip wie bei Silizium durch kurzzeitiges Tempern bei höheren Temperaturen ausheilen. Bei diesen Verbindungshalbleitern tritt jedoch das Problem auf, daß dabei Gruppe-V-Atome beim Überschreiten einer bestimmten Temperatur an die Oberfläche diffundieren und abdampfen. Bei dem hier näher untersuchten GaN ist eine Anlaßtemperatur von 1300 bis 1400°C notwendig, um dort Gitterschäden zu beheben [WEI99]. Ab etwa 800°C entweicht jedoch Stickstoff, so daß die Oberfläche der GaN-Probe zerstört wird.

Bei der ähnlichen Halbleiterverbindung Galliumarsenid (GaAs) konnte durch Auftragen einer Siliziumnitrid-Schicht (Si_3N_4) die Diffusion des Arsens aus der Oberfläche erfolgreich verhindert werden [WEH97]. Diese Schutzschicht (auch als *Cap* bezeichnet), ist jedoch für das Ausheilen von GaN nicht geeignet, da hierfür eine höhere Temperatur als bei GaAs notwendig ist und die Si_3N_4 -Schicht bei ungefähr 1100°C zerstört wird. Damit geht ihre Funktion als Diffusionssperre verloren, so daß sich dieses Cap für unser Ziel nicht eignet.

Zur Untersuchung des Ausheilverhaltens von Implantationsschäden hat sich die PAC-Methode (gestörte $\gamma\gamma$ -Winkelkorrelation, siehe Kapitel 5) bewährt. Hierzu implantiert man in die Probe eine radioaktive Sonde und führt anschließend ein *isochrones Temperprogramm* durch, d.h. die Probe wird für ein festes Zeitintervall bei einer fest vorgegebenen Temperatur getempert. Dabei wird die Temperatur für jeden Vorgang sukzessive erhöht. Zwischen jedem Tempersschritt erfolgt bei Raumtemperatur die Aufnahme eines PAC-Spektrums. Aus den PAC-Messungen wird der sogenannte *Anteil* bestimmt, der aussagt, wieviele Sondenatome sich auf Gallium-Gitterplätzen in ungestörter Umgebung befinden. Der Anteil sollte möglichst groß sein (im Idealfall: 100 %), wenn das Gitter gut ausgeheilt ist.

Das Ausheilverhalten von GaN wurde bisher u. a. in Arbeitsgruppen der Universität Lissabon und Bonn mit der PAC-Methode untersucht [BAR99]. Dafür wurde in die Proben das radioaktive Isotop ^{181}Hf (*Hafnium*) implantiert und unter verschiedenen Bedingungen isochron getempert. Die Ergebnisse der PAC-Messungen sind in Abbildung 1 dargestellt. Dabei ist der Anteil gegen die Ausheiltemperatur aufgetragen.

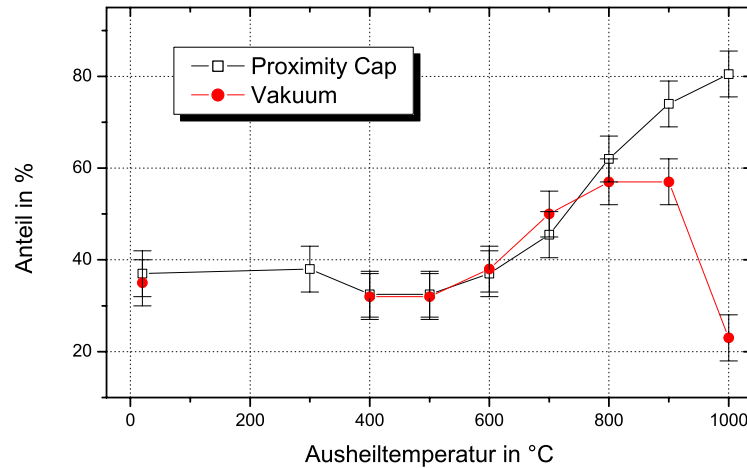


Abbildung 1: Ergebnisse der PAC-Messung für ^{181}Hf in GaN. Ausheilverfahren im Vergleich [BAR99].

- (a) Tempern mit Proximity Cap unter N_2 -Fluß
- (b) Tempern unter Vakuum ohne Schicht

Zunächst wurde eine Probe ohne Schutzschicht unter Vakuum in einem Ofen getempert. Man erkennt, daß der Anteil bis 800°C auf 58 % ansteigt, dann bis 900°C konstant bleibt und schließlich auf 23 % (1000°C) abfällt. Daraus wurde geschlossen, daß Gitterschäden zunächst abnehmen, und das Gitter relativ gut ausheilt. Für höhere Temperaturen nehmen die Gitterschäden wieder zu. Dies ist darauf zurückzuführen, daß Stickstoff aus der Oberfläche der GaN-Probe herausdiffundiert.

Eine Möglichkeit, das Herausdiffundieren von Stickstoff teilweise zu vermeiden, ist das Tempern mit einem sogenannten *Proximity Cap*. Dabei wird die Oberfläche des Halbleiters geschützt, indem eine weitere Probe aus dem gleichen Material auf die zu untersuchende Probe gelegt wird und sich dadurch die Oberflächen gegenseitig schützen.

Eine Untersuchung des Ausheilverhaltens von GaN mit dieser Schutzschicht erfolgt ebenfalls in Bartels et. al. [BAR99]. Die Probe mit dem Proximity Cap wird dabei unter Stickstofffluß getempert. Der durch die PAC-Messung bestimmte Anteil steigt monoton von 40 % bei Raumtemperatur bis auf 80 % bei 1000°C . Die Gitterschäden nehmen also mit steigender Temperatur ab.

Vergleicht man diese beiden Proben, so erkennt man, daß sich beide Proben zunächst bis zu einer Temperatur von 700 bis 800°C ähnlich verhalten. Ab dieser Temperatur fällt der Anteil in der ungeschützten Probe im Gegensatz zur geschützten Probe stark ab. Das Proximity Cap stellt somit eine wirksame Schutzschicht zur Vermeidung des Ausdiffundierens von Stickstoff dar.

Das Proximity Cap reicht jedoch für unsere Zwecke nicht aus, weil höhere Temperaturen zum Ausheilen von GaN erforderlich sind und dieser Schutz den Anforderungen nicht genügt. Ein weiterer Nachteil besteht darin, daß das Material, das als Cap dient, nach dem Temperprozeß nicht mehr zu verwenden ist. Da ein GaN-Wafer mit einem Durchmesser von 2 Zoll (≈ 51 mm) ungefähr 1700 US-Dollar (August 2000) kostet und dieser anschließend nicht wieder einsetzbar ist, ist diese Art des Schutzes sehr teuer.

Um das Ausheilverhalten weiter zu verbessern, wurden weitere Typen von Schutzschichten untersucht. Ein Überblick über die für GaN bisher untersuchten Ausheiltechniken ist z.B. in Kucheyev et. al. [KUC01] zu finden. Weitere Untersuchungen mittels der PAC-Sonde ^{111}In (*Indium*), die auch in dieser Arbeit verwendet wird, wurden bereits von Burchard et. al. [BUR97] und Ronning et. al. [RON97] veröffentlicht.

Es scheint sich herauszustellen, daß zwei Möglichkeiten zu einer Verbesserung des Ausheilverhaltens von GaN führen: Zum einen wird versucht, die Gitterschäden in einer Stickstoff-Atmosphäre mit einem Überdruck von etwa 15 kbar auszuheilen. Dieser Überdruck, kombiniert mit der hohen Ausheiltemperatur, ist jedoch technisch nur schwer zu realisieren, so daß eine andere Methode mit ähnlichen Ergebnissen vorzuziehen ist. Zum anderen werden Aluminiumnitrid-Schichten (AlN), die auf die Oberfläche von Galliumnitrid aufgewachsen oder durch das Sputterverfahren aufgetragen werden, als Diffusionsbarriere verwendet, siehe auch [CAO99] und [RON00].

In dieser Arbeit soll eine bereits vorhandene Anlage zur Herstellung von AlN-Schichten umgebaut werden. Die Schichten werden durch das *reaktive Sputtern* aufgetragen und anschließend charakterisiert. Die Auswirkungen dieser Schichten auf das Ausheilverhalten von GaN nach Implantation erfolgt schließlich mithilfe der PAC-Methode unter Verwendung der Sonde ^{111}In . Dieses Element der dritten Hauptgruppe des Periodensystems besitzt ähnliche Eigenschaften wie Gallium und eignet sich daher besser als das Übergangs-

metall Hafnium. Indium ist isoelektronisch zu Gallium und wirkt damit nicht dotierend. Es ist bekannt, daß es auf Gitterplätzen von Gallium eingebaut wird, so daß mit den Sondenatomen eine Untersuchung des Gitters am Ort der Galliumatome möglich ist, ohne das Gitter stark zu stören.

2 Sputtering

Das Verfahren des *Sputtering* (= Kathodenzerstäubung) wird in der Halbleitertechnologie zur Herstellung dünner Schichten oder zur Reinigung von Oberflächen verwendet. Im folgenden wird von *Sputtern* gesprochen, da dieses englische Wort in der deutschen Fachsprache gebräuchlich ist.

2.1 Grundlagen

Das zugrundeliegende Prinzip verdeutlicht das folgende Zitat: „Sputtering is playing billiards on an atomic scale“ [KUK97]. Genauer betrachtet handelt es sich um einen Prozeß, bei dem Ionen aus einer Ionenquelle durch elektrische Felder auf eine kinetische Energie von einigen Kiloelektronenvolt (keV) beschleunigt werden. Diese treffen auf einen Festkörper, das sogenannte *Target*, und können bis zu einige Nanometer tief unter die Oberfläche eindringen. Dort wird durch Energie- und Impulsübertragung auf die Gitteratome eine *Stoßkaskade* (Abbildung 2) ausgelöst, wobei Atome in das Innere des Targets gestreut werden. Durch eine Serie von Stoßprozessen ist es auch möglich, daß die Atome, die sich dicht unter der Targetoberfläche befinden, genügend Energie erhalten, um aus dem Verbund herausgeschlagen zu werden, sofern die Oberflächenbindungsenergie (einige eV) überwunden werden kann.

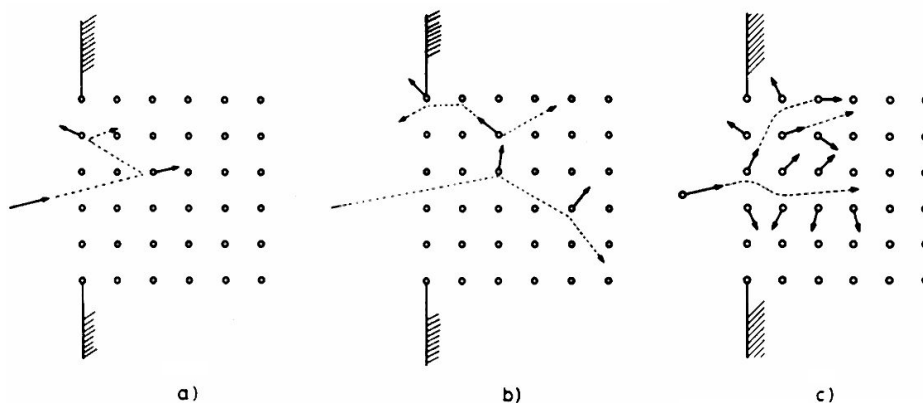


Abbildung 2: Mögliche Stoßkaskaden während eines Sputterprozesses [SIE81]

Dieser Vorgang wurde lange Zeit als ein unerwünschter Nebeneffekt angesehen, denn bei der Abbremsung von Ionen mit ausreichend großer kinetische Energie an einer Kathode können Atome aus ihrer Oberfläche gelöst werden. Dies führt zu einer teilweisen Zerstörung der Kathode, weshalb man bei diesem Effekt von der *Kathodenzerstäubung* spricht.

Seit jüngster Zeit wird dieser Effekt jedoch gezielt zur Reinigung von Probenoberflächen genutzt, indem z. B. ionisierte Edelgase auf die Oberfläche geschossen und dadurch die oberen Schichten einschließlich eventuell vorhandener Verschmutzungen abgetragen werden. Eine andere Anwendung ist die Herstellung dünner Schichten. Hierzu werden die von der Targetoberfläche gelösten Atome an einer Probe, dem sogenannten *Substrat*, aufgefangen und es bildet sich ein dünner Film. Dabei ist die Positionierung von Substrat und Target, d. h. die Entfernung zum Target und der Winkel zwischen dem einfallenden Ionenstrahl und der Targetoberfläche, geeignet zu wählen. Außerdem muß der Winkel zwischen dem Substrat und der Targetoberfläche so vorgegeben werden, daß die Schicht homogen aufwächst.

Zur Herstellung von Schichten aus Verbindungen verschiedener Elemente ist das *reaktive Sputtern* notwendig. Bei diesem Verfahren werden ebenfalls Atome durch eine Stoßkaskade aus der Oberfläche des Targets herausgeschlagen. In der Nähe der Oberfläche bildet sich ein Plasma aus den einfallenden Ionen. Es ist nun möglich, daß diese Ionen mit den herausgeschlagenen Atomen eine chemische Verbindung eingehen. Die so gebildeten Moleküle können dann auf einem Substrat aufgefangen werden und es schlägt sich ein dünner Film nieder. Für das Auftragen der in dieser Arbeit beschriebenen Schichten werden Stickstoffionen auf ein Aluminiumtarget beschleunigt, so daß sich eine Aluminiumnitrid-Schicht bilden kann.

Die Mehrzahl der einfallenden Ionen neutralisiert sich jedoch vorher, so daß nur ein geringer Anteil zu der Schichtbildung beiträgt. Es ist auch möglich, daß sich einzelnen Atome auf der Schicht ansammeln, die keine chemische Verbindung eingehen. Für das reaktive Sputtern ist es daher erforderlich, daß die gesputterten Atome mit dem Arbeitsgas eine stabile chemische Verbindung bilden können. Dies wäre z. B. bei Edelgasen nicht gegeben, da diese praktisch keine chemischen Verbindungen eingehen. Die Anzahl der zur Verfügung stehenden Gasionen muß außerdem im Verhältnis zu den herausgeschlagenen Ionen ausreichend groß sein.

Unter dem Sputterertrag Y (engl. *sputtering yield*) versteht man das Verhältnis der durchschnittlichen Anzahl der aus der Oberfläche gelösten Atome zu der Anzahl der auf das Target einfallenden Strahlionen. Er hängt von der Masse und der kinetischen Energie E_{kin} der Ionen sowie der Energie ab, die nötig ist, um Ionen aus der Targetoberfläche zu lösen. Der Sputterertrag ist somit vom Material abhängig. Desweiteren hat der Einfallswinkel des Ionenstrahls zur Targetoberfläche einen Einfluß auf den Ertrag.

Für den Sputterprozeß von Aluminium mit Stickstoff kann der Sputterertrag mit dem Simulationsprogramm TRIM [BIE80] berechnet werden. Die Auslösearbeit von Aluminiumatomen beträgt hierbei 3,36 eV. Aus der Simulation ergibt sich z. B. für eine kinetische Energie der einfallenden Stickstoffionen von $E_{kin} = 8$ keV, die in einem Einfallswinkel von etwa 40° zwischen dem Strahl und der Oberflächennormalen auf das Aluminium treffen, ein Sputterertrag von ungefähr 0,9 Atomen pro einfallendes Ion. Die gesputterten Ionen haben laut dieser Berechnung eine Energie zwischen 5 und 10 eV, einzelne Atome besitzen jedoch sehr viel höhere Energien.

2.2 Die Sputteranlage

Die von uns gewünschten dünnen Schichten aus Aluminiumnitrid wurden durch das reaktive Sputtern in der Anlage des Bonner Targetlabors hergestellt. Die Sputteranlage besteht im wesentlichen aus der Ionenquelle, dem Rezipienten, der durch ein Pumpsystem evakuiert wird, und den Elektroden, die zur Beschleunigung der Ionen dienen. Die kinetische Energie der Ionen ist über die angelegte Spannung steuerbar.

