

Institut für Angewandte Physik  
Fakultät Mathematik und Naturwissenschaften  
Technische Universität Dresden

# Optische Eigenschaften von Versetzen in Silizium

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades  
Doctor rerum naturalium

vorgelegt von  
DIPL.-PHYS. MATTHIAS ALLARDT  
geboren am 05. September 1980 in Lauchhammer

Dresden 2015



1. Gutachter: PROF. DR. JÖRG WEBER
2. Gutachter: PROF. DR. HANS-JOACHIM MÖLLER

Datum des Einreichens der Arbeit: 18. Dezember 2014

Datum der Verteidigung der Arbeit: 23. April 2015



# Inhaltsverzeichnis

<b>Kurzfassung</b>	<b>1</b>
<b>Abstract</b>	<b>3</b>
<b>1 Einleitung</b>	<b>5</b>
<b>2 Grundlagen</b>	<b>7</b>
2.1 Versetzungen . . . . .	7
2.2 Versetzungstopologie in Silizium . . . . .	9
2.3 Wechselwirkung von Elektronen mit Materie . . . . .	14
2.4 Bandkanten nahe Lumineszenz in Silizium . . . . .	16
2.4.1 Temperaturabhängigkeit der Lumineszenz in Silizium . . . . .	19
2.4.2 Zeitabhängigkeit der Lumineszenz in Silizium . . . . .	20
2.5 Versetzungskorrelierte Lumineszenz in Silizium . . . . .	21
<b>3 Experimentelle Messmethoden</b>	<b>29</b>
3.1 Photolumineszenzspektroskopie . . . . .	29
3.2 Rasterelektronenmikroskopie . . . . .	31
3.2.1 Kathodolumineszenzspektroskopie . . . . .	31
3.2.2 KL-Abbildung . . . . .	34
3.2.3 Zeitaufgelöste KL-Untersuchungen . . . . .	36
3.2.4 Oberflächenabbildung . . . . .	38
3.2.5 Rückstreuungselektronenbeugung . . . . .	38
3.3 Versetzungscharakterisierung durch TEM . . . . .	39
<b>4 Probenmaterial und -behandlungen</b>	<b>41</b>
4.1 Versetzungsbildung durch plastische Verformung . . . . .	41
4.2 Probenmaterial . . . . .	41
4.3 Temperaturbehandlung im Rohofen . . . . .	44
4.4 Probenbehandlung für Ätzgrübchendichte- bestimmung . . . . .	44

4.5	Probenpräparation zur TEM-Analyse . . . . .	45
<b>5</b>	<b>Experimentelle Ergebnisse zu Versetzungen in Silizium</b>	<b>47</b>
5.1	Versetzungsanordnung und -dichte . . . . .	47
5.2	Ergebnisse zur Oberflächenabbildung der Proben - Nachweis der Gleit- systeme . . . . .	50
5.3	Ergebnisse der PL-Untersuchungen . . . . .	51
5.3.1	D-Linien-Lumineszenz . . . . .	51
5.3.1.1	Einfluss der Versetzungsdichte und der Temperatur- behandlung auf die integrale PL-Intensität . . . . .	56
5.3.1.2	Einfluss der Anregungswellenlänge auf die D-Linien- Lumineszenz . . . . .	58
5.3.1.3	Einfluss der Anregungsleistung auf die integrale PL- Intensität . . . . .	61
5.3.1.4	Temperaturabhängigkeit der D-Linien-Lumineszenz	64
5.3.1.5	Auslöschung der D6-Lumineszenz und Umwandlung der D5- in die D3- und D4-Lumineszenz . . . . .	66
5.3.2	Lumineszenz der P <sup>2SD</sup> -Linie . . . . .	68
5.3.2.1	Einfluss der Anregungsleistung auf die integrale In- tensität der P <sup>2SD</sup> -Linie . . . . .	69
5.3.2.2	Temperaturabhängigkeit der P <sup>2SD</sup> -Linie . . . . .	70
5.3.2.3	Einfluss der Temperaturbehandlung auf die Intensi- tät der P <sup>2SD</sup> -Linie . . . . .	72
5.4	Ergebnisse der spektralen KL-Untersuchungen . . . . .	73
5.4.1	D-Linien-Lumineszenz . . . . .	73
5.4.1.1	D-Linien-Lumineszenz bei fokussierter Elektronenstrahl- anregung . . . . .	73
5.4.1.2	D-Linien-Lumineszenz bei defokussierter Elektronen- strahlanregung . . . . .	76
5.4.1.3	Temperaturabhängigkeit der D-Linien-Lumineszenz	78
5.4.2	Lumineszenz der P <sup>2SD</sup> -Linie . . . . .	80
5.5	Ergebnisse zur KL-Abbildung . . . . .	81
5.5.1	Einfluss der Oberflächentopographie auf die lokale D-Linien- Lumineszenz . . . . .	81
5.5.2	Korrelation der lokalen Gleitaktivität mit der lokalen Lumi- neszenz . . . . .	83
5.5.2.1	Einfluss des Verformungszustandes auf die lokale D- Linien-Lumineszenz . . . . .	83

5.5.2.2	Einfluss der Temperaturbehandlung auf die lokale D-Linien-Lumineszenz . . . . .	89
5.5.2.3	Lokalisierung der Lumineszenz der P <sup>2SD</sup> -Linie . . . . .	96
5.5.2.4	EHD-Lumineszenz . . . . .	97
5.5.2.5	Teilzusammenfassung zur Lokalisierung der Lumineszenz . . . . .	97
5.5.3	Kontrast der KL-Abbildungen . . . . .	100
5.6	Ergebnisse der zeitaufgelösten KL-Untersuchungen . . . . .	101
<b>6</b>	<b>Diskussion</b>	<b>107</b>
6.1	Ursachen der D-Linien-Lumineszenz . . . . .	107
6.1.1	Ursache der D3- und D4-Lumineszenz . . . . .	107
6.1.2	Ursache der D1- und D2-Lumineszenz . . . . .	113
6.1.3	Ursache der D5- und D6-Lumineszenz . . . . .	119
6.1.4	Zusammenhang zwischen bandkantennaher und D-Linien-Lumineszenz . . . . .	121
6.2	Ursache der Lumineszenz der P <sup>2SD</sup> -Linie . . . . .	122
<b>7</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>125</b>



# Abbildungen und Tabellen

2.1	Burgersvektor und Stufenversetzung . . . . .	7
2.2	Zusammenhang zwischen äußerer Zugspannung und der Schubspannung in der Gleitebene . . . . .	9
2.3	Siliziumgitter . . . . .	10
2.4	Stapelfehler in Silizium . . . . .	10
2.5	Darstellung der verschiedenen Versetzungsrichtungen in der $(1\bar{1}1)$ -Ebene . . . . .	11
2.6	Entstehung einer FRANK-Versetzung . . . . .	12
2.7	Versetzungsbewegung mittels Doppelkinken . . . . .	13
2.8	Wechselwirkungsprodukte des Elektronenstrahls mit der Probe . . . . .	14
2.9	Eindringtiefe der Elektronen in Silizium . . . . .	15
2.10	Parameter zur Berechnung der Eindringtiefe . . . . .	16
2.11	PL-Spektren einer Siliziumprobe . . . . .	19
2.12	Übersicht zu den Phononen in Silizium . . . . .	19
2.13	Bandschema für thermisches Löschen . . . . .	20
2.14	DROZDOVs Spektren plastisch verformter Siliziumproben [1] . . . . .	22
2.15	SAUERS Spektren hochlastverformter Siliziumproben [2] . . . . .	24
3.1	Schema des Photolumineszenzaufbaus . . . . .	30
3.2	Übersicht der verwendeten Laserlinien und deren Eindringtiefe in Silizium . . . . .	30
3.3	Schema des Rasterelektronenmikroskops . . . . .	32
3.4	Schemata zur Funktionsweise der KL-Abbildung und der Ermittlung des Kontrasts aus den KL-Abbildungen . . . . .	35
3.5	Schema zu den zeitabhängigen KL-Untersuchungen . . . . .	37
4.1	Schema der Verformungsapparatur . . . . .	42
4.2	Probengeometrie . . . . .	42
4.3	Probenkatalog . . . . .	43
4.4	Längsschnitt des Rohrofens . . . . .	44

5.1	Versetzungsanordnung der verschiedenen Probenzustände . . . . .	48
5.2	Versetzungsdichten der verschiedenen Probenzustände . . . . .	50
5.3	Oberflächenabbildung der verschiedenen Probenzustände . . . . .	51
5.4	PL-Spektren der verschiedenen Probenzustände . . . . .	54
5.5	Vergrößerung einzelner Spektralbereiche der PL-Spektren der Proben- zustände s1, s1T und s2ET . . . . .	55
5.6	Übersicht der spektralen Positionen und Halbwertsbreiten der ver- schieden D-Linien für die verschiedenen Probenzustände . . . . .	57
5.7	PL-Intensität in Abhängigkeit der Vesetzungsdichte . . . . .	58
5.8	PL-Intensität in Abhängigkeit der Anregungswellenlänge für die ein- stufig verformten Proben . . . . .	59
5.9	PL-Intensität in Abhängigkeit der Anregungswellenlänge für die zwei- stufig verformten Proben . . . . .	60
5.10	PL-Intensität der D-Linien in Abhängigkeit der Anregungsleistung . .	62
5.11	Werte für den Exponenten $m$ der Abhängigkeit der D-Linien-Intensität von der Anregungsleistung . . . . .	63
5.12	PL-Intensität der D-Linien-Intensität in Abhängigkeit der Temperatur	65
5.13	Parameterwerte für die Abhängigkeit der D-Linien-Intensität von der Temperatur . . . . .	66
5.14	Auslöschung der D6-Lumineszenz und Umwandlung der D5- in die D3- und die D4-Lumineszenz . . . . .	67
5.15	Übersicht der spektralen Positionen der verschiedenen Linien der D5- und D6-Lumineszenz und Vergleich mit Literaturwerten . . . . .	67
5.16	Lumineszenz der P <sup>2SD</sup> -Linie im Vergleich zur Lumineszenz der flachen Dotierung . . . . .	69
5.17	Intensität der P <sup>2SD</sup> -Linie in Abhängigkeit der Anregungsleistung und der Temperatur . . . . .	70
5.18	Parameterwerte für die Abhängigkeit der Lumineszenzintensität der P <sup>2SD</sup> -Linie von der Temperatur . . . . .	70
5.19	Linienform und Linienbreite der Lumineszenz der P <sup>2SD</sup> -Linie in Ab- hängigkeit der Temperatur . . . . .	71
5.20	Ausheilverhalten der P <sup>2SD</sup> -Linie . . . . .	72
5.21	KL-Spektren der verschiedenen Probenzustände bei fokussiertem Elek- tronenstrahl . . . . .	74
5.22	Intensitätsverhältnisse der D-Linien bei fokussierter Elektronenstrahl- anregung . . . . .	75
5.23	KL-Spektren der verschiedenen Probenzustände bei defokussiertem Elek- tronenstrahl . . . . .	77

5.24	Intensitätsverhältnisse der D-Linien bei defokussierter Elektronenstrahl- anregung . . . . .	78
5.25	KL-Intensität der D-Linien in Abhängigkeit der Temperatur . . . . .	79
5.26	Parameterwerte für die Abhängigkeit der Intensität von der Tempe- ratur unter Anregung mittels defokussiertem Elektronenstrahl . . . . .	79
5.27	KL-Spektrum der P <sup>2SD</sup> -Lumineszenz . . . . .	80
5.28	Parameterwerte für die Abhängigkeit der Lumineszenzintensität der P <sup>2SD</sup> -Linie von der Temperatur bei defokussierter Elektronenstrahl- anregung . . . . .	81
5.29	Einfluss der Oberflächentopographie auf die KL-Abbildung der D-Linien- Lumineszenz . . . . .	82
5.30	Gegenüberstellung von Rückstreuelektronen- und monochromatischen KL-Bildern für den Probenzustand s1 . . . . .	84
5.31	Gegenüberstellung von Rückstreuelektronen- und monochromatischen KL-Bildern für den Probenzustand m1 . . . . .	86
5.32	Gegenüberstellung von Sekundärelektronen- und monochromatischen KL-Bildern für den Probenzustand s2 . . . . .	87
5.33	Gegenüberstellung von Rückstreuelektronen- und monochromatischen KL-Bildern für den Probenzustand s2E . . . . .	88
5.34	Gegenüberstellung von Rückstreuelektronen- und monochromatischen KL-Bildern für den Probenzustand s1T . . . . .	90
5.35	Gegenüberstellung von Rückstreuelektronen- und monochromatischen KL-Bildern für den Probenzustand m1T . . . . .	92
5.36	Gegenüberstellung von Rückstreuelektronen- und monochromatischen KL-Bildern für den Probenzustand s2T . . . . .	93
5.37	Gegenüberstellung von Rückstreuelektronen- und monochromatischen KL-Bildern für den Probenzustand s2ET . . . . .	95
5.38	Gegenüberstellung von Rückstreuelektronen- und monochromatischen KL-Bildern für den Probenzustand s2E zur Untersuchung der P <sup>2SD</sup> - Lumineszenz . . . . .	96
5.39	Auflistung von monochromatischen KL-Bildern und eines Rückstreue- elektronenbildes für den Probenzustand s1T zur Untersuchung der EHD-Lumineszenz . . . . .	98
5.40	Übersicht der Aussagen zur Korrelation der lokalen Gleitaktivität und der D-Linien-Lumineszenz für die verschiedenen Probenzustände . . .	100
5.41	Übersicht zu den maximalen Kontrasten in den KL-Bildern der ver- schiedenen D-Linien für die verschiedenen Probenzustände . . . . .	101
5.42	Zeitaufgelöste KL-Messungen für die Probenzustände s1T und s2: Zer- fallskurven . . . . .	103

5.43	Zeitaufgelöste KL-Messung für den Probenzustand s1T: Zerfallskurve der D1-Linie nach Mittelung . . . . .	104
5.44	Zeitaufgelöste KL-Messungen für die Probenzustände s1T und s2: Zerfallskurven nach Mittelung mit Anpassungen . . . . .	105
5.45	Übersicht zu den Lebensdauern der D-Linien-Lumineszenz für die Probenzustände s1T und s2T . . . . .	106
6.1	Defektmodelle der D4-Rekombination . . . . .	112
6.2	1. Defektmodell der D2-Rekombination . . . . .	116
6.3	2. Defektmodell der D2-Rekombination . . . . .	117
6.4	Defektmodelle der P <sup>2SD</sup> -Linie . . . . .	123

# Kurzfassung

Versetzungen sind linienhafte Störungen in Kristallen und beeinflussen die mechanischen, elektrischen und optischen Eigenschaften des Halbleitermaterials. In dieser Arbeit werden die optischen Eigenschaften von Versetzungen in Silizium anhand des Studiums ihrer charakteristischen Lumineszenz, der sogenannten D-Linien, untersucht. Dabei wurden die Versetzungen in einkristallinen Siliziumproben verschiedener Orientierung in einem einstufigen Prozess mittels plastischer Verformung bei hohen Temperaturen erzeugt und ggf. in einem zweiten Schritt durch Hochlastverformung bei tieferen Temperaturen modifiziert. Als Methoden zur Untersuchung der optischen Eigenschaften der Versetzungen werden Photolumineszenz (PL)- und Kathodolumineszenz (KL)-Spektroskopie verwendet. Gleitstufen an der Probenoberfläche werden mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM), die Versetzungsanordnungen im Probenvolumen mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) abgebildet.

Die Versetzungsstruktur der auf Einfachgleitung orientierten Proben ist durch relaxierte Versetzungen (einstufige Verformung) bzw. gerade Versetzungen (zweistufige Verformung) gekennzeichnet. In der auf Vielfachgleitung orientierten Probe werden mehrere Gleitsysteme gleichartig aktiviert. Es bildet sich ein Zellmuster aus, wobei das Innere der ca.  $1\ \mu\text{m}$  großen Zellen im Wesentlichen versetzungsfrei ist und die Zellwände eine hohe Versetzungsdichte aufweisen. Generell sind die mittleren Versetzungsdichten aller Proben hoch. Sie betragen zwischen  $5 \cdot 10^7$  und  $1 \cdot 10^9\ \text{cm}^{-2}$ .

Die Lumineszenz der einstufig verformten Proben ist durch das Auftreten von vier Linien (D1 bis D4) im Spektrum gekennzeichnet. In den zweistufig verformten Proben dominieren die Linien D5 und D6 die Lumineszenz. Die spektralen Positionen aller D-Linien entsprechen den aus der Literatur bekannten Daten. Die integrale Lumineszenzintensität im Bereich der D-Linien nimmt mit wachsender mittlerer Versetzungsdichte zu. Zusätzlich kann in den zweistufig verformten Proben eine bisher nicht identifizierte Lumineszenzlinie bei einer Energie von  $1,090\ \text{eV}$  festgestellt werden. Für diese Linie wird in dieser Arbeit die Bezeichnung  $\text{P}^{2\text{SD}}$  verwendet.

In den KL-Abbildungen wird für alle D-Linien und die  $\text{P}^{2\text{SD}}$ -Linie im Wesentlichen eine örtlich homogene Lumineszenzverteilung festgestellt. Dies wird auf eine im Maßstab des KL-Wechselwirkungsvolumens homogene Versetzungsverteilung zurückge-

führt. Die lokalen Schwankungen der KL um die mittlere Intensität betragen maximal 15 %. Diese Schwankungen äußern sich in hellen und dunklen Lumineszenzstreifen, deren Breite deutlich größer als der mittlere Versetzungsabstand ist. Aus dem Vergleich von KL-Bildern mit Rückstreuелеktronenbildern der Oberflächengleitstufen ergeben sich folgende Aussagen: Die KL-Intensität der D3- und D4-Linie ist auf markanten Gleitbändern im Vergleich zur Umgebung verringert, wogegen die Intensität der Linien D1 und D2 auf markanten Gleitbändern erhöht ist. Für die D5-Bande, die D6-, und die P<sup>2SD</sup>-Linie kann kein allgemeiner Zusammenhang zwischen der Lokalisierung der Lumineszenz und der Gleitaktivität festgestellt werden.

Anhand der experimentellen Ergebnisse kann die D3-Linie als TO-Phononenreplik der D4-Linie identifiziert werden. Für die D4-Lumineszenz werden zwei Rekombinationsmodelle diskutiert. Zum einen kann sie durch die exzitonische Rekombination an eindimensionalen Energiebändern erklärt werden, die durch das Verzerrungsfeld der Versetzungen von den jeweiligen Volumenenergiewerten abgespalten sind. Zum anderen kann auch die Rekombination eines tief gebundenen Elektrons mit einem schwach gebundenen Loch für die D4-Lumineszenz verantwortlich sein. In jedem Fall ist das Auftreten der D4-Linie an die Existenz von relaxierten 60°- und Schraubenversetzungen gebunden.

Die D1-Linie wird als OF-Phononenreplik der D2-Linie vorgeschlagen. Die D2-Linie selbst kann als ein strahlender Übergang zwischen zwei gebundenen Zuständen eines zweidimensionalen Potentialtopfs endlicher Tiefe modelliert werden. Die Abmessungen dieses Potentialtopfs sind dabei durch die Ausdehnung von Kinken und Jogs auf der Versetzungslinie gegeben. Allerdings könnte auch ein interner Übergang zwischen den Niveaus eines tiefen Defekts innerhalb der Bandlücke als Erklärung herangezogen werden. Wegen der Zunahme der Lumineszenzintensität der D2-Linie durch thermische Behandlungen sollten Kinken, Jogs, und Punktdefekte im Verzerrungsfeld der Versetzungen als Ursache der D2-Lumineszenz in Frage kommen.

Auch die P<sup>2SD</sup>-Linie kann mithilfe von zwei unterschiedlichen Rekombinationsmodellen erklärt werden (*free-to-bound* Übergang oder exzitonische Rekombination an zweidimensionalen Energiebändern). Punktdefekte, die während des zweistufigen Verformungsprozesses entstehen, könnten die P<sup>2SD</sup>-Linie hervorrufen.

# Abstract

Dislocations are one-dimensional defects in crystals. They influence the mechanical, electrical and as well as optical properties of the host material. This work focuses on the characterization of the optical properties of dislocations in silicon by studying the dislocation-related luminescence, the so called D-line luminescence. In order to generate the dislocations single crystalline silicon samples of different orientations were plastically deformed at elevated temperatures. For some samples, the plastic deformation was continued in a low temperature-high stress process to modify the dislocation arrangement.

In this thesis, the optical properties of dislocations were investigated by photoluminescence (PL) and cathodoluminescence (CL) spectroscopy. Slip lines on the sample surface were imaged in a scanning electron microscope whereas the dislocation pattern in the sample volume was recorded by transmission electron microscopy.

The samples oriented on single slip show relaxed dislocations (single-stage deformation) and straight dislocations (two-stage deformation), respectively. In the sample oriented on multiple slip four equivalent slip systems are activated. There, the dislocations form a cell pattern. The cell core with a diameter of about  $1\ \mu\text{m}$  is nearly free of dislocations. In contrast, the cell walls exhibit a high dislocation density. The mean dislocation density of all samples varies in the range from  $5 \times 10^7$  to  $1 \times 10^9\ \text{cm}^{-2}$ . The luminescence spectra of the single-stage deformed samples show four lines (D1 - D4), whereas the D5- and D6-lines dominate the spectra of the two-stage deformed samples. The spectral positions of all D lines coincide with the data known from literature. The integrated intensity of the luminescence of the D-lines rises with increasing the mean dislocation density. Additionally, in the two-stage deformed samples a new luminescence line labeled  $\text{P}^{2\text{SD}}$  was observed at an energy of  $1.090\ \text{eV}$ . The CL images show basically homogeneous spatial luminescence distribution for all D-lines and the  $\text{P}^{2\text{SD}}$ -line which is explained by the homogenous dislocation distribution on the scale of the CL interaction volume. The maximum local deviation of the luminescence intensity amounts to 15 % of the mean luminescence intensity. Due to these variations dark and bright luminescence stripes are observed in the CL images. The width of these stripes is significantly larger than the mean dislocation

distance. The following statements can be obtained from the comparison of the CL images with the corresponding images of the slip slines by backscattered electrons. The intensity of the lines D3 and D4 is reduced on prominent slip bands. In contrast, the intensity of the lines D1 and D2 is increased on prominent slip bands. At present, for all the lines D5, D6 and P<sup>2SD</sup> there is no hint for a correlation between the localization of the luminescence and the slip activity.

As a result of the experiments, the D3-line is identified as the TO phonon replica of the D4-line. Two recombination models are discussed for the line D4. On the one hand, the D4-luminescence is modeled as a recombination of an exciton bound to a defect in one-dimensional energy bands which are caused by the strain field of relaxed dislocations. On the other hand, the line D4 could be described by the recombination of a deeply bound electron with a weakly bound hole. Definitely, relaxed screw - and 60°-dislocations are the sources of the D4 luminescence.

The D1-line is supposed to be the O $\Gamma$  phonon replica of the D2 line. The D2-luminescence itself is described by the radiative transition between two bound states in two-dimensional finite potential well. The dimensions of the potential well correspond to the dimension of kinks and jogs on the dislocation line. However, an internal transition of a deep center within the band gap could also explain the D2-line. Due to the increase of D2-line intensity by annealing kinks, jogs and point defects in the strain field of dislocations could be sources of the line D2.

Two models are also proposed for the P<sup>2SD</sup>-line (free-to-bound transition or excitonic recombination at two-dimensional energy bands). The P<sup>2SD</sup>-line could be explained via a recombination at point defects formed only during the two-stage deformation.

# Kapitel 1

## Einleitung

Halbleiter sind aus unserem heutigen Leben nicht mehr wegzudenken, was u.a. an deren Verwendung in der Mikroelektronik (z.B. Computerchips) und der Optoelektronik (z.B. LASER, Leuchtdioden) liegt. Für ihre hauptsächliche Anwendung werden sie in einkristalliner Form mit regelmäßiger Gitterstruktur, die jedoch Störungen enthalten kann, genutzt. Durch die Verwendung extrem dünner Schichten bzw. von Bauelementstrukturen im Nanometerbereich spielen diese Störungen im Kristallgitter eine immer größere Rolle. Versetzungen als linienhafte Störungen des perfekten Kristalls beeinflussen sowohl die mechanischen als auch die elektrischen Kristalleigenschaften. In der Regel wird durch die Anwesenheit von Versetzungen die Leistungsfähigkeit von Bauelementen stark verringert [3]. So erhöhen Versetzungen z.B. den Sperrstrom in pn-Dioden deutlich.

Versetzungen haben auch Einfluss auf die strahlende Rekombination in Halbleitern. So zeigen III-V-Verbindungshalbleiter (z.B. GaAs, InP) eine deutliche Reduktion der bandkantennahen Lumineszenz [4,5] beim Vorhandensein von Versetzungen. Dies wird in diesen Fällen mit zusätzlichen, durch die Versetzungen gebildeten, nichtstrahlenden Rekombinationszentren erklärt. Dagegen wird in II-VI-Verbindungen (z.B. CdTe, ZnSe) charakteristische Lumineszenz an Versetzungen beobachtet [6,7]. In den Elementhalbleitern Silizium und Germanium kann in versetzungshaltigem Material ebenfalls charakteristische Lumineszenz nachgewiesen werden [1,8]. Da sich speziell Silizium sehr rein herstellen lässt (mit Konzentrationen elektrisch aktiver Verunreinigungen kleiner als  $10^{12} \text{ cm}^{-3}$ ), bietet sich hier die Möglichkeit, den Einfluss von Versetzungen bei Minimierung der Störungen durch elektrisch aktive Verunreinigungen zu untersuchen.

Im Zentrum der Untersuchungen dieser Arbeit soll die sogenannte D-Linien-Lumineszenz stehen, mit dem Ziel, einen Beitrag zur Identifikation der physikalischen Ursachen der einzelnen D-Linien zu leisten. Dazu werden plastisch verformte Siliziumproben mittels Photolumineszenz- (PL) und Kathodolumineszenzspektroskopie

(KL) untersucht. Ergänzende Untersuchungen stellen Oberflächenabbildungen und Rückstreuungselektronenbeugung im Rasterelektronenmikroskop (REM) sowie Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) dar. Durch die Verwendung von PL und KL können die Vorteile der beiden Methoden (hohe spektrale Auflösung bei PL und hohe Ortsauflösung bei KL) genutzt werden, um Versetzungen zerstörungsfrei zu charakterisieren. Dabei ist zu beachten, dass, selbst wenn es gelingt, Versetzungen ohne Kontamination mit Fremdatomen zu erzeugen, immer intrinsische Defekte (z.B. Kinken, Jogs, angelagerte Leerstellen oder Zwischengitteratome) auf der Versetzungslinie vorhanden sind. Es ist somit schwierig, zwischen den Eigenschaften der ungestörten Versetzungslinie einerseits und Punktdefekten im Versetzungskern bzw. im Spannungsfeld der Versetzung andererseits zu unterscheiden. Um den Einfluss der Punktdefekte auf die D-Linien-Lumineszenz zu bestimmen, werden die in dieser Arbeit verwendeten Proben zusätzlich gezielten Temperaturbehandlungen unterzogen. Abschließend werden Vorschläge der D-Linien zur lokalen Defektstruktur und zur energetischen Lage der strahlenden Übergänge in der Bandstruktur geliefert. Dazu werden die in der Literatur vorgestellten Modelle zur D-Linien-Lumineszenz diskutiert und bewertet sowie ein auf die Ergebnisse dieser Arbeit angepasstes Modell vorgestellt.