Die wesentlichen Teile der Sputteranlage sind in Abbildung 3 schematisch dargestellt. Abbildung 4 zeigt ein Foto der Anlage.

Die *Duoplasmatron*-Ionenquelle besteht aus einem elektrisch geheizten Draht (ca. 3 A bei 4 V), aus dem bei einer ausreichend hohen Temperatur Elektronen austreten. Diese werden durch eine Ziehspannung beschleunigt und stoßen mit den Molekülen des in die Ionenquelle eingelassenen Stickstoffgases zusammen. Dadurch werden die Gasmoleküle ionisiert und es entstehen N_2^+ und N^+ -Ionen. Bei dem späteren Aufprall auf das Target wird die Bindung der N_2^+ -Ionen aufgebrochen, so daß auch diese Ionen eine chemische Verbindung mit Aluminium eingehen können.

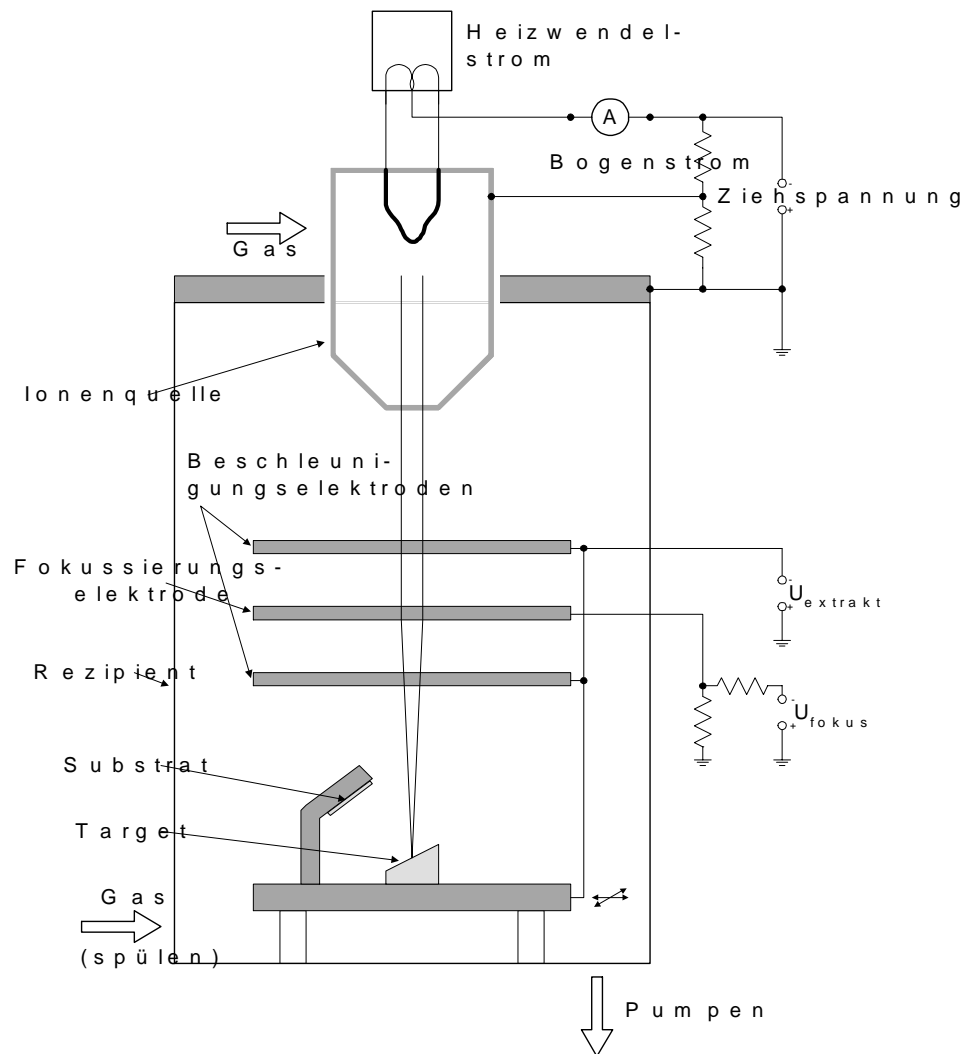


Abbildung 3: Aufbau der Sputteranlage

Die Anzahl der erzeugten Ionen wird in der Ionenquelle dadurch erhöht, daß sich die Elektronen in dem Feld eines Permanentmagneten befinden, wodurch sie sich auf spiralförmigen Bahnen bewegen. Durch den längeren Weg, den sie zurücklegen, ist die Wahrscheinlichkeit für eine Stoßionisation deutlich vergrößert. Der Strom der erzeugten Stickstoffionen kann mit dieser Anlage nur indirekt bestimmt werden. Er ist proportional zu dem sogenannten *Bogenstrom*, der über ein Amperemeter, das sich zwischen einem Abgriff der Spannungsquelle des Heizfadens und der Ziehspannungsquelle befindet, gemessen wird. Dieser Bogenstrom beträgt ca. 0,3 A.

Durch die Variation des Heizstroms und der Ziehspannung läßt sich die Anzahl der erzeugten Ionen steuern. Durch einen höheren Heizstrom tragen mehr freie Elektronen zur Stoßionisation bei. Wird die Ziehspannung erhöht, erhalten diese Elektronen eine höhere kinetische Energie und können damit mehr Stickstoffatome ionisieren.

Das Target dient als Kathode und liegt auf dem gleichen Potential wie die beiden äußeren der drei ringförmigen Elektroden. Dazwischen befindet sich eine weitere Elektrode, die zur Fokussierung des Ionenstrahls dient. Die aus der Ionenquelle kommenden Ionen werden über eine Beschleunigungsspannung (U_{extrakt}) auf die gewünschte Energie E_{kin} von etwa 10 keV beschleunigt. Zur Fokussierung des Ionenstrahls erhält die mittlere Elektrode eine Spannung (U_{fokus}) von bis zu 1 kV. Der Durchmesser des Strahls am Auftreffpunkt auf das Target beträgt typischerweise 2 bis 6 mm.

Der Rezipient, der in diesem Fall im wesentlichen aus einem Glaszylinder (Durchmesser ca. 180 mm, Höhe ca. 300 mm) besteht, kann durch ein Pumpsystem auf einen Druck bis unter $7 \cdot 10^{-4}$ hPa ($\approx 5 \cdot 10^{-6}$ Torr) evakuiert werden. Das geschieht mit einer Drehschieberpumpe als Vorpumpe und für das Hochvakuum mit einer Öldiffusionspumpe.

Innerhalb des Rezipienten befindet sich eine Halterung zur exakten Positionierung von Substrat und Target. Diese Halterung ist auf einer Platte befestigt, die über Schrauben von außen in zwei Richtungen so justiert werden kann, daß der Ionenstrahl auf das Zentrum des Targets trifft.

Zur Vorbereitung des Sputtervorgangs ist eine umfangreiche Prozedur nötig, um ein möglichst sauerstofffreies Vakuum zu erhalten: Nach der Erzeugung des Vorvakuums wird der Rezipient mit Stickstoff belüftet und anschließend auf den kleinstmöglichen Rezipien-

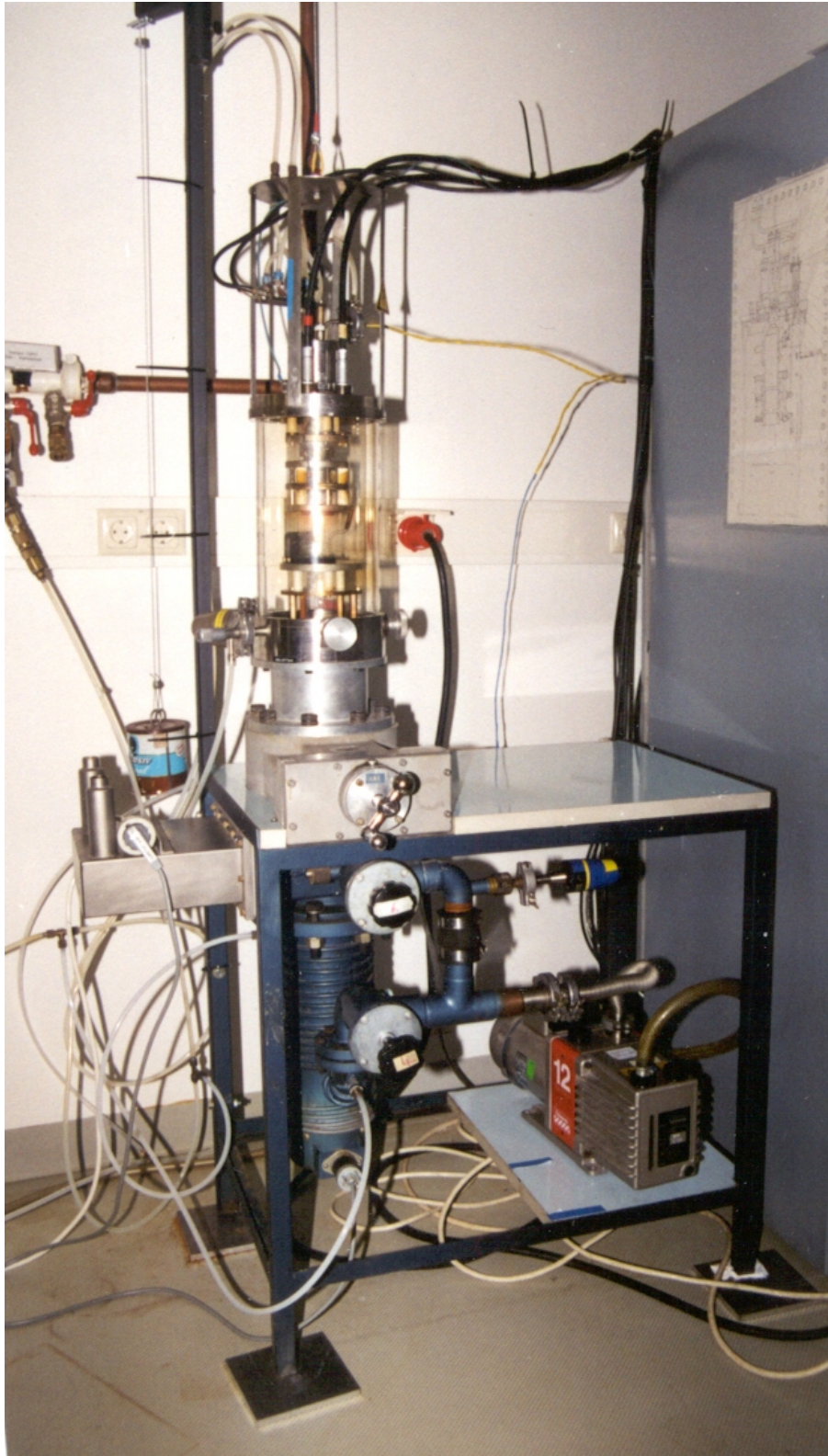


Abbildung 4: Ansicht der Sputteranlage

tendruck abgepumpt. Da dieser Vorgang mehrere Stunden dauert, und für jeden Probenwechsel der Rezipient geöffnet werden muß, ist die Beschichtung einer Probe relativ zeitaufwendig.

Die Reinheit des Stickstoffs für den Sputterprozeß und für das Spülen des Rezipienten liegt bei 99,99 % (technische Bezeichnung: 4.0). Das Target besteht zu 99,999 % aus Aluminium (5.0).

2.3 Anpassung der Sputteranlage

Die Sputteranlage des Bonner Targetlabors wurde bisher ausschließlich zur Herstellung von Targets für kernphysikalische Untersuchungen verwendet. Es wurde noch nicht versucht, diese Anlage für Sputterprozesse einzusetzen, bei der die beschleunigten Ionen mit den aus der Targetoberfläche herausgeschlagenen Ionen eine chemische Verbindung bilden. Um jedoch Aluminiumnitrid-Schichten mit dieser Anlage herstellen zu können, müssen Stickstoffionen mit Aluminiumatomen reagieren.

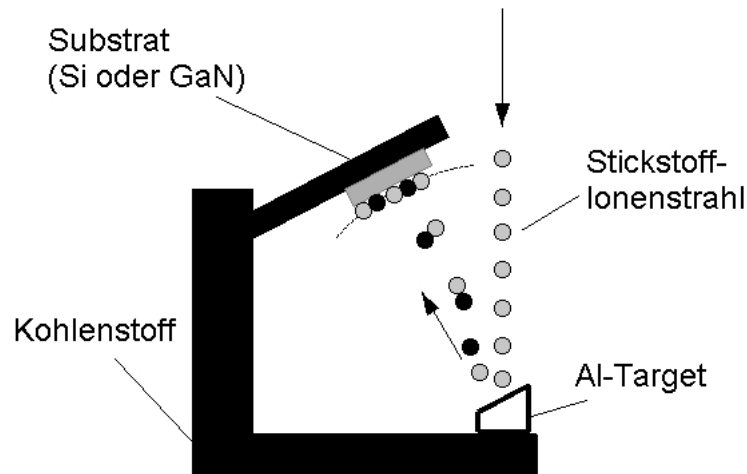


Abbildung 5: Probenhalter

Für diesen neuen Einsatz war die Anlage anzupassen. Zunächst ist eine geeignete Positionierung von Target und Substrat erforderlich, damit einerseits die Schicht möglichst wenige und nur kleine Inhomogenitäten aufweist, andererseits ein gutes Wachstum der Schicht möglich ist.

Um eine geeignete Geometrie zu finden, war eine Meßreihe durch Beschichtung mehrerer Proben durch Sputterprozesse mit gleichen Parametern erforderlich. Dabei wurde jeweils der Abstand zwischen Target und Substrat, der Winkel zwischen der Targetoberfläche und dem einfallenden Ionenstrahl sowie die Positionierung des Substrats verändert.

Bei diesen Messungen hat sich herausgestellt, daß die beiden Oberflächen von Target und Substrat parallel zueinander stehen sollten. Um dies realisieren zu können, wird das Target, das eine Grundfläche von ca. $10 \times 10 \text{ mm}^2$ besitzt, schräg abgesägt, so daß der Einfallswinkel des Ionenstrahls etwa 40° zur Normalen beträgt (siehe Abbildung 5). Somit legen alle aus der Targetoberfläche gelösten Partikel annähernd die gleiche Strecke von etwa 40 mm zum Substrat zurück. Für kleinere Abstände waren Ungleichmäßigkeiten der Schichtdicken deutlich nachweisbar. Wird das Substrat jedoch weiter von dem Target entfernt, ist mit deutlich längeren Sputterzeiten zu rechnen. Es wird noch gezeigt, daß die Proben, um die gewünschten Schichtdicken zu erhalten, mit der verwendeten Geometrie etwa 40 Minuten lang beschichtet werden müssen. Es ist abzuwägen, ob es lohnenswert ist, trotz eines höheren Zeitaufwandes den Abstand zwischen Target und Substrat zu vergrößern, um noch homogenere Schichten zu erhalten.

Bei der Herstellung von AlN-Schichten durch das reaktive Sputtern ist es wichtig, die Schwankung des Ionenstroms gering zu halten. Mit einer Steuerung des Gasflusses mittels eines in der Anlage vorhandenen Nadelventils war dies nicht gewährleistet. Deshalb wurde ein Gasflußregler (*Mass Flow Controller*) eingebaut, der es ermöglicht, den Gasfluß über ein Steuergerät bis auf eine Abweichung von 2% konstant zu halten. Um einen geeigneten Wert vorzugeben, muß beachtet werden, daß der Druck im evakuierten Rezipienten bei einem zu großen Fluß so hoch wird, daß dort Hochspannungsüberschläge stattfinden und der Sputterprozeß instabil wird. Andererseits kann bei einem zu geringen Gasfluß kein Ionenstrahl erzeugt werden. Es hat sich herausgestellt, daß der Wert von $5 \cdot 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$ ($0,3 \text{ cm}^3/\text{Min.}$) den gestellten Anforderungen genügt.