Diese Arbeit gliedert sich wie folgt: Im Anschluss an diese Einleitung liefert Kapitel 2 die zum Verständnis dieser Arbeit benötigten Grundlagen: Es gibt einen Überblick über Versetzungen in Silizium, die bandkanten nahe Lumineszenz in Silizium und schildert die teils kontroversen Ergebnisse zur Versetzungslumineszenz in Silizium. Im darauffolgenden Abschnitt werden die in dieser Arbeit verwendeten experimentellen Messmethoden vorgestellt. Kapitel 4 gibt Auskunft über die untersuchten Proben und deren unterschiedliche Behandlungen. Der Abschnitt 5 stellt den Hauptteil dieser Arbeit dar. Hier werden die erzielten experimentellen Ergebnisse vorgestellt: Zuerst werden die Ergebnisse der PL-Untersuchungen präsentiert, gefolgt von denen der KL-Untersuchungen. Diesem Kapitel schließt sich eine ausführliche Diskussion der Messergebnisse an. Dabei werden die erzielten Ergebnisse bewertet und mit denen anderer Autoren verglichen. Weiterhin werden Vorschläge zu den physikalischen Ursachen der einzelnen D-Linien vorgestellt und ein Modell zur energetischen Lage der strahlenden Übergänge in den Bändermodellen erläutert. Abschließend werden die erzielten Ergebnisse zusammengefasst und ein kurzer Ausblick gegeben.

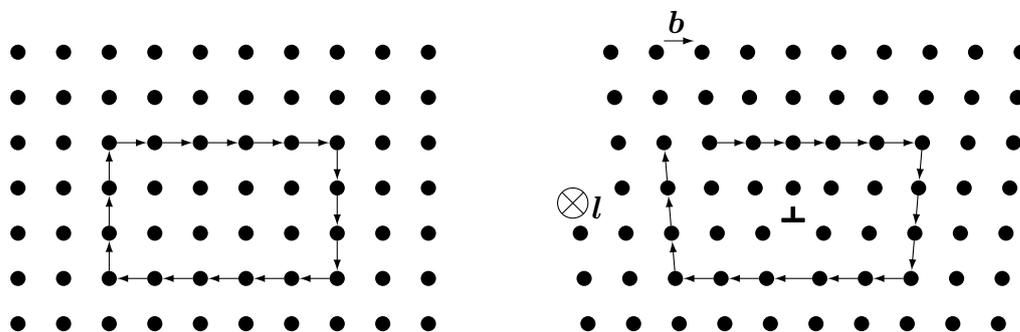
# Kapitel 2

## Grundlagen

### 2.1 Versetzungen

Versetzungen als linienhafte Störungen des perfekten Kristalls lassen sich von anderen Gitterfehlstellen über den Grad ihrer räumlichen Dimension abgrenzen. Neben Versetzungen, die zu den eindimensionalen Defekten gezählt werden, unterteilt man noch in nulldimensionale bzw. Punktdefekte (z.B. Leerstellen, Zwischengitteratome oder auch Fremdatome auf Gitter- bzw. Zwischengitterplätzen), zweidimensionale Defekte (z.B. Korngrenzen in einem polykristallinen Material, Stapelfehler) und dreidimensionale Defekte (z.B. Poren bzw. Hohlräume oder auch Präzipitate im Kristall).

Ein einfaches Beispiel für eine Versetzung stellt eine eingeschobene Halbebene in einem einfach kubischen Kristallgitter dar [siehe Abbildung 2.1(b)]. Die Kante der Halbebene gibt dabei die Richtung der Versetzungslinie  $\mathbf{l}$  vor. Neben der Richtung der Versetzungslinie  $\mathbf{l}$  ist der s.g. Burgersvektor  $\mathbf{b}$  eine wichtige Kenngröße der Versetzung. Dieser ergibt sich wie folgt: In Abbildung 2.1(a) ist ein geschlossener Umlauf in



(a)

(b)

**Abbildung 2.1:** Burgers-Umlauf im (a) ungestörten und (b) gestörten Gitter (mit Stufenversetzung)

einem ungestörten einfachen kubischen Gitter dargestellt. Führt man diesen Umlauf nun im gestörten Kristall (dabei die Versetzungslinie einschließend) durch, benötigt man zur Schließung des Umlaufs einen Vektor. Dieser wird als Burgersvektor  $\mathbf{b}$  bezeichnet.

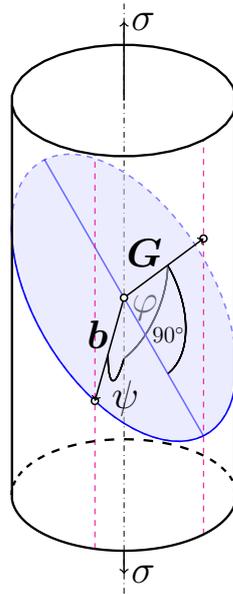
Wenn die Versetzung durch den Kristall gleitet, bewegt sie sich in einer wohl definierten Ebene, der sogenannten Gleitebene  $\mathbf{G}$ . Diese wird durch den Linien- und den Burgersvektor der Versetzung aufgespannt ( $\mathbf{G} = \mathbf{b} \times \mathbf{l}$ ; Gleitebene und Burgersvektor bilden zusammen das Gleitsystem).

Wie auch in Abbildung 2.1(b) erkennbar ist, stehen im Fall der eingeschobenen Halbebene der Burgersvektor  $\mathbf{b}$  und die Richtung der Versetzungslinie  $\mathbf{l}$  senkrecht aufeinander. Dieser Spezialfall der Versetzung wird Stufenversetzung genannt. Sind dagegen der Burgers- und der Linienvektor einer Versetzung parallel zueinander, spricht man von einer Schraubenversetzung. Im Allgemeinen kann der Winkel zwischen dem Burgers- und dem Linienvektor der Versetzung einen beliebigen Wert aufweisen. Entspricht der Burgersvektor keinem ganzen Gittervektor, spricht man von einer unvollständigen Versetzung bzw. Partialversetzung.

Versetzungen lassen sich im Festkörper z.B. durch plastische Verformung erzeugen. Durch Anlegen einer äußeren Zug- oder Druckspannung  $\sigma$  (siehe Abbildung 2.2) wird in der Gleitebene folgende Schubspannung  $\tau$  in Richtung des Burgersvektors  $\mathbf{b}$  erzeugt:

$$\tau = \sigma \cdot \cos \varphi \cdot \cos \psi \quad (2.1)$$

Dieser Zusammenhang wird auch als SCHMID'sches Schubspannungsgesetz bezeichnet. Der Winkel zwischen der Druckspannungsachse und dem Normalenvektor der Gleitebene wird mit  $\varphi$  beschrieben, der Winkel zwischen der Druckachse und der Gleitrichtung mit  $\psi$ . Der Faktor  $\cos \varphi \cdot \cos \psi$  wird auch SCHMIDfaktor  $\mu$  genannt. Je nach Orientierung der Druckachse und der möglichen Gleitsysteme variiert der Wert des SCHMIDfaktors. Sein maximaler Wert beträgt 0,5. Das Gleitsystem mit dem größten SCHMIDfaktor wird zuerst aktiviert. Hat ein Gleitsystem im Vergleich zu den möglichen anderen einen deutlich größeren SCHMIDfaktor, wird dieses bevorzugt aktiviert. In diesem Fall spricht man von Einfachgleitung. Haben dagegen mehrere Gleitsysteme den identischen SCHMIDfaktor bzw. unterscheiden sich die SCHMIDfaktoren nur minimal, werden diese gleichberechtigt aktiviert. Dieser Fall wird als Vielfachgleitung bezeichnet.



**Abbildung 2.2:** Zusammenhang zwischen äußerer Druckspannung und der Schubspannung in der Gleitebene

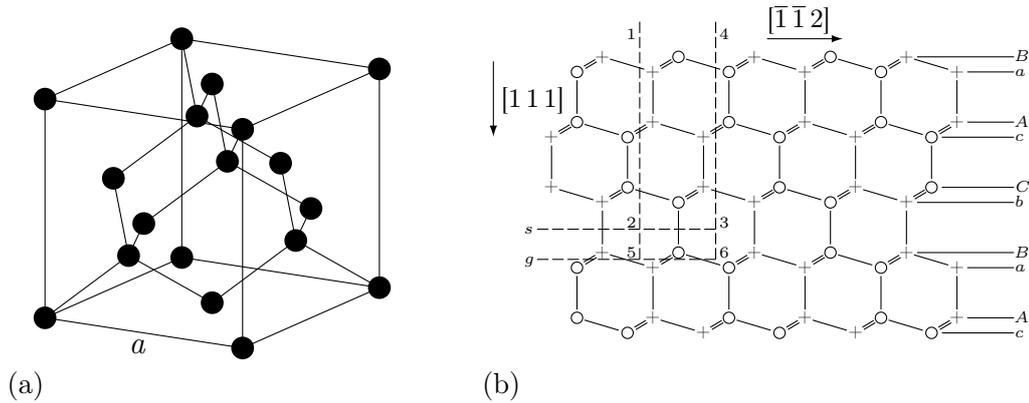
## 2.2 Versetzungstopologie in Silizium

Im Silizium, welches in der Diamantstruktur [Abbildung 2.3(a)] mit seinen zwei ineinander verschachtelten kubisch-flächenzentrierten Untergittern (KFZ) kristallisiert, ist die Versetzungsstruktur komplexer. Die Ebenen dichtester Packung, die sich als Ebenen vom Typ  $\{111\}$  mit der Stapelfolge  $AaBbCc$  ergeben, wobei die Großbuchstaben die Ebenen des 1. Untergitters und die Kleinbuchstaben die des 2. Untergitters bilden [Abbildung 2.3(b)], sind auch die Hauptgleitebenen in Silizium.

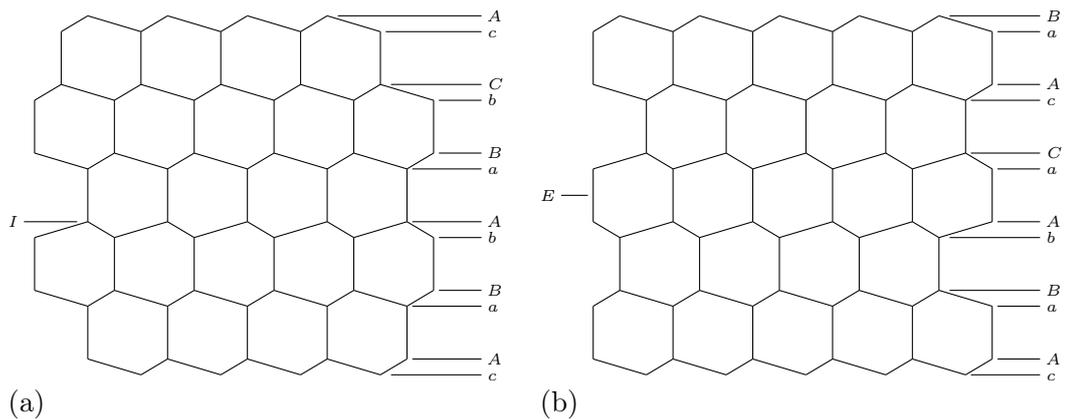
Vollständige Versetzungen haben Burgersvektoren der Art  $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle$  und sind entweder  $60^\circ$ - oder Schraubenversetzungen. Aufgrund der zweiatomigen Basis des Siliziumgitters ist die Lage der Gleitebene nicht eindeutig. Durch Herausschneiden der Atome entlang der Oberfläche 1-2-3-4 in Abbildung 2.3(b) kann eine  $60^\circ$ -Versetzung gebildet werden. Dazu muss pro Atom nur eine Bindung aufgebrochen werden. Dieser Typ wird mit *shuffle set* (s) bezeichnet. Dabei endet die Extraebene von Atomen zwischen Schichten mit gleichem Index (z.B.  $B$  und  $b$ ).

Erfolgt dagegen der Schnitt entlang der Oberfläche 1-5-6-4, müssen drei Bindungen pro Atom aufgebrochen werden. Hier endet die zusätzliche Atomebene zwischen Schichten mit verschiedenem Index (z.B.  $a$  und  $B$ ). Dieser Typ wird mit *glide set* (g) bezeichnet.

Abweichungen von der Stapelfolge der  $\{111\}$ -Ebenen werden als Stapelfehler bezeichnet. Die einfachsten Stapelfehler entstehen durch Einfügen oder Herausnehmen



**Abbildung 2.3:** (a) Elementarzelle des Siliziumgitters mit Gitterkonstante  $a$  (nach [9]) und (b) Projektion des Gitters senkrecht zur  $(1\bar{1}0)$ -Ebene; das Symbol  $\circ$  beschreibt die Atome in der Bildebene und das Symbol  $+$  stellt die Atome in den Ebenen oberhalb bzw. unterhalb der Zeichenebene dar [10]



**Abbildung 2.4:** (a) Intrinsischer Stapelfehler ( $I$ ) und (b) extrinsischer Stapelfehler ( $E$ ) in der Projektion senkrecht zur  $(1\bar{1}0)$ -Ebene

eines Atomlagenpaars des gleichen Index (z.B.  $Aa$ ). Dabei wird der durch Herausnehmen einer Atomlage entstandene Defekt als intrinsischer Stapelfehler bezeichnet [siehe Abbildung 2.4(a)]. Ein extrinsischer Stapelfehler, gebildet durch eine zusätzliche Atomlage, ist in Abbildung 2.4(b) dargestellt. Beide Stapelfehlertypen erzeugen keine Bindungsverschiebungen zu den vier nächsten Nachbarn im Gitter. Neben dem Burgersvektor ist auch die Gesamtenergie eine wichtige Kenngröße der Versetzung. Nach FRANK ist diese Energie proportional zum Betragsquadrat des Burgersvektors. Somit kann die Aufspaltung einer vollständigen Versetzung in zwei Partialversetzungen, auch SHOCKLEY-Partialversetzungen genannt, energetisch günstig sein [10]. So ist folgende Versetzungsaufspaltung für eine Schraubenversetzung

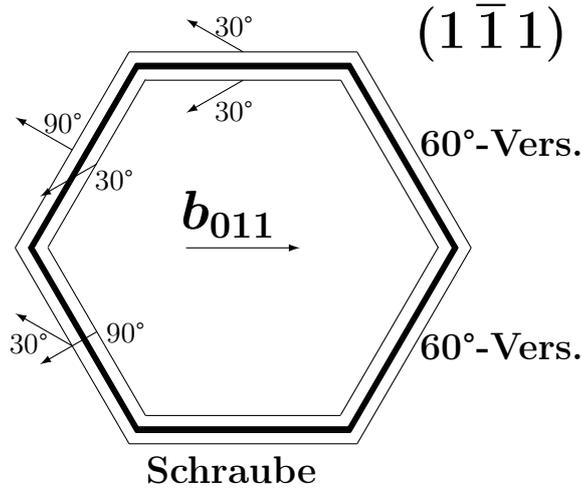
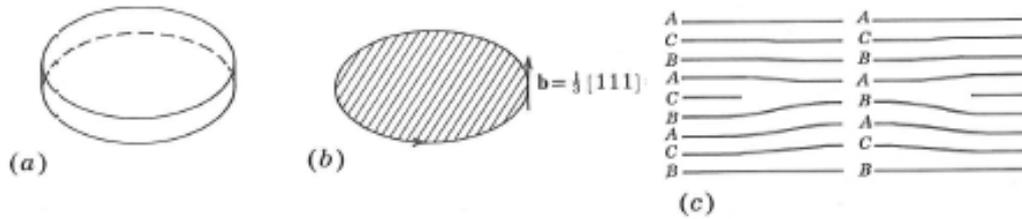


Abbildung 2.5: Darstellung der verschiedenen Versetzungsrichtungen in der  $(1\bar{1}1)$ -Ebene

im Siliziumgitter möglich:

$$\begin{aligned}
 \mathbf{b}_1 &= \mathbf{b}_2 + \mathbf{b}_3 \\
 \frac{a}{2}[011] &= \frac{a}{6}[121] + \frac{a}{6}[\bar{1}12]
 \end{aligned}
 \tag{2.2}$$

Abbildung 2.5 zeigt einen geschlossenen Versetzungsring mit den möglichen Versetzungen und deren Aufspaltungsmöglichkeiten für ein spezielles Gleitsystem,  $(1\bar{1}1)$ -Ebene und  $[011]$ -Burgersvektor: So zerfällt eine  $60^\circ$ -Versetzung immer in eine  $30^\circ$ - und eine  $90^\circ$ -Versetzung. Eine Schraubenversetzung dagegen spaltet in zwei  $30^\circ$ -Versetzungen auf. Die Winkelangabe kennzeichnet dabei jeweils den Winkel zwischen dem Burgersvektor der Partialversetzung und der Versetzungslinie. Zwischen den Partialversetzungen bildet sich ein intrinsischer Stapelfehler im Siliziumgitter aus. RAY und COCKAYNE [11] bestimmten dabei in plastisch verformtem Silizium die Aufspaltungsweite im Gleichgewicht zu 4 nm (Schraubenversetzung) bzw. 7 nm ( $60^\circ$ -Versetzung). Durch eine zusätzliche Hochlastverformung bei niedrigen Temperaturen [12] ändern sich die Aufspaltungsweiten. Sie betragen 6 nm (Schraubenversetzung) und für die  $60^\circ$ -Versetzungen 13 nm ( $90^\circ$ -Partialversetzung außen, d.h. führend; vgl. Abbildung 2.5) bzw. 4 nm ( $90^\circ$ -Partialversetzung innen, d.h. nachfolgend). Die Vergrößerung der Weite im Fall der Schraubenversetzung und der  $60^\circ$ -Versetzung, wenn die  $90^\circ$ -Partialversetzung führend ist, wird mit unterschiedlichen Beweglichkeiten der Partialversetzungen erklärt. Gleiches gilt für die Verkleinerung der Weite im Fall des anderen  $60^\circ$ -Versetzungstyps ( $90^\circ$ -Partialversetzung nachfolgend). So unterscheiden sich nicht nur die Beweglichkeiten einer  $90^\circ$ -Partialversetzung und einer  $30^\circ$ -Partialversetzung, sondern auch die Beweglichkeiten einer führenden  $90^\circ$ -Partialversetzung und einer nachfolgenden  $90^\circ$ -Partialversetzung [12].



**Abbildung 2.6:** Zerfall einer (a) Scheibe von Leerstellen, die zur (b) Bildung eines intrinsischen Stapelfehlers führt, der von einem Ring aus FRANK-Partialversetzungen berandet wird; (c) Querschnitt des Ringes; aus [10]

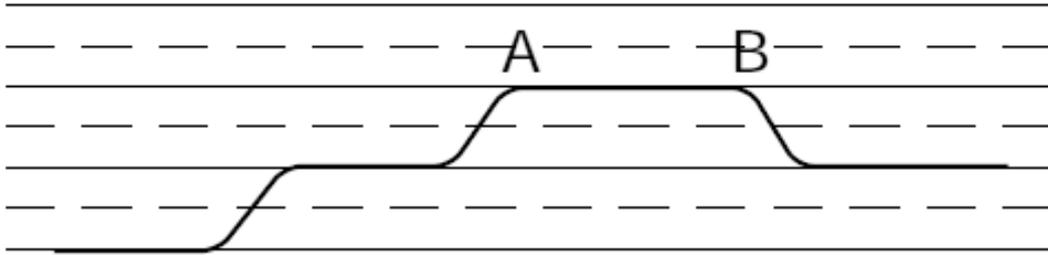
Neben den SHOCKLEY-Partialversetzungen können noch andere Arten von Partialversetzungen im Silizium auftreten, z.B. die FRANK-Partialversetzung mit einem Burgersvektor von  $\frac{a}{3} \langle 111 \rangle$ . So entsteht durch den Zerfall einer Scheibe von Leerstellen [Abbildung 2.6(a)] ein intrinsischer Stapelfehler, der von einem Ring aus solchen FRANK-Partialversetzungen berandet wird [Abbildung 2.6(b)]. Beim Einschieben einer Scheibe von Zwischengitteratomen entsteht analog ein extrinsischer Stapelfehler mit einem Ring aus diesen FRANK-Partialversetzungen.

Versetzungen als linienhafte Störungen können auch noch weitere Defekte aufweisen: So werden Änderungen der Versetzungslinie von atomarer Dimension innerhalb der Gleitebene als *kinks* (Kinken) bezeichnet. Diese Kinken können z.B. für die Bewegung von Versetzungen in der Gleitebene wichtig sein. So ermöglicht die thermisch aktivierte Ausbildung von Doppelkinken und das anschließende Auseinanderwandern der beiden Kinken die Bewegung der Versetzung innerhalb der Gleitebene (Abbildung 2.7).

Bewegungen der Versetzung aus der Gleitebene heraus werden als Klettern bezeichnet. Dabei müssen Punktdefekte angelagert oder emittiert werden. Die dabei entstehenden Sprünge von atomarer Dimension in der Versetzungslinie werden als *jogs* bezeichnet. Diese können z.B. entstehen, wenn sich Versetzungen schneiden. Neben der Quell- und Senkenwirkung von Versetzungen für Leerstellen und Zwischengitteratome können sie auch als Senke für Verunreinigungen dienen.

Durch Versetzungsreaktionen können aber auch unbewegliche Versetzungen entstehen. Begegnen sich zwei jeweils aufgespaltene Versetzungen mit paralleler Versetzungslinie, aber unterschiedlichen Gleitebenen und Burgersvektoren, bildet sich aus einer der Partialversetzungen der ersten Versetzung und einer der Partialversetzungen der zweiten Versetzung eine neue Versetzung. Diese ist in keiner der beiden Gleitebenen beweglich. Damit ist eine sogenannte LOMER-COTTRELL-Versetzung entstanden. Durch die Unbeweglichkeit stellt sie ein Hindernis für die Bewegung anderer Versetzungen dar.

Verformt man auf Einfachgleitung orientiertes Silizium bei hohen Temperaturen



**Abbildung 2.7:** Versetzungslinie mit Kinken: das Segment AB ist durch einen Doppelkinken begrenzt, während die durchgezogenen und gestrichelten Linien die Minima und Maxima des PEIERLS-Potentials kennzeichnen; aus [13]

( $T = 650 - 800^\circ\text{C}$ ), werden hauptsächlich relaxierte Versetzungen gebildet, die durch gekrümmte Versetzungslinien, hervorgerufen durch Kinken und Jogs, gekennzeichnet sind. Des Weiteren sind fast alle (90 %) Versetzungen vom Typ aufgespaltener  $60^\circ$ -Versetzungen [14]. Schraubenversetzungen und LOMER-COTTRELL-Versetzungen haben jeweils einen Anteil von ca. 5 %. Schließt man bei auf Einfachgleitung orientierten Siliziumproben der Hochtemperaturverformung einen zweiten Verformungsschritt (sogenannte Hochlastverformung) bei deutlich niedrigeren Temperaturen ( $T \approx 420^\circ\text{C}$ ), aber dafür deutlich höheren Spannungen ( $\tau \approx 300 \text{ MPa}$ ) an, ändert sich die Versetzungsstruktur deutlich: Nahezu alle Versetzungen sind parallel zu den  $\langle 110 \rangle$ -Richtungen der primären Gleitebene ausgerichtet. Der Anteil der Schraubenversetzungen erhöht sich auf ca. 40 % [14] und die Aufspaltungsweiten der  $60^\circ$ - und Schraubenversetzungen ändern sich, wie vorhin erwähnt. Verformt man dagegen auf Vielfachgleitung orientiertes Silizium mit mehreren gleichberechtigten Gleitsystemen, werden Versetzungen aller dieser Gleitsysteme gebildet. Die Wahrscheinlichkeit für Versetzungsreaktionen ist sehr hoch. Daher kann man eine hohe Anzahl an Kinken, Jogs als auch LOMER-COTTRELL-Versetzungen erwarten. Desweiteren sollten viele kurze Versetzungssegmente entstehen.

Versetzungen lassen sich auch gezielt anordnen. So lassen sich durch *direct wafer bonding* [15, 16] reguläre Versetzungsnetzwerke erzeugen. Dabei werden zwei Siliziumwafer in Kontakt gebracht, wobei einer gegenüber dem anderen eine gewisse Verdrehung und Verkipfung aufweist. Dadurch stimmen die beiden Kristallgitter nicht genau überein. Eine anschließende Temperaturbehandlung führt zu einer dauerhaften Verbindung der beiden Wafer. An der Grenzfläche der beiden Wafer bildet sich ein Versetzungsnetzwerk aus, um die Fehlanpassung der beiden Kristallgitter auszugleichen. Dieses Netzwerk ist durch ein quadratisches Netz aus Schraubenversetzungen (zum Ausgleich der Drehfehlanpassung) und einer Anordnung aus  $60^\circ$ -Versetzungen (zum Ausgleich der Verkipfung) gekennzeichnet [17].