Für den Versuchsbetrieb der Sputteranlage wurde als Substrat Silizium verwendet, das sehr preisgünstig ist und sich auch sehr einfach präparieren läßt. Die Probenstücke können aus einem Wafer durch Spalten mit einer gewöhnlichen Skalpellklinge herausgeschnitten werden. Eine erste Charakterisierung der Schichten erfolgt mit

der Methode der Ellipsometrie (vergleiche Kapitel 3). Dabei ist es vorteilhaft, ein lichtundurchlässiges Substrat zu verwenden, so daß sich auch aus diesem Grund hierfür Silizium anbietet.

3 Die Ellipsometrie

Die Ellipsometrie wird zur zerstörungsfreien Bestimmung der Dicke d und des Brechungsindex n von dielektrischen Schichten auf unterschiedlichen Substraten benutzt. Dieses relativ schnell und einfach durchzuführende Verfahren bietet sich zur Messung dieser beiden physikalischen Größen von dünnen AlN-Schichten auf einem Substrat an. Kennt man den Brechungsindex der Schicht, sind auch Aussagen über die Zusammensetzung möglich. Eine genauere Beschreibung der theoretischen Grundlagen und eine Anleitung zur Benutzung des Ellipsometers des Bonner Instituts für Strahlen- und Kernphysik (ISKP) ist in der Diplomarbeit von Mendel nachzulesen [MEN96].

Vor der Durchführung der Ellipsometrie erfolgt eine erste, grobe Abschätzung der Schichtdicke dadurch, daß man jeder Farbe, die auf der Oberfläche zu erkennen ist, eine Dicke zuordnet. Durch Mehrfachreflektion und Interferenz sind die Farben von der Dicke und dem Brechungsindex abhängig und geben so auch erste Hinweise auf größere Inhomogenitäten der Schicht.

3.1 Das Prinzip

3.1.1 Der Aufbau

Das Prinzip der Ellipsometrie beruht auf der Analyse der Änderung des Polarisationszustandes von Licht durch eine Oberflächenreflektion. Dazu wird das linear polarisierte Licht eines Helium-Neon-Lasers ($\lambda = 632,8$ nm) durch ein $\frac{\lambda}{4}$ -Plättchen zirkular und anschließend mit einem Polarisator linear polarisiert. Hierbei läßt sich durch die Änderung des Azimuthwinkels die Richtung der Polarisations Ebene drehen. Nach dem Passieren eines zweiten $\frac{\lambda}{4}$ -Plättchens fällt das elliptisch polarisierte Licht unter einem Winkel von 70° zur Flächennormale auf die zu untersuchende Probe und wird dort reflektiert. Bei einer bestimmten Einstellung des Polarisators wird die Schwingungsebene des Lichts so im Raum gedreht, daß das Licht nach der Reflektion an der Oberfläche der Probe linear polarisiert ist, d. h. der Detektor hinter dem Analysator ein Minimum registriert.

Die Reflektion bewirkt eine Drehung der Polarisations Ebene des einfallenden Lichts in Abhängigkeit des Brechungsindex und der Dicke

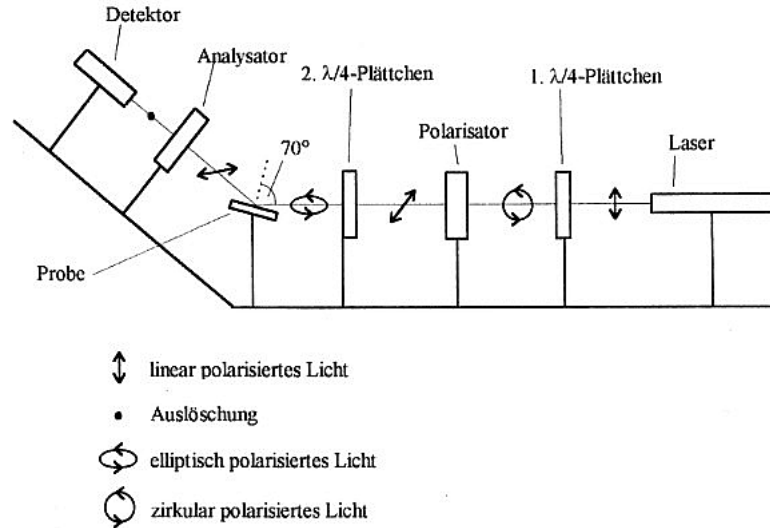


Abbildung 6: Aufbau des Ellipsometers [DES97]

einer dielektrischen Schicht, die sich auf der Probe befindet. Stellt man den Azimutwinkel des Analysators so ein, daß seine Polarisations Ebene und die Schwingungsrichtung senkrecht zueinander stehen, kann im Idealfall erreicht werden, daß kein Licht den Polarisationsfilter passiert.

Für zwei verschiedene Kombinationen von Einstellungen des Azimutwinkels von Polarisator und Analysator erreicht die im Detektor gemessene Helligkeit ein Minimum. Da bei diesem Verfahren die Auslöschung zu suchen ist, spricht man auch von der *Nullellipsometrie* oder dem *Auslöschungsverfahren*.

Die beiden Polarisationsfilter sind Glan-Thompson-Polarisatoren; aus doppelbrechendem Kalkspat bestehen die beiden $\frac{\lambda}{4}$ -Plättchen. Der reflektierte Strahl wird mithilfe einer Photodiode gemessen und über einen logarithmischen Verstärker auf einem analogen Spannungsmessgerät angezeigt. Aus den zwei abgelesenen Winkelpaaren, also den zwei Paaren von Meßwerten, und dem bekannten, komplexwertigen Brechungsindex des Substrats läßt sich die Schichtdicke und der Brechungsindex des transparenten Films mithilfe eines Computerprogramms errechnen. Dieses löst den funktionalen Zusammenhang zwischen den Winkeleinstellungen und den beiden gesuchten Größen iterativ; eine genauere Beschreibung des hierfür verwendete-

ten Algorithmus befindet sich z. B. in den Diplomarbeiten von Mendel [MEN96] und Dessauvage [DES97]. Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 6 skizziert.

3.1.2 Die Reflexion

Für die genauere Betrachtung der Polarisation wird der elektrische Feldvektor des elliptisch polarisierten Lichts in eine Komponente parallel und eine senkrecht zur Einfallsebene des Lichtes zerlegt. Diese behalten bei der Reflexion nicht ihre *Elliptizität* bei, d.h. die Amplituden und ihre Phasen ändern sich unabhängig voneinander. Die Elliptizität wird so gewählt, daß die Phasendifferenz zwischen den beiden Komponenten verschwindet und die auslaufende Welle linear polarisiert ist. Die Reflexion kann für die beiden Komponenten des Feldvektors vollständig mit den komplexwertigen Fresnel'schen Reflektions- und Brechungskoeffizienten beschrieben werden [MEN96], [DRO94].

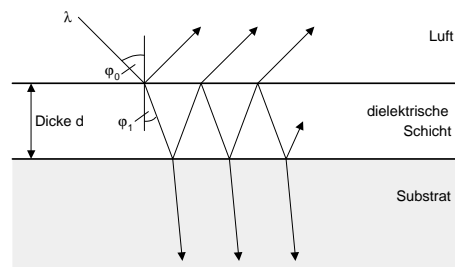


Abbildung 7: Reflexion an der Schicht

Betrachtet man ein System aus Substrat mit einem aufgebrachtten Film (Abbildung 7), so wird die einfallende Welle an jeder Grenzschicht teils reflektiert und teils in das Medium hinein gebrochen. An den beiden Oberflächen der dünnen Schicht finden Mehrfachreflexionen statt, und bei jeder Durchquerung tritt eine Phasenänderung auf. Die Überlagerung der Partialwellen ergibt die resultierende, auslaufende Welle, wobei der Reflektionsindex für die resultierende Welle von dem Brechungsindex des Filmes und des Substrats sowie der Schichtdicke abhängt.

3.2 Schichtdicke und Brechungsindex

3.2.1 Messung

Die im folgenden beschriebenen Messungen dienen zur Bestimmung der geeigneten Sputterparameter, die für den späteren Einsatz zur Beschichtung von GaN nötig sind. Dabei sind die Sputterzeit und die kinetische Energie der Stickstoffionen so wählen, daß eine Schicht mit vorgegebener Dicke aufzutragen ist. Eine Bestimmung der Schichtdicke kann erst im Anschluß des Sputterprozesses erfolgen. Deshalb werden Messungen durchgeführt, bei denen zum einen die Sputterdauer t und zum anderen die Beschleunigungsspannung $U_{extrakt}$ mit der damit verbundenen kinetische Energie E_{kin} der Stickstoffionen variiert wird.

Die Schichtdicke d und der Brechungsindex n der AlN-Schicht lassen sich mittels der Ellipsometrie nicht auf der gewünschten GaN-Probe messen, da das Substrat lichtundurchlässig sein sollte. Aus diesem Grund wurden Meßreihen für AlN-Schichten auf Silizium durchgeführt.

Bei der Ellipsometriemessung ist es wichtig, eine saubere Oberfläche zu gewährleisten, da Staubpartikel oder Fett auf der Schichtoberfläche durch ein verändertes Reflektionsvermögen das Meßergebnis verfälschen. Die Proben werden deshalb vor dem Auftragen der Schicht in chemischen Lösungsmitteln gereinigt. Dieses Verfahren wird in Abschnitt 5.2.1 erklärt.

Die ellipsometrisch bestimmten Werte für die Dicke und den Brechungsindex nach unterschiedlichen Sputterzeiten ($t = 15...50$ Min.) bei einer fest vorgegebenen Beschleunigungsspannung von $U_{extrakt} = 7,5$ kV sind in Abbildung 8 gezeigt. Abbildung 9 stellt die Abhängigkeit der beiden Größen von der Beschleunigungsspannung bei einer konstanten Sputterzeit von 40 Minuten dar.

3.2.2 Diskussion

Aus der Messung der Dicke für verschiedene Sputterzeiten bei festgehaltener Beschleunigungsspannung von $U_{extrakt} = 7,5$ keV (Abbildung 8a) erkennt man, daß die Schichtdicke mit der Zeit ansteigt. Berücksichtigt man, daß außer den in den Abbildungen 8 und 9 eingetragenen Fehlern aus der Ellipsometriemessung auch Schwankungen

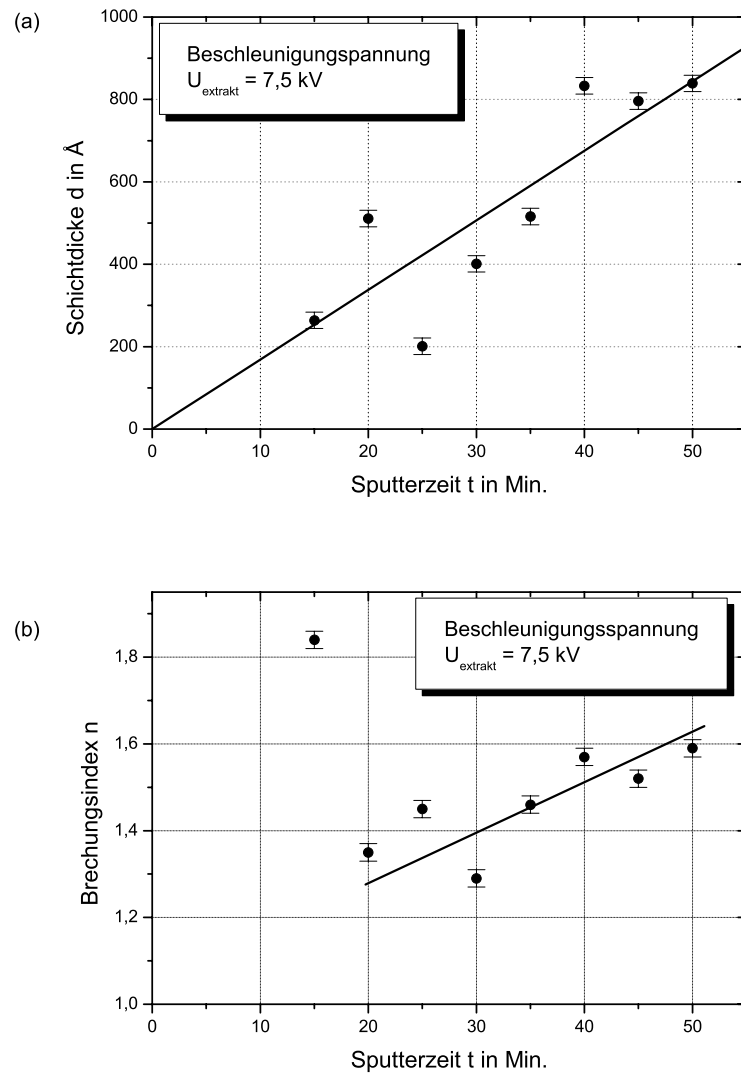


Abbildung 8: (b) Schichtdicke d und Brechungsindex n von AlN auf Si bei Variation der Sputterdauer t (Beschleunigungsspannung $U_{kin} = 7,5 \text{ kV}$)

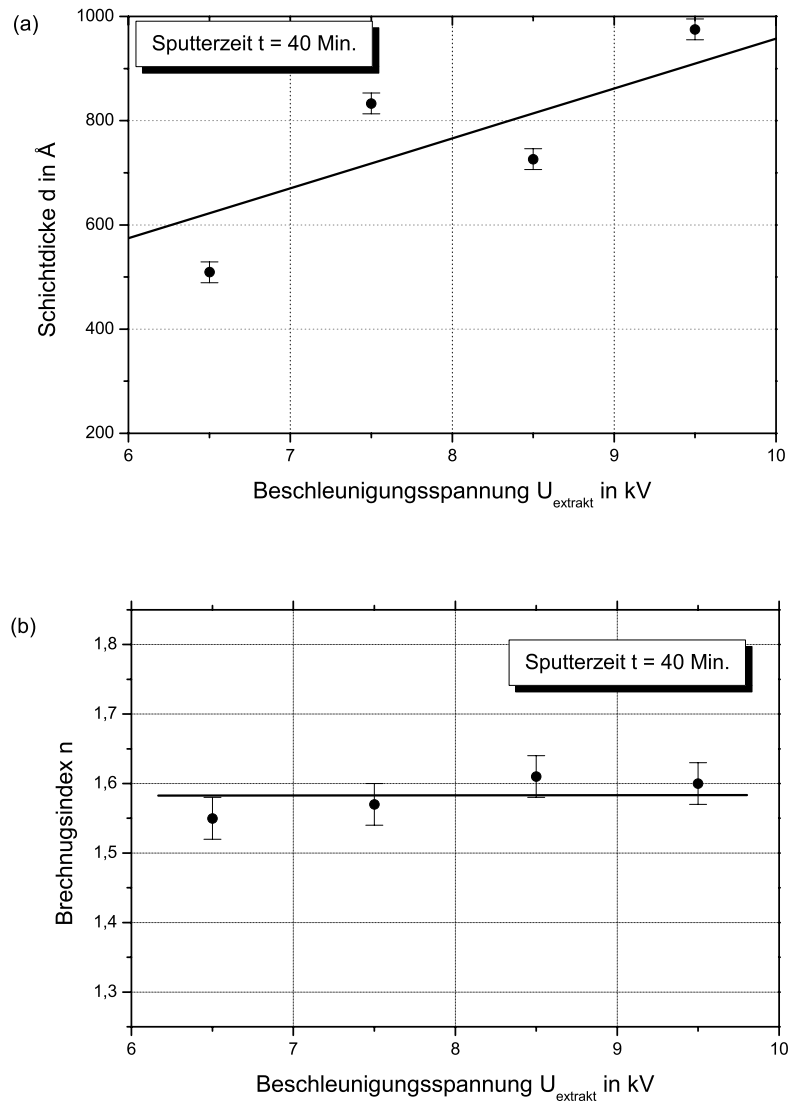


Abbildung 9: Schichtdicke d und Brechungsindex n von AlN auf Si bei Variation der Beschleunigungsspannung U_{kin} (Sputterdauer $t = 40$ Min.)

der Parameter während des Sputterprozesses auftreten (vergleiche Abschnitt 3.2.3), ist ein linearer Zusammenhang zu vermuten. Dieser ist als Gerade im Graphen eingezeichnet, und man liest ab, daß die Dicke um ungefähr 16 \AA pro Minute wächst. Für die gewünschte Schichtdicke von 500 bis 1000 \AA beträgt die Sputterdauer in diesem Fall ungefähr 30 bis 60 Minuten.