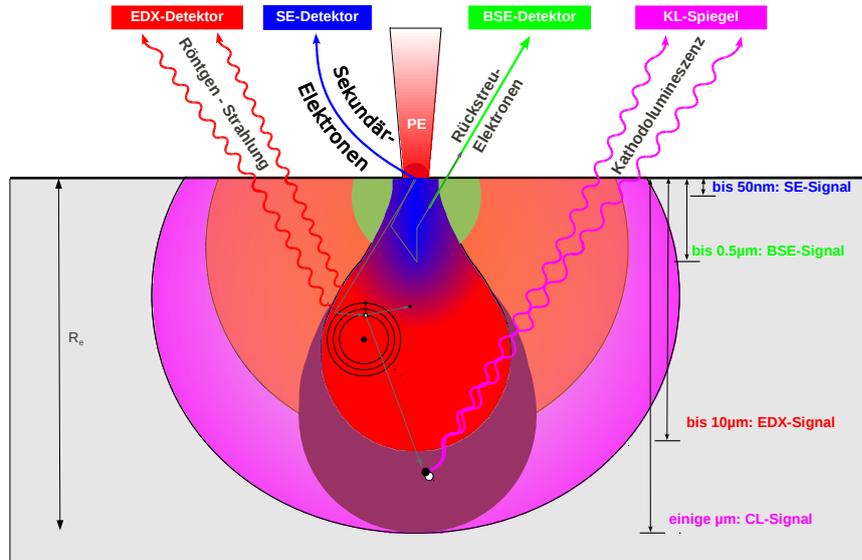


Abbildung 2.8: ww-Produkte des Elektronenstrahls mit der Probe, nach [18]

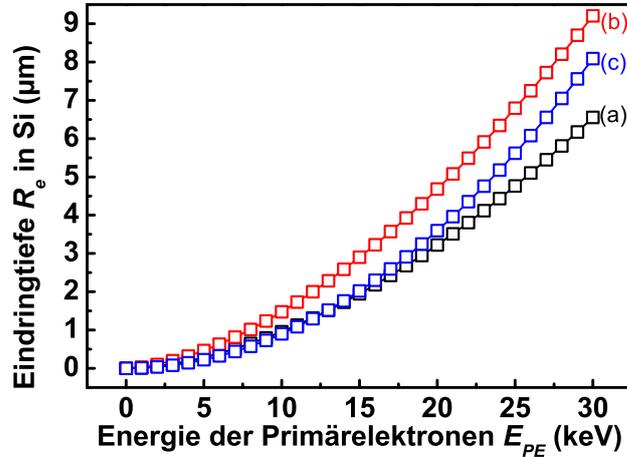
### 2.3 Wechselwirkung von Elektronen mit Materie

Treffen Elektronen auf die Oberfläche eines Festkörpers, wechselwirken sie mit dessen Atomen. Dabei treten u.a. elastische Streuung am COULOMB-Potential der Atomkerne (RUTHERFORDSTREUUNG) als auch inelastische Streuung auf. Erstere hängt quadratisch von der Kernladungszahl  $Z$  des Festkörpers ab und erzeugt u.a. Rückstreuerelektronen (RE). Letztere führt zur kontinuierlichen Verringerung der Energie der Primärelektronen und zur Erzeugung weiterer Wechselwirkungsprodukte (ww-Produkte) wie z.B. Sekundär-, Augerelektronen, Röntgenstrahlung, Elektron-Loch-Paaren [*electron-hole pair* (EHP)] und Kathodolumineszenz (siehe Abbildung 2.8). Dabei wird zwischen den folgenden Prozessen unterschieden, die sich durch die Größe des Energieübertrages  $\Delta E$  unterscheiden lassen:

1. Anregung der Rumpfelektronen ( $\Delta E > 40$  eV)
2. Anregung einzelner Valenzelektronen ( $0,3$  eV  $< \Delta E < 10$  eV)
3. Phononenstreuung ( $\Delta E < 0,3$  eV)

Der Energieverlust der Elektronen lässt sich nichtrelativistisch über die BETHE-Formel [19] beschreiben:

$$\left| \frac{dE}{dz} \right| = \frac{2 \cdot \pi \cdot e^4 \cdot N_A \cdot Z \cdot \rho_{FK}}{(4 \cdot \pi \cdot \epsilon_r \cdot \epsilon_0)^2 \cdot m_M} \cdot \frac{1}{E} \cdot \ln \left( 1,166 \cdot \frac{E}{E_{Ion}} \right) \quad (2.3)$$



**Abbildung 2.9:** Abhängigkeit der Eindringtiefe von Elektronen in kristallinem Silizium von der Primärenergie der Elektronen nach (a) [20], (b) [21] und (c) [22]

Dabei stellen  $N_A$  die AVOGADROKONSTANTE und  $\epsilon_0$  die DIELEKTRIZITÄTSKONSTANTE DAR.  $Z$ ,  $\epsilon_r$ ,  $m_M$ ,  $\rho_{FK}$  und  $E_{Ion}$  SIND DIE KERNLADUNGSZAHLE, DIE DIELEKTRISCHE PERMITTIVITÄT, DIE MOLARE MASSE, DIE DICHT UND DIE IONISATIONSENERGIE DER ATOME DES FESTKÖRPERS. DIE STÄNDIGE ÄNDERUNG DER BEWEGUNGSRICHTUNG IN FOLGE DER FORTLAUFENDEN STREUPROZESSE FÜHRT ZU EINER AUFWEITUNG DER ELEKTRONENBAHN. SO ERGIBT SICH EINE TRAJEKTORIE DER ELEKTRONEN INNERHALB EINER WECHSELWIRKUNGSBIRNE (ABBILDUNG 2.8). DIE BERECHNUNG DER MÖGLICHEN ELEKTRONENBAHNEN KANN PER MONTE-CARLO-SIMULATION ERFOLGEN. DIE EINDRINGTIEFE DER ELEKTRONEN  $R_e$  IN DEN FESTKÖRPER HÄNGT VON DER ENERGIE DER PRIMÄRELEKTRONEN  $E_{PE}$  UND DER KERNLADUNGSZAHLE, DER MOLAREN MASSE SOWIE DER DICHT DES FESTKÖRPERS AB. EINE ALLGEMEINE DARSTELLUNG DIESER ABHÄNGIGKEIT ZEIGT DIE EMPIRISCHE GLEICHUNG (2.4): DABEI SIND DIE WERTE FÜR  $E_{PE}$  (IN KEV),  $m_M$  (IN  $\frac{g}{mol}$ ) UND  $\rho_{FK}$  (IN  $\frac{g}{cm^3}$ ) EINZUGEBEN, UM  $R_e$  (IN  $\mu m$ ) ZU ERHALTEN.

$$R_e = \frac{K \cdot m_M^\alpha}{\rho_{FK} \cdot Z^\beta} \cdot E_{PE}^\gamma \quad (2.4)$$

DIE KONSTANTE  $K$  UND DIE EXPONENTEN  $\alpha$ ,  $\beta$  UND  $\gamma$  SIND DURCH EVERHART UND HOFF [20] SOWIE KANAYA UND OKAYAMA [21] THEORETISCH ERMITTELT WORDEN. DIE RESULTATE SPIEGELN DIE EXPERIMENTELLEN ERGEBNISSE GUT WIDER. WEITERE WERTE ZU DEN OBEN GENANNTEN PARAMETERN WURDEN DURCH SCHILLER ET AL. [22] VERÖFFENTLICHT. IN TABELLE 2.9 SIND DIE PARAMETERWERTE VON GLEICHUNG (2.4) FÜR DIE DREI GENANNTEN QUELLEN AUFGELISTET. ABBILDUNG 2.9 ZEIGT DIE ABHÄNGIGKEIT DER EINDRINGTIEFE VON ELEKTRONEN  $R_e$  IN SILIZIUM VON DER PRIMÄRELEKTRONENENERGIE FÜR DIE DREI GENANNTEN LITERATURQUELLEN UNTER VERWENDUNG DER PARAMETERWERTE AUS TABELLE 2.10.

**Tabelle 2.10:** Parameter zur Berechnung der Eindringtiefe

Autoren	$K$	$\alpha$	$\beta$	$\gamma$
EVERHART und HOFF [20]	$3,98 \cdot 10^{-2}$	$\frac{7}{4}$	0	0
KANAYA und OKAYAMA [21]	$2,76 \cdot 10^{-2}$	$\frac{5}{3}$	$\frac{8}{9}$	1
SCHILLER et al. [22]	$2,10 \cdot 10^{-2}$	2	0	0

## 2.4 Bandkantennahe Lumineszenz in Silizium

Lumineszenz beschreibt die von einem Halbleiter aufgrund der Rekombination freier Ladungsträger bzw. EHP emittierten Photonen.

In indirekten Halbleitern, wie z.B. Silizium, können EHP in der Regel nur unter Beteiligung von Phononen strahlend rekombinieren. Da die Wahrscheinlichkeit für diese Übergänge deutlich geringer ist im Vergleich zu konkurrierenden nichtstrahlenden Prozessen, sind indirekte Halbleiter ineffiziente Emittier.

Im Rahmen der strahlenden Rekombination lassen sich Band-Band-Übergänge, exzitonische Übergänge als auch defektkorrelierte Übergänge beobachten.

Beim Band-Band-Übergang rekombinieren Elektronen, die sich am Leitungsbandminimum befinden, mit Löchern im Valenzbandmaximum. Um die Impulserhaltung zu gewährleisten, sind zwingend Phononen nötig, da der Impuls der Photonen (ca.  $10^5 \text{ cm}^{-1}$ ) im Vergleich zum benötigten Impuls (ca.  $10^8 \text{ cm}^{-1}$ ) viel zu klein ist. Dabei hängt die Rekombinationsrate  $R(E)$  (in Abhängigkeit der Photonenenergie  $E$ ) linear mit dem Absorptionskoeffizienten  $\alpha(E)$  zusammen:

$$R(E) \propto \frac{\alpha(E) \cdot E^2}{\exp\left(\frac{E}{k_B \cdot T}\right) - 1} \quad (2.5)$$

Dies wurde erstmals durch VAN ROOSBROECK und SHOCKLEY mit Hilfe des Prinzips des detaillierten Gleichgewichts unter Verwendung der PLANCKschen Strahlungsdichte für die Photonen hergeleitet [23]. Der Absorptionskoeffizient hängt im indirekten Halbleiter an der Bandkante wie folgt von der Energie ab [24]:

$$\alpha(E) \propto (E \mp E_\Omega - E_G)^2 \text{ für } E \geq (\mp E_\Omega + E_G) \quad (2.6)$$

Dabei stellen  $E_\Omega$  die Energie des am Prozess beteiligten Phonons und  $E_G$  die Bandlücke des indirekten Halbleiters dar. Aus der Formel ist ersichtlich, dass sowohl die Erzeugung (Symbol „-“) als auch Vernichtung (Symbol „+“) eines Phonons möglich ist. Da es aber nicht nur einen Phonontyp gibt, müssen alle Phononen mit ihrem jeweiligen Anteil berücksichtigt werden.

In vielen Halbleitern ist die COULOMBwechselwirkung durch die Valenzelektronen

über die dielektrische Permittivität  $\epsilon_r$  stark abgeschirmt. Trotzdem ist es möglich, dass ein Elektron und ein Loch bei tiefen Temperaturen über die COULOMBanziehung einen gebundenen Zustand eingehen. Dieser wird als Exziton bezeichnet und ähnelt stark den gebundenen Zuständen des Elektrons im Wasserstoffatom. Photonen, welche durch die Rekombination von Exzitonen entstehen, haben eine Energie, die größer bzw. gleich der Bandlücke ist, vermindert um die Bindungsenergie des Exzitons ( $E_{FE}$ ; dabei bedeutet FE freies Exziton, da dieses an keinen weiteren Defekt gebunden ist) und die Energie eventuell beteiligter Phononen ( $E_\Omega$ ):

$$E \geq E_G - E_{FE} - E_\Omega \quad (2.7)$$

Die Linienform der Lumineszenz freier Exzitonen lässt sich folgendermaßen beschreiben [25]:

$$I_{PL}(E) \propto \sqrt{E - (E_G - E_{FE} - E_\Omega)} \cdot \exp \left[ -\frac{E - (E_G - E_{FE} - E_\Omega)}{k_B \cdot T} \right] \quad (2.8)$$

Der Wurzelterm hat seinen Ursprung in der exzitonischen Zustandsdichte für verschiedene Energien und der BOLTZMANNfaktor beschreibt die relative Besetzungswahrscheinlichkeit dieser Zustände.

Bei hohen Anregungsdichten tritt z.B. in Si und Ge der Effekt auf, dass die EHP über die exzitonische Rekombination nicht schnell genug abgebaut werden. Somit sammeln sich Elektronen bzw. Löcher im Leitungsbandminimum bzw. Valenzbandmaximum an. In Silizium werden z.B. Elektron-Loch-Dichten von  $3 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  erreicht [25]. Dieser Zustand wird auch als Elektron-Loch-Tröpfchen [*electron hole droplet* (EHD)] bezeichnet. Aufgrund der hohen Dichte ist der dominante Rekombinationsprozess ein nichtstrahlender AUGERprozess: Ein EHP rekombiniert strahlungslos, wobei die gesamte Energie an ein anderes Elektron oder Loch übertragen wird, das dadurch ins Bandkontinuum angeregt wird. Ein geringer Anteil der EHP rekombiniert strahlend und erzeugt eine breite Lumineszenzbande, welche gegenüber der FE-Lumineszenz zu niedrigeren Energien verschoben ist. Im Silizium liegt das Maximum der EHD-Bande ca. 15 meV unterhalb der FE-Lumineszenz.

Sind zusätzlich im Halbleiter neutrale Störstellen (Donatoren und Akzeptoren) vorhanden, können sich die FE an die Störstellen binden. Die Bindung erfolgt wiederum über die COULOMBwechselwirkung zwischen dem FE und dem Elektron (Loch) des Donators (Akzeptors). Der dabei entstehende Komplex wird als gebundenes Exziton [*bound exciton* (BE)] bezeichnet. Dadurch reduziert sich die Energie des bei Rekombination eines BE generierten Photons um die Bindungsenergie des Exzitons an die

neutrale Störstelle ( $E_{BE}$ ):

$$E = E_G - E_{FE} - E_{BE}(-E_\Omega) \quad (2.9)$$

Die Phononenenergie steht dabei in Klammern, da bei der Rekombination eines BE nicht zwangsläufig ein Phonon benötigt wird. Der zur Erhaltung benötigte Impuls kann auch durch die Störstelle geliefert werden, die örtlich sehr stark lokalisiert ist. Bei der Rekombination eines BE besteht die Möglichkeit, dass das Elektron bzw. Loch des Donators bzw. Akzeptors aus dem 1s-Grundzustand in einen höheren Zustand angeregt wird. Die Energie des emittierten Photons ist dadurch um diese Energiedifferenz nochmals abgesenkt. Solch ein Übergang wird als Zweielektronenübergang bzw. *two electron satellite* (TES) bezeichnet.

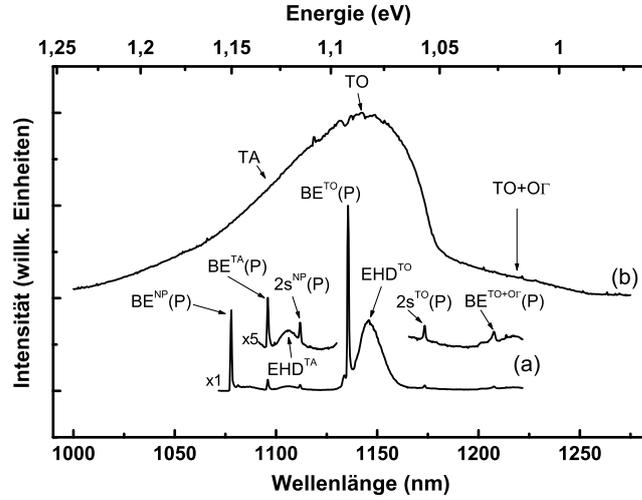
Ein Beispiel für die defektkorrelierten Übergänge stellt der Donator-Akzeptor-Übergang dar. Enthält ein Halbleiter sowohl Donatoren als auch Akzeptoren in großen Maßen, wird er als kompensiert bezeichnet, da einige der Elektronen durch die Akzeptoren eingefangen werden. Dadurch sind im Gleichgewicht sowohl ionisierte Donatoren ( $D^+$ ) als auch Akzeptoren ( $A^-$ ) vorhanden. Durch optische Anregung gebildete Elektronen und Löcher können nun an den  $D^+$ -Zentren (Elektronen) und den  $A^-$ -Zentren (Löcher) eingefangen werden und neutrale Zentren bilden. Bei der Rückkehr ins Gleichgewicht rekombinieren die Elektronen der Donatoren mit den Löchern der Akzeptoren. Dieser als Donator-Akzeptor-Übergang bezeichnete Vorgang erzeugt Photonon der Energie:

$$E = E_G - E_A - E_D + \frac{e^2}{4 \cdot \pi \cdot \epsilon_0 \cdot \epsilon_r \cdot R_{DA}} \quad (2.10)$$

Dabei stehen  $E_D$  bzw.  $E_A$  für die Bindungsenergie des Donators bzw. Akzeptors. Der letzte Term  $\frac{e^2}{4 \cdot \pi \cdot \epsilon_0 \cdot \epsilon_r \cdot R_{DA}}$  beschreibt die durch die COULOMBANZIEHUNG abgesenkte Energie des Endzustands, wobei  $R_{DA}$  den Abstand Donator-Akzeptor beschreibt.

Abbildung 2.11 zeigt das Lumineszenzspektrum einer mit Phosphor-dotierten Siliziumprobe (Si:P), gemessen bei tiefen Temperaturen (a) und bei Raumtemperatur (b). Bei tiefen Temperaturen dominieren die spektral sehr schmalen exzitonischen Übergänge, speziell die Rekombination von an Phosphoratomen gebundenen Exzitonen. Es lassen sich der Übergang ohne Phononenbeteiligung [ $BE^{NP}(P)$ ] und mehrere Phononenrepliken [z.B.  $BE^{TA}(P)$ ] beobachten, wobei die TO-Replik [ $BE^{TO}(P)$ ] die stärkste Intensität aufweist. In Tabelle 2.12 sind die Energien der wichtigsten Phononen, welche sich mittels PL in Silizium nachweisen lassen, aufgelistet.

Der Zweielektronenübergang [ $2s(P)$ ] am Phosphordonor und dessen TO-Phononenreplik sind auch beobachtbar. Die strahlende Rekombination des EHD und dessen



**Abbildung 2.11:** PL-Spektren einer Si:P-Probe, (a) gemessen bei tiefen Temperaturen ( $T=4,2$  K) und (b) gemessen bei Raumtemperatur

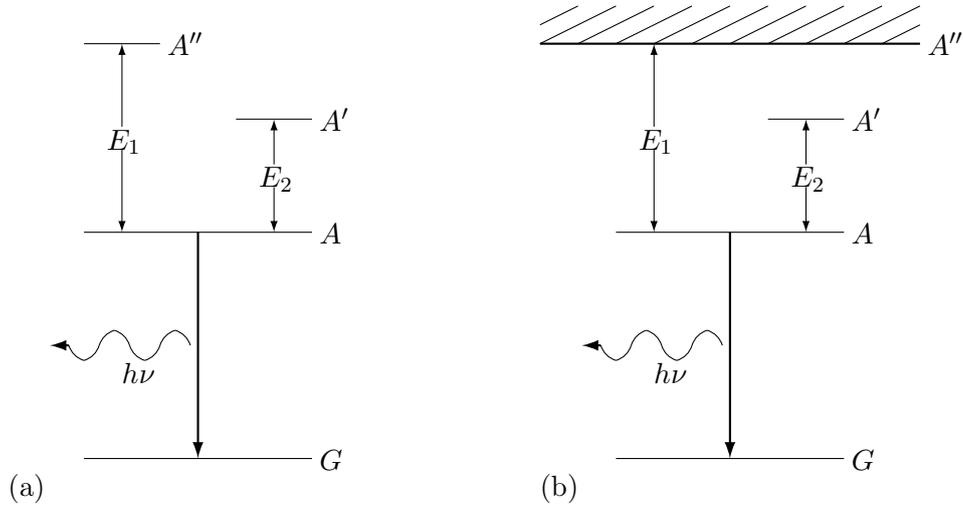
**Tabelle 2.12:** Übersicht zu den Phononen in Silizium.

Phonon	Energie in (meV), aus PL, [28]	Energie in (meV), aus Neutronenstreuung, [29]
TA	$18,4 \pm 0,3$	$18,4 \pm 0,3$
LO	$56,2 \pm 0,3$	$56,2 \pm 1,1$
TO	$58,0 \pm 0,3$	$57,7 \pm 1,4$
O $\Gamma$	$64,4 \pm 0,4$	$64,2 \pm 1,0$

Phononenrepliken lassen sich ebenfalls im Tieftemperaturspektrum erkennen. Bei Raumtemperatur sieht das Spektrum der Si-Probe deutlich anders aus. Es überlagern sich stark die Übergänge der Phononenrepliken von freien Exzitonen und von Band-Band-Rekombinationen zu einer breiten Bande. Die Erläuterung des gesamten Spektrums ist sehr aufwendig. Deshalb sei hier auf weiterführende Literatur verwiesen [26, 27].

### 2.4.1 Temperaturabhängigkeit der Lumineszenz in Silizium

Neben der Form des Lumineszenzspektrums kann auch die Intensität einzelner Lumineszenzübergänge temperaturabhängig sein. Dies ist in Abbildung 2.13 in Form eines Dreiniveausystems für den oberen Lumineszenzzustand dargestellt: Teilabbildung (a) zeigt einen strahlenden Übergang zwischen den Zuständen  $A$  und  $G$ . Durch thermische Anregung können die angeregten Zustände  $A'$  und  $A''$  besetzt werden, wodurch sich die Besetzung des Zustands  $A$  und somit die Intensität des strahlenden Übergangs von  $A$  nach  $G$  verringert (Die Entleerung der Zustände  $A'$  und  $A''$  erfolgt



**Abbildung 2.13:** Bandschema für thermisches Löschen

strahlungslos.). Dies lässt sich mit folgender Formel beschreiben:

$$I_{PL}(T) = \frac{I_0}{1 + g_1 \cdot \exp\left(-\frac{E_1}{k_B \cdot T}\right) + g_2 \cdot \exp\left(-\frac{E_2}{k_B \cdot T}\right)} \quad (2.11)$$

Dabei steht  $I_0$  für die Intensität beim absoluten Nullpunkt.  $E_1$  und  $E_2$  beschreiben die Energieabstände vom oberen Lumineszenzniveau zu den angeregten Zuständen dieses Niveaus. In die Parameter  $g_1$  und  $g_2$  geht im Wesentlichen das Verhältnis der Entartungsfaktoren von Anregungs- und Lumineszenzniveau ein.

Lässt sich einer der angeregten Zustände als Energieband beschreiben [wie in Abbildung 2.13(b)], ändert sich Gleichung (2.11) wie folgt ab:

$$I_{PL}(T) = \frac{I_0}{1 + g_1^* \cdot T^{\frac{3}{2}} \cdot \exp\left(-\frac{E_1}{k_B \cdot T}\right) + g_2 \cdot \exp\left(-\frac{E_2}{k_B \cdot T}\right)} \quad (2.12)$$

Die Parameter haben hier die gleiche Bedeutung wie bei der Formel (2.11). Der Term  $T^{\frac{3}{2}}$  gibt dabei die Temperaturabhängigkeit der Zustandsdichte und damit die Bandartigkeit des angeregten Zustands wider.

### 2.4.2 Zeitabhängigkeit der Lumineszenz in Silizium

Die Rekombinationsraten im Halbleiter sind mit der Ladungsträgerdichte der Elektronen und Löcher verknüpft, welche sich aus der Kontinuitätsgleichung ermitteln

lässt. Diese ist folgend dargestellt:

$$\frac{\partial}{\partial t}n = G - R - \frac{\nabla \mathbf{j}}{e} \quad (2.13)$$

Dabei beschreibt  $n$  die Ladungsträgerdichte.  $G$  und  $R$  stellen die Generations- und die Rekombinationsrate dar.  $\mathbf{j}$  ist die Stromdichte und  $e$  markiert die Elementarladung.

Der zeitliche Verlauf der Lumineszenzintensität ergibt sich aus der Rekombinationsrate  $R$ . Über die zeitabhängige Lösung von Gleichung (2.13) kann mittels der Ladungsträgerzusatzkonzentration die Lumineszenztransiente ermittelt werden. Bei schwacher Anregung ist die Zusatzkonzentration  $\delta n$  klein gegenüber der Gleichgewichtskonzentration  $n_0$  und die Rekombinationsrate ist proportional zur Zusatzkonzentration, was folgendermaßen geschrieben werden kann:

$$R = -\frac{\delta n}{\tau_0} \quad (2.14)$$

mit  $\tau_0$  als Lebensdauer. Hieraus folgt ein exponentielles Abklingen der Lumineszenzintensität  $I_L$ :

$$I_L(t) = A_0 \cdot \exp\left(-\frac{t}{\tau_0}\right) \quad (2.15)$$

mit  $A_0$  als Amplitude der strahlenden Rekombination.

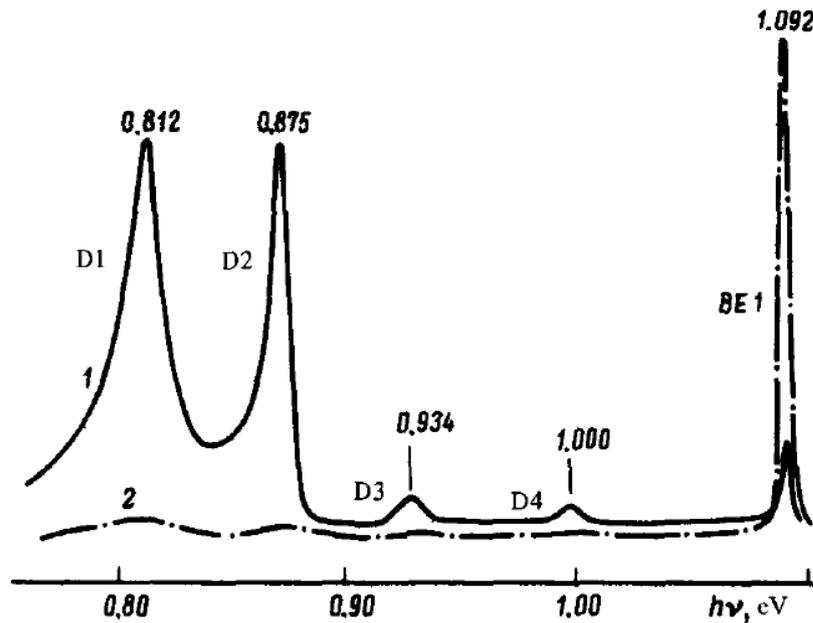
Überlagern sich z.B. zwei unabhängige exponentielle Rekombinationszentren, ergibt sich folgender Intensitätsverlauf:

$$I_L(t) = A_1 \cdot \exp\left(-\frac{t}{\tau_1}\right) + A_2 \cdot \exp\left(-\frac{t}{\tau_2}\right) \quad (2.16)$$

$A_1$  und  $A_2$  stellen die Anteile des ersten bzw. zweiten Rekombinationszentrums an der Gesamtrekombination dar.  $\tau_1$  und  $\tau_2$  sind die Lebensdauern des jeweiligen Rekombinationszentrums.

## 2.5 Versetzungskorrelierte Lumineszenz in Silizium

Lumineszenz im Zusammenhang mit Versetzungen in Silizium wurde erstmals 1976 durch DROZDOV et al. [1] nachgewiesen. Abbildung 2.14 zeigt die Spektren der PL-Messungen bei tiefen Temperaturen der durch 4-Punkt-Biegeversuch bei 850 °C plastisch verformten Siliziumproben. Darin lassen sich vier charakteristische Linien bei 812 meV (D1), 875 meV (D2), 934 meV (D3) und 1000 meV (D4) beobachten. In der Probenmitte, wo die Versetzungsdichte  $\rho = 4 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-2}$  betrug, war die Lumineszenzintensität der D-Linien deutlich stärker als an den Probenrändern, wo die



**Abbildung 2.14:** DRODZDOVS PL-Spektren plastisch verformter Siliziumproben: 1 - PL-Spektrum von der Probenmitte ( $\rho = 4 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-2}$ ) und 2 - PL-Spektrum vom Probenrand ( $\rho = 1 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$ ) [1]

Versetzungsdichte ca.  $1 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$  betrug. Dem gegenüber zeigt die Intensität der Lumineszenz gebundener Exzitonen (in der Abbildung mit BE 1 bezeichnet) ein umgekehrtes Verhalten. Weiterhin wurde eine sublineare Abhängigkeit der Intensität der D-Linien ( $I$ ) von der Anregungsleistung ( $P$ ) ermittelt, d.h. eine Anpassung der Form  $I \propto P^m$  ergab für den Exponenten  $0 < m < 1$ . Versetzungskorrelierte Lumineszenz wurde nicht nur in Siliziumproben nachgewiesen, in denen Versetzungen mittels plastischer Verformung erzeugt wurden, sondern auch in folgenden Fällen:

- UEBBING et al. fanden die D-Linien-Lumineszenz in Silizium, welches nach Ionenbestrahlung mittels Laserbehandlung rekristallisiert worden war [30]. BAUMGART et al. konnten in solchen Proben mittels TEM Versetzungen nachweisen [31]. WERONEK führte Untersuchungen zur Versetzungslumineszenz ebenfalls an laseraufgeschmolzenen Proben durch [32].
- TAJIMA konnte in sauerstoffreichen Siliziumproben mit Versetzungsschleifen ebenfalls die D-Linien nachweisen [33]. Durch Temperaturbehandlungen bei  $700^\circ\text{C}$  in trockener Sauerstoffatmosphäre über große Zeiten wurden zuerst Sauerstoffpräzipitate [34] erzeugt. Durch das größere Volumen des Siliziumdioxids im Vergleich zum Silizium bilden sich durch die Präzipitate Siliziumzwischengitteratome, welche durch Diffusion Versetzungsschleifen bilden.
- HIGGS et al. und WATSON et al. konnten in Proben mit Fehlanpassungsver-

zungen (*misfit dislocations*) die D-Linien-Lumineszenz nachweisen [35, 36]. Solche Versetzungen entstehen z.B. bei der Abscheidung einer  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ -Schicht mittels Molekularstrahlepitaxie (MBE) auf einem Siliziumsubstrat durch die unterschiedlichen Gitterkonstanten.