Die Abhängigkeit des Brechungsindex von der Sputterzeit ist in Abbildung 8b dargestellt. Die gemessenen Werte liegen zwischen 1,2 und 1,6 und steigen mit wachsender Sputterdauer. Eine eingezeichnete Gerade gibt einen Anhaltspunkt für die Änderung mit der Sputterzeit wieder. Der gemessene Brechungsindex für eine Sputterdauer von 15 Minuten weicht von diesem Verlauf ab und nimmt einen besonders großen Wert von 1,8 an. Dies ist darauf zurückzuführen, daß gerade zu Beginn der Sputterprozeß sehr instabil ist und somit die Schichtbildung sehr unregelmäßig abläuft, so daß nach dieser kurzen Zeit eine Schicht kaum nachweisbar ist.

Der Brechungsindex sollte ab einer bestimmten Schichtdicke und der damit verbundenen Sputterdauer einen konstanten Wert annehmen. Nach dem Aufwachsen der Grenzschicht zum Substrat erwartet man, daß sich der Aufbau der Schicht nicht mehr wesentlich ändert. Dies ist jedoch bei dieser Meßreihe (Abbildung 8b) nicht zu erkennen.

In der Literatur findet man, daß der Brechungsindex von gesputtertem AlN zwischen $n = 1,7$ und $2,1$ liegen sollte, während er für kristallines AlN $2,1$ beträgt [DRÜ00]. Es ist daher zu vermuten, daß die hergestellten Schichten zunächst amorph sind und sie erst mit zunehmender Dicke kristallin aufwachsen. Diese Vermutung ließ sich bestätigen: Nach Tempern der Probe für zehn Minuten bei 900°C unter N_2 -Atmosphäre ändert sich der Brechungsindex der Schicht von $n = 1,6$ auf $2,1$. Die aufgetragene Schicht ist also überwiegend amorph und geht durch das Tempern in den kristallinen Zustand über. Für die Funktion als Diffusionssperre auf GaN ist eine amorphe Schicht anzustreben, da diese dichter gepackt ist. Außerdem läßt sie sich später leichter von der zu schützenden Probe wieder ablösen.

Man erwartet, daß die Schichtdicke mit steigender Ionenenergie, also mit der Beschleunigungsspannung, wächst, da während des Sputterprozesses mehr Atome pro einfallendem Stickstoffion zur Schichtbildung beitragen. Diese Zunahme kann hier bestätigt werden und deutet auf einen linearen Zusammenhang zwischen Schichtdicke und Ionenenergie hin (Abbildung 9a). Bei den Meßpunkten zugeord-

nete Ausgleichsgerade ist berücksichtigt, daß die Schichtdicke auf Null gehen sollte, wenn die kinetische Energie der Ionen verschwindet. Die große Streuung der Meßwerte läßt vermuten, daß zum einen der Fehler der Ellipsometrie bei diesem Material unterschätzt wird und zum anderen die Parameter der Sputteranlage in diesem Rahmen nicht exakt reproduzierbar sind.

Unter Variation der Beschleunigungsspannung bei gleichen Sputterzeiten von $t = 40$ Min. kann unter Berücksichtigung der Fehler der Brechungsindex als konstant betrachtet werden (Abbildung 9b). Die ermittelten Werte um etwa $n = 1,58$ stimmen nur annähernd mit dem Literaturwert für Aluminiumnitrid überein, das durch das Sputterverfahren aufgetragen worden ist.

3.2.3 Fehlerbetrachtung

Die Hauptfehlerquellen bei der ellipsometrischen Schichtdickebestimmung sind die sehr unscharf einzustellenden Azimuthwinkel des Polarisators und des Analysators, denn bei der Änderung der Winkeleinstellung um $0,5^\circ$ ist noch keine Änderung der gemessenen Intensität feststellbar. Diese Ungenauigkeit bewirkt eine Unschärfe der Dicke von $\Delta d \approx 10 \text{ \AA}$ und des Brechungsindex von $\Delta n \approx 0,03$. In Abbildungen 8 und 9 sind diese Fehler eingezeichnet, sie sind größer als die in der Arbeit von Mendel [MEN96] angegebenen Abweichungen. Die Ortsauflösung ist durch die Größe des Laserauftreffpunktes von $2,5 \text{ mm}^2$ beschränkt.

Ein nicht zu unterschätzender Fehler ergibt sich dadurch, daß die vorgegebenen Parameter der Sputteranlage nicht sehr gut reproduzierbar sind. So ändert sich zum Beispiel nach einer Sputterdauer von drei Minuten die Beschleunigungsspannung um etwa 5%. Die Spannungen zur Variation der Intensität des Ionenstrahls sowie der Fokussierung unterliegen ebenfalls erheblichen Instabilitäten. Diese Schwankungen sind manuell kaum exakt zu korrigieren. Überschlüge im Rezipienten der Sputteranlage führen zu kurzzeitigem Zusammenbruch des Sputterprozesses, so daß dadurch die Reproduzierbarkeit der Schichteigenschaften begrenzt ist.

Trotz aller dieser aufgeführten Fehlerquellen wurden aus diesen Meßreihen Sputterparameter abgeschätzt, die es gestatten, Schichten mit einer Dicke im gewünschten Bereich zwischen 800 und 1000 \AA aufzutragen.

4 Rutherford-Rückstreuung

4.1 Das Prinzip

4.1.1 Die Rückstreuung

Für die Charakterisierung der AlN-Schichten ist außer der Dicke und dem Brechungsindex die Kenntnis der einzelnen Bestandteile und ihrer prozentualen Anteile wichtig. Für diese Analyse bietet sich die Methode der Rutherford-Rückstreuung (RBS = Rutherford-Back-scattering) an. Mit ihr kann man die Elementverteilung in einer festen Probe untersuchen, wobei Aussagen über die Zusammensetzung von Strukturen mit Dicken zwischen zehn Nanometern bis hin zu einigen Mikrometern möglich sind. Eine genauere Beschreibung dieser Meßmethode befindet sich in Lorenz [LOR98] und Schatz, Weidinger [SCH97].

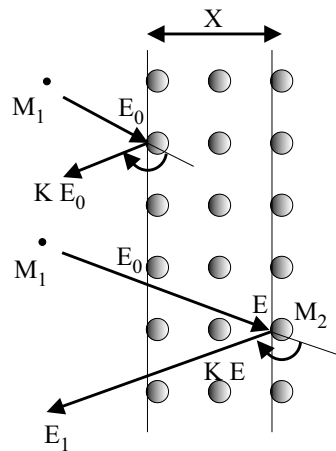


Abbildung 10: Elastische Rückstreuung [LOR98]

Bei diesem Meßverfahren wird ein Projektil mit der Masse M_1 und der Energie E_0 auf ein Target geschossen und an einem Targetkern mit der Masse M_2 unter einem Winkel θ gestreut, wobei θ der Winkel zwischen der Einfallsrichtung und der Rückstreurichtung ist. Das Projektil wird beim Durchqueren des Targets abgebremst und verläßt es mit der Energie E_1 (vergleiche Abbildung 10). Bei der hier betrachteten Energie von etwa 2 MeV treten keine Kernkräfte auf und es wirkt ausschließlich die abstoßende Coulombkraft zwischen

den Atomkernen im Target und dem Projektil. Mithilfe des Impuls- und Energieerhaltungssatzes läßt sich der sogenannte *kinematische Faktor* $K = E_1/E_0$, also das Verhältnis aus den Energien des einfallenden und des zurückgestreuten Projektils, berechnen:

$$K(M_1/M_2, \theta) = \left(\frac{\sqrt{1 - ((M_1/M_2) \sin \theta)^2} + (M_1/M_2) \cos \theta}{1 + (M_1/M_2)} \right)^2 \quad (1)$$

Dieser hängt nur von dem Winkel θ und dem Quotienten der beiden Massen ab. Die Masse des Targetkerns M_2 läßt sich schließlich als Funktion der anderen bekannten oder gut meßbaren Größen beschreiben, so daß eine Berechnung von M_2 möglich ist:

$$M_2 = f(E_0, E_1, M_1, \theta) \quad (2)$$

Dringt das Projektilteilchen vor der Streuung in die Schicht ein, muß der Energieverlust pro Wegeinheit dE/dx der Teilchen, die die Geschwindigkeit v besitzen, bei dem Durchgang durch Materie berücksichtigt werden. Dieser läßt sich nach der Gleichung von *Bethe* und *Bloch* berechnen:

$$-\frac{dE}{dx} = n \frac{Z_1^2 Z_2^2 e^4}{4\pi \varepsilon_0^2 v^2 m_e} \cdot \left(\ln \frac{2m_e v^2}{\langle I \rangle} - \ln(1 - (v/c)^2) - (v/c)^2 \right) \quad (3)$$

Dabei ist Z_1 die Kernladungszahl der Projektil-Atome, Z_2 die der Targetatome, ε_0 die Dielektrizitätskonstante, c die Lichtgeschwindigkeit, e die Elementarladung und m_e die Ruhemasse des Elektrons. n ist die Anzahldichte der Targetteilchen. Das mittlere Ionisationspotential der Targetatome wird mit der Größe $\langle I \rangle$ beschrieben. Da die Energie, und somit die Geschwindigkeit v , der Ionen im vorliegenden Fall vergleichsweise niedrig ist, können hierbei die relativistischen Summanden v/c vernachlässigt werden.

Ist die Masse der streuenden Targetatome M_2 bekannt, läßt sich daraus auch die Tiefenverteilung in der Schicht bestimmen. Mit der Kenntnis des differentiellen Wirkungsquerschnittes $d\sigma/d\Omega$, der sich nach der *Rutherford-Formel* berechnet,

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{16\pi\epsilon_0 E} \right)^2 \frac{1}{\sin^4(\theta/2)} \quad (4)$$

läßt sich eine quantitative Analyse durchführen. Dabei ist E die Energie der einfallenden Projektile. Die RBS eignet sich somit zur Erstellung von Konzentrationstiefenprofilen.

4.1.2 Beschreibung des Meßaufbaus

Im vorliegenden Fall erhalten einfach geladene α -Teilchen (${}^4\text{He}^+$) durch einen *van-de-Graaff*-Beschleuniger die kinetische Energie von $E_0 = 2\text{ MeV}$ und werden senkrecht auf das Target geschossen. Der Teilchenstrahl nimmt auf der Probe eine Fläche von ca. 1 mm^2 ein.

Zum Nachweis der rückgestreuten Teilchen stehen zwei Detektoren zur Verfügung. Einer befindet sich in einem Winkel von $\theta = 140^\circ$ zum einfallenden Strahl (Abbildung 10) und besitzt eine Energieauflösung von 13-16 keV. Ein Ringdetektor ermöglicht die Messung von rückgestreuten Teilchen in einem Winkel von ungefähr 180° .

Die elektrischen Ausgangssignale der Detektoren, die proportional zur Energie der detektierten Teilchens sind, werden in unterschiedliche Kanäle eines MCAs (Multi Channel Analysier) eingeordnet.

4.2 Zusammensetzung und Dicke der Schicht

4.2.1 Messung

Da in Bonn nicht die Möglichkeit besteht, RBS-Messungen vorzunehmen, wurden die Untersuchungen der Proben von K. Lorenz und E. J. da Costa Alves am Instituto Tecnológico e Nuclear (ITN) in Lissabon vorgenommen.

Für die RBS-Untersuchung von dünnen Schichten sollten die Atome im Substratmaterial leichter sein als die Elemente der Schicht. Wird als Substrat ein Material mit einer größeren Atommasse verwendet, so besitzen die an den Kernen des Substrats zurückgestreuten α -Teilchen eine größere kinetische Energie, als die an den Kernen der aufgetragenen Schicht zurückgestreuten Projektilteilchen. Die Bestimmung der Stöchiometrie ist somit nur schwer durchzuführen, da

das Substratmaterial eine Art Untergrund im Energiespektren erzeugt und die einzelnen Komponenten in der Schicht sich kaum von ihm abheben. Aus diesem Grund eignen sich Silizium oder Galliumnitrid als Substrat nicht, denn Silizium mit der relativen Atommasse $M(^{14}\text{Si}) = 28,1 \text{ u}$ und Gallium $M(^{31}\text{Ga}) = 69,7 \text{ u}$ sind schwerer als die Komponenten ($M(^{13}\text{Al}) = 27,0 \text{ u}$ und $M(^7\text{N}) = 14,0 \text{ u}$) der zu untersuchenden Schicht.

Daher wurde für die Bestimmung der Zusammensetzung der dünnen Filme auf eine polierte und gereinigte (Reinigung vergleiche Abschnitt 5.2.1) $10 \times 10 \text{ mm}^2$ große Kohlenstoff-Probe eine Aluminiumnitrid-Schicht durch das reaktive Sputtern über eine Zeit von 40 Minuten und mit einer Energie von 8 keV aufgetragen. Aus den Ergebnissen der Ellipsometriemessungen (vergleiche Abschnitt 3.2.1) läßt sich abschätzen, daß die Dicke ungefähr 400-700 Å betragen sollte.

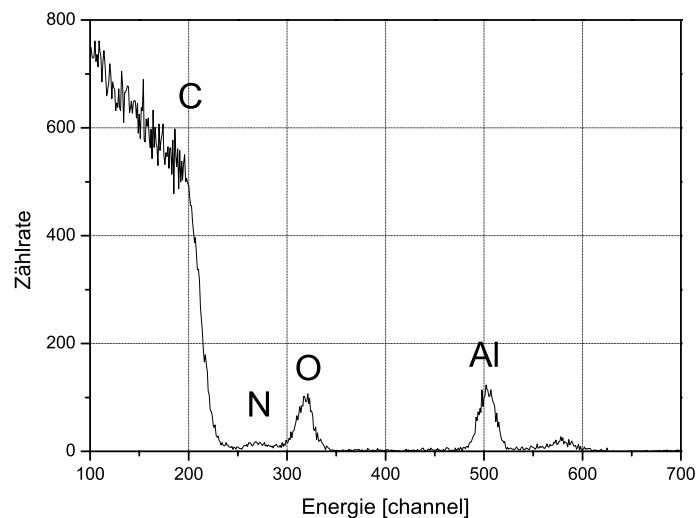


Abbildung 11: RBS-Spektrum: Rückstreuung von α -Teilchen mit $E_{kin} = 2 \text{ MeV}$ an einer beschichteten Kohlenstoff-Probe

In Abbildung 11 wird das Spektrum der unter einem Winkel von $\theta = 140^\circ$ zurückgestreuten α -Teilchen gezeigt. Es ist die Zählrate gegen die energieabhängige Kanalzahl des MCA (Vielkanalanalysator, MCA = Multi-Channel-Alyser) aufgetragen. Jede Atommasse entspricht einem Element an der Oberfläche einer Probe und kann nun einem bestimmten Energiekanal zugeordnet werden. Befindet

es sich tiefer in der Schicht, verschiebt sich das Signal zu kleineren Energien. In der weiteren Auswertung werden die Spektren mit dem Programm RUMP [DOO85] simuliert. Dabei werden die Schichtdicke und die relativen Anteile der einzelnen Komponenten als Parameter vorgegeben und so lange verändert, bis eine gute Anpassung an die Meßdaten erreicht ist.

Als erwartete Komponenten von Aluminiumnitrid sind im Spektrum bei Kanal 270 das Element Stickstoff und bei Kanal 500 Aluminium als Peak zu erkennen. In Kanal 320 befindet sich ein Peak, der Sauerstoff zugeordnet werden kann. Ein weiterer, weniger ausgeprägter Peak befindet sich in Kanal 580, der sich nicht genau zuordnen läßt; es kommen Silizium, Phosphor oder Schwefel in Frage. Die gemessenen Ereignisse für die Energiekanäle, die kleiner als 230 sind, sind dem Substratmaterial Kohlenstoff zuzurechnen.

4.2.2 **Diskussion**

Die Simulationrechnung ergibt folgendes Verhältnis für die Schichtkomponenten: Aluminium : Stickstoff : Sauerstoff = 3 : 1 : 6. In der Schicht befindet sich demnach ein erheblicher Anteil an Sauerstoff, der vorher nicht zu erwarten war. Die Schicht sollte nur aus Aluminiumnitrid bestehen, d. h. sie muß sich aus gleichen Anteilen aus Aluminium und Stickstoff zusammensetzen. Diese Stöchiometrie gilt hier jedoch nicht.

Der unerwünschte Sauerstoffanteil kann mehrere Ursachen haben. Es ist möglich, daß das Vakuum im Rezipienten der Sputteranlage nicht ausreichend gut ist. Somit könnten die beim Sputterprozeß herausgeschlagenen Aluminiumatome nicht nur mit Stickstoff, sondern auch mit Restsauerstoff eine chemische Verbindung eingehen und als Aluminiumoxid in die Schicht eingebaut werden.

Desweiteren besteht die Möglichkeit, daß die Aluminiumoxid-Schicht, die sich nach jedem Öffnen des Rezipienten auf dem Aluminium-Target bildet, am Anfang des Sputterprozesses abgetragen wird. Das kann dazu führen, daß sich der darin enthaltene Sauerstoff ebenfalls auf dem Substrat als Schicht niederschlägt. Eine Blende, die für die ersten Minuten des Sputtervorgangs vor das Substrat geschwenkt wird, nimmt zunächst die herausgeschlagenen Aluminiumoxid-Moleküle auf. Erst wenn diese Schicht von dem Target abgetragen worden

ist, wird das Substrat für das Sputtern freigegeben und der eigentliche Sputterprozeß beginnt.

Ein weitere Grund für den eingebauten Sauerstoff könnte *der* Sauerstoff sein, der sich bereits *vor* dem Auftragen der Schicht in dem relativ porösen Substratmaterial befindet. Man könnte diese Sauerstoffquelle dadurch vermeiden, daß die verwendeten gepreßten Graphit-Proben durch ein anderes Material ersetzt werden. Hier bietet sich Diamant als Substrat an, in dem kaum Sauerstoff eingebaut ist.

Aus der Messung erhält man eine Schichtdicke von 200 Å. Dieses Ergebnis widerspricht der aus den Ellipsometriemessung abgeleiteten Abschätzung mit einer Schichtdicke von 700 Å. Dieser erhebliche Unterschied läßt sich dadurch erklären, daß die aufgetragenen Schichten nur sehr schlecht auf der polierten Oberfläche des Kohlenstoff haften bleiben. Bei den ersten Versuchen, Schichten auf dieses Material aufzutragen, ließen sich diese durch vorsichtiges Wischen mit einem weichen Papiertuch ablösen. Ein größeres Haftvermögen ist vielleicht ebenfalls durch die Wahl eines anderen Substrats, wie z. B. Diamant, zu erreichen, da dessen Eigenschaften den der aufgetragenen Schichten ähnlicher sind als der verwendete poröse Graphit.

Für eine etwas dickere Schicht, die durch eine längere Sputterzeit hergestellt worden ist, ändert sich ihre Zusammensetzung nicht. Wird diese Probe drei Minuten bei 500°C unter N₂-Atmosphäre getempert, so sind keine Veränderungen im Spektrum zu beobachten. Auch das Vermessen der Schicht an verschiedenen Punkten auf der Oberfläche läßt das Ergebnis unverändert. Somit sind die Schichten homogen auf der Probenoberfläche aufgetragen.

5 Die gestörte Winkelkorrelation

5.1 Das Prinzip

Mit der Methode der gestörten $\gamma\gamma$ -Winkelkorrelation (PAC = Perturbed Angular Correlation) können Rückschlüsse auf Defektstrukturen in Kristallen gezogen werden, was für die Untersuchung der angestrebten Wirkung von den gesputterten Schichten während des Ausheilens von GaN von Bedeutung ist. Zur Anwendung dieses Verfahrens wird in die zu untersuchende Probe eine geeignete radioaktive Sonde implantiert. Beim Zerfall des Sondenkerns werden zwei γ -Quanten korreliert abgestrahlt. Durch die Hyperfeinwechselwirkung zwischen einem elektrischen Feldgradienten (EFG) und dem Kernquadrupolmoment (Q) des Zwischenniveaus der $\gamma\gamma$ -Kaskade wird die räumliche Emissionswahrscheinlichkeit des zweiten γ -Quants zeitabhängig gestört.

Szintillationszähler, die in einer Ebene um die Probe aufgebaut sind (Abbildung 12), registrieren die emittierten Quanten und wandeln diese in elektronische Signale in Abhängigkeit von der gemessenen Energie der Quanten um. Mit einer Koinzidenzschaltung werden diese Signale verarbeitet, so daß man im Idealfall nur die zeitlich korrelierte, emittierten Quanten aus demselben Kern registriert.

Diese Meßanordnung erlaubt die Aufnahme eines Koinzidenzspektrums, bei dem die registrierten Koinzidenzen $Z(t)$ in Abhängigkeit von der Zeit t aufgetragen sind:

$$Z(t) = e^{-\lambda t} \cdot G(t) \quad (5)$$

Dabei ist λ die Zerfallskonstante und $G(t)$ eine periodische Störfunktion, die dem exponentiellen Zerfall des Zwischenniveaus der Kaskade (speziell für ^{111}In siehe Abbildung 13) überlagert ist. Aus dem Spektrum läßt sich für die Störfunktion die Quadrupolwechselwirkungsfrequenz ν_Q bestimmen:

$$\nu_Q = \frac{e \cdot Q \cdot V_{zz}}{h} \quad (6)$$

e ist die Elementarladung, h das Plancksche Wirkungsquantum, Q das Kernquadrupolmoment und V_{zz} die Hauptkomponente des EFG -Tensors. Dieser ist die zweite räumliche Ableitung des elektrostatischen Potentials $V(\vec{x})$ am Ort des Sondenkerns:

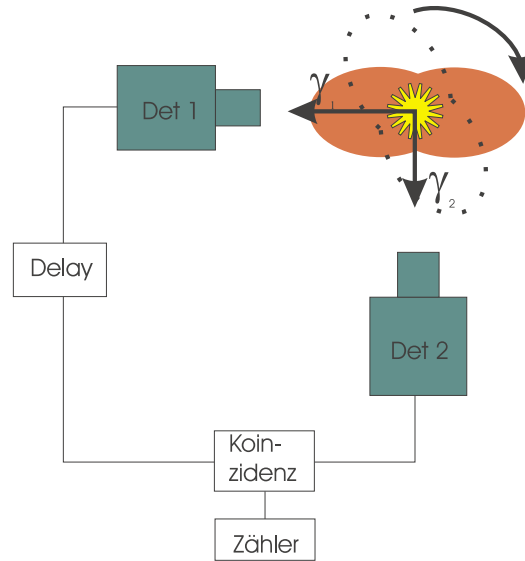


Abbildung 12: Prinzipieller Aufbau einer PAC-Anlage

$$V_{ij} = \frac{\delta^2 V}{\delta x_i \delta x_j}. \quad (7)$$

Es ist üblich, diese Größe durch die Komponente V_{zz} der diagonalisierten Matrix und den Asymmetrieparameter η auszudrücken:

$$\eta = \frac{V_{xx} - V_{yy}}{V_{zz}} \quad (8)$$

Es ist ebenfalls möglich, den Anteil der Sondenkerne auf Plätzen mit gleichen EFG aus den relativen Amplituden der Störfunktion zu bestimmen. Feldgradienten werden unter anderem aufgrund bestimmter Symmetrien in der Gitterstruktur oder durch Defekte, wie z. B. Leerstellen oder Zwischengitteratome verursacht.

Zur Untersuchung der GaN-Proben wird als Sonde das häufig verwendete radioaktive Isotop ^{111}In (*Indium*) implantiert. Es bietet sich an, diesen Sondentyp zu wählen, da er am Bonner Radioisotopenseparator relativ einfach zu implantieren ist. Ein entscheidender Vorteil von ^{111}In ist, daß es auf die Gitterplätze der Ga-Atome eingebaut wird, wie aus Emission-Channeling-Messungen bekannt ist [RON97]. Außerdem ist ^{111}In zu Gallium isoelektronisch und wirkt damit nicht dotierend.

Das Isotop ^{111}In zerfällt unter Abstrahlung von zwei γ -Quanten mit zwei verschiedenen Energien (171 und 245 keV) über einen Zwischenzustand mit der Lebensdauer von 85 ns zu ^{111}Cd (*Cadmium*). Diese $\gamma\gamma$ -Kaskade ist in Abbildung 13 dargestellt.

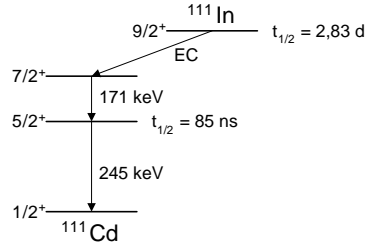


Abbildung 13: Zerfallschema von Indium (^{111}In)

Im vorliegenden Fall ist die zu untersuchende Probe von vier kreuzförmig in einer Ebene aufgebauten Detektoren umgeben. Die Koinzidenzzählraten einer Kombination aus zwei Detektoren entstehen dadurch, daß einer der vier Detektoren ein γ -Quant registriert und ein Signal aussendet, falls die Energie des detektierten Quants gerade mit der Energie des Zerfalls vom $7/2$ -Niveau zum Zwischenzustand ($5/2$ -Niveau) übereinstimmt. Spricht nun ein anderer Detektor auf ein weiteres Quant an, und mißt genau die Energie eines γ -Quants bei Übergang vom Zwischenzustand zum Grundzustand von ^{111}Cd ($1/2$ -Niveau), so wird ein Ereignis im Koinzidenzzähler registriert. Somit werden jeweils nur zwei zueinander korrelierte Quanten unter verschiedenen Winkeln detektiert. Die Energieanalyse der einfallenden Quanten geschieht mithilfe von Einkanalanalysatoren.

Die Lebensdauerspektren, also die Koinzidenzzählrate in Abhängigkeit von der Zeit nach der Emission des ersten γ -Quants, werden mithilfe eines Zeit-zu-Amplituden-Konverter gemessen, in einer MCA-Karte digitalisiert und gespeichert. Nachdem bei diesen Spektren von zufälligen Koinzidenzen abgezogen sind, lassen sich aus ihnen die sogenannten *R-Werte* wie folgt bilden:

$$R(t) = 2 \cdot \frac{Z(180^\circ, t) - Z(90^\circ, t)}{Z(180^\circ, t) + 2 \cdot Z(90^\circ, t)} \quad (9)$$

Hierbei ist Z die Zählrate in Abhängigkeit von der Zeit für die beiden Winkel von $\theta = 90^\circ$ und $\theta = 180^\circ$ zwischen den Detektoren.

Aus den ermittelten R-Werten $R(t)$ lassen sich die gesuchten Störfunktion $G(t)$ mithilfe des Computerprogramm NNFIT [BRR93] bestimmen. Dieses Programm paßt den Meßwerten eine Funktion an, wobei Summanden aus mehreren Störfunktionen berücksichtigt werden. Dabei enthält jeder einzelne Summand eine eigene Frequenz ν mit einer Dämpfung δ , den Anteil an der Frequenz (*fraction*), einem Asymmetrieparameter η sowie die Orientierung des EFG's in Einkristallen. Aus der Kurvenanpassung ergeben sich die Einzelwerte für diese Größen und schließlich der elektrische Feldgradient.

Eine detaillierte Beschreibung der PAC-Methode findet sich in z. B. G. Schatz und A. Weidinger [SCH97].

5.2 Ausheilverhalten

5.2.1 Die Proben

Für die Untersuchung von Galliumnitrid wurde von der Firma Cree Research gekauftes Probenmaterial eingesetzt. Dabei handelt es sich um ca. $1,3 \mu\text{m}$ dicke GaN-Schichten, die mit weniger als $5 \cdot 10^{16}$ Ladungsträger pro cm^3 n-dotiert sind. Sie sind mit dem MOCVD-Verfahren (metal organic chemical vapor deposition) epitaktisch auf einem Saphir-Wafer aufgetragen.

Mit einer Diamantdrahtsäge wurden $6 \times 6 \text{ mm}^2$ große Probenstücke zurechtgeschnitten und anschließend gereinigt, da ihre Oberflächen möglichst frei von Fett, Staub oder anderen Partikeln sein sollten. Hierzu wurden sie je zwei bis drei Minuten lang in Trichlorethylen (C_2HCl_3), in Aceton ($(\text{CH}_3)_2\text{CO}$), in Isopropanol ($(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}$) und zum Schluß in destilliertem Wasser (Aqua dest.) geschwenkt; der genaue Reinigungsprozeß ist in der Literatur beschrieben [MEN96]. Auf diese Weise erreicht man ein besseres Haftvermögen der aufgetragenen Aluminiumnitrid-Schicht auf der Oberfläche. Zur Bestimmung der Schichtdicke und des Brechungsindex mit der Ellipsometrie (siehe Kapitel 3) ist es auch wichtig, daß die Schmutzteilchen nicht die Reflektion des Laserstrahls beeinflussen, da diese das Meßergebnis verfälschen.

5.2.2 Messung

Zur Untersuchung des Ausheilverhaltens von GaN führt man ein isochrones Temperprogramm durch, dabei wird die Probe in der RTA (Kurzzeittemperanlage, RTA = Rapid Thermal Annealing-Anlage) für 120 s unter einem konstanten Stickstofffluß (75 ℓ /Min., Reinheit 5.0) auf verschiedene Temperaturen erhitzt [MAR90]. Zwischen jeder Temperaturänderung wird mit der PAC-Anlage bei Raumtemperatur über etwa sechs bis zwölf Stunden ein Spektrum aufgenommen.

In der RTA erfolgt das Erhitzen der Probe dadurch, daß ein elektrischer Strom durch zwei Graphitstreifen fließt, zwischen denen sich die Probe befindet. Mit einer elektronischen Ansteuerung läßt sich der Strom und somit die Temperatur steuern. Um den Rezipienten der RTA möglichst frei von anderen Gasen zu halten, wird er vor dem Erhitzen mit Stickstoff gespült, d. h. er wird evakuiert, mit Stickstoff geflutet und zum Schluß wieder evakuiert.

Nach der Reinigung der Galliumnitrid-Probe erfolgt die Ionenimplantation der radioaktive Sonde ^{111}In am Bonner Radioisotopenseparator mit einer Dosis zwischen 10^{12} und 10^{13} cm^{-2} und einer Energie von etwa 160 keV. Bei dem anschließenden Temperprogramm wird abwechselnd ein PAC-Spektrum aufgenommen und die Probe erhitzt. Es beginnt bei 500°C und wird in Schritten von 100°C erhöht, bis die Temperatur von 1300°C erreicht ist.