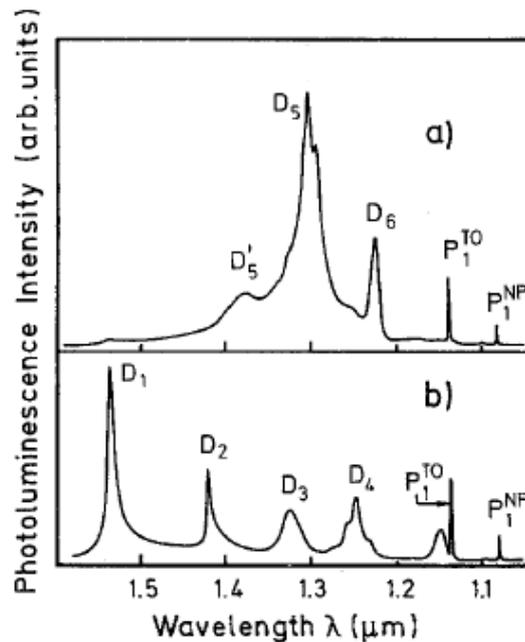
- In Siliziumproben, in denen durch *wafer bonding* Versetzungsnetzwerke erzeugt wurden, konnten die D-Linien nachgewiesen werden [37–39].

Allen vorgestellten Arbeiten ist gemein, dass die Siliziumproben Versetzungen, deren Struktur und Erzeugung jedoch sehr stark variieren, enthalten. Dennoch ist die Lumineszenz der Proben in Form der D-Linien-Lumineszenz überall nahezu identisch. Dies könnte ein Hinweis darauf sein, dass die Ursache für die D-Linien-Lumineszenz in dem für die Versetzungen typischen Verzerrungsfeld zu finden ist. Im Folgenden werden die bisherigen Arbeiten zum Ursprung der D-Linien-Lumineszenz zusammengefasst, wobei dabei der Schwerpunkt auf Untersuchungen an plastisch verformtem Silizium gelegt wird. Ursächlich hierfür ist, dass die Mehrheit der bisherigen Arbeiten zur D-Linien-Lumineszenz an plastisch verformtem Silizium erfolgte sowie die in dieser Arbeit untersuchten Proben ebenfalls einer plastischen Verformung zur Versetzungserzeugung unterzogen wurden. Des Weiteren wurde bereits ausgeführt, dass die Art der Versetzungserzeugung keine bzw. eine sehr untergeordnete Rolle für das Auftreten der D-Linien im Lumineszenzspektrum spielt.

DROZDOVs Ergebnisse regten eine Vielzahl weiterer Untersuchungen an. So zeigten SAUER et al. [2] später, dass die Lumineszenzintensität der D-Linien mit steigender Versetzungsdichte zunimmt. Bei hohen Versetzungsdichten tritt ein breites Untergrundband im Lumineszenzspektrum im Spektralbereich 0,75 bis 1 eV auf, das für Versetzungsdichten größer als  $10^9\text{cm}^{-2}$  deutlich dominiert. Es konnte nachgewiesen werden, dass dieses Lumineszenzband instabil gegen Ausheilen für 30 min bei  $850^\circ\text{C}$  ist und nach dem Ausheilen die vier D-Linien im Spektrum der Lumineszenz sichtbar sind.

SAUER et al. untersuchten auch die Lumineszenz hochlastverformter Siliziumproben [2, 40, 41]. In deren Lumineszenzspektren (siehe Abbildung 2.15a) tauchen anstelle der Linien D3 und D4 die D5-Bande bei einer Energie von 953 meV und die D6-Linie bei 1014 meV auf. Diese Lumineszenzbanden sind jedoch nicht stabil gegenüber einer Temperaturbehandlung ( $\approx 400^\circ\text{C}$ , 1 h), sodass danach die Linien D3 und D4 (siehe Abbildung 2.15b) wieder an die Stelle der D5-Bande und D6-Linie treten. Ebenso nähern sich die Aufspaltungsweiten der Partialversetzungen den Gleichgewichtswerten nach Hochtemperaturverformung an und die Versetzungsstruktur ist auch durch deutlich mehr Versetzungen mit gekrümmten Versetzungslinien gekennzeichnet.

HIGGS et al. [42] untersuchten den Einfluss von Übergangsmetallen auf die D-Linien-



**Abbildung 2.15:** SAUERS PL-Spektren hochlastverformter Siliziumproben: (a) PL-Spektrum nach Hochlastverformung und (b) PL-Spektrum der hochlastverformten Probe nach anschließender Temperaturbehandlung für 1 h bei 390 °C [2]

Lumineszenz. Hochreines FZ-Silizium zeigte nach plastischer Verformung keine bzw. nur eine sehr geringe D-Linien-Intensität. Erst nach zusätzlicher Verunreinigung mit kleinen Mengen an Übergangsmetallen (z.B. Cu, Fe, Ni) konnte eine starke D-Linien-Lumineszenz beobachtet werden, die für höhere Metallkonzentrationen wieder stark unterdrückt war. Für Kupfer wurde eine Oberflächenkonzentration von  $4 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-2}$  für die maximale D-Linien-Intensität ermittelt. Die entsprechende Volumenkonzentration von  $\approx 10^{13} \text{ cm}^{-3}$  und eine Versetzungsdichte von  $\approx 10^8 \text{ cm}^{-2}$  ergeben unter der Voraussetzung, dass alle Kupferatome an den Versetzungen gegettert sind, einen mittleren Abstand der Kupferatome von 100 nm. WERONEK [32] führte ebenfalls Experimente zum Einfluss von Übergangsmetallen auf die D-Linien-Lumineszenz durch. Er diffundierte u.a. Cu, Fe und Ni in laseraufgeschmolzene Siliziumproben. Während nach Ni-Eindiffusion keine Änderung der D-Linien-Lumineszenz auftrat, war im Fall von Cu und Fe eine starke Reduktion der D-Linien-Intensität zu beobachten. WERONEK gab keine Konzentrationen für die eindiffundierten Übergangsmetalle an. Jedoch kann man davon ausgehen, dass die Konzentration im Fall von Cu deutlich größer war als die von HIGGS für die maximale D-Linien-Lumineszenz Angegebene. Durch Entfernen eines Großteils der Kupferverunreinigung mittels HCl-Festgasextraktion konnte durch WERONEK die Lumineszenzintensität auf das Niveau vor der Eindiffusion gebracht werden.

Es folgt eine Zusammenstellung von Aussagen zu den physikalischen Ursprüngen der einzelnen D-Linien, die die bis heute unbefriedigende Situation bei der Interpretation der D-Linien-Lumineszenz veranschaulichen soll. Dabei ist zu beachten, dass die Eigenschaften der Lumineszenzlinien wie z.B. die Linienbreite von den Eigenschaften der Versetzungsstruktur beeinflusst werden können.

**Ursprung D1** WERONEK ermittelte für den Energieabstand zwischen der D1- und der D2-Linie einen Wert, welcher ziemlich genau dem Wert des optischen Phonons am  $\Gamma$ -Punkt entsprach, und identifizierte daher die D1-Linie als  $\text{OF-Phononenreplik}$  der D2-Rekombination [32]. Dem widersprachen SEKIGUCHI et al. [43, 44] und ARGUIROV [45]. Erstere zeigten mit orts aufgelösten KL-Untersuchungen an plastisch verformten Proben, dass das Intensitätsverhältnis zwischen der D1- und der D2-Linie entlang der Gleitlinien nicht konstant war. Letzterer fand in multikristallinem Silizium in unterschiedlichen Körnern ein sehr stark variierendes Intensitätsverhältnis zwischen den Linien D1 und D2. LELIKOV et al. [46] beschreiben die Versetzungslumineszenz als strahlende Übergänge an eindimensionalen Energiebändern, die durch das Spannungsfeld der Versetzungen vom Volumenleitungsband und -valenzband abgespalten sind. Dabei ist die Energie der optischen Übergänge in Näherung mit dem Quadrat der Stufenkomponente der Versetzungslinie bezüglich des Burgersvektors verknüpft. Die D1-Linie wird der Rekombination an LOMER-COTTRELL-Versetzungen zugeordnet. SEKIGUCHI et al. [43,44] nennen auch LOMER-COTTRELL-Versetzungen als mögliche Quelle der D1-Lumineszenz. Dagegen schließt WERONEK [32] diesen Versetzungstyp als Ursprung der D1-Lumineszenz aus, was er mit polarisationsabhängigen Lumineszenzmessungen belegt und schlägt stattdessen als Ursprung der D1-Lumineszenz die Rekombination am intrinsischen Stapelfehlerband zwischen den Partialversetzungen einer dissoziierten  $60^\circ$ -Versetzung vor.

SHRETER [47] verwendet das gleiche Modell wie LELIKOV und nennt zusätzlich FRANK-Partialversetzungen und durch Zwischengitteratome gebildete prismatische Versetzungsschleifen als D1-Ursprung.

SUEZAWA und SUMINO [48] ordneten die D1-Lumineszenz geometrischen Versetzungskinken zu, da die D1-Intensität nach Vorverformung ( $\approx 800^\circ\text{C}$ ) und Hochlastverformung ( $\approx 500^\circ\text{C}$ ) deutlich reduziert war im Vergleich zu einer Probe, wo nur die Vorverformung durchgeführt wurde. Laut WESSEL und ALEXANDER [12] verlaufen die Versetzungen nach der Hochlastverformung entlang der  $\langle 110 \rangle$ -Täler des PEIERLS-Potentials, wodurch sich die Konzentration geometrischer Kinken entlang der Versetzungen merklich verringert. WATSON et al. verknüpften die D1-Lumineszenz auch mit Versetzungskinken [36]. Sie untersuchten verschiedene auf Siliziumsubstrat abgeschiedene SiGe-

Epitaxieschichten und konnten mittels PL-Messungen nur eine merkliche D1-Intensität nachweisen, wenn die Proben eine hohe Kinkendichte aufwiesen. SEKIGUCHI et al. [43, 44] detektierten im Rahmen ihrer KL-Untersuchungen an plastisch verformten Siliziumproben (sowohl auf Einfach- als auch Vielfachgleitung orientiert) an den Kreuzungspunkten verschiedener Gleitsysteme eine deutlich erhöhte D1-Lumineszenzintensität und nannten daher auch elektronische Übergänge an Jogs als Ursprung der D1-Lumineszenz. IKEDA et al. [37] erwähnen auch Jogs als mögliche Ursache für die D1-Lumineszenz. Sie untersuchten durch Wafer bonding hergestellte Versetzungsnetzwerke. Mittels TEM konnte ein Netzwerk von verschiedenen Schraubenversetzungen nachgewiesen werden und in den KL-Untersuchungen nur die D1-Linie detektiert werden. Nach SAUER et al. [2] ist die D1-Linie mit durch gekrümmte Versetzungslinien gekennzeichneten relaxierten Versetzungen verknüpft.

**Ursprung D2** SUEZAWA und SUMINO [48] liefern für den Ursprung der D2-Lumineszenz die gleiche Erklärung wie für die D1-Lumineszenz: geometrische Versetzungskinken.

SAUER et al. [2], WERONEK [32], LIGHTOWLERS und HIGGS [49] sowie SEKIGUCHI et al. [43, 44] geben für die D2-Lumineszenz die gleichen physikalischen Ursachen wie für die D1-Lumineszenz an.

LELIKOV [46] schreibt die D2-Lumineszenz der Rekombination an FRANK-Partialversetzungen zu.

WATSON [36] und ARGUIROV [45] erklären, dass die D2-Linie anderen Ursprungs als die D1-Linie ist. Sie nennen jedoch keine weiteren möglichen Rekombinationspfade der D2-Lumineszenz.

Die überwiegende Anzahl der Autoren [2, 32, 43, 44, 48, 49] beschreiben die D1- und die D2-Linie als Linienpaar und nennen für beide die gleiche physikalische Ursache. Andere Autoren [36, 45, 46] erklären, dass die beiden Linien verschiedenen Ursprungs sein müssen.

**Ursprung D3** Die D3-Linie wird in [2] von SAUER et al. mit durch gekrümmte Versetzungslinien gekennzeichneten relaxierten Versetzungen verknüpft und bildet mit der D4-Linie ein Linienpaar.

In [50] untersuchen SAUER et al. das Ausheilverhalten hochlastverformter Siliziumproben intensiv mittels PL-Messungen. Dabei stellen sie fest, dass sich die D3- und die D4-Linie als Rekombination an dissoziierten  $60^\circ$ - bzw. Schraubenversetzungen ergeben, deren Partialversetzungen ihren Gleichgewichtsabstand erreicht haben. Weiterhin wird erwähnt, dass die D3-Lumineszenz die TO-Phononenreplik der D4-Lumineszenz sein könnte [50].

WERONEK [32] identifiziert die D3-Linie als TO-Phononenreplik der D4-Lumineszenz. Hauptgrund ist der energetische Abstand der beiden Linien, welcher dem des TO-Phonon entspricht. Des Weiteren weisen beide eine vergleichbare Dublettstruktur auf und auch die Intensitätsverhältnisse der Dubletten beider Linien sind gleich.

KVEDER et al. [51] führten PL-Messungen an Silizium nach Hochlastverformung durch. Die D3- und D4-Lumineszenz wird als Rekombination an  $60^\circ$ -Versetzungen erklärt, wobei die Linienlage vom Abstand der Partialversetzungen abhängt. Experimentell beobachtet wird jedoch im Gegensatz zu [50] nur D3- und D4-Lumineszenz für die Fälle, dass der Abstand der Partialversetzungen kleiner oder gleich dem Gleichgewichtswert ist.

WEBER und ALONSO identifizieren die D3-Linie auch als TO-Phononenreplik der D4-Linie [52].

HIGGS et al. [35, 42] detektieren mit ihren orts aufgelösten KL-Untersuchungen für die Linien D3 und D4 eine hohe Intensität auf den Gleitlinien. Sie ordnen die Linien daher elektronischen Übergängen im Versetzungskern zu.

SEKIGUCHI et al. [43, 44] stellen mit ihren KL-Messungen für die D3- und D4-Lumineszenz ebenfalls eine starke Intensität entlang der Gleitlinien fest. Zusätzlich untersuchen sie das Intensitätsverhältnis der D3- und D4-Linie entlang der Gleitlinien, welches nicht konstant ist. Daraus wird geschlossen, dass die D3-Linie keine Phononenreplik der D4-Linie sei.

Im Gegensatz dazu fand ARGUIROV [45] bei seinen Messungen an multikristallinem Silizium (Versetzungsdichte  $10^4 - 10^6 \text{ cm}^{-2}$ ) lokal ein nahezu konstantes Intensitätsverhältnis der Linien D3 und D4 von etwa eins. Daraus schloss er einen gleichen Ursprung für die D3- und die D4-Linie.

**Ursprung D4** Alle für die D3-Lumineszenz vorgeschlagenen Rekombinationsmodelle werden auch für die D4-Lumineszenz genannt. Es gibt keine Veröffentlichung, die die D3-Lumineszenz einem anderen strukturellen Defekt zuordnet als der D4-Lumineszenz. Die D3- und die D4-Linie werden immer als Linienpaar beschrieben.

**Ursprung D5** SAUER et al. [2] verknüpfen die D5-Lumineszenz mit geraden Versetzungen. Die spektral identische Lumineszenzbande taucht bereits in [40, 41] auf, wird dort jedoch nicht als D5-Linie identifiziert.

Wie bereits bei der D3-Lumineszenz erwähnt, wurde in [50] das Ausheilverhalten hochlastverformter Siliziumproben untersucht. Aus der Analyse der komplexen Linienveränderung beim Übergang von der D5- und D6-Lumineszenz zur

D3- und D4-Lumineszenz konnte festgestellt werden, dass sich die D5-Bande aus mindestens elf Linien zusammensetzt. Deren spektrale Lage wird mit verschiedenen Abständen der Partialversetzungen verknüpft.

KVEDER [51] beobachtet Lumineszenz für Nichtgleichgewichtszustände des Abstands der Partialversetzungen (siehe D3-Lumineszenz). Die Bezeichnung D5 wird allerdings nicht verwendet.

**Ursprung D6** SAUER et al. [2] konnten eine starke D6-Lumineszenzintensität in Proben feststellen, die eine zweistufige Verformung entlang  $[2111]$  erhalten hatten. Durch die spezielle Verformung wurde eine hohe Dichte an Stapelfehlern erzeugt [53]. Daher wird die D6-Linie als Rekombination an Stapelfehlern erklärt.

SHRETER et al. beobachteten in Si-Epitaxieschichten, welche auf geschädigtem Si-Substrat abgeschieden wurden, eine Dublettstruktur (D6' und D6'') der D6-Linie. Dabei wird als Ursprung von D6'' ein an der Versetzung gebundenes Exziton (DEX) vorgeschlagen und D6' als Komplex aus einem DEX und einem Elektron erklärt [47].

Zusammenfassend kann man nach bisherigem Stand sagen, dass die versetzungskorrelierte Lumineszenz im Wesentlichen aus den vier Linien D1 bis D4 besteht. Dabei treten die D3- und die D4-Linie immer gemeinsam auf. Am stärksten etabliert ist das Modell der Rekombination an  $60^\circ$ -Versetzungen. Weiterhin wird die D3-Linie oft als TO-Phononenreplik der D4-Linie beschrieben.

Durch Hochlastverformung kann die Versetzungsstruktur dahingehend geändert werden, dass hauptsächlich gerade Versetzungen entstehen und der Abstand der Partialversetzungen gegenüber dem Gleichgewichtswert vergrößert werden kann. Dies äußert sich im Lumineszenzspektrum so, dass anstelle von den Linien D3 und D4 zwei neue Linien D5 (verknüpft mit geraden Versetzungen) und D6 (Stapelfehlern zugeordnet) treten. Durch eine Temperaturbehandlung ( $T \approx 400^\circ\text{C}$ ) für mindestens 1 h relaxiert die Versetzungsstruktur zum Gleichgewichtszustand und die D3- und die D4-Linie erscheinen wieder im Spektrum.

Für die D1- und die D2-Linie ist der Ursprung weniger klar. Es gibt kein vorherrschendes Modell. Die Linien D1 und D2 können gemeinsam auftreten. Ist dies der Fall, gibt es eine Korrelation zwischen den beiden Linien, die vom Probenmaterial, dem genauen Verformungsprozess und gebildeten Punktdefekten abhängen kann. Es ist aber z.B. auch möglich, die D1-Lumineszenz ohne Anwesenheit der D2-Linie zu detektieren [37, 54].

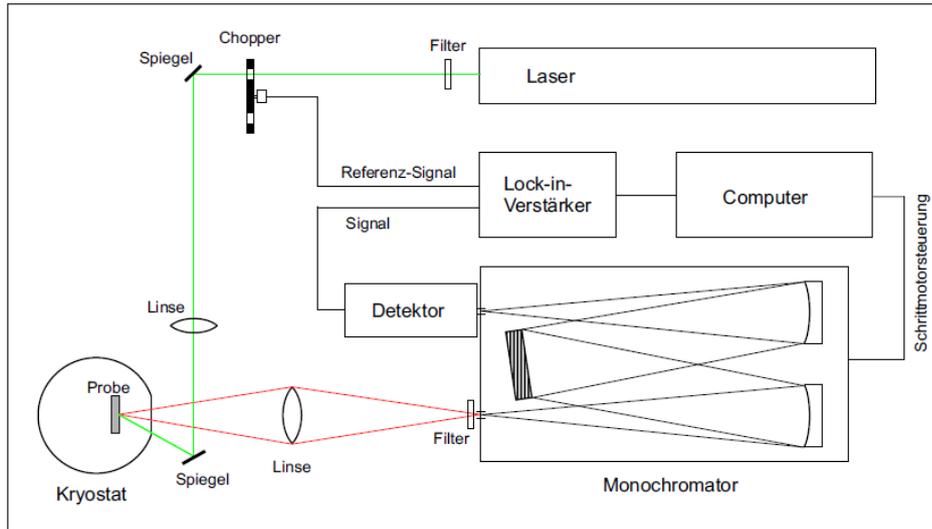
## Kapitel 3

# Experimentelle Messmethoden

### 3.1 Photolumineszenzspektroskopie (PL)

Abbildung 3.1 zeigt den prinzipiellen Aufbau der in den Experimenten verwendeten Photolumineszenz-Apparatur. Als Anregung der Lumineszenz dienen verschiedene Laserlinien: die 514,5 nm Linie des Ar<sup>+</sup>-Lasers, die 647,1 nm Linie des Kr<sup>+</sup>-Lasers und die 325,0 nm Linie des HeCd-Lasers. Details zur Eindringtiefe der Linien in Silizium zeigt Tabelle 3.2. Durch ein Wärmeabsorptionsfilter (KG3) werden störende Gaslinien des Lasers im infraroten Spektralbereich unterdrückt. Das mit einer Frequenz von 70 Hz mechanisch (per Chopper) modulierte Anregungslicht wird über mehrere Spiegel durch ein Fenster in einen Kryostaten der Firma Oxford eingekoppelt, in dem sich die zu untersuchende Probe befindet. Die Temperatur der Probe im Kryostaten lässt sich zwischen 2 und 300 K variieren. Das emittierte Lumineszenzlicht wird mittels einer Linse auf den Eintrittsspalt eines Monochromators der Firma SPEX abgebildet und im Monochromator spektral zerlegt. Ein weiteres Rotglasfilter dient zur Unterdrückung des gestreuten Laserlichts. Als Gitter kommt eines mit 600 Strichen/mm und 1,3 µm Blazewellenlänge zum Einsatz, welches mittels eines Schrittmotors gesteuert wird. Zur Detektion des Lumineszenzlichtes werden ein mit flüssigem Stickstoff gekühlter Germanium-Dioden-Detektor (Modell EO-817L) der Firma North Coast bzw. ein per Peltier-Element gekühltes Photomultiplier-Modul (PMT-Modul H10330B-45) der Firma Hamamatsu verwendet. Die Detektoren werden über einen Lock-In-Verstärker (Modell SRS 830 DSP) der Firma Stanford Research Systems ausgelesen. Ein PC übernimmt die Aufnahme der Messdaten und die Steuerung des Schrittmotors.

Durch verschiedene Verluste (z.B. Spiegel, Chopper und Reflexion an der Probenoberfläche) werden nur  $\approx 30\%$  der Ausgangslaserleistung von der Probe absorbiert. In den PL-Untersuchungen betrug dieser Anteil typischerweise 3 mW (für Übersichtsmessungen) und maximal 150 mW. Bei Annahme einer von der Probe absorbierten



**Abbildung 3.1:** Schema des Photolumineszenzaufbaus (aus [55])

**Tabelle 3.2:** Übersicht der verwendeten Laserlinien und deren Eindringtiefe in Silizium der Temperatur  $T=4,2$  K [56]

Wellenlänge $\lambda/ \text{nm}$	Energie $E/ \text{eV}$	Absorptionskoeffizient $\alpha/ \text{cm}^{-1}$	Eindringtiefe $\frac{1}{\alpha}/ \mu\text{m}$
647,1	1,916	1927	5,188
514,5	2,410	6341	1,577
325,0	3,815	$1,237 \cdot 10^6$	0,008

Laserleistung  $P_{\text{Laser}} = 3$  mW der 647,1 nm Linie und einer Fläche des Lichtflecks von  $A = 0,8$  mm<sup>2</sup> entspricht das einer Photonenflussdichte  $N_{\text{Photon}} \approx 10^{18}$  s<sup>-1</sup>cm<sup>-2</sup>. Unter Verwendung der Eindringtiefe aus Tabelle 3.2 und der Annahme, dass ein Photon im Mittel ein EHP erzeugt, erhält man eine Generationsrate der EHP  $G_{\text{ehp}} \approx 2 \cdot 10^{21}$  s<sup>-1</sup>cm<sup>-3</sup>.

Die spektrale Empfindlichkeit des Messsystems (Monochromator mit Gitter und Detektor) ist wellenlängenabhängig. Um den genauen Zusammenhang zu ermitteln, werden PL-Messungen mit einer Kalibrierlampe (Osram HLX Xenophot), deren Spektrum dem eines Schwarzkörperstrahlers mit einer Temperatur von 3300 K entspricht, durchgeführt. Die spektrale spezifische Abstrahlung  $F(\lambda, T)$ , die einer Leistungsdichte entspricht, beträgt nach dem PLANCKschen Strahlungsgesetz:

$$F(\lambda, T) = \frac{2 \cdot \pi \cdot h \cdot c^2}{\lambda^5 \cdot [\exp\left(\frac{h \cdot c}{\lambda \cdot k_B \cdot T}\right) - 1]} \quad (3.1)$$

Dabei stellen  $h$  (PLANCKsches Wirkungsquantum),  $c$  (Lichtgeschwindigkeit) und  $k_B$  (BOLTZMANNkonstante) Naturkonstanten dar.  $T$  beschreibt die absolute Temperatur

und  $\lambda$  die Wellenlänge der Photonen. Durch den Vergleich des gemessenen Spektrums mit dem theoretisch zu erwartenden Spektrum, lässt sich die Korrekturfunktion  $f_{app}$  ermitteln, um die spektral variierende Empfindlichkeit des Messsystems auszugleichen.

$$I_n(\lambda) = f_{app}(\lambda) \cdot F_n(\lambda, T) \quad (3.2)$$

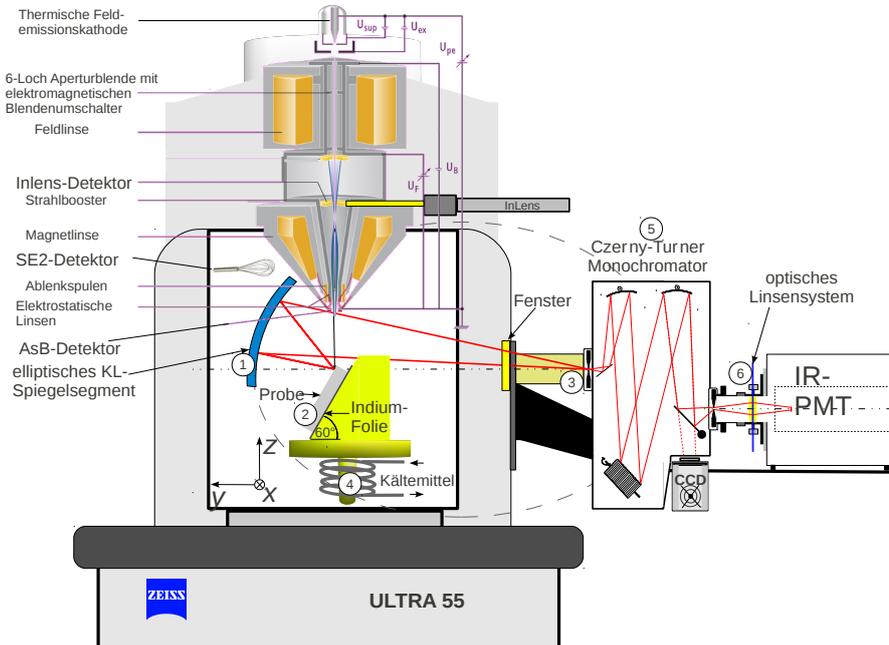
$I_n$  bzw.  $F_n$  bezeichnen die normierte gemessene Lumineszenzintensität bzw. normierte spektrale Leistungsdichte. Alle in dieser Arbeit gezeigten PL-Spektren sind mit der Korrekturfunktion  $f_{app}$  bearbeitet worden.

## 3.2 Rasterelektronenmikroskopie

### 3.2.1 Kathodolumineszenzspektroskopie (KL)

Die KL-Untersuchungen in dieser Arbeit wurden am Rasterelektronenmikroskop (REM) Ultra 55 der Firma Zeiss durchgeführt. Daher wird im Zusammenhang mit dem KL-Setup zuerst der Aufbau des REM erläutert. Abbildung 3.3 zeigt schematisch das verwendete Mikroskop mit den Strahlführungskomponenten, Detektoren und der Apparatur zum Nachweis der KL bei Tieftemperaturversuchen. Als Elektronenquelle dient eine thermische Feldemissionskathode, die aus einer feinen Wolframspitze mit einer Filamentheizung besteht. Diese Kathodenart ermöglicht ein hohes Auflösungsvermögen bei Probenströmen von bis zu 60 nA. Die aus der Kathode austretenden Primärelektronen (PE) werden mittels einer variablen Beschleunigungsspannung (bis max. 30 kV) zur Anode beschleunigt und durchlaufen eine Aperturblende auswählbarer Größe (für KL-Experimente die Blende mit 240  $\mu\text{m}$  Durchmesser). Eine Kombination aus Magnet- und elektrostatischen Linsen, die einen kreuzungsfreien Strahlengang erlauben, fokussiert die Elektronen auf die Probenoberfläche. Der Abstand zwischen Polschuh und Probenoberfläche wird als Arbeitsabstand, *working distance* (WD), bezeichnet. Durch Ablenkspulen kann der Strahl über die Probe gerastert werden. Zur Bildentstehung werden die WW-Produkte (siehe Abbildung 2.8, S. 14) der PE mit der Probe genutzt, die von den jeweiligen Detektoren nachgewiesen werden: Sekundärelektronen [(SE), mit SE2- und Inlens-Detektor], Rückstreuielektronen, *backscattered electrons* [(BSE), mit ASB-Detektor (*angle selective backscatter*)] und KL (mit PMT). Dabei ist zu beachten, dass das Rekombinationsvolumen (Kreisform) aufgrund der Diffusion deutlich größer sein kann als das Generationsvolumen (Birnenform).

Abbildung 3.3 zeigt den KL-Aufbau: Die aus der Probe (②) austretende KL wird mittels eines elliptischen Spiegelsegments (①, Raumwinkel kleiner als  $0,5\pi$  [18]) gesammelt und durch ein Fenster auf den Eintrittsspalt (③) eines Monochromators



**Abbildung 3.3:** Schema des Rasterelektronenmikroskops Zeiss Ultra 55 mit den zusätzlichen Teilen für Kathodolumineszenzmessungen, nach [18]

(5) fokussiert. Das für die Untersuchungen verwendete Gitter hat 300 Striche/mm und eine Blazewellenlänge von  $1,0 \mu\text{m}$ . Als Detektoren wurden das bereits beim PL-Aufbau genannte PMT-Modul verwendet sowie ein weiterer mit flüssigem Stickstoff gekühlter PMT (R5509-73) der Firma Hamamatsu genutzt. Im Falle des Letzteren wird das aus dem Monochromator tretende Licht mittels eines optischen Linsensystems (6) auf die aktive Fläche des Detektors abgebildet.

Die Anregungsdichte auf der Probe bei gleichbleibender Elektronenstrahlleistung lässt sich durch Änderung des elektronisch eingestellten WD bei gleichbleibendem tatsächlichen Abstand Probenoberfläche-Polschuh variieren. Ist der elektronisch eingestellte WD gleich diesem wahren Abstand, sprechen wir von fokussierter Anregung. Ist dagegen der elektronische WD größer bzw. kleiner (im Extremfall gleich Null) als der Abstand, handelt es sich um defokussierte Anregung. Die Fläche des Elektronenstrahls auf der Probenoberfläche entspricht im fokussierten Fall  $A_{fok} \approx 10^{-13} \text{ cm}^{-2}$  bzw. im defokussierten Fall  $A_{defok} \approx 5 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^{-2}$ . Die Generationsrate der EHP lässt sich über folgende Formel [57] abschätzen:

$$G_{ehp} = \frac{I_{beam} \cdot U_B \cdot (1 - \bar{k} \cdot \eta)}{E_{ehp} \cdot V} \quad (3.3)$$

Standardwerte für die durchgeführten KL-Untersuchungen sind  $I_{beam} \approx 45 \text{ nA}$  und  $U_B = 20 \text{ keV}$ . Das Produkt  $\bar{k} \cdot \eta$  entspricht dem Anteil der rückgestreuten Elektronen

und beträgt für Silizium  $\approx 0,1$  [57]. Die Bildungsenergie für ein EHP  $E_{ehp}$  kann über folgende Formel berechnet werden [58]:

$$E_{ehp} = 2,8 \cdot E_G + w \cdot E_{OR} \quad (3.4)$$

Dabei beschreiben  $E_{OR}$  die Energie des  $OG$ -Phonons und  $w$  das Verhältnis der mittleren freien Weglängen für EHP-Erzeugung und  $OG$ -Phononenemission. Für  $w$  wird in [58] ein Wert von 8 angegeben. Man erhält als Abschätzung  $E_{ehp} \approx 4$  eV [58, 59]. Das Volumen  $V$  lässt sich mit Hilfe der bereits genannten überstrahlten Flächen und der Eindringtiefe aus Abbildung 2.9 bestimmen. Dabei ist im Fall fokussierter Anregung zu beachten, dass die Querschnittsfläche des Wechselswirkungsvolumen in der Tiefe deutlich größer ist als an der Probenoberfläche. Daher wird in diesem Fall das Volumen durch eine Kugel mit der Eindringtiefe als Durchmesser angenähert (siehe Abbildung 2.8, S. 15). Man erhält bei fokussiertem Elektronenstrahl  $G_{ehp} \approx 2 \cdot 10^{25}$  bzw. bei defokussiertem Elektronenstrahl  $G_{ehp} \approx 5 \cdot 10^{20} \text{ s}^{-1} \text{ cm}^{-3}$ . Die Anregungsdichten für PL und KL bei defokussierter Anregung unterscheiden sich nur um den Faktor 4, sind also annähernd gleich.

Mithilfe eines Kühltisches, der in die REM-Kammer eingebaut wird, kann während der KL-Untersuchungen die Proben temperatur variiert werden. Dieser Kühltisch ist mit einem Durchflusskryostaten (Abbildung 3.3, ④) der Firma CryoVac verbunden, der mit flüssigem Helium gekühlt werden kann. Mit dem Kryostaten lassen sich Temperaturen bis zu 4,3 K realisieren (Anzeigetemperatur der Temperaturregeleinheit). Die tatsächliche Proben temperatur liegt höher: zum einen erwärmt sich die Probe durch den Elektronenstrahl und zum anderen gibt es Wärmeübergangswiderstände zwischen der Probe und dem Kryostaten. Um die Temperaturunterschiede zu minimieren, wird die Probe mittels einer dünnen Indiumfolie auf dem Probenträger des Kühltisches fixiert. Indium ist bei Raumtemperatur bereits sehr duktil und hat eine hohe elektrische und thermische Leitfähigkeit bei tiefen Temperaturen. In [18] wurde durch KL-Messungen an Al-dotiertem Silizium gezeigt, dass die Temperaturerhöhung bei tiefen Temperaturen ( $T \leq 20$  K) durch den Elektronenstrahl bei fokussierter Anregung weniger als 5 K, im Fall der defokussierten Anregung sogar nur im Bereich von 1 K liegt. Dies wurde durch Simulationrechnungen von HASSLER (Quelle 51 in [18]) bestätigt.

Um einen sinnvollen Vergleich mit den PL-Spektren zu gewährleisten, sind alle in dieser Arbeit gezeigten KL-Spektren bezüglich der nicht konstanten spektralen Empfindlichkeit des Detektorsystems korrigiert worden. Die Korrekturfunktion hinsichtlich der spektralen Empfindlichkeit wurde von SAAGER [18] bestimmt. Dabei zeigte sich, dass die spektrale Empfindlichkeit im Bereich von 1150 bis 1475 nm um max. 10 % vom maximalen Wert bei 1300 nm abfällt. Selbst im Wellenlängenbereich 1050

bis 1600 nm beträgt die Abweichung der Empfindlichkeit maximal ein Drittel des Wertes bei 1300 nm. Oberhalb einer Wellenlänge von 1600 nm nimmt die Empfindlichkeitskurve des Detektorsystems aufgrund des exponentiellen Abfalls der Quantenausbeute des Detektors deutlich ab [60].

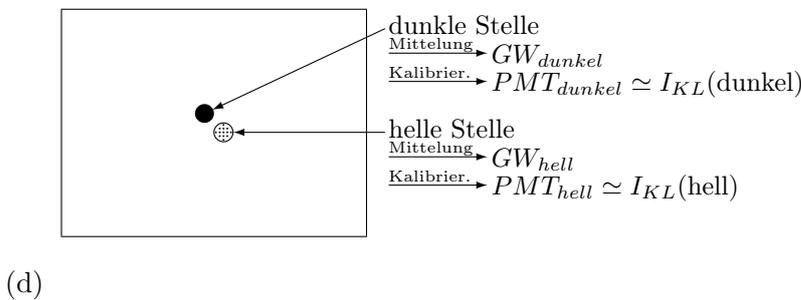
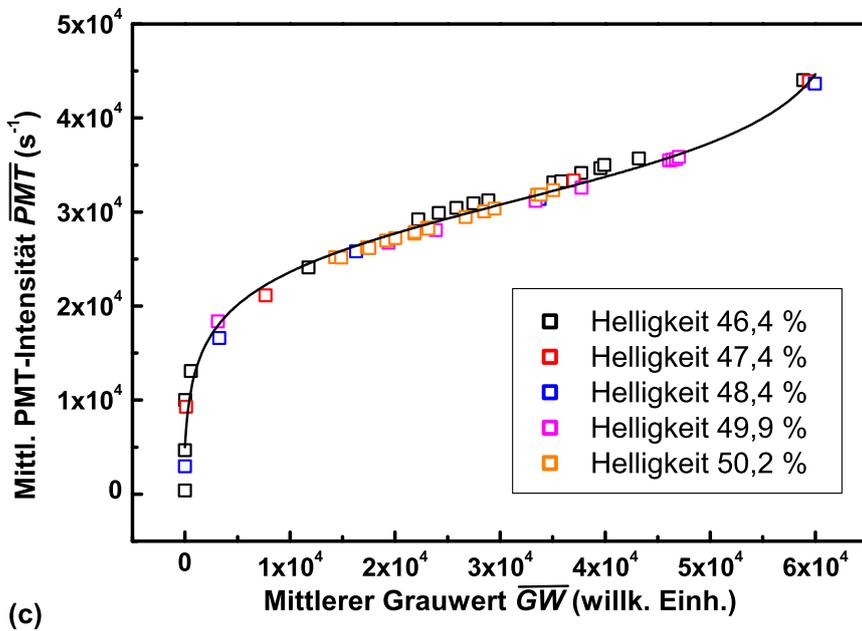
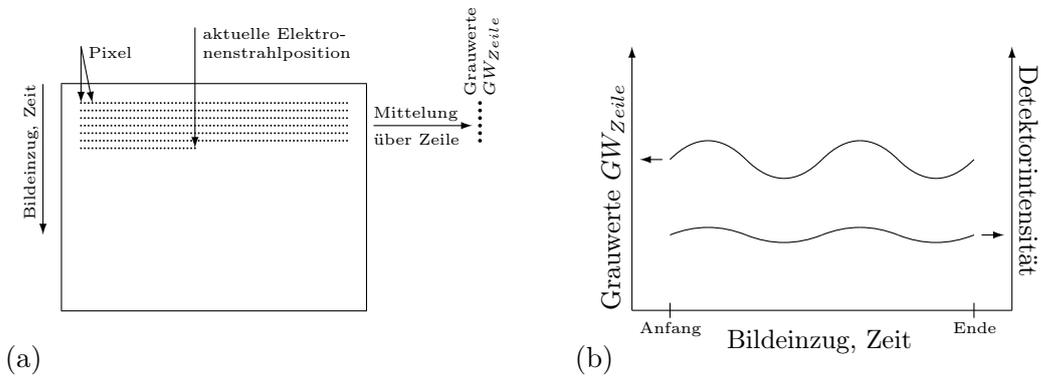
### 3.2.2 KL-Abbildung

Die von der Probe ausgesandte KL kann auch zur Bilderzeugung genutzt werden. Durch Kopplung des momentanen PMT-Ausgangssignals mit der aktuellen Position des über die Probe rasternden Elektronenstrahls wird jeder Probenstelle eine KL-Intensität in Form eines Grauwertes im 16 bit-Format (0 entspricht schwarz,  $2^{16}$  entspricht weiß) zugeordnet.

Im Monochromator kann neben dem Gitter auch ein planparalleler Spiegel ausgewählt werden, der das gesamte Licht auf den Austrittsspalt abbildet. So können neben monochromatischen (Gitter) auch polychromatische (planparalleler Spiegel) KL-Abbildungen durchgeführt werden. Für die monochromatischen KL-Abbildungen wurden, wenn nicht anders erwähnt, die Spalte des Monochromators maximal geöffnet, um eine möglichst große Intensität zu erzielen. Dadurch ergibt sich eine spektrale Breite von 35 nm für die monochromatischen KL-Bilder.

Die Amplitude des PMT-Ausgangssignals lässt sich auf zwei Arten beeinflussen: Zum einen kann durch Änderung der am Detektor anliegenden Hochspannung das Ansprechvermögen bzw. die Empfindlichkeit (sogenannte Kontrastregelung) verändert werden. Zum anderen kann das PMT-Ausgangssignal künstlich angehoben oder abgesenkt werden (sogenannte Helligkeitsregelung), um die Grauwerte des aufzunehmenden KL-Bildes sinnvoll zu gestalten. Folgende Prozedur beschreibt, wie aus dem Grauwert einer beliebigen Probenstelle die zugehörige KL-Intensität ermittelt werden kann:

- Jedes KL-Bild [Schema in Abbildung 3.4(a)] wird mit einer Auflösung von 1024x768 Bildpunkten (Pixel) aufgenommen. Für alle KL-Bilder wurde die Vergrößerung 200 ausgewählt. Dadurch umfasst der im Bild dargestellte Probenbereich eine Fläche von 570 x 430  $\mu\text{m}^2$ .
- Parallel zum Bildeinzug wird für die Dauer des Bildeinzuges die mittlere KL-Intensität am Detektor aufgenommen. Dabei ist die Zeitauflösung programmbedingt auf ca. 0,1 s begrenzt. Dies entspricht in etwa der Zeit, die im Rahmen des Bildeinzuges für eine Zeile benötigt wird. Daher werden die Grauwerte zeilenweise gemittelt. Der zeitliche Verlauf der KL-Intensität und die zeilenweise gemittelten Grauwerte zeigen qualitativ das gleiche Verhalten [siehe Abbildung 3.4(b)].



**Abbildung 3.4:** (a) Schema zur Erzeugung eines KL-Bildes, (b) schematischer Verlauf der zeilenweise gemittelten Grauwerte  $GW_{Zeile}$  und der PMT-Intensitäten während des Bildeinzuges, (c) Wertepaare (Grauwert und PMT-Intensität) bei verschiedenen Helligkeiten mit daraus bestimmter Kalibrierkurve zur Umrechnung von Grauwerten in PMT-Intensitäten sowie (d) Bestimmung der lokalen KL-Intensität

- Um eine direkte Zuordnung zwischen dem Grauwert und der KL-Intensität zu erhalten, wird für jedes Bild ein mittlerer Grauwert  $\overline{GW}$  durch Mittelung über alle Bildpunkte und die mittlere KL-Intensität  $\overline{PMT}$  durch Mittelung aller KL-Intensitäten während des Bildeinzuges bestimmt. In Abbildung 3.4(c) sind die Wertepaare für alle aufgenommenen KL-Bilder (mit verschiedenen Helligkeitswerten bei maximalem Kontrast) dargestellt. Es ist ersichtlich, dass man für verschiedene Helligkeiten nahezu die identischen Zuordnungen von Grauwert zu Detektorsignal erhält. Somit lässt sich über alle Wertepaare eine Kalibrierkurve für den Zusammenhang zwischen dem Grauwert und der KL-Intensität ermitteln, welche mit Ausnahme der Randbereiche eine lineare Abhängigkeit (speziell im Grauwertbereich 10000 bis 50000) zeigt.

Um die Intensitätsunterschiede zweier benachbarter Probenstellen eines KL-Bildes [Schema in Abbildung 3.4(d)] zu bestimmen, müssen die Grauwerte der beiden Probenstellen festgestellt werden. Dabei wird jeweils über eine Fläche von  $6 \times 6 \mu\text{m}^2$  bei einer Vergrößerung von 200 gemittelt, was einem Feld von  $11 \times 11$  Pixeln entspricht. Der über diese Mittelung bestimmte Grauwert wird dem Pixel in der Mitte der Probenstelle zugeordnet. Dies trägt der Ausdehnung des Wechselwirkungsvolumen und der teilweise starken statistischen Schwankung des Grauwertes von Pixel zu Pixel Rechnung. Im Vergleich dazu ist der Bereich, aus dem das elliptische Spiegelsegment die KL sammelt, mit einem Durchmesser von ca. 1 mm deutlich größer. Über die Kalibrierkurve wird den Probenstellen eine KL-Intensität zugeordnet. Die Intensitätsunterschiede werden in Form eines KL-Kontrasts quantitativ ausgewertet:

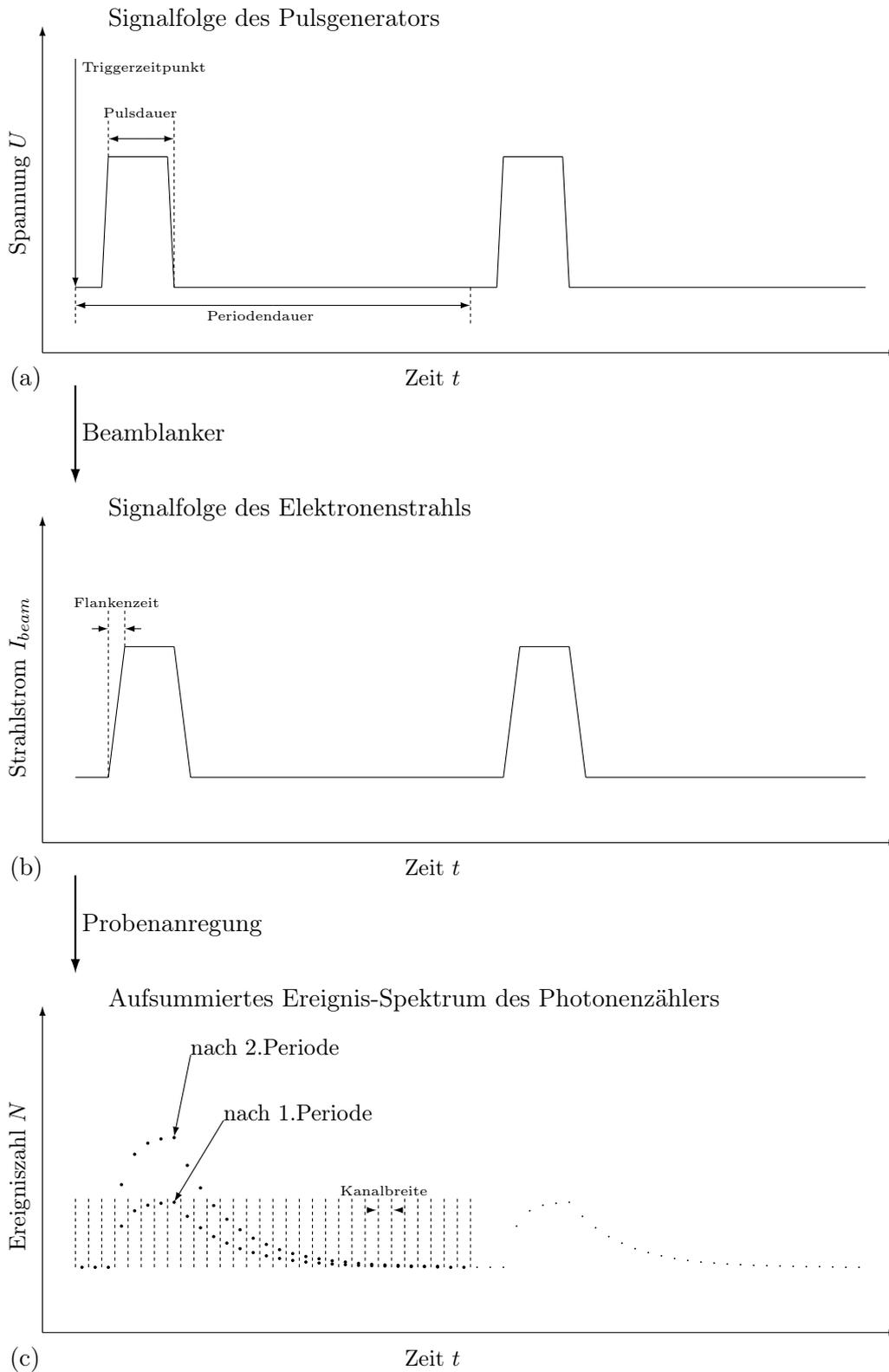
$$C_{KL} = \frac{I_{KL}(\text{hell}) - I_{KL}(\text{dunkel})}{\bar{I}_{KL} - I_0} \quad (3.5)$$

Dabei stehen  $I_{KL}(\text{hell})$  und  $I_{KL}(\text{dunkel})$  für die KL-Intensität der hellen bzw. benachbarten dunklen Probenstelle [Abbildung 3.4(d)].  $\bar{I}_{KL}$  und  $I_0$  sind die mittlere KL-Intensität bzw. die Dunkelstromintensität des zugehörigen KL-Bildes.

Unter der Annahme, dass sich die Grauwerte der hellen bzw. dunklen Probenstelle am oberen bzw. unteren Rand des linearen Bereichs befinden [siehe Abbildung 3.4(c)], ergibt sich ein Wert von ca. 0,5 für den maximalen KL-Kontrast. Größere Werte sind für  $C_{KL}$  nicht zu erwarten.

### 3.2.3 Zeitaufgelöste KL-Untersuchungen

Für die zeitaufgelösten KL-Untersuchungen wird eine pulsformige Anregung benötigt. Dazu wird mittels eines Pulsgenerators die Pulsform und -abfolge vorgegeben [siehe Abbildung 3.5(a); Die Flankenzeit liegt dabei unter 10 ns.] und an den Beamblanker weitergeleitet. Dieser steuert den Elektronenstrahl und lässt diesen nur für



**Abbildung 3.5:** Schema zu den zeitabhängigen KL-Untersuchungen: (a) Pulsabfolge des Pulsgenerators, (b) Pulsfolge des Elektronenstrahls und (c) aufsummiertes Spektrum des Photonenzählers

die Pulsdauer durch die ausgewählte Blende der 6-Loch-Apertur. Für die restliche Zeit der Periodendauer wird der Elektronenstrahl abgelenkt, so dass er nicht durch die Blende gelangen kann. Abbildung 3.5(b) zeigt die schematische Pulsform und -abfolge des Elektronenstrahls. Dabei betragen die Flankenzeiten des Beamblockers zur Strahlableitung 20 bis 30 ns und die maximale Wiederholfrequenz 1 MHz im Dauerbetrieb (dies entspricht einer minimalen Periodendauer von 1  $\mu$ s). Die pulsartige Anregung der Probe erzeugt eine zeitabhängige Lumineszenz der Probe, welche mittels eines der beiden verfügbaren PMT detektiert und an einen Photonenzähler mit hoher Zeitaufösung weitergeleitet wird. Dieser erhält jeweils zum Beginn der Periode ein Triggersignal zur Synchronisierung der Messzeit. Der Photonenzähler unterteilt das zeitabhängige Messsignal für eine Periode in Intervalle fester Breite [siehe Abbildung 3.5(c)] und summiert die Ereigniszahlen für jeden Kanal über alle Wiederholungen auf. Die Intervallzahl ist auf  $2^{19}$  begrenzt und die minimale Kanalbreite beträgt 5 ns. Somit sind maximale Periodendauern von ca. 2,6 ms erlaubt.

### 3.2.4 Oberflächenabbildung

Der Anteil der Rückstreuelektronen hängt vom Winkel zwischen dem PE-Strahl und der Oberflächennormale ab (Flächenneigungskontrast): je größer der Winkel, desto größer der Rückstreukoeffizient [19]. Somit können Höhenstufen auf der Probenoberfläche besonders hell erscheinen. Desweiteren ist es möglich, dass Vertiefungen Abschattungseffekte zeigen und dadurch dunkler wirken. Beide Effekte werden für die Abbildung der Probenoberflächen am REM mittels des sogenannten ASB-Detektors genutzt. Dieser Rückstreuelektronendetektor befindet sich unterhalb des Polschuhs (siehe Abbildung 3.3) und besteht aus vier einzeln anwählbaren Halbleiterdioden (sowohl Addition als auch Subtraktion der Einzelsignale ist möglich). Je nach Kombination der einzelnen Dioden erscheinen die Erhebungen bzw. Vertiefungen aus der jeweiligen Richtung beleuchtet. Der ASB-Detektor eignet sich somit speziell zur Abbildung der Proben-topographie.