Der Einbau der Probe in die Meßapparatur zur Aufnahme der PAC-Spektren erfolgt in der Art, daß die c-Achse des GaN-Kristallgitters (vergleiche Abbildung 18), also die Flächennormale zu zwei Detektoren einen Winkel von 45° einschließt und in der Detektorebene liegt. Diese Einstellung wird auch *Raghavan-Geometrie* genannt.

Die folgenden Abschnitte beschreiben das Ausheilverhalten dreier GaN-Proben. Die ersten beiden erhielten nach der Implantation durch das reaktive Sputtern eine dünnen AlN-Schutzschicht. Eine dritte Probe, die als Vergleich diente, erhielt während jedem Tempervorgang ein Proximity Cap.

Die wichtigsten Daten der Schichten- und Probeneigenschaften, sowie der Parameter der Implantation und des Sputterprozesses, sind in Tabelle 1 zusammengefaßt. Die Schichtdicken sind Schätzungen aus den Ellipsometrie-Ergebnissen (Abschnitt 3.2.1).

In Abbildung 14 sind vier *R-Wert-Spektren* einer GaN-Probe (Nr. 1) dargestellt. Dabei sind die Messungen direkt nach der Implan-

Tabelle 1: Implantations- und Beschichtungsparameter der GaN-Proben

	Nr. 1	Nr. 2	Nr. 3
Cap	AlN	AlN	Proximity
Dosis / ^{111}In [cm^{-2}]	$\approx 10^{12}$	$\approx 10^{13}$	$\approx 10^{13}$
Energie / ^{111}In [keV]	≈ 160	≈ 160	≈ 160
Energie / Stickstoff [keV]	8,5	10	-
Sputterzeit t [Min.]	30	50	-
Schichtdicke d [Å]	500	800	-

tion (a) und nach zwei verschiedenen Temperschritten (900°C (b) und 1300°C (c)) gezeigt. Das vierte Spektrum (d) zeigt die R-Werte dieser Probe, nachdem sie auf 1300°C erhitzt und anschließend in flüssigen Stickstoff auf dessen Siedetemperatur von ($T_S = -196^\circ\text{C}$) abgekühlt worden ist.

Direkt nach der Implantation ist ein stark gedämpftes Spektrum zu erkennen. Nach dem Tempern bei 900°C beobachtet man eine deutliche Frequenz, wobei sich aus den Kurvenanpassungen mit dem Programm NNFIT zwei Frequenzen ergeben. Die kleinere, die praktisch ungedämpft ist, liegt bei ungefähr $\nu_1 = 6$ MHz und die größere beträgt etwa $\nu_2 = 12$ MHz mit einer starken Dämpfung. Bei 1300°C zeigt das Spektrum nur noch einen flachen Verlauf. Im Spektrum nach dem Abkühlen der Probe in flüssigen Stickstoff erkennt man Frequenzen, die auf eine drastische Veränderung der Struktur und der Zusammensetzung dieser Probe hindeuten.

Die Abbildungen 15 bis 17 zeigen die Ergebnisse der Kurvenfits für die drei verschiedenen Proben (vergleiche Tabelle 1). Dabei ist die Dämpfung δ und der Anteil (beides wird in Prozent angegeben) der kleineren Frequenz gegen die Temperatur aufgetragen. Der Anteil gibt Auskunft über den Prozentsatz von Sondenatomen, die sich in ungestörter Umgebung befinden. Die Dämpfung gibt an, wie stark die elektrischen Feldgradienten um einen Mittelwert streuen und sie ist ein Maß für die Defektdichte im weiteren Umfeld der Sonde. Zu beachten ist die unterschiedliche Skalierung für die Dämpfung bei den Proben mit einem AlN-Cap und dem Proximity Cap.

Der Verlauf des Frequenzanteils in Abhängigkeit von der Ausheiltemperatur ist für alle drei Proben ähnlich: Der Anteil steigt von dem

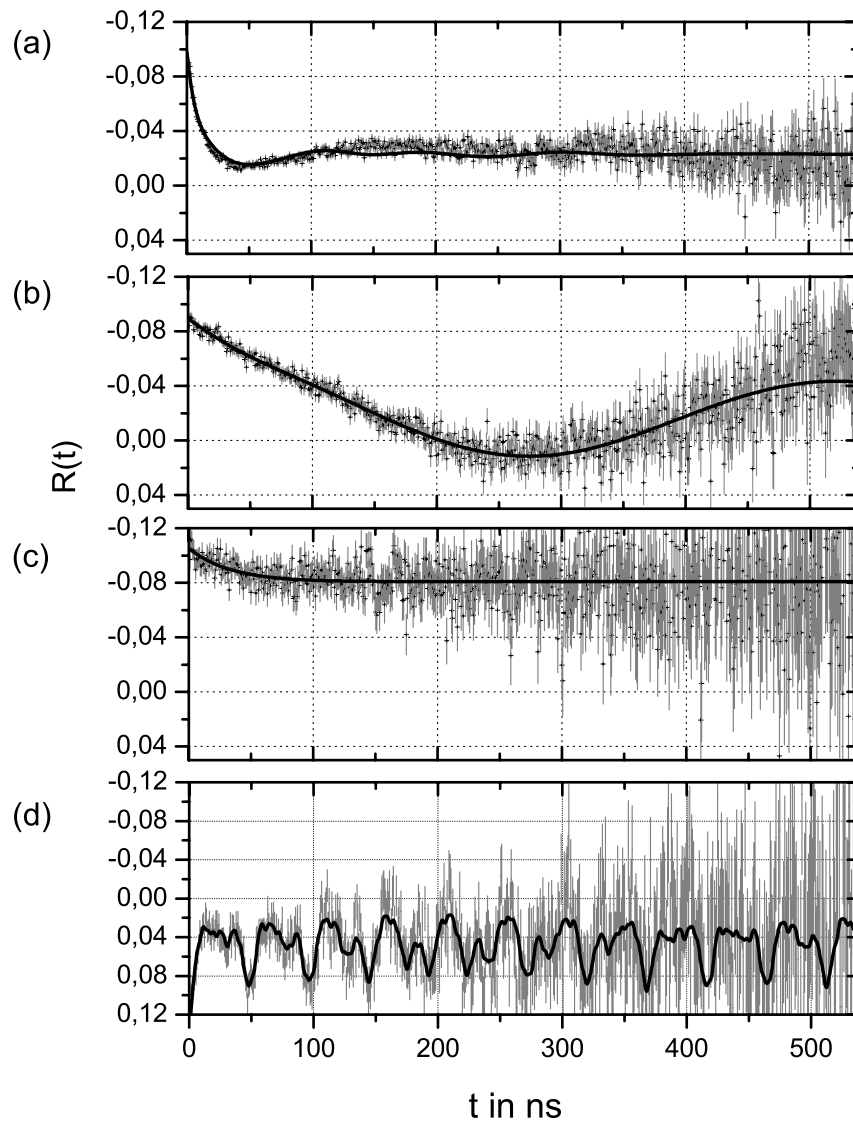


Abbildung 14: R-Wert-Spektrum von Probe Nr. 1: ^{111}In in GaN

(a) direkt nach der Implantation bei ca. 20°C aufgenommen

(b) mit AlN-Cap nach 900°C in der RTA für 120 s

(c) mit AlN-Cap nach 1300°C in der RTA für 120 s

(d) wie (c), jedoch in flüssigem Stickstoff für 120 s abgekühlt

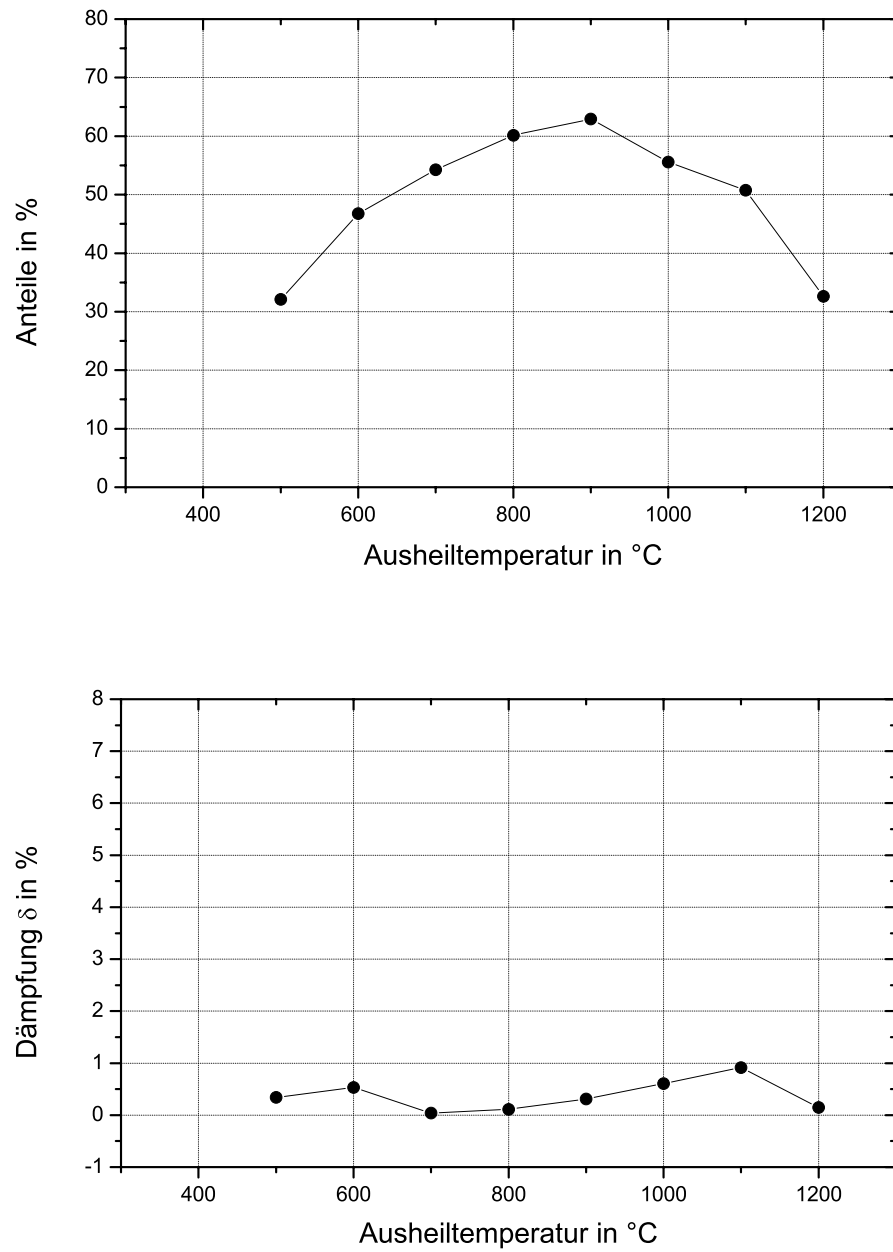


Abbildung 15: Ergebnisse der PAC-Messung von Probe Nr. 1 (^{111}In in GaN, AlN-Cap/500 Å).
Anteil der Gitterfrequenz und ihre Dämpfung

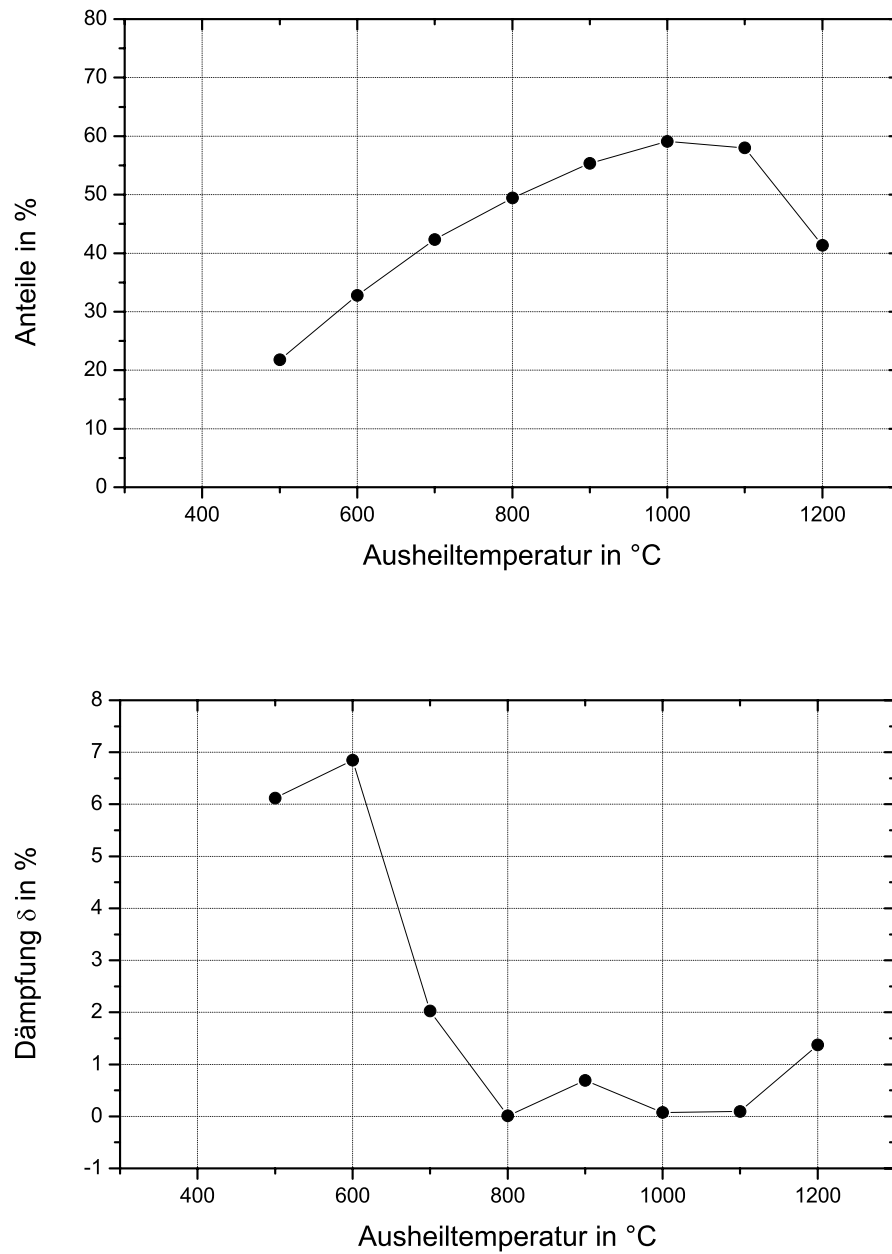


Abbildung 16: Ergebnisse der PAC-Messung von Probe Nr. 2
(^{111}In in GaN, AlN-Cap/800 Å).
Anteil der Gitterfrequenz und ihre Dämpfung