### 3.2.5 Rückstreuelektronenbeugung

Rückstreuelektronenbeugung [*electron backscattered diffraction* (EBSD)] wird in dieser Arbeit ausschließlich zur Bestimmung der Orientierung einkristalliner Proben genutzt. Die PE treffen unter einem festen Winkel ( $70^\circ$ ) auf die Probe. Durch die Wechselwirkungsprozesse entsteht eine diffuse Streuung der Elektronen in alle Richtungen, die sich als interne punktförmige Elektronenquelle beschreiben lässt [61]. Somit erfüllen einige Elektronen immer die BRAGG-Bedingung für eine jeweilige Netzebene und werden unter dem BRAGG-Winkel zurückgestreut. Sie interferieren konstruktiv auf einem Fluoreszenzschirm. Durch Überlagerung der Beugung an allen Netzebenen

der Probe entsteht ein Beugungsmuster, welches auch als *KIKUCHI-Pattern* bezeichnet wird (das für jede Netzebene entstehende Band heißt *KIKUCHI-Band*). Durch Auswertung der Geometrie der *KIKUCHI-Bänder* mit dem Programm Channel 5 der Firma hkl kann die Probenorientierung bestimmt werden.

### 3.3 Versetzungscharakterisierung durch Transmissions- elektronenmikroskopie

Zur Bestimmung der Art, Anordnung und Dichte der Versetzungen wurden Untersuchungen mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) durchgeführt. Die Probenpräparation zur TEM-Analyse wird im folgenden Kapitel Probencharakterisierung beschrieben. Für die TEM-Untersuchungen wurde ein Mikroskop vom Typ JEM 4000 FX der Firma JEOL am Max-Planck-Institut für Mikrostrukturphysik in Halle (Saale) genutzt. Die Beschleunigungsspannung betrug 200 kV. Es wurden sowohl Abbildungsaufnahmen durchgeführt als auch Beugungsbilder aufgenommen. Die bei den Aufnahmen verwendete Vergrößerung lag zwischen 4000 und 20000. Bei bekannter Orientierung der TEM-Folie kann bei sogenannter Zweistrahlanregung über das Untersuchen des Kriteriums  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  für verschiedene Werte von  $\mathbf{g}$  auf den Typ der beobachteten Versetzung geschlossen werden [62].



# Kapitel 4

## Probenmaterial und -behandlungen

### 4.1 Versetzungsbildung durch plastische Verformung

Vor der Verformung wurden Rohlinge der Proben mit entsprechender Orientierung in Stäbchenform gesägt. Die Stäbchen hatten eine Länge von 10 bis 20 mm und die Abmessungen der Grundfläche betragen  $3,5 \times 3,5 \text{ mm}^2$ . Anschließend wurden alle Seitenflächen poliert. Dabei wurde besonders darauf geachtet, dass die Stirnflächen planparallel sind. Nach Reinigung der Proben wurden sie in die Verformungsapparatur eingebaut. Dabei wurden zwischen den Quarzstempeln und der Probe noch Keramikplättchen aus Aluminiumoxid gebracht (Abbildung 4.1). Die Verformung fand unter Luftabschluss und Schutzatmosphäre statt, um eine Oxidation der Probe zu vermeiden. Hatte die Probe nach dem Aufheizen die gewünschte Temperatur erreicht, wurde die Druckspannung mittels einer Last, die über einen Hebel angreift, angelegt. Nach vollendeter Verformung wurde die Probe entlastet, abgekühlt und konnte abschließend entnommen werden.

### 4.2 Probenmaterial

In Abbildung 4.2 ist die Geometrie der in dieser Arbeit untersuchten plastisch verformten Siliziumproben dargestellt. Im Fall der Einfachgleitung ist die Lastachse vom Typ [1 2 3]. Für die Vielfachgleitung waren die Proben eckorientiert (Lastachse [0 0 1]). In der Tabelle 4.3 sind weitere Informationen zu den untersuchten plastisch verformten Siliziumproben aufgelistet. Die Probenbezeichnung erklärt sich wie folgt:

- s bzw. m steht als Abkürzung für *single slip* (Einfachgleitung) bzw. *multiple slip* (Vielfachgleitung).

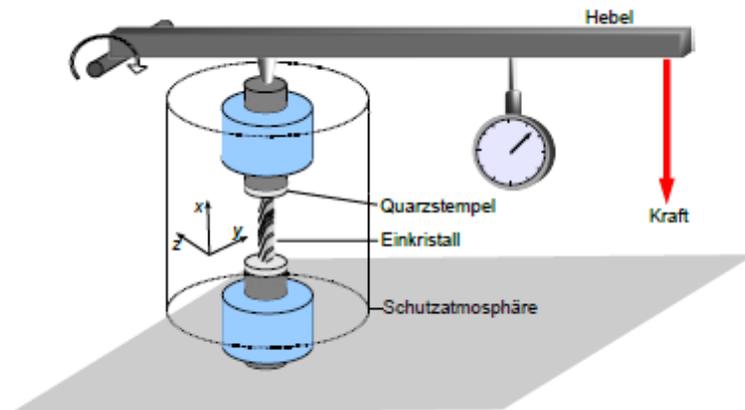


Abbildung 4.1: Schema der Verformungsapparatur aus [18]

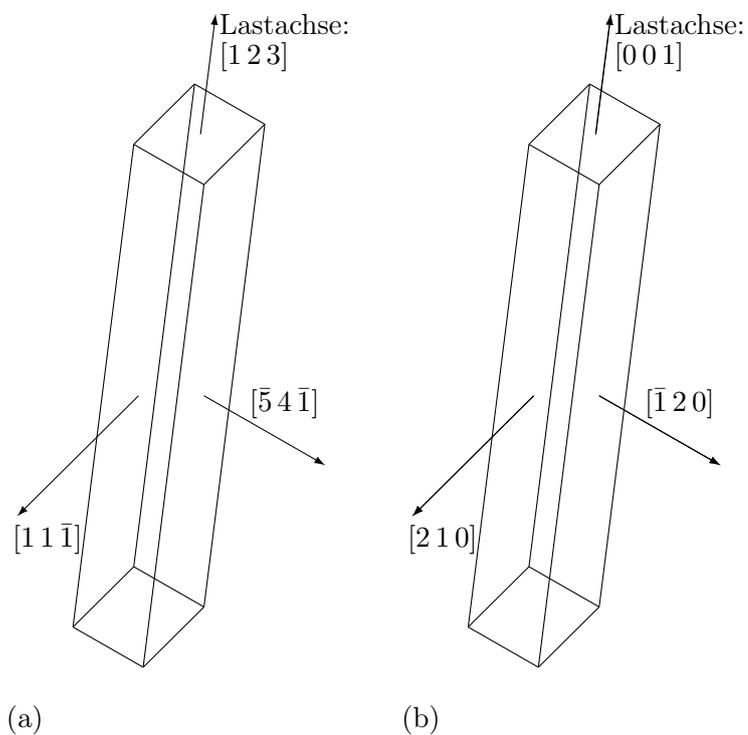
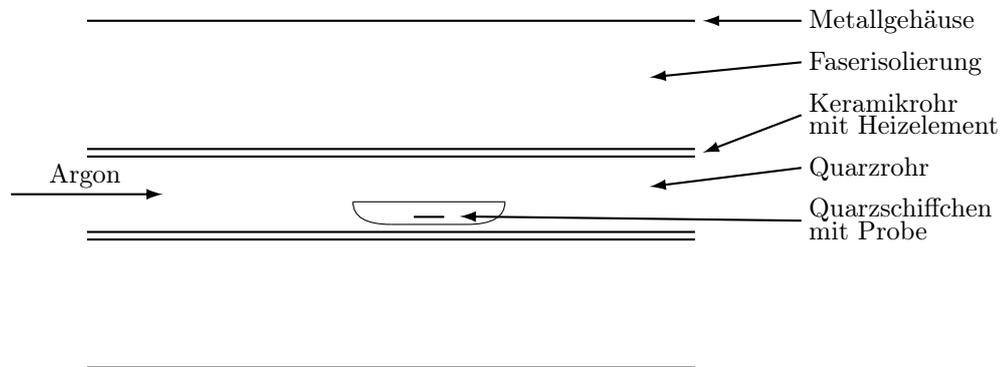


Abbildung 4.2: Probengeometrie der plastisch verformten Proben: Orientierung auf (a) Einfachgleitung bzw. (b) Vielfachgleitung

**Tabelle 4.3:** Übersicht und Charakterisierung der verschiedenen Proben

Dotand und Konzentration	Si:P, $n = 8 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$	Si:P, $n = 1 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-3}$
Kristallzucht	Float zone (Fz)	Czochralski (Cz)
Orientierung der Lastachse	[1 2 3]	[0 0 1]
Primäres Gleitsystem (PGS)	$(\bar{1} 1 1)$ , [1 0 1]	$(\bar{1} 1 1)$ , [1 0 1] (1 1 1), $[\bar{1} 0 1]$ (1 $\bar{1}$ 1), [0 1 1] (1 1 $\bar{1}$ ), [0 1 1]
SCHMID-Faktor	$\mu = 0,47$ ; $\Delta\mu = 0,11$	$\mu = 0,41$ ; $\Delta\mu = 0$
	Einfachgleitung auf PGS	Vielfachgleitung auf 4 verschiedenen GS
Uniaxiale Verformung	einstufig 12 MPa bei 800 °C	einstufig 113 MPa bei 680 °C
Probenzustand nach Verformung	s1	m1
Zustand nach Behandlung 6 h bei 850 °C	s1T	m1T
Dotand und Konzentration	Si:B, $p = 2 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$	Si:B, $p = 1 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-3}$
Kristallzucht	Float zone (Fz)	Float zone (Fz)
Orientierung der Lastachse	[1 2 3]	[1 2 3]
Primäres Gleitsystem (PGS)	$(\bar{1} 1 1)$ , [1 0 1]	$(\bar{1} 1 1)$ , [1 0 1]
SCHMID-Faktor	$\mu = 0,47$ ; $\Delta\mu = 0,11$	$\mu = 0,47$ ; $\Delta\mu = 0,11$
	Einfachgleitung auf PGS	Einfachgleitung auf PGS
Uniaxiale Verformung	zweistufig 8 MPa bei 800 °C 300 MPa bei 420 °C	zweistufig 16 MPa bei 800 °C 295 MPa bei 420 °C
Probenzustand nach Verformung	s2	
Zustand nach Behandlung 1 h bei 385 °C		s2E
Zustand nach Behandlung 6 h bei 850 °C	s2T	s2ET



**Abbildung 4.4:** Längsschnitt des Rohröfens

- Der Zusatz 1 bzw. 2 kennzeichnet die Anzahl der Stufen der Verformung.
- Der Zusatz E bzw. T beschreibt die zusätzliche Temperaturbehandlung der Probe bei 385 °C bzw. 850 °C.

### 4.3 Temperaturbehandlung im Rohröfen

Die Temperaturbehandlungen der Proben fanden in einem Rohröfen statt, welcher schematisch in Abbildung 4.4 dargestellt ist. Während der gesamten Behandlung strömte Schutzgas (Argon) durch das Quarzrohr des Ofens, um eine Oxidation der Probenoberfläche zu vermeiden. Die Probe selbst befand sich in einem Quarzschiffchen, welches mittels eines Glasstabs ins Quarzrohr gebracht und positioniert wurde. Nach außen ist der Ofen durch eine Faserisolation thermisch und durch ein Metallgehäuse elektrisch abgeschirmt.

### 4.4 Probenbehandlung für Ätzgrübchendichtebestimmung

Vor der eigentlichen Strukturätzbehandlung wurden die Proben zuerst 1 h lang in Aceton gereinigt und anschließend wurde durch das Eintauchen in verdünnte Flussäure für 30 s die SiO<sub>2</sub>-Schicht auf der Probenoberfläche entfernt. Zur Erzeugung der Ätzgrübchen wurden die verformten Siliziumproben für eine Dauer von 15 min einer DASH-Beize [63] ausgesetzt und anschließend nochmals gereinigt.

## 4.5 Probenpräparation zur TEM-Analyse

Im Folgenden wird kurz die Präparation der Proben für die Analyse der Versetzungsstruktur mittels TEM beschrieben. Bis auf den ersten Punkt erfolgten alle Präparationsschritte am Interdisziplinären Zentrum für Materialforschung (IZM) in Halle (Saale):

- Herauspräparieren eines Probenrohlings in der erwünschten Orientierung mit einer Dicke von ca. 500  $\mu\text{m}$  durch Sägen mittels einer Diamantdrahtsäge
- Ausbohren eines Zylinders mit 3 mm Durchmesser mit Hilfe eines Ultraschallbohrers
- Dimpeln einer Mulde in die Probe, so dass im Zentrum der Mulde die Probendicke noch ca. 10  $\mu\text{m}$  beträgt
- weiteres Nachdünnen des Muldenzentrums durch Ionenätzen
- Fixierung der Probe auf einem Kupfer-Stützring



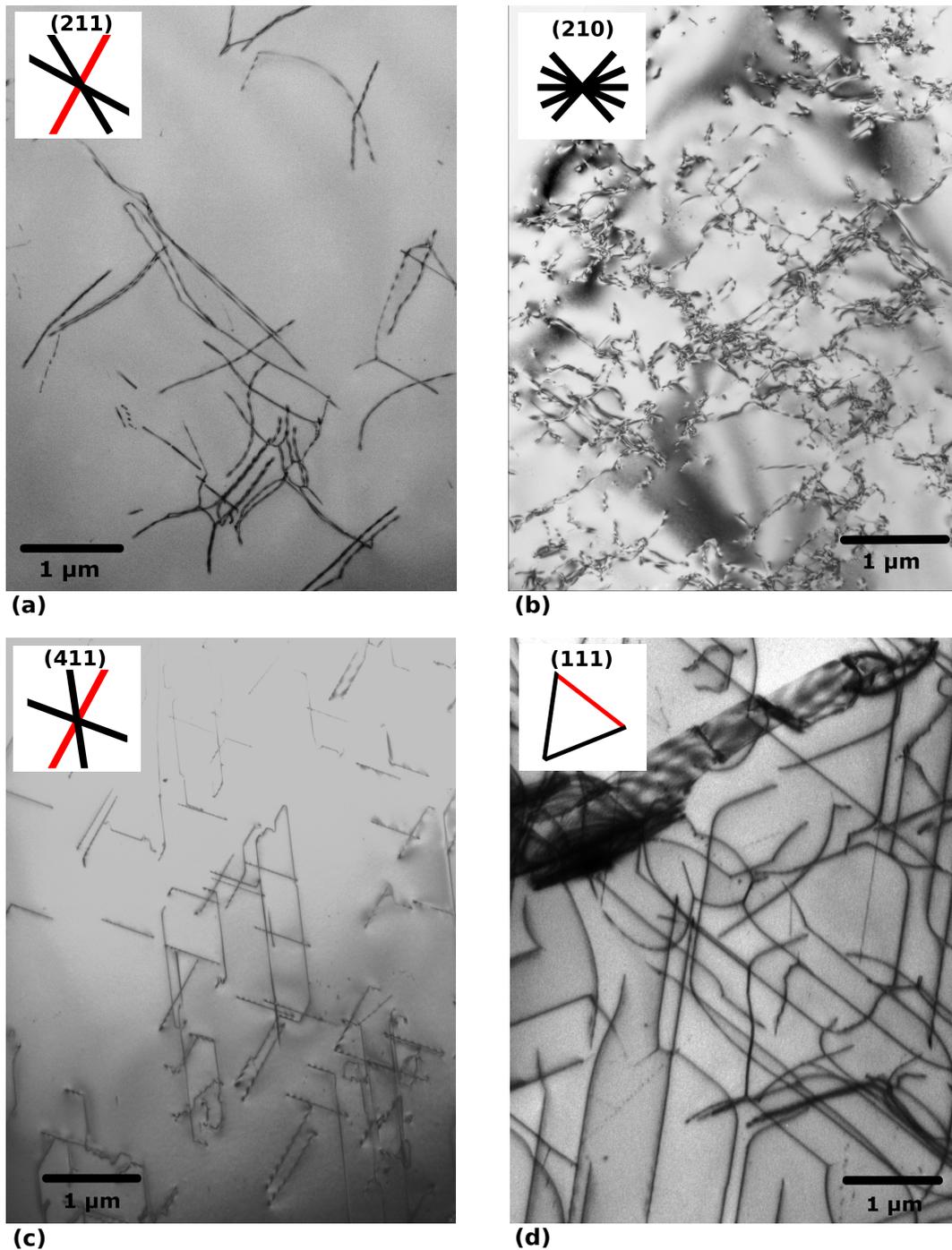
## Kapitel 5

# Experimentelle Ergebnisse zu Versetzungen in Silizium

### 5.1 Versetzungsanordnung und -dichte

Zur Bestimmung der Versetzungsanordnung der verformten Siliziumproben wurden TEM-Folien, wie im Abschnitt 4.5 beschrieben, präpariert. Abbildung 5.1 zeigt typische Aufnahmen der Versetzungsanordnung der verschiedenen Probentypen, wobei die Versetzungen als dunkle Linien erkennbar sind:

- In der TEM-Aufnahme des Probenzustands s1 [Abbildung 5.1(a)] sind sowohl gerade als auch gekrümmte Versetzungen erkennbar. Aus dem zugehörigen Beugungsbild konnte die Folienebene als Ebene vom Typ  $\{211\}$  bestimmt werden. Es ist ersichtlich, dass nicht alle Projektionen der Versetzungslinien zu den Projektionen der drei  $\langle 110 \rangle$ -Richtungen des primären Gleitsystems (PGS) passen (siehe Inset; Wäre die Probenebene eine  $\{111\}$ -Ebene, ergäben die  $\langle 110 \rangle$ -Richtungen ein gleichseitiges Dreieck.). Es gehören also auch einige Versetzungen zu anderen Gleitsystemen. Der Anteil von primären Schraubenversetzungen an der Gesamtheit ist kleiner als 40 %. Bezieht man sich jedoch nur auf die Versetzungen des PGS ergeben sich wiederum 40 %. Makroskopische Stapelfehler sind nicht zu beobachten. Die Länge der Versetzungssegmente in der Folienebene beträgt 1 bis 2  $\mu\text{m}$ . Da die Versetzungen die Folienebene durchstoßen, ist die tatsächliche Länge der Versetzungssegmente in der primären Gleitebene sicher größer.
- Im Gegensatz zu den anderen Probenzuständen gibt es beim Zustand M1 vier gleichberechtigte Gleitsysteme. Die TEM-Aufnahme [Abbildung 5.1(b)] zeigt kurze, gerade Segmente von Versetzungen aus diesen verschiedenen Gleitsystemen. Gekrümmte Versetzungen sind dagegen kaum zu beobachten. Viel-



**Abbildung 5.1:** Versetzungsstruktur der verschiedenen Probenzustände der verformten Siliziumproben: (a) s1, (b) M1, (c) s2 und (d) s2E; in den Insets sind jeweils die Richtungen der Versetzungslinien des PGS dargestellt, wobei bei den auf Einfachgleitung orientierten Proben die Richtung der Schraubenversetzung rot gekennzeichnet ist

mehr bildet sich ein Muster der Versetzungsanordnung aus Zellen von ca. 1  $\mu\text{m}$  Durchmesser, die im Inneren weitgehend versetzungsfrei sind und Zellwände einer Dicke von etwa 0,2  $\mu\text{m}$  mit hoher Versetzungsdichte aufweisen. Makroskopische Stapelfehler treten nicht auf.

- Die Versetzungsanordnung des Probenzustands s2 [Abbildung 5.1(c)] ist durch lange, gerade Segmente von  $60^\circ$ - und Schraubenversetzungen dominiert. Die Folienebene ist vom Ebenentyp  $\{411\}$ . Daher bilden die drei  $\langle 110 \rangle$ -Richtungen des PGS wiederum kein gleichseitiges Dreieck. Es sind nur sehr wenige gekrümmte Versetzungen zu erkennen. Aufgrund der kleinen Krümmungsradien müssten beim Übergang von einer geraden Versetzung zu einer anderen hohe lokale Spannungen auftreten. Der Schraubenanteil an der Gesamtheit der Versetzungen beträgt genau 40 %. Im Gegensatz zu s1 sind makroskopische Stapelfehler nachweisbar (in dieser Teilabbildung nicht gezeigt).
- Die TEM-Aufnahme des Probenzustands s2E [Abbildung 5.1(d)] zeigt gerade Stücke von  $60^\circ$ - und Schraubenversetzungen. Im Vergleich zum Zustand s2 ist der Anteil von gekrümmten Versetzungen höher. Daher sollten die auftretenden lokalen Spannungen beim Übergang einer Versetzung zu einer anderen Versetzung geringer ausfallen. Der Anteil der Schraubenversetzungen an der Gesamtheit beträgt wie bei s2 genau 40 %. Ebenfalls ist ein makroskopischer Stapelfehler im oberen Bereich sichtbar. Die Folienebene ist in diesem Fall vom Typ  $\{111\}$ , wodurch sich für die drei  $\langle 110 \rangle$ -Richtungen des PGS das gleichseitige Dreieck ergibt.

Die Versetzungsdichte der verschiedenen Probenzustände wurde über zwei verschiedene Methoden bestimmt. Zum einen wurde eine Linienschnittmethode auf die TEM-Aufnahmen angewandt [62]. Zum anderen wurden, wie im Kapitel 4.4 beschrieben, Ätzgrübchen auf der Probenoberfläche erzeugt. Mithilfe von Rückstreuелеktronenbildern der Probenoberflächen konnte dann die Ätzgrübchendichte bestimmt werden. Dann wurde die Versetzungsdichte für jeden Probenzustand als arithmetisches Mittel aus Linienschnittmethode und Ätzgrübchendichte berechnet. Jede Methode für sich liefert ähnliche Werte für die Versetzungsdichte. Die Abweichungen des Wertes einer Methode vom Wert der anderen Methode betragen für jede Probe maximal 20 %. In Tabelle 5.2 sind die ermittelten Versetzungsdichten dargestellt. Zusätzlich ist noch der mittlere Versetzungsabstand  $d = \frac{1}{\sqrt{\rho}}$  dargestellt.

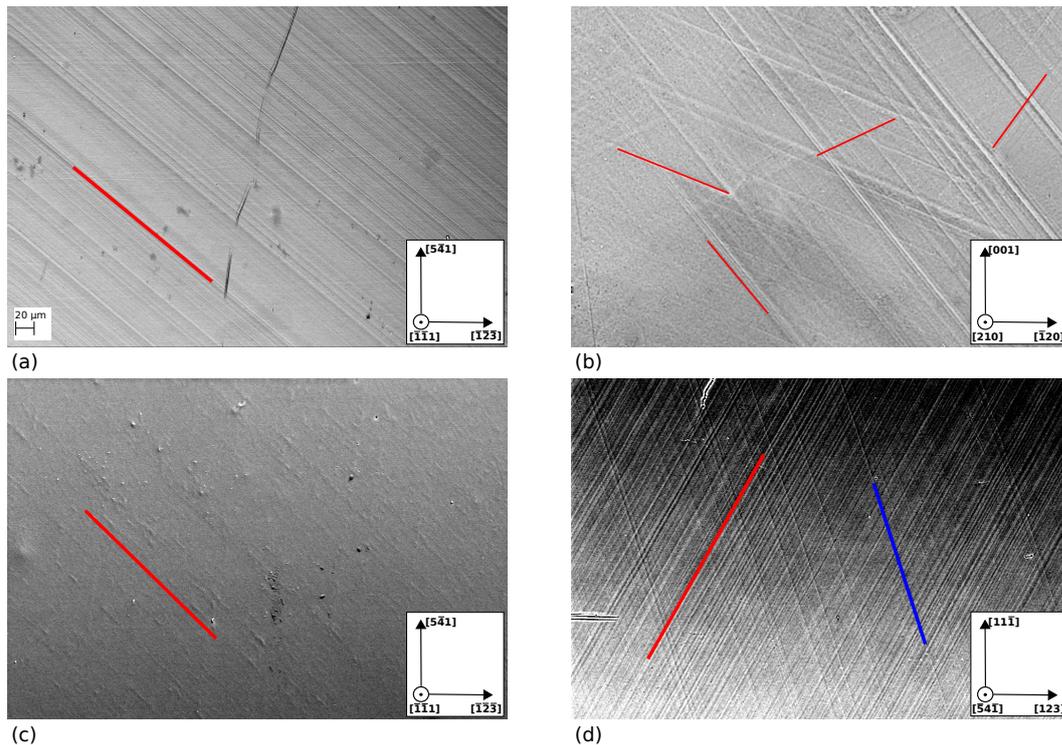
**Tabelle 5.2:** Versetzungsdichten der verschiedenen Probenzustände, Arithmetisches Mittel aus Linienschnittmethode und Ätzgrübchendichtebestimmung

	s1	s2	s2E	M1
Mittlere Versetzungsdichte $\bar{\rho}$ (in $10^8 \text{ cm}^{-2}$ )	$0,5 \pm 0,1$	$3,0 \pm 0,5$	$5,0 \pm 1,0$	$10,0 \pm 2,0$
Mittlerer Versetzungsabstand $d = \frac{1}{\sqrt{\bar{\rho}}}$ (in $\mu\text{m}$ )	$1,41 \pm 0,18$	$0,58 \pm 0,05$	$0,45 \pm 0,05$	$0,32 \pm 0,03$

## 5.2 Ergebnisse zur Oberflächenabbildung der Proben - Nachweis der Gleitsysteme

Zum Nachweis der verschiedenen aktivierten Gleitsysteme wurden Oberflächenabbildungen der verschiedenen Probenzustände am REM unter Verwendung des ASB-Detektors durchgeführt. Diese sind in Abbildung 5.3 dargestellt:

- Wie in Abschnitt 4.2 beschrieben, hat das PGS des Probenzustands s1 die Gleitebene  $(\bar{1} \bar{1} 1)$ . Treten die während der plastischen Verformung gebildeten Versetzungen an der Probenoberfläche aus, entstehen Gleitstufen. Es bilden sich parallele Gleitlinien als Spur der Gleitebene auf der Oberfläche aus. Die Richtung des in Abbildung 5.3(a) erkennbaren Systems paralleler Linien (rot markiert) stimmt mit der Richtung überein, welche man für die Gleitlinien des primären Gleitsystems (PGS) auf einer  $(\bar{1} \bar{1} 1)$ -Oberfläche erwarten würde. Besonders gut erkennbare Linien werden in der vorliegenden Arbeit als Gleitbänder bezeichnet. In diesen Probenbereichen tritt eine Lokalisierung der plastischen Verformung in Form von dicht nebeneinander liegenden Gleitebenen auf.
- Der Probenzustand M1 hat im Gegensatz zu den anderen Proben eine andere Geometrie. In Abbildung 5.3(b) sind vier verschiedene Systeme paralleler Linien (rot markiert) auf der Probenoberfläche, welche vom Typ  $\{210\}$  ist, sichtbar. Diese werden als Spuren der Gleitebenen der vier verschiedenen gleichberechtigten Gleitsysteme identifiziert.
- Der Probenzustand s2 hat die gleiche Probengeometrie wie Zustand s1 und besitzt daher auch das gleiche PGS. Die in Abbildung 5.3(c) dargestellte Oberfläche entspricht auch der  $(\bar{1} \bar{1} 1)$ -Ebene. Die Gleitbänder des PGS sind erkennbar, jedoch sind sie nicht so markant wie beim Probenzustand s1.
- Abbildung 5.3(d) zeigt die Oberfläche des Zustands s2E, welche einer  $(\bar{5} 4 \bar{1})$ -Ebene entspricht. Man erkennt zwei Systeme paralleler Linien, wobei das eine System (rot markiert) eine deutlich höhere Liniendichte aufweist als das andere



**Abbildung 5.3:** Oberflächenabbildung der verschiedenen Probenzustände der verformten Siliziumproben: (a) s1, (b) M1, (c) s2 und (d) s2E; die Gleitbänder des PGS sind rot markiert, die des SGS blau

System (blau markiert). Sie lassen sich mit den Gleitbändern des PGS (rot) und des sekundären Gleitsystems (SGS, blau) identifizieren.