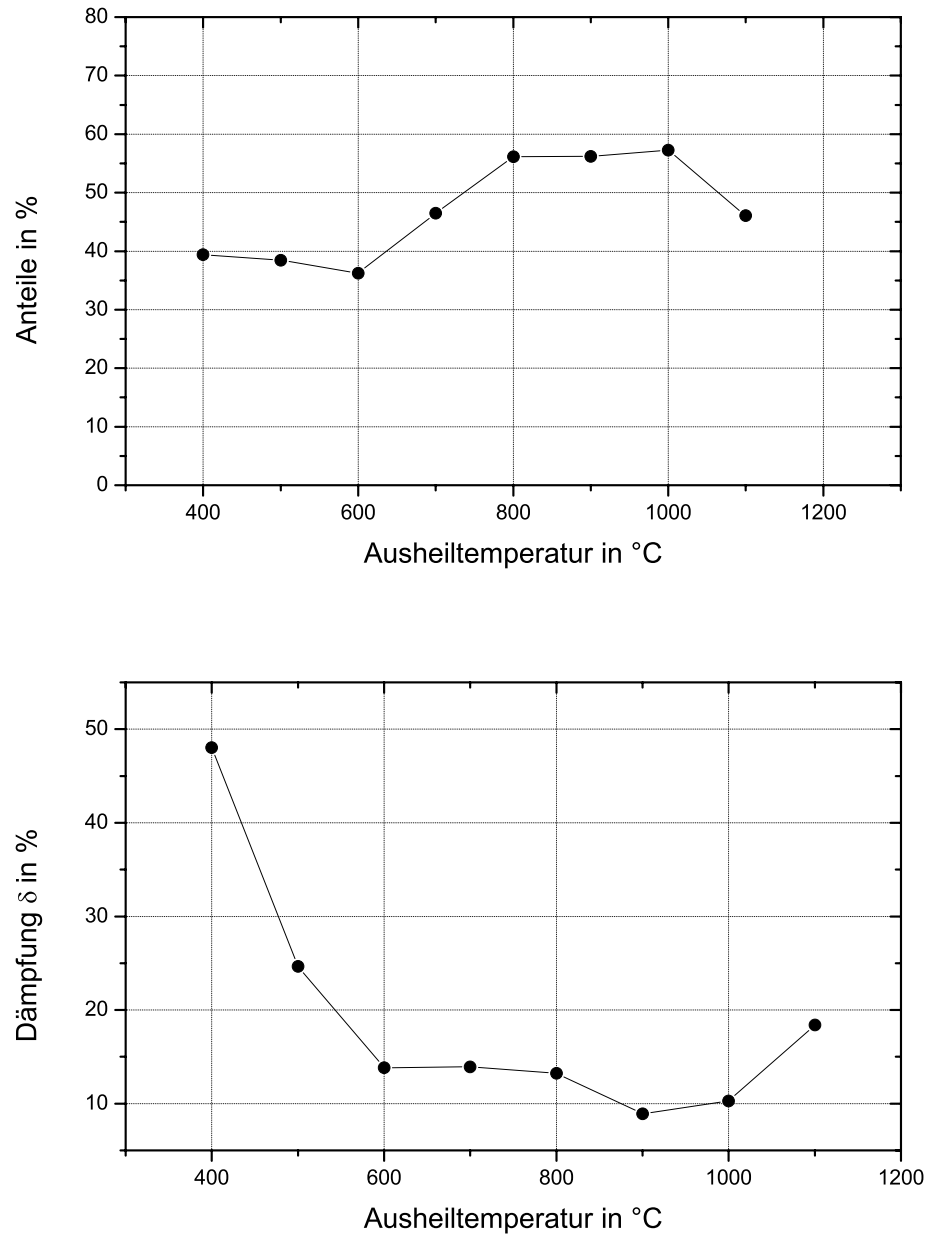


Abbildung 17: Ergebnisse der PAC-Messung von Probe Nr.3 (^{111}In in GaN, Proximity Cap).
Anteil der Gitterfrequenz und ihre Dämpfung

Anfangswert (20 bis 40 %) zunächst an und erreicht einen maximalen Wert von etwa 60 %. Anschließend fällt er auf Werte zwischen 32 und 47 %. Die Temperatur, bei der der Anteil den größten Wert annimmt, ist jedoch für die drei Proben unterschiedlich. Für Probe Nr. 1 (500 Å-AlN-Schicht) wird das Maximum bei 900°C erreicht und ist höher als der maximale Anteil der Probe Nr. 2 (800 Å-AlN-Schicht), der zwischen 1000 und 1100°C gemessen wird. Das Maximum für den Anteil der Probe Nr. 3 (Proximity Cap) verläuft sehr flach und wird bei kleineren Temperaturen als bei den anderen beiden Proben beobachtet (zwischen 800 und 1000°C). Während bei Probe 1 und 3 schon bei 1100°C ein starker Abfall des Anteils zu beobachten ist, tritt dieser bei Probe 2 erst bei 1200°C auf.

Die Dämpfung der Frequenz von Probe Nr. 1 zeigt für verschiedene Ausheiltemperaturen einen relativ flachen Verlauf; die Werte liegen unter 1 %. Für Probe Nr. 2 (mit der dickeren AlN-Schicht) beträgt die Dämpfung 6 bis 7 % für 500 bis 600°C. Anschließend sinkt sie auf Werte um 1 % an und bei 1200°C steigt sie von 0,2 auf 1,3 % an. Der Verlauf der Dämpfung für Probe Nr. 3 unterscheidet sich deutlich von dem der anderen beiden Proben, denn sie fällt zunächst von 80 % (400°C) auf 14 % und bleibt dann annähernd konstant. Für 900°C wird ein Minimum von 9 % erreicht; bei 1100°C steigt die Dämpfung wieder auf 18 % an. Insgesamt werden für diese Probe deutlich höhere Werte beobachtet als für die anderen beiden.

Vergleicht man den Verlauf der beiden ermittelten Größen für jeweils eine Probe, so erkennt man, daß die Dämpfung ansteigt, wenn der Anteil der Frequenz nach Durchlaufen des Maximums wieder abfällt. Es ist also ein gegenläufiges Verhalten zu beobachten.

5.2.3 Diskussion

Das Gitter von Galliumnitrid hat eine Wurtzit-Struktur (vergleiche Abbildung 18). Aufgrund dieser Symmetrieeigenschaft ist ein intrinsischer Feldgradient am Ort des Galliums vorhanden. Da man – wie bereits erwähnt – aus Channeling-Messungen weiß, daß die implantierten Indium-Atome auf Gallium-Gitterplätzen eingebaut werden, mißt man mit der PAC-Methode den elektrischen Feldgradienten am Ort des Galliums. Aus dem Anteil der 6 MHz-Frequenz, den man aus der Kurvenanpassung bestimmt, läßt sich auf die Anzahl der auf Ga-Plätzen eingebauten Indiumatome schließen, die sich in ungestörter Gitterumgebung befinden.

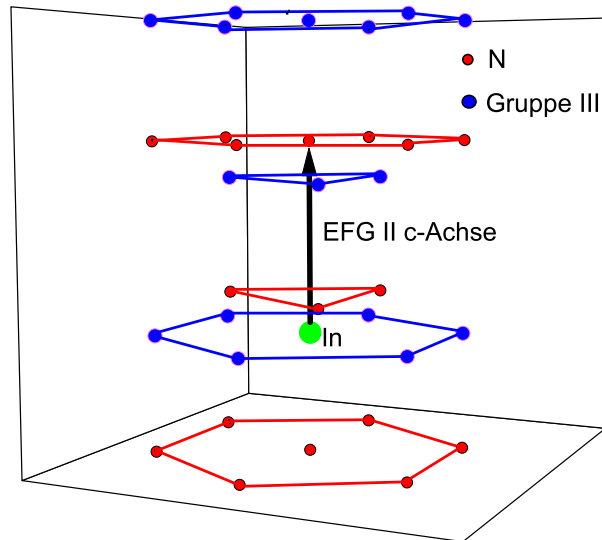


Abbildung 18: ^{111}In implantiert in GaN, Wurtzit-Gitter

Die Ergebnisse der Kurvenanpassung in den R-Wert-Spektren liefern zwei Frequenzen. Die erste ($\nu_1 \approx 6$ MHz) ist praktisch ungedämpft, während die zweite ($\nu_2 \approx 12$ MHz) mit einer starken Dämpfung abfällt. Die letztere macht sich deshalb ausschließlich im Anfang des Spektrums bemerkbar. Die zu dieser Frequenz korrespondierende Gitterumgebung ist zur Zeit nicht geklärt.

Die beiden Frequenzen können unterschiedliche Anteile annehmen, wobei die Summe immer 100 % ergibt. Der Anteil der kleineren Frequenz gibt an, wieviele Sondenatome sich in ungestörter Gitterumgebung befinden. Er erreicht für eine gut ausgeheilte Probe im Idealfall einen Wert von 100 %. Die Dämpfung ist ein Maß für die Gitterfehler in der weiteren Umgebung dieser Atome und muß für ein gut ausgeheiltes Gitter kleine Werte annehmen.

Einige R-Wert-Spektren dieser Probe zeigt Abbildung 14. Anhand des stark gedämpften Verlaufs des R-Wert-Spektrums der ungetemperten Probe erkennt man, daß das Gitter durch die Ionenimplantation stark geschädigt wurde. Nach dem Tempern bei 900°C kann man die Frequenz von 6 MHz deutlich beobachten, für diese Temperatur ist die Probe demnach besonders gut ausgeheilt. Nach dem Erhitzen

bei 1300°C ist der Verlauf der R-Werte sehr flach, d. h. es ist kein elektrischer Feldgradient mehr zu beobachten. Da aber GaN einen intrinsischen Feldgradienten besitzt, kann man hieraus schließen, daß das Gitter dieser Probe durch Ausdiffundieren von Stickstoff stark geschädigt ist.

Nach dem 1300°C-Temperschnitt erkennt man metallisch glänzende Tröpfchen auf der Probenoberfläche. Kühlt man die Probe für etwa 120 s in flüssigem Stickstoff ($T_S = -196^\circ\text{C}$) und erwärmt sie wieder auf Zimmertemperatur, so erkennt man im aufgenommenen R-Wert-Spektrum (Abbildung 14d) eine Frequenz von etwa 138 MHz (für den Asymmetrieparameter ergibt sich $\eta = 0,21$). Diese Frequenz deutet darauf hin, daß sich die Gitterstruktur geändert haben muß, da vorher nur ein flacher Verlauf für die R-Werte (Abbildung 14c) zu beobachten war. Es kann sich dabei nicht um GaN handeln, da hierfür die Frequenz von 6 MHz zu erwarten ist. Vergleicht man das aufgenommene Spektrum nach dem Abkühlvorgang mit Messungen von ^{111}In in Galliumarsenid [MAR90], so stellt man ein ähnliches Verhalten fest. Dabei hat sich herausgestellt, daß es sich hierbei um Gallium handelt, das eine rhombische Kristallstruktur besitzt. Es weist einen anderen Feldgradient als GaN auf und ist somit die Ursache für eine andere, höhere Frequenz. Bei den auf der Oberfläche zu erkennenden Tröpfchen handelt es sich um unterkühltes, flüssiges Gallium. Für ^{111}In in flüssigem Gallium erwartet man ein ungestörtes Spektrum, wie es auch beobachtet wird (Abbildung 14c). Beim Abkühlen erstarrt es und behält nach dem anschließenden Erwärmen auf Zimmertemperatur seinen Aggregatzustand so lange bei, bis es bei der Temperatur von 30°C wieder schmilzt. Die gemessene Frequenz von $\nu_Q = 138$ MHz ist somit auf ^{111}In in festem Ga-Metall zurückzuführen.

Die Schutzschicht und Gitterstruktur ist also offensichtlich durch das Tempern bei 1300°C zerstört worden.

Der aus den R-Wert-Spektrum ermittelte Frequenzanteil für die Probe mit der 500 Å dicken AlN-Schicht (Probe-Nr. 1, Abbildung 15) erreicht den maximalen Wert von 62% bei 900°C. Für diese Temperatur erreicht das Gitter den Zustand, bei dem sehr gut ausgeheilt ist. In diesem Fall befindet sich der größte Anteil der Sondenatome in ungestörter Umgebung, die Dämpfung nimmt sehr kleine Werte an. Für höhere Temperaturen fällt der Anteil wieder ab. Dies ist darauf zurückzuführen, daß der Stickstoff aus der Oberfläche diffundiert und somit weitere Schäden im Gitter entstehen.

Die relativ niedrigen Werte für die Dämpfung von unter 1 % deuten darauf hin, daß die weitere Umgebung der Sondenatome nur gering gestört ist. Der leichte Anstieg der Dämpfung mit zunehmender Temperatur zeigt ebenfalls die Beschädigung des Gitters an.

Probe Nr. 2 erreicht bei Ausheiltemperaturen zwischen 1000 und 1100°C den Zustand, bei dem das Gitter am besten ausgeheilt ist. Dies ist daran zu erkennen, daß der Frequenzanteil für diese Temperatur ein Maximum annimmt (Abbildung 16). Die Dämpfung nimmt in diesem Temperaturbereich die kleinsten Werte an.

Vergleicht man die beiden Proben (Nr. 1 und 2) mit den unterschiedlich dicken AlN-Schichten, so erkennt man, daß sie in der Dämpfung für die kleineren Ausheiltemperaturen stark voneinander abweichen. Dies kann durch die unterschiedlichen Implantationsdosen erklärt werden. In Probe Nr. 2 wurde eine zehnmal höhere Dosis an Indiumionen implantiert als in Probe Nr. 1, so daß das Gitter stärker geschädigt wurde. Aus diesem Grund ist auch der Anteil von ^{111}In auf ungestörten Gitterplätzen bei Probe Nr. 1 zu Beginn um etwa 10 % größer. Für höhere Temperaturen steigt der Anteil und bei beiden wird trotz der unterschiedlichen Anfangsbedingungen ein Maximalwert von ca. 60 % erreicht. Dabei fällt auf, daß der Anteil für Probe 2 erst bei höherer Temperatur (größer als 1100°C) wieder sinkt. Dies ist genau das Ziel der Schutzschicht, nämlich die Dekomposition der Probe bei hohen Temperaturen zu verzögern. Die Probe mit der dickeren Schicht zeigt somit ein besseres Ausheilverhalten im Vergleich zur Probe mit der dünneren Schicht.

Der Einfluß der Dicke der AlN-Schicht auf das Ausheilverhalten von GaN-Proben kann nicht mit dem Verlauf der Dämpfung belegt werden. Da die Dämpfung für Probe Nr. 1 annähernd konstant ist, während für bei Probe Nr. 2 ein Minimum bei der gleichen Temperatur zu beobachten, bei der das Maximum des Frequenzanteils erreicht ist. Hierdurch läßt sich also keine Aussage über eine Verbesserung des Ausheilverhaltens von GaN treffen.

Vergleicht man diese beiden Proben mit Probe Nr. 3, die durch ein Proximity Cap geschützt wird, so erkennt man deutliche Unterschiede: Der Anteil bei dieser Temperatur von 500°C ist größer als bei den ersten beiden, d. h. das Gitter ist in diesem Fall relativ gut ausgeheilt, da sich mehr Sondenatome in ungestörter Umgebung befinden. Die Dämpfung ist jedoch bei dieser Temperatur sehr viel höher (40 %), die weitere Umgebung der Sondenatome ist somit stärker gestört.

Trotz der höheren Anfangswerte ist der maximal erreichte Anteil kleiner als bei den anderen Proben. Auch die Dämpfung ist bei allen Temperaturen wesentlich größer. Das Gitter kann somit nicht so gut ausgeheilt werden, wie bei den Proben mit den AlN-Caps. Zudem fällt der Anteil nach Erreichen seines Maximalwertes bei der Temperatur von 900 bis 1000°C steiler ab, als es bei den anderen beiden Proben zu beobachten ist. Die Dämpfung steigt bei dieser Temperatur wieder an. Somit nehmen die Schäden im Gitter von GaN wieder zu.

Vergleicht man alle drei Proben miteinander, so muß betont werden, daß verschiedene Anfangsbedingungen zugrunde lagen. Daher sind nicht die absoluten Werte der Anteile und der Dämpfung zu vergleichen, sondern vielmehr ihr Verlauf. Es ist nicht auszuschließen, daß die beiden Proben mit den aufgetragenen AlN-Schichten während des Sputterprozesses durch die auftreffenden Stickstoffionen mit ihrer hohen kinetischen Energie erwärmt wurden, doch die dabei erreichte Temperatur liegt deutlich unter 40°C und kann kein Tempern bewirken.