## 5.3 Ergebnisse der PL-Untersuchungen

Alle in diesem Abschnitt dargestellten integrierten Intensitäten bzw. Linienintensitäten sind Flächenintensitäten. Gegebenenfalls auftretende Lumineszenzuntergründe werden bei Bestimmung der Linienintensitäten berücksichtigt. Dazu wird für den Lumineszenzuntergrund im Bereich der Lumineszenzlinie in der Regel ein linearer Verlauf angenommen.

### 5.3.1 D-Linien-Lumineszenz

Abbildung 5.4 zeigt die PL-Spektren der verschiedenen Proben nach der Verformung und nach der Temperaturbehandlung für 6 h bei 850 °C:

- Im PL-Spektrum des Probenzustands s1 [Teilabbildung(a)] sind die Linien D1 bis D4 deutlich erkennbar. Ihre spektralen Positionen und ihre Halbwertsbrei-

ten stimmen gut mit den Werten von SAUER et al. [2] und WERONEK [32] überein (siehe Tabelle 5.6, S. 57). Es ist auch ersichtlich, dass die Linien D3 und D4 eine Dublett-Struktur aufweisen. In Abbildung 5.5(b) ist die Feinstruktur der D3- und D4-Linie detailliert dargestellt: jeweils die  $D^+$ - und  $D^-$ -Komponente sowie zusätzlich noch die Linien  $D4^P$  bzw.  $D4^T$ . Diese Feinstruktur wurde schon in [32] beobachtet.

Das PL-Spektrum nach der Temperaturbehandlung (Zustand s1T) zeichnet sich durch eine Verringerung der Intensität der Linien D3 und D4 aus. Des Weiteren ist eine Verstärkung der Intensität bei den Linien D1 und D2 festzustellen, wobei die D2-Linie die größte absolute Intensität aufweist. Dies stellt eine Bestätigung der Ergebnisse aus [32] dar.

Neben der versetzungskorrelierten Lumineszenz sind auch Signale geringer Intensität der Rekombination von an Phosphordotoren gebundenen Exzitonen [BE(P)] sowie die Rekombination von freien Exzitonen zu beobachten [Abbildung 5.5(a)]. Weiterhin konnte im Spektralbereich der D4-Linie im PL-Spektrum des Zustands s1T die Lumineszenz kupferkorrelierter Defekte nachgewiesen werden: die Linien  $Cu_0^0$  bzw.  $Cu_0^1$  stellen den Nullphononübergang bzw. die Phononenreplik der Rekombination eines Exzitons, gebunden an eine isoelektrische Störstelle dar [64]. Mit PL-Untersuchungen an isotonenangereicherten  $^{28}\text{Si}$ -Proben konnte gezeigt werden, dass an dem Defektkomplex mindestens 4 Kupferatome beteiligt sind [65].

- Das PL-Spektrum des auf Vielfachgleitung orientierten Probenzustandes M1 [Teilabbildung(b)] wird im Gegensatz zu den Zuständen s1 und s2E von den Linien D1 und D2 dominiert, deren Intensität deutlich größer im Vergleich zu den Linien D3 und D4 ist. Weiterhin fällt auf, dass die spektrale Position der D1-Linie um 5 meV im Vergleich zum Zustand s1 zu größeren Energien verschoben ist und eine deutlich größere Halbwertsbreite aufweist (siehe Tabelle 5.6, S. 57, Linie wird hier als D1\* bezeichnet). Eigene PL-Untersuchungen an auf Einfachgleitung orientiertem verformtem CZ-Silizium zeigen ebenfalls eine Verschiebung des D1-Maximums um ca. 5 meV zu höheren Energien. Ähnliche Beobachtungen wurden auch von LEONI et al. für auf Vielfachgleitung orientiertes plastisch verformtes Cz-Silizium erzielt [66]. In Abbildung 5.4(b) zeigt das PL-Spektrum des Zustands M1 auch einen breiten Lumineszenzuntergrund im gesamten Spektralbereich der D-Linien. Die Dublett-Struktur der D3- und D4-Linie konnte nicht beobachtet werden. Jedoch sind die Maxima beider Linien im Vergleich zum Zustand s1 zu kleineren Energien verschoben. Eine spektrale Verschiebung der D3- und D4-Linie um ca. 10 meV zu kleineren Energien bei auf Einfachgleitung orientiertem verformtem Cz-Silizium im Vergleich zum Zu-

stand s1 konnte in eigenen PL-Untersuchungen beobachtet werden. WERONEK stellte ebenfalls eine Rotverschiebung der Linien D3 und D4 von ca. 10 meV bei auf Einfachgleitung orientiertem verformtem CZ-Silizium im Vergleich zu FZ-Silizium fest [32].

Nach der Temperaturbehandlung (Probenzustand M1T) hat sich die Intensität des breiten Untergrundes verringert. Die Intensität der D3- bzw. D4-Linie ging ebenfalls zurück. Weiterhin vergrößerte sich die Lumineszenzintensität der D2-Linie deutlich. Bei der D1-Linie ist eine spektrale Verschiebung der Lage des Maximums zu kleineren Energien von 5 meV und eine Verringerung der Halbwertsbreite zu erkennen. Die Position des Maximums entspricht jetzt in etwa der spektralen Lage der D1-Linie des Zustands s1. Zusätzlich lässt sich bei einer Energie von ca. 780 meV eine weitere Linie erahnen. In Zusammenhang mit der D-Linien-Lumineszenz wurde bei einer Energie von 780 meV bereits eine Linie von STEINMAN und GRIMMEISS [67] sowie KENYON et al. [68] und BINETTI et al. [69] gefunden. WERONEK konnte in plastisch verformten Proben nach Eindiffusion von Zink bei einer Temperatur von 1075 °C an identischer spektraler Position eine Linie nachweisen [32].

- Das PL-Spektrum des Probenzustandes s2 [Abbildung 5.4(c)] zeigt drei breite Lumineszenzbänder im Spektralbereich der D3- und D4-Lumineszenz. Die spektralen Positionen der drei Banden stimmen mit denen der D5-, D5'- und D6-Lumineszenz überein (siehe SAUER et al. [2]). Die Linien D1 und D2 sind dagegen im Spektrum des Zustands s2 nicht zu beobachten. Die in [2] dargestellten Ergebnisse legen nahe, dass das Auftreten der Linien D1 und D2 in den PL-Spektren zweistufig verformter Proben von den Verformungsbedingungen abhängt. Jedoch kann keine genauere Angabe gemacht werden. Neben der versetzungskorrelierten Lumineszenz kann im Spektrum des Zustands s2 eine weitere, mit P<sup>2SD</sup> bezeichnete, Linie nachgewiesen werden, welche im Kapitel 5.3.2 näher charakterisiert wird.

Nach der Temperaturbehandlung (Probenzustand s2T) ist das PL-Spektrum deutlich verändert. Anstelle der Bänder D5, D5' und D6 sind nun die Linien D3 und D4 getreten. Die Auslöschung der D6-Lumineszenz und die komplexe Umwandlung der D5-Lumineszenz in die D3- und D4-Lumineszenz wird im Kapitel 5.3.1.5 diskutiert und mit den Ergebnissen aus [2] verglichen. Die Linien D3 und D4 zeigen die gleiche Dublettstruktur wie im Spektrum der Zustände s1 bzw. s1T und die Linienpositionen stimmen auch überein. Des Weiteren sind nach der Temperaturbehandlung nun auch die Linien D1 und D2 über einem breiten Lumineszenzuntergrund im Spektrum zu beobachten. Ihre spektralen Positionen entsprechen den Literaturwerten (siehe Tabelle 5.6).

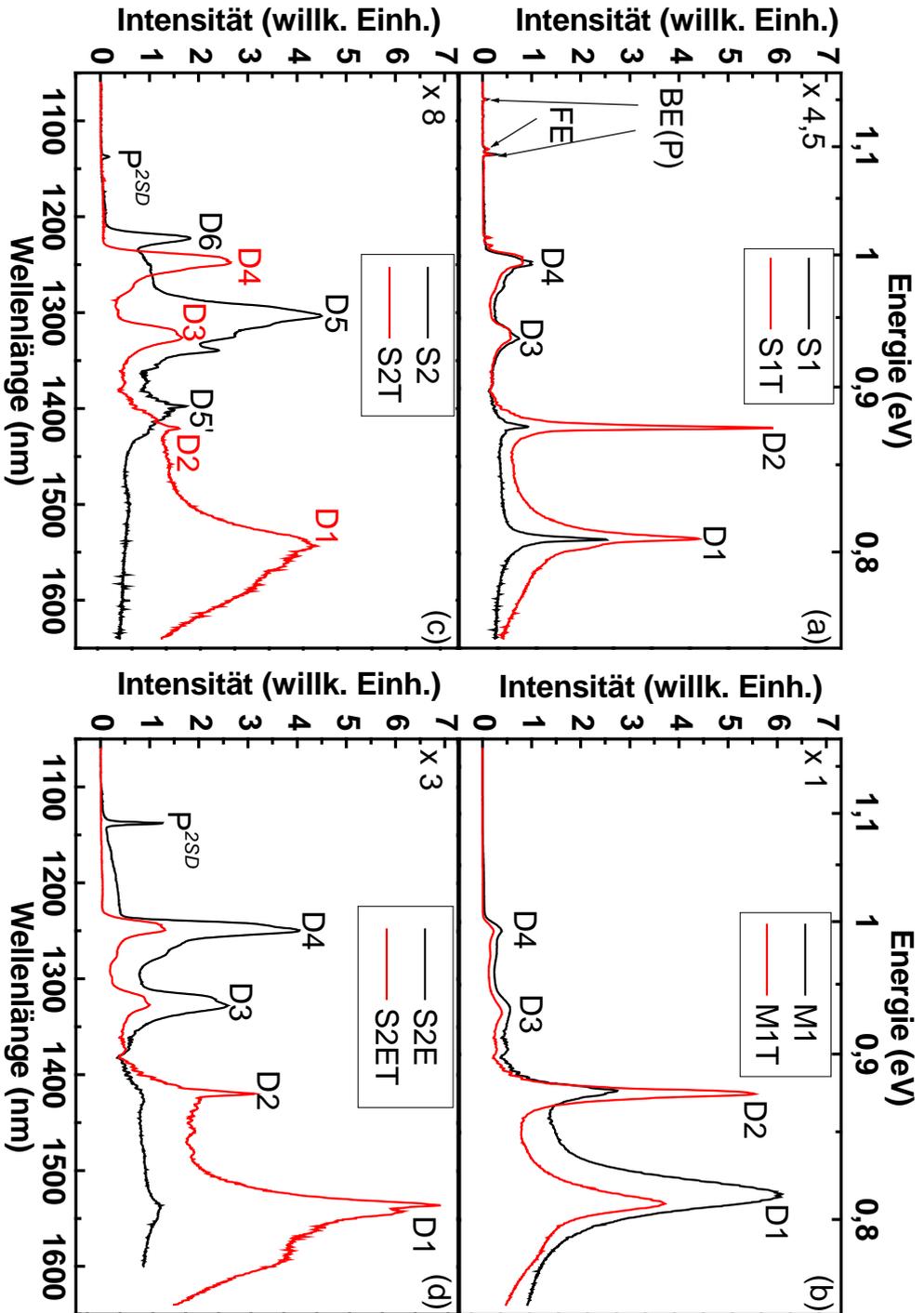
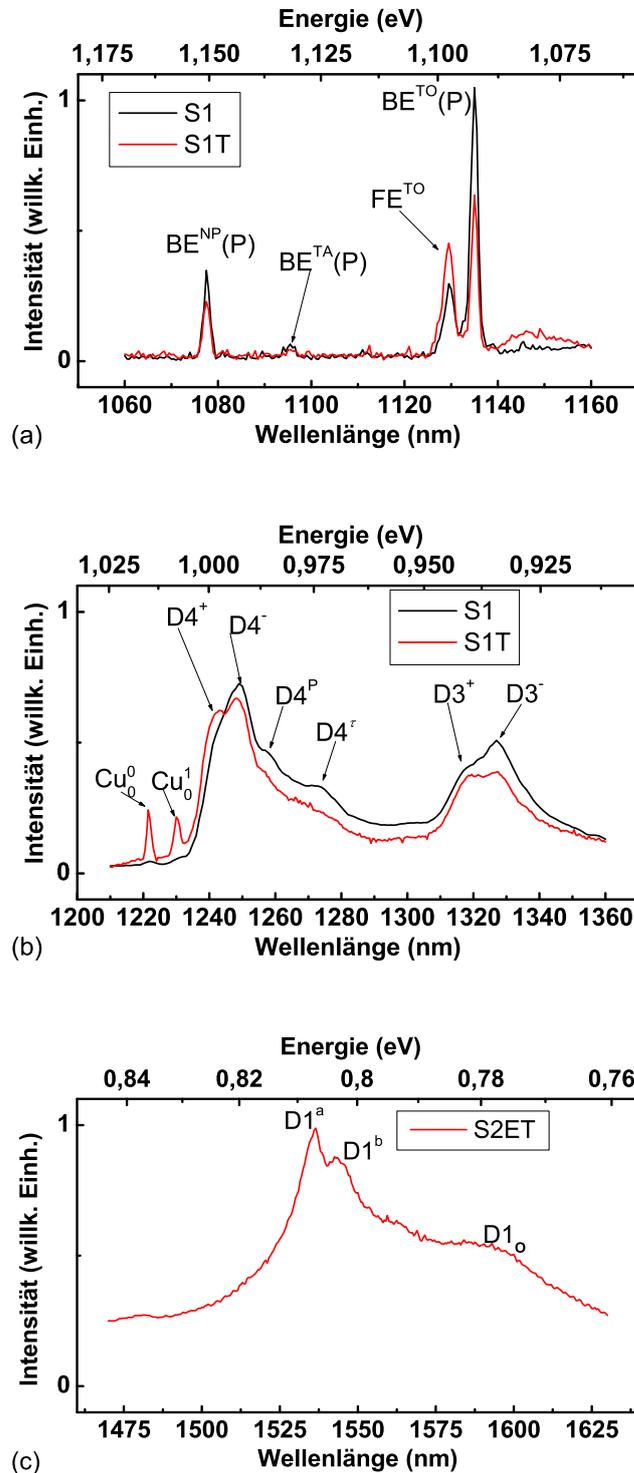


Abbildung 5.4: PL-Spektren der verschiedenen Probenzustände ( $T=4,2$  K,  $\lambda_{Laser}=647,1$  nm und  $P_{Laser}=3$  mW); alle Teilgrafiken haben die gleiche Skalierung der Intensität, der Faktor in jeder Grafik soll die Intensitätsverhältnisse zwischen den einzelnen Probenzuständen widerspiegeln



**Abbildung 5.5:** Vergrößerung einzelner Spektralbereiche der PL-Spektren:(a) Bereich der Rekombination freier und gebundener Exzitonen, (b) Spektralbereich der D3- und D4-Linie und (c) Spektralbereich der D1-Linie

Dabei ist zu erwähnen, dass man bei der D1-Linie eine Feinstruktur erahnen kann. Vergleichbare Ergebnisse wurden schon von BINETTI et al. [69] sowie von STEINMAN et al. [70] vorgestellt. Ebenfalls ist eine Linie bei einer Energie 780 meV erkennbar, die schon im PL-Spektrum des Zustands M1T auftauchte. Abschließend ist noch zu erwähnen, dass die P<sup>2SD</sup>-Linie aus dem Spektrum verschwunden ist.

- In Abbildung 5.4(d) ist das PL-Spektrum des Zustandes s2E dargestellt. Die entsprechende Probe ist in zwei Stufen verformt worden und hat eine Temperaturbehandlung von 1 h Dauer bei 385 °C durchlaufen. Aufgrund dieser Temperaturbehandlung sind anstatt der D5- und D6-Lumineszenz die Linien D3 und D4, jeweils als Dublett, sichtbar. Die spektralen Positionen stimmen gut mit den Werten der Zustände s1, s1T und s2T überein (siehe Tabelle 5.6). Des Weiteren sind die D1-Linie (mit geringer Intensität) und die D2-Linie (mit sehr geringer Intensität) über einem breiten Lumineszenzuntergrund vorhanden. Die bereits im Spektrum des Probenzustands s2 detektierte P<sup>2SD</sup>-Linie tritt hier mit deutlich größerer Intensität auf.

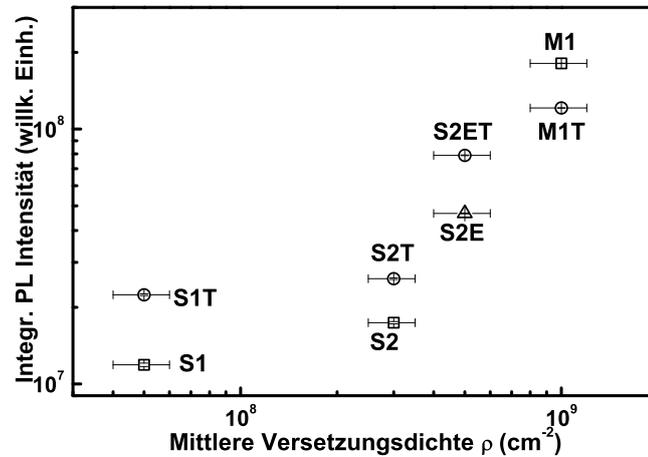
Nach der Temperaturbehandlung bei 850 °C (Zustand s2ET) tritt wie auch beim Zustand s1 eine Verringerung der Intensitäten der D3- und D4-Linie bzw. eine Intensitätserhöhung der D1- und D2-Linie auf. Die Intensität des Untergrunds im Spektralbereich der D1- und D2-Linie steigt ebenfalls an. Für die D1-Linie ist wie beim Zustand s2T eine Feinstruktur [siehe Abbildung 5.5(c): Linien D1<sup>a</sup> und D1<sup>b</sup>] nachweisbar und die Linie bei 780 meV (D1<sub>O</sub>) ist auch im Spektrum vorhanden. Die P<sup>2SD</sup>-Linie ist ebenfalls wie beim Zustand s2T nicht mehr im Spektrum existent.

### 5.3.1.1 Einfluss der Versetzungsdichte und der Temperaturbehandlung auf die integrale PL-Intensität

Abbildung 5.7 zeigt die Abhängigkeit der integralen PL-Intensität (Integration über den gesamten in Abbildung 5.4 dargestellten Spektralbereich) von der mittleren Versetzungsdichte. Dabei wurde die doppelt-logarithmische Darstellung gewählt, um alle Datenpunkte gut darstellen zu können. Man erkennt sowohl für die Probenzustände nach der Verformung als auch für die Zustände nach der Temperaturbehandlung bei 850 °C einen kontinuierlichen Anstieg der PL-Intensität mit steigender mittlerer Versetzungsdichte. Eine Zunahme der gesamten Lumineszenzintensität mit steigender Versetzungsdichte aufgrund der Zunahme der Intensität der D-Linien kann auch aus den PL-Spektren von DROZDOV et al. (Abbildung 2.14) [1] abgeleitet werden. SAUER et al. zeigen in [2] PL-Spektren plastisch verformter Proben mit Versetzungsdichten zwischen  $8 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$  und  $3 \cdot 10^9 \text{ cm}^{-2}$ . In diesen Spektren ist eine stetige

**Tabelle 5.6:** Übersicht der spektralen Positionen ( $E$ ) und der Halbwertsbreiten ( $\Delta E$ ) der verschiedenen D-Linien für die verschiedenen Probenzustände und Vergleich mit Literaturwerten [2, 32, 67, 69] (Energieangaben jeweils in meV)

	$E_{D1^*}$	$\Delta E_{D1^*}$	$E_{D1^a}$	$\Delta E_{D1^a}$	$E_{D1^b}$	$\Delta E_{D1^b}$	$E_{D1^o}$	$\Delta E_{D1^o}$
S1			806	3				
S1T			807	5				
M1	813	19						
M1T			808	13			780	12
S2T			807	17	803		778	15
S2E			806	12	801			
S2ET			807	10	803		778	11
Literatur- werte			808	3	802		778 780	10 20
	$E_{D2}$	$\Delta E_{D2}$	$E_{D3^+}$	$\Delta E_{D3^+}$	$E_{D3^-}$	$\Delta E_{D3^-}$		
S1	874	4	942	5	934	11		
S1T	873	3	941	5	935	13		
M1	875	9			932	12		
M1T	874	7			929	14		
S2T	873	6	941	6	934	12		
S2E	871	14	940	5	934	13		
S2ET	873	4	940	4	934	14		
Literatur- werte	874	2	941	4	935	12		
	$E_{D4^+}$	$\Delta E_{D4^+}$	$E_{D4^-}$	$\Delta E_{D4^-}$	$E_{D4^p}$	$\Delta E_{D4^p}$	$E_{D4^r}$	$\Delta E_{D4^r}$
S1	999	4	992	11	985	3	973	6
S1T	999	5	993	13	986	3	972	8
M1			993	12			980	21
M1T			992	12			977	19
S2T	998	5	993	14	986	4	971	6
S2E	998	5	992	8			972	6
S2ET	998	4	992	12			972	6
Literatur- werte	999	5	994	8	987	6	974	36
	$E_{D5}$	$\Delta E_{D5}$	$E_{D6}$	$\Delta E_{D6}$	$E_{D5'}$	$\Delta E_{D5'}$		
S2	951	19	1014	8	887	15		
Literatur- werte	953		1013		$\approx 900$			



**Abbildung 5.7:** PL-Intensität der Spektren, aufgenommen bei einer Temperatur  $T=4,2$  K unter Anregung mittels der 647,1 nm Linie und einer Leistung von 3 mW, in Abhängigkeit der mittleren Versetzungsdichte

Zunahme der integralen Lumineszenzintensität mit steigender Versetzungsdichte erkennbar. Die Ergebnisse von SHEVCHENKO et al. bestätigen ebenfalls diese Beobachtungen [71]. Eine mögliche Erklärung für die Zunahme der Lumineszenzintensität mit steigender Versetzungsdichte wäre eine direkte Kopplung der Dichte strahlender Rekombinationszentren mit der Versetzungsdichte.

Aus Abbildung 5.7 kann auch der Einfluss der Temperaturbehandlung von 6 h bei 850 °C auf die integrale PL-Intensität ermittelt werden. Die drei auf Einfachgleitung orientierten Probenzustände (S1T, S2T und S2ET) zeigen eine erhöhte integrale PL-Intensität nach der Temperaturbehandlung. Dies könnte mit dem teilweisen Ausheilen von während der Verformung erzeugter nichtstrahlender Rekombinationszentren erklärt werden. Dagegen verringert sich beim auf Vielfachgleitung orientierten Zustand die PL-Intensität nach der thermischen Behandlung. Dies ist im Wesentlichen auf die Reduzierung der Intensität des breiten Lumineszenzuntergrundes zurückzuführen.