Zusammenfassend läßt sich sagen, daß die aufgetragenen Schichten das Ausheilverhalten von GaN verbessern. Sie stellen eine bessere Diffusionsbarriere für Stickstoff dar als das Proximity Cap. Eine weitere Verbesserung ist möglicherweise durch die Vergrößerung der Schichtdicke zu erwarten, da sich für die dickere Schicht ein besseres Ausheilverhalten gezeigt hat.

6 Ausblick

Durch Aufbringen einer Schutzschicht aus Aluminiumnitrid läßt sich die Zersetzung von Galliumnitrid bei hohen Temperaturen verzögern. Mit den hergestellten Schichten kann das Ausheilverhalten von GaN im Vergleich zu einer Probe mit einem Proximity Cap verbessert werden. Da dieses Material aber bei noch höheren Temperaturen ausgeheilt werden muß, um die vorhandenen Gitterschäden zu beheben, sind weitere Schritte nötig. Hierzu müssen die aufgetragenen Schichten optimiert werden.

Der in dieser Arbeit beschriebene Sputterprozeß läßt sich noch weiter verbessern; hier seien einige Vorschläge dafür kurz aufgelistet:

Ein wesentliches Problem ist die Wahl der geeigneten Schichtdicke. Eine zu dicke Schicht kann bewirken, daß mechanische Spannungen zwischen Substrat und Film auftreten. Diese können zum Abplatzen der Schicht führen. Eine zu dünne Schicht hätte zur Folge, daß der Stickstoff durch ungenügend abgedeckte Stellen herausdiffundieren kann. Beides führt dazu, daß das Cap seine Aufgabe nicht erfüllt. Vor dem praktischen Einsatz wären somit PAC-Messungen für weitere, unterschiedlich dicke Schichten durchzuführen.

Die hergestellten Schichten enthalten nach Auswertung der Ergebnissen der Rutherford-Rückstreuung außer Aluminium und Stickstoff noch einen erheblichen Anteil an Sauerstoff. Befindet sich dieser tatsächlich in den Schichten, sind die ausgezeichneten Eigenschaften, die AlN als Cap aufweist, nicht gewährleistet. Es ist also zu klären, ob auch die Schichten, die auf GaN aufgebracht wurden, mit Sauerstoff kontaminiert worden sind und woher dieser Sauerstoff stammt. Hierzu eignen sich z. B. ERDA-Messungen (Elastic Recoil Detection Analysis) [SCH97]. Man könnte außerdem Schichten z. B. auf Diamant auftragen und mit der Methode der RBS untersuchen, um ausschließen zu können, daß Sauerstoff aus dem verwendeten Substrat, das aus gepresstem Kohlenstoff besteht, in die Schicht diffundiert.

Eine weitere Ursache für den Einbau von Sauerstoff kann ein unzureichendes Vakuum im Rezipienten der Sputteranlage sein. Dazu müßte das Vakuumsystem verbessert werden. Außerdem könnte man den Rezipienten ein weiteres Mal vor dem Sputterprozeß mit Stickstoff spülen. Der Einsatz von Gas mit einer größeren Reinheit wäre erforderlich, oder es könnte eine Nachreinigungsstufe eingefügt werden.

Es ist auch möglich, daß sich auf dem Target sofort nach dem Abschmirgeln und Reinigen der Oberfläche eine Aluminiumoxid-Schicht bildet. Der darin enthaltene Sauerstoff kann sich beim Sputtern auf dem Substrat niederschlagen. Dies ließe sich durch eine Blende zwischen Target und Substrat verhindern. Sie könnte während der ersten Minuten des Sputterprozesses vermeiden, daß Aluminiumoxid auf das Substrat gesputtert wird, da dieses noch abgedeckt ist. Die Targetoberfläche wird zunächst durch die Kathodenzerstäubung gereinigt und danach die Blende zur Seite gefahren, ohne das Vakuum zu brechen.

Die hergestellten Schichten auf den GaN-Proben verlieren oberhalb einer Temperatur von 1300°C ihre Wirkung als Diffusionsbarriere. Dabei ist es möglich, daß die Schichten nur schlecht auf der Probenoberflächen haften und sich während des Tempern bei höheren Temperaturen ablösen. Eine Ursache für die schlechte Haftung könnte sein, daß die Oberfläche der Probe während der Implantation, also noch vor dem Auftragen der Schicht, verändert oder verunreinigt wird. Ein weiterer Hinweis des unzureichenden Schutz vor der Ausdiffusion von Stickstoff ist das Auftreten von metallische Tröpfchen auf der Oberfläche nach dem Tempern von 1300°C .

Für eine Verbesserung der Reproduzierbarkeit der Schichten ist es notwendig, die Spannungsversorgung der Ionenquelle sowie die Hochspannungsversorgung zur Beschleunigung der Stickstoffionen zu stabilisieren. Die unerwünschten Schwankungen während des Sputterprozesses bewirken eine Veränderung des Ionenstroms, so daß die Schicht nur sehr ungleichmäßig aufwächst. Eine Vorhersage der Dicke in Abhängigkeit der Sputterzeit und der Ionenenergie ist somit nur begrenzt möglich.

Wie die lange Auflistung zeigt, sind vor einem erfolgreichen Einsatz dieser vielversprechenden Methode noch zahlreiche Fragen zu klären.

7 Zusammenfassung

Das Ziel dieser Diplomarbeit war es, dünne Aluminiumnitrid-Schichten (AlN) herzustellen, zu charakterisieren und als Schutzschicht auf Galliumnitrid aufzutragen. Durch die Untersuchung des Ausheilverhaltens von GaN wurde geprüft, ob diese Schichten als Diffusionsbarriere für Stickstoff während des Erhitzens der Proben dienen können. Dazu wurde die im Institut vorhandene Anlage umgebaut, dann die Schichten hergestellt und mit verschiedenen Methoden untersucht.

Zur Erzeugung der AlN-Schichten diente das reaktive Sputtern. Die vorhandene Sputteranlage wurde ergänzt und angepaßt, da sie bisher ausschließlich für das nicht-reaktive Sputtern verwendet wurde. Dazu wurde der für den Ionenstrahl beim Sputterprozeß benötigte Gasstrom stabilisiert und anschließend der Gasfluß optimiert.

Weiterhin war es notwendig, eine Halterung für Substrat und Target zu konstruieren. Die dabei in Versuchen erprobte Geometrie ermöglichte die Herstellung reproduzierbarer und homogener Schichten.

Mit der Ellipsometrie ließen sich die Dicke und der Brechungsindex der aufgetragenen Schichten bestimmen. Aus mehreren unter verschiedenen Sputterbedingungen beschichteten und vermessenen Proben konnte abgeschätzt werden, welche kinetische Energie die Ionen haben müssen und wie lange zu sputtern ist, um eine gewünschte Schichtdicke zu erhalten.

Die Zusammensetzung der aufgebauten Schichten wurde außerhalb des Instituts mit der Methode der Rutherford-Rückstreuung untersucht. Dabei stellte sich heraus, daß die Schichten einen sehr hohen Anteil an Sauerstoff enthalten, dessen Herkunft jedoch nicht eindeutig zu ermitteln war. Die mit dieser Meßmethode bestimmte Schichtdicke weicht stark von der Dicke ab, die man nach der Ellipsometrie erwartet. Vermutlich ist der Haftkoeffizient der Schicht auf dem verwendeten Kohlenstoff-Substrat sehr viel kleiner als bei Silizium, so daß die Schicht nicht so gut auf diesem Material aufwachsen kann.

Schließlich wurde das Ausheilverhalten von Galliumnitrid (GaN) mit der gestörten Winkelkorrelation (PAC) untersucht. Voraussetzung hierzu war das Implantieren von drei GaN-Proben mit der PAC-Sonde ^{111}In (Indium). Anschließend durchliefen die Proben ein isochrones Temperprogramm. Dabei wurden die Oberflächen zwei-

er Proben durch unterschiedlich dicke AlN-Schichten und die einer Probe mit einem Proximity Cap geschützt.

Die Messungen zeigten, daß das Ausheilverhalten der Proben mit AlN-Schutzschichten besser ist als die zum Vergleich mitlaufende Probe, die mit Proximity Cap geschützt war. Außerdem ist eine weitere Verbesserung für dickere AlN-Schichten zu erkennen. Die aufgetragenen Schichten stellen somit eine vergleichsweise gute Diffusionssperre dar.

Literatur

- [BAR99] J. Bartels, K. Freitag, J. G. Marques, J. C. Soares, R. Vianden, Incorporation of the Transition Metal Hf into GaN, Baltzer, Hyperfine Interactions, vol. 120-121, no. 1-4, pp. 397-402 (Sept. 1999)
- [BRR93] N.P. Barradas, M. Rots, A. A. Melo, J. C. Soares, Phys. Review B47, 8769 (1993) und NNFIT – The PAC Manual, Lissabon (1992)
- [BIE80] J. P. Biersack, L. H. Haggermark, Nuclear Instruments Methods B174, 257 (1980)
- [BUR97] A. Burchard, M. Deicher, D. Forkel-Wirth, E. E. Haller, R. Margerele, A. Prospero, A. Stoetzler, Implantation doping and hydrogen passivation of GaN, Trans. Tech. Publications. Material Science Forum, vol. 258-263, pt. 2, pp. 1099-104 (1997)
- [CAO99] X. A. Cao, S. J. Pearton, R. K. Singh, J. Han, C. R. Abernathy, R. J. Schul, D. J. Riegler, J. C. Zolper, R. G. Wilson, M. Fu, J. A. Sekhar, H. J. Guo, S. J. Pennycook, Rapid thermal processing of implanted GaN up to 1500°C, MRS Internat. J. Nitride Semicond. Res. 4S1 G633 (1999)
- [DES97] T. Dessauvage, Untersuchung dünner Si₃N₄-Schichten mit Ellipsometrie und RBS, Diplomarbeit, Universität Bonn (1997)
- [DOO85] L. R. Doolittle, Algorithms for the Rapid Simulation of Rutherford Backscattering Spectra, Nucl. Inst. Meth. B9, 344 (1985)
- [DRO94] J.-P. Drohlet, S. C. Russev, M. I. Boyanov, R. M. Leblanc, Polynomial inversion of the single transparent layer problem in ellipsometry, Journal Optical Society of America, A/vol. 10, no. 12 (Dez. 1994)

- [DRÜ00] T. Drüsedau, K. Koppenhagen, J. Bläsing, Die Eigenschaften von Aluminiumnitrid hergestellt mittels HF-Magnetronsputtern, DPG-Tagung 2000, Verhandlungen DPG (VI) 35, DS36.3 (2000)
- [KNA91] H. Knauf, Ein Datenaufnahmesystem zur kontinuierlichen Auswertung von PAC-Messungen – Testmessungen am System $^{111}\text{In}(\text{Ge})$, Diplomarbeit, Universität Bonn (1991)
- [KUC01] S. O. Kucheyev, J. S. Williams, S. J. Pearton, Ion implantation into GaN, Vorabdruck Nov. 2000 aus MRS Internet Journal of Nitride Semiconductor Research (MIJ-NSR 2001)
- [KUK97] R. Kukla, Magnetron sputtering on large scale substrates: an overview on the state of the art, Surface and Coatings Technology 93, pp. 1-6. Elsevier (1997)
- [LOR98] K. Lorenz, Untersuchung zur Jod-Diffusion in GaAs, Diplomarbeit, Universität Bonn (1998)
- [MAR90] G. Marx, Aufbau und Test einer Kurzzeit-Temperaturanlage, Diplomarbeit, Universität Bonn (1990)
- [MEN96] M. Mendel, Aufbau und Test eines Ellipsometers zur Bestimmung der optischen Eigenschaften dünner dielektrischer Schichten, Diplomarbeit, Universität Bonn (1996)
- [RIS96] M. Risse, Off-Line Implantation von ^{77}Br am Bonner Isotopenseparator, Diplomarbeit, Universität Bonn (1996)
- [RON97] C. Ronning, M. Dalmer, M. Deicher, M. Restle, M.D. Bremser, R.F. Davis H. Hofsass, Recovery of structural defects in GaN after heavy ion implantation, Gallium Nitride and Related Materials II. Symposium. Mater. Res. Soc., pp. 407-12 (1997)

- [RON00] C. Ronning, M. Dalmer, M. Uhrmacher, M. Restle, U. Vetter, L. Ziegeler, H. Hofsass, T. Gehrke, K. Jarrendahl, R.F. Davis, Ion implanted dopants in GaN and AlN: Lattice sites, annealing behavior, and defect recovery, *Journal of Applied Physics*, vol. 87, no. 5, pp. 2149-57 (März 2000)
- [SCH97] G. Schatz, A. Weidinger, *Nukleare Festkörperphysik – Kernphysikalische Meßmethoden und ihre Anwendungen*, B. G. Teubner Stuttgart (1997)
- [SIE81] P. Sigmund, Sputtering by Ion Bombardment: Theoretical Concepts, in: R. Berisch, *Sputtering by Particle Bombardment I*, Springer Berlin, Heidelberg, New York (1981)
- [SLE72] G. Sletten, P. Knudsen, Preparation of isotope targets by heavy ion sputtering, *Nuclear Instruments & Methods*, vol. 102, no. 3, pp. 459-63 (Aug. 1972)
- [WEH97] M. Wehner, *Untersuchung des Fremdatoms Brom in Galliumarsenid und anderen III-V Halbleitern*, Dissertation, Universität Bonn (1997)
- [WEI99] R. Weissenborn, *Ausheilverfahren für Galliumnitrid nach Ionenimplantation*, Diplomarbeit, Universität Konstanz (1999)

Danksagung

Ich möchte mich ganz besonders bei Herrn Priv. Doz. Dr. R. Vianden für die Unterstützung bei der Durchführung meiner Diplomarbeit bedanken.

Herrn Prof. Dr. M. Forker danke ich sehr für die Übernahme des Korreferats.

Ich möchte allen Mitgliedern der Arbeitsgruppe Vianden für das angenehme und kollegiale Arbeitsklima meinen Dank aussprechen.

Katharina Lorenz möchte ich herzlich für die Korrektur dieser Arbeit und der Hilfe bei der Auswertung der PAC-Daten danken. Bei der Durchführung der Messungen und der Probenpräparation war mir Florian Ruske eine sehr große Hilfe, für die ich sehr dankbar bin. Roman Nédélec und Jörn Bartels danke ich für die Lösung zahlreicher Probleme bei der Bedienung von Computerprogrammen während des Verfassens dieser Arbeit. Besonders möchte ich mich bei Monika Risse für ihren Einsatz und ihre Hilfsbereitschaft bei der Lösung von physikalischen Problemen bedanken. Tanja Dessauvage danke ich ebenfalls für die Korrektur.

Einen ganz besonderen Dank möchte ich Frau H. Hodde für die angenehme Zusammenarbeit, ihre Hilfe bei der Bedienung und der Wartung der Sputteranlage aussprechen.

Ich möchte mich bei den Mitarbeitern der Elektronik-Werkstatt, der Feinmechanischen Werkstatt, des Zyklotrons und des Radioisotopenseparators für ihre Hilfe bedanken. Für ihren besonderen Arbeitseinsatz danke ich Herrn Priv. Doz. Dr. P. D. Eversheim, Cornelia Noll und Siggie Hinderlich.

Für die gelungene Indiumimplantation möchte ich an dieser Stelle Herrn Dr. M. Uhrmacher von der Universität Göttingen noch einmal danken.

Ich bedanke mich bei Eduardo Jorge da Costa Alves und bei Katharina Lorenz für die RBS-Messungen am Instituto Tecnológico e Nuclear in Lissabon. Für die hierfür erforderliche finanzielle Unterstützung danke ich dem DAAD (INIDA).

Ich danke allen anderen, die mir bei meiner Diplomarbeit geholfen haben und mich während dieser Zeit unterstützt haben.

Ganz besonderen Dank möchte ich meinen Eltern, meiner Freundin Natalie und den Freunden aussprechen, die mich während meiner gesamten Studienzzeit unterstützt und begleitet haben.