### 5.3.1.2 Einfluss der Anregungswellenlänge auf die D-Linien-Lumineszenz

Den Einfluss der Anregungswellenlänge auf die Intensität der einzelnen D-Linien bzw. der integralen PL-Intensität zeigen die Abbildungen 5.8 und 5.9. Dabei wurde der teilweise in den PL-Spektren auftretende Lumineszenzuntergrund (siehe Abbildung 5.4) bei der Bestimmung der Intensitäten der D-Linien, wie zu Beginn des Kapitels beschrieben, berücksichtigt. In den linken Abbildungen sind die Intensitäten der D-Linien jeweils auf die Intensität der D4-Linie normiert, um die Intensitätsverhältnisse der D-Linien untereinander für die jeweilige Anregungswellenlänge zu veran-

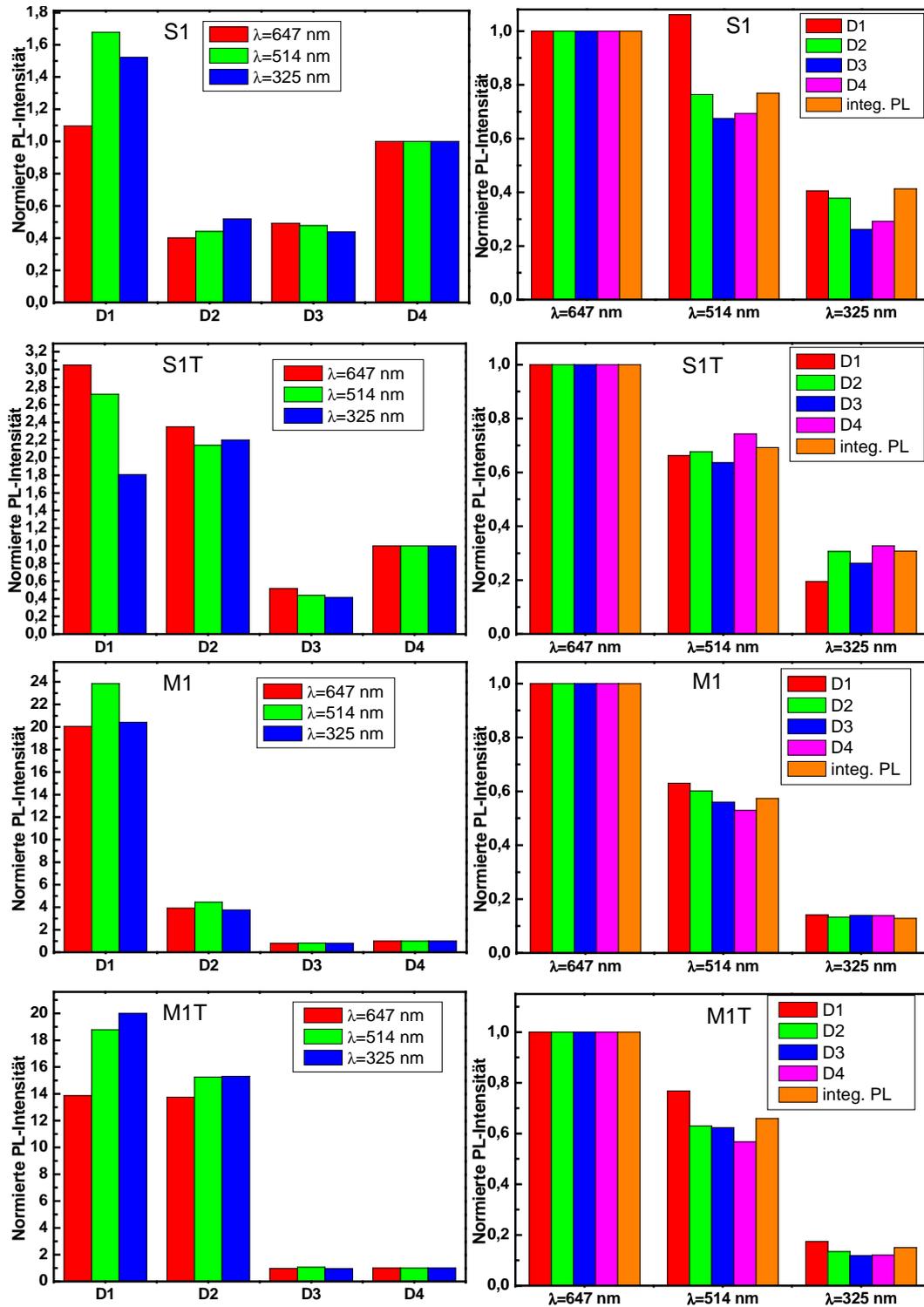


Abbildung 5.8: PL-Intensität der Spektren der Probenzustände s1, s1T, M1 und M1T, aufgenommen bei einer Temperatur  $T=4,2$  K unter Anregung verschiedener Wellenlängen und einer Leistung von 3 mW

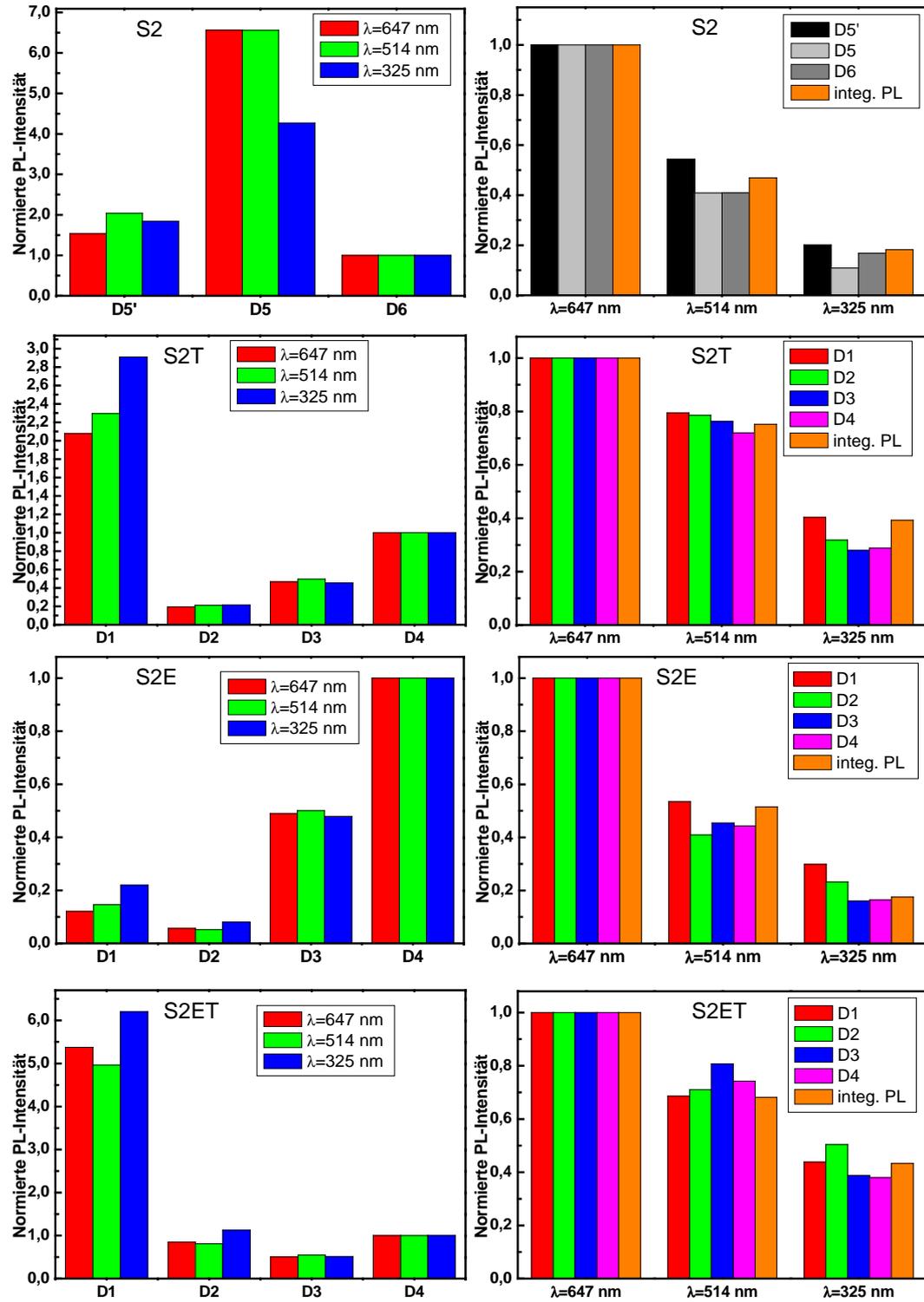


Abbildung 5.9: PL-Intensität der Spektren der Probenzustände s2, s2T, s2E und s2ET, aufgenommen bei einer Temperatur  $T=4,2$  K unter Anregung verschiedener Wellenlängen und einer Leistung von 3 mW

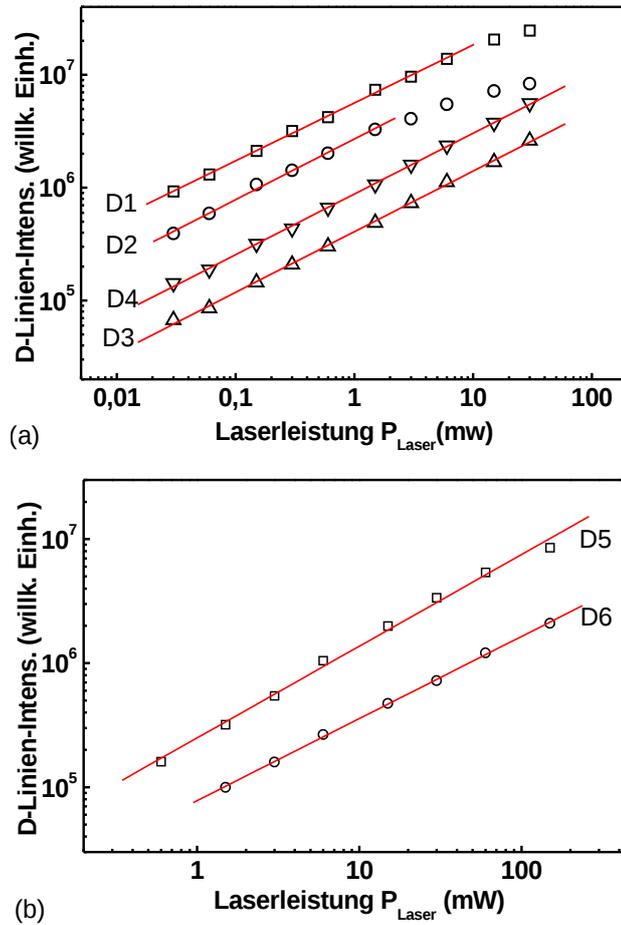
schaulichen. In den rechten Abbildungen sind die Intensitäten auf die Werte bei der Anregung mittels der 647,1 nm Linie normiert, um die Änderungen der Intensitäten beim Wechsel der Anregungswellenlänge zu visualisieren. Es ist ersichtlich, dass die integrale PL-Intensität mit Verringerung der Anregungswellenlänge bei gleicher Anregungsleistung absinkt. So beträgt sie für die auf Einfachgleitung orientierten Probenzustände bei Anregung mit der 514,5 nm Linie 70-80 % bzw. bei Anregung mit der 325 nm Linie 30-40 % des Wertes bei Anregung mit der 647,1 nm Linie. Bei den Probenzuständen M1 bzw. M1T reduzieren sich die Werte auf 60 % (514,5 nm) bzw. 15 %. Die Ursache liegt im Wesentlichen an der höheren Photonenenergie des kurzwelligeren Lichts und der damit geringeren Photonenflussdichte bei gleicher Leistung. So beträgt die Photonenflussdichte nur noch ca. 80 % (514,5 nm Linie) bzw. 50 % (325 nm Linie) des Wertes der 647,1 nm Linie. Die geringere Eindringtiefe des kurzwelligeren Lichts (siehe Tabelle 3.2) spielt daher nur eine untergeordnete Rolle für die reduzierte Intensität.

Weiterhin fällt auf, dass für alle Probenzustände außer M1 und M1T die Intensität der D3-Linie etwa 40 bis 50 % der D4-Intensität beträgt, unabhängig von der Anregungswellenlänge. Beim Intensitätsverhältnis der D1- zur D4-Linie ist kein klarer Trend erkennbar. Während es für die Probenzustände S1, M1T, S2T und S2E beim Übergang zu kürzeren Anregungswellenlängen ansteigt, hat die Anregungswellenlänge bei den Zuständen M1 und S2ET keinen merklichen Einfluss. Beim Probenzustand S1T ist dagegen eine Abnahme des Intensitätsverhältnisses beim Übergang zu kürzeren Anregungswellenlängen zu beobachten. Das Intensitätsverhältnis der D2- zur D4-Linie zeigt für die verschiedenen Probenzustände keine Abhängigkeit von der Anregungswellenlänge.

Über PL-Untersuchungen an plastisch verformtem Silizium mit verschiedenen Anregungswellenlängen wurde auch schon von SUEZAWA [48] und SAUER [2] berichtet. Jedoch wurden in diesen Arbeiten andere Anregungswellenlängen verglichen: In [48] zeigte sich, dass die Intensität der Linien D1 und D2 bei Anregung mit einer Wellenlänge von 488 nm deutlich größer ist im Vergleich zur Anregung mittels der Wellenlänge von 1  $\mu\text{m}$ . SAUER beobachtete ebenfalls eine Erhöhung der D1- und D2-Intensität beim Wechsel der Anregungswellenlänge von 1064 nm (Nd:YAG Laser) zu 647 nm (Kr Laser).

### 5.3.1.3 Einfluss der Anregungsleistung auf die integrale PL-Intensität

Abbildung 5.10 zeigt die Abhängigkeit der absoluten Intensitäten der D-Linien von der Anregungsleistung für die Probenzustände S1 (a) und S2 (b). In doppelt-logarithmischer Darstellung sind für alle D-Linien lineare Verläufe beobachtbar. Daraus lässt sich eine Abhängigkeit der PL-Intensität  $I$  von der Anregungsleistung  $P$  folgender



**Abbildung 5.10:** PL-Intensität in Abhängigkeit der Anregungsleistung für die Probenzustände s1 (a) und s2 (b), Messtemperatur  $T=4,2$  K

Form ableiten:

$$I_{PL}(P) = I_0 \cdot P^m \quad (5.1)$$

Die Anpassungen liefern für den Exponenten  $m$  Werte  $< 1$  für alle D-Linien und somit eine sublineare Abhängigkeit der PL-Intensität von der Anregungsleistung. Die einzelnen Werte für  $m$  sind in Tabelle 5.11 aufgelistet. Die Linien D1 - D4 haben einen nahezu identischen Exponenten. Jedoch ist anzumerken, dass für die Linien D1 und D2 oberhalb einer Anregungsleistung von 10 mW (entspricht einer Leistungsdichte von  $1 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$ ) eine Sättigung der PL-Intensität einsetzt und somit der Anstieg in der Abbildung abflacht. Der Effekt ist bei der D2-Linie stärker ausgeprägt als bei der D1-Linie. Bei hohen Anregungsleistungen erhöht sich der relative Anteil der Linien D3 und D4 an der Gesamtintensität. Weitere Untersuchungen haben gezeigt, dass

**Tabelle 5.11:** Werte für den Exponenten  $m$  der Abhängigkeit der D-Linien-Intensität von der Anregungsleistung

	D1	D2	D3	D4
$m$	$0,51 \pm 0,01$	$0,54 \pm 0,02$	$0,54 \pm 0,01$	$0,54 \pm 0,01$
	D5	D6		
$m$	$0,74 \pm 0,02$	$0,66 \pm 0,01$		

auch beim Probenzustand M1, dessen Spektrum durch die D1-Linie dominiert wird, eine Sättigung der D1- bzw. D2-Intensität bei hohen Anregungsleistungen auftritt. Daher kann eine die Rekombinationszentrendichte übersteigende Anregungsdichte als Ursache der zunehmenden Sättigung der D1- bzw. D2-Intensität bei Anregungsleistungen oberhalb von 10 mW ausgeschlossen werden.

Sublineare Abhängigkeiten der D-Linien-Intensität von der Anregungsleistung für die Linien D1 bis D4 wurden auch schon von DROZDOV et al. [72] und SUEZAWA [48] beobachtet. In [72] konnten Werte für  $m$  im Bereich von 0,33 bis 0,5 ermittelt werden. Die Sättigung der D1- und D2-Intensität wurde bereits von WERONEK [32] bei laseraufgeschmolzenen Siliziumproben nachgewiesen.

Eine sublineare Abhängigkeit der PL-Intensität von der Anregungsleistung wurde von SAUER [50] in zweistufenverformten Siliziumproben berichtet, jedoch mit Beschränkung auf die elf verschiedenen Lumineszenzlinien, die mit ihren Phononenrepliken die D5- bzw. D5'-Rekombination bilden. Eine Aussage zur D6-Linie findet sich in [50] nicht.

SCHMIDT et al. [73] berechneten die Abhängigkeit der Lumineszenzintensität von der Anregungsleistung für verschiedene Lumineszenzübergänge. Unter der Annahme konstanter Konzentration neutraler Donatoren und Akzeptoren sowie dominanter exzitoniccher Rekombination ergaben sich eine wurzelförmige Abhängigkeit der Dichte freier Ladungsträger von der Anregungsleistung und somit sublineare Abhängigkeiten für die Rekombination eines freien Elektrons und eines neutralen Akzeptors bzw. eines freien Lochs und eines neutralen Donators. Ist die Dichte neutraler Störstellen anregungsabhängig (z.B. durch Photoneutralisation), ergibt sich eine sublineare Abhängigkeit von der Anregungsleistung für die Lumineszenz eines Donator-Akzeptor-Übergangs.

Das Modell von GRIESHABER et al. [74] setzt zwei konkurrierende Rekombinationsprozesse voraus, wovon einer ein bandkantennaher Übergang und einer eine Rekombination über tiefe Störstellen in der Bandlücke sein soll. Im Fall hoher Anregungsdichten sättigt die Dichte besetzter tiefer Störstellen. Aufgrund der wurzelförmigen Abhängigkeit freier Ladungsträger von der Anregungsdichte und der konstanten Dichte besetzter tiefer Störstellen ergibt sich auch eine wurzelförmige Abhängigkeit für die Intensität des Lumineszenzübergangs.

### 5.3.1.4 Temperaturabhängigkeit der D-Linien-Lumineszenz

Abbildung 5.12 zeigt die Abhängigkeit der D-Linien-Intensität von der Temperatur für die Probenzustände s1 und s2. Man erkennt, dass für alle D-Linien die Intensität mit steigender Temperatur abnimmt. Während im Zustand s1 für die D1-Linie [Teilabbildung(a)] die Intensitätsabnahme im Temperaturbereich bis 20 K moderat ausfällt, ist sie bei den anderen D-Linien [Teilabbildungen (a) und (b)] deutlich stärker ausgeprägt. Eine genauere Untersuchung zeigt, dass das Intensitätsverhältnis der Linien D3 und D4 im Gegensatz zum Intensitätsverhältnis der Linien D1 und D2 im Wesentlichen temperaturunabhängig ist. Für den Zustand s2 [Teilabbildung(d)] kann auch beobachtet werden, dass die D5-Intensität bis zu Temperaturen von 20 K nahezu stabil bleibt während die D6-Intensität bei tiefen Temperaturen bereits deutlich reduziert ist. Anzumerken ist noch, dass die Lumineszenz im Zustand s1 oberhalb einer Temperatur von 100 K durch den breiten Untergrund dominiert wird. Dessen Intensitätsabhängigkeit von der Temperatur wird daher auch untersucht [Teilabbildung(c)].

Die Anpassungen der Abhängigkeit der Intensität von der Temperatur erfolgten unter Annahme eines Dreiniveausystems, welches bereits in Kapitel 2.4.1 vorgestellt wurde, mit der Gleichung (2.12). Tabelle 5.13 zeigt die Parameterwerte für die Anpassungen in Abbildung 5.12.

Man erkennt, dass für alle D-Linien im Zustand s1 die Energieabstände  $E_1$  bzw.  $E_2$  mit ca. 5 meV bzw. 1 meV ungefähr gleich sind. Vergleicht man die Parameterwerte der Linien D3 und D4, sind im Rahmen des Fehlers keine Unterschiede feststellbar. Während die Werte für die Parameter  $g_1^*$  und  $E_1$  für die Linien D1 und D2 übereinstimmen, fallen  $g_2$  und  $E_2$  bei der D1-Linie kleiner aus. Jedoch ist anzumerken, dass im Gegensatz zur D2-Linie die Anpassung bei der D1-Linie für hohe Temperaturen von den Messdaten stark abweicht [siehe Abbildung 5.12(a)]. SUEZAWA et al. [75] erhielten unter Verwendung eines Zweiniveausystems zur Anpassung der temperaturabhängigen D-Linien-Intensität Werte von 5 meV für den Energieabstand. SAUER et al. [2] nennen für die Werte des Energieabstands unter Verwendung eines Zweiniveausystems 1-2 meV (D2) bzw. 10 meV (D1).

Für den Probenzustand s2 liefert die Anpassung mit der Gleichung (2.12) für die Parameter  $g_1^*$  und  $E_1$  deutlich kleinere Fehler bei der D5-Bande im Vergleich zur D6-Linie, wo speziell der Wert für  $g_1^*$  sehr fehlerhaft und daher kritisch zu betrachten ist. Anpassungen mit anderen Modellen (z.B. Zweiniveausystem) liefern jedoch noch größere Abweichungen von den Messdaten. SAUER et al. [50] beschreiben die D5-Bande als Überlagerung von mindestens elf verschiedenen Linien und deren Phononenrepliken. Aus den Ergebnissen temperaturabhängiger Messungen geben sie eine Verdoppelung der Linienbreite bei  $T=25$  K im Vergleich zu  $T=2$  K an. Weiterhin nennen sie

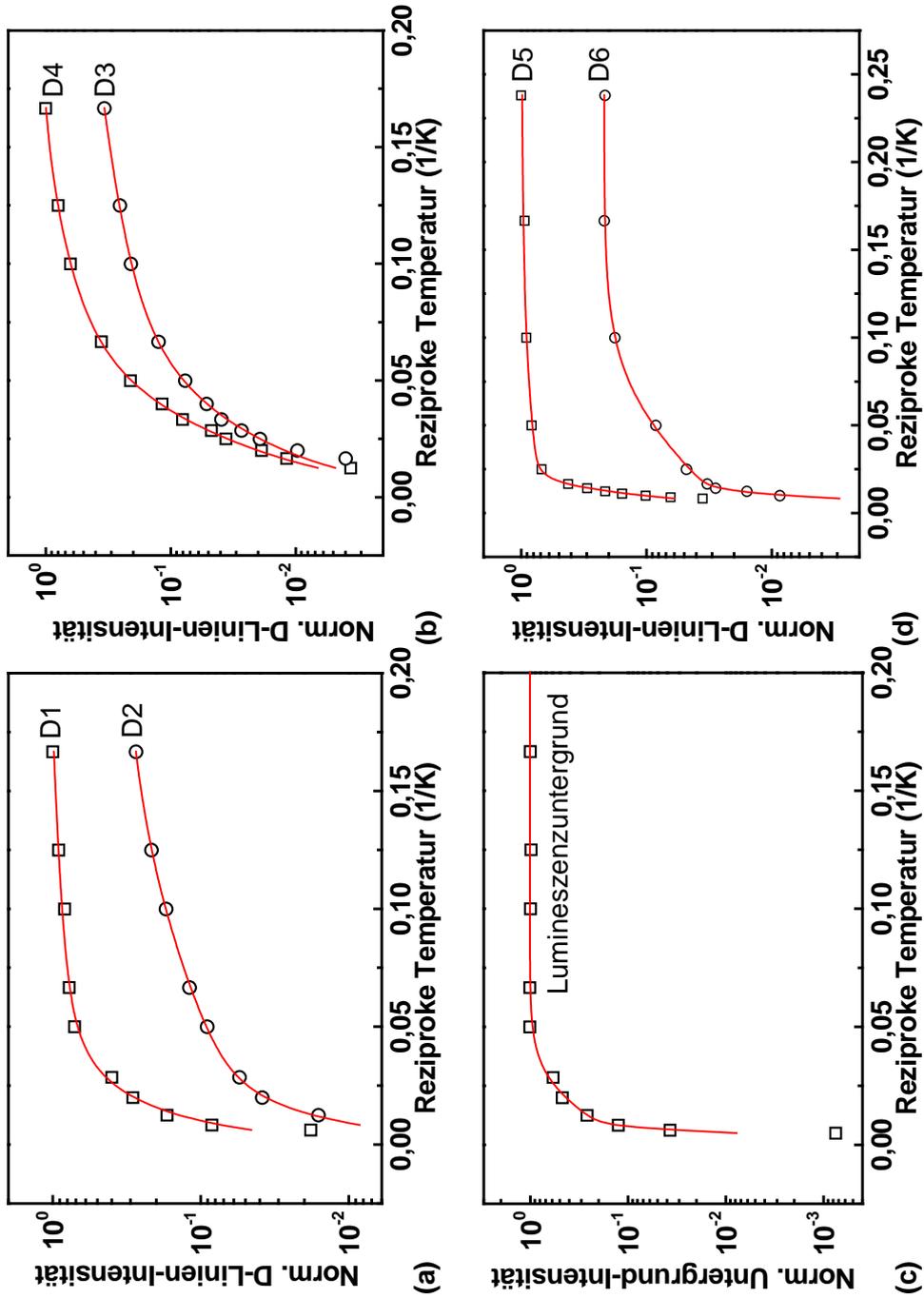


Abbildung 5.12: PL-Intensität in Abhängigkeit der Temperatur für die Probenzustände s1 [(a), (b) und (c)] und s2 (d), Anregungsleistung  $P=3$  mW

**Tabelle 5.13:** Parameterwerte für die Abhängigkeit der Intensität von der Temperatur

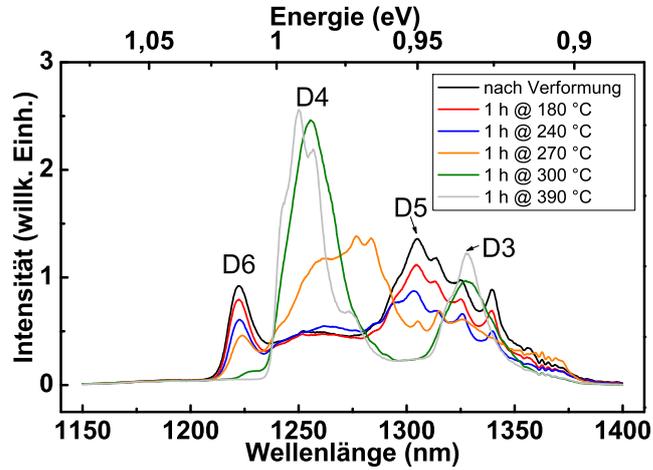
	D1	D2	D3	D4	Untergrund
$g_1^*$	$0,02 \pm 0,01$	$0,05 \pm 0,02$	$0,3 \pm 0,2$	$0,5 \pm 0,1$	$4,6 \pm 3,7$
$E_1$ (meV)	$3,1 \pm 1,4$	$6,6 \pm 2,1$	$3,3 \pm 1,1$	$5,2 \pm 0,5$	$80 \pm 10$
$g_2$	$1,2 \pm 0,3$	$7,3 \pm 0,4$	$6,3 \pm 2,1$	$7,7 \pm 1,3$	$10 \pm 3$
$E_2$ (meV)	$0,4 \pm 0,2$	$1,7 \pm 0,1$	$1,0 \pm 0,7$	$1,9 \pm 0,2$	$8,7 \pm 1,2$
	D5	D6			
$g_1^*$	$0,06 \pm 0,02$	$3 \pm 9$			
$E_1$ (meV)	$17,7 \pm 2,1$	$42 \pm 21$			
$g_2$	$0,5 \pm 0,1$	$9,8 \pm 1,2$			
$E_2$ (meV)	$1,3 \pm 0,4$	$3,2 \pm 0,2$			

eine Linienbreite von ca. 3 meV für  $T=4,2$  K. Sie geben jedoch keine weitere Auswertung an, mit der Begründung, dass die geringe thermische Verbreiterung (deutlich geringer als  $k_B \cdot T$ ) jedes Modell unter Beteiligung von Energiebändern ausschließen würde. Eine Vergrößerung der Linienbreite von 3 meV ( $T=2$  K) zu 6 meV ( $T=25$  K) ließe sich jedoch unter der Annahme der Überlagerung der temperaturabhängigen natürlichen Linienbreite (ca.  $1,7k_B \cdot T$ ) mit einer zusätzlichen temperaturunabhängigen Linienbreite gut beschreiben. Somit ist eine Auswertung mittels Gleichung (2.12) im Fall der D5-Bande sinnvoll. Aussagen zur Temperaturabhängigkeit der D6-Linie wurden bisher nicht veröffentlicht.

Für den Lumineszenzuntergrund ergeben sich im Rahmen der Anpassung deutlich größere Werte für die Energieabstände im Vergleich zu den D-Linien, was mit der erst bei höheren Temperaturen einsetzenden Thermalisierung der Untergrundlumineszenz erklärt werden kann. Der Wert von 80 meV für  $E_2$  ist nahezu identisch mit den Ergebnissen von SUEZAWA et al. [75], welche unter Verwendung eines Zweiniveausystems einen Wert von 79 meV für den Energieabstand bestimmten.

### 5.3.1.5 Auslöschung der D6-Lumineszenz und Umwandlung der D5- in die D3- und D4-Lumineszenz

Folgend wird über die Ergebnisse der Auslöschung der D6-Lumineszenz und der Umwandlung der D5-Bande in die D3- und D4-Lumineszenz berichtet. Beide Linien sind im PL-Spektrum der Proben des Zustands s2 vorherrschend. Im Rahmen dieser Untersuchungen wurden die Proben einstündigen Behandlungen bis zu einer Temperatur von 390°C, beginnend bei 100°C, ausgesetzt. Ab einer Behandlungstemperatur von 150°C betrug die Temperaturdifferenz zwischen den einzelnen Schritten 30 K. In Abbildung 5.14 sind die PL-Spektren, gemessen nach den ausgewählten Behandlungsschritten, dargestellt. Das Ausgangsspektrum (nach der Verformung) wird, wie schon im Abschnitt 5.3.1 erwähnt, durch die Lumineszenz der D6-Linie und der



**Abbildung 5.14:** PL-Spektren für verschiedene isochrone Temperaturbehandlungen des Zustands s2, aufgenommen bei einer Temperatur von  $T=4,2$  K und einer Anregungsleistung von  $P=0,3$  mW

**Tabelle 5.15:** Übersicht der Linien der D5- und D6-Lumineszenz

Linienposition (meV)	Literaturwerte (meV) [2, 32, 50]	Zuordnung	sichtbar nach Behandlung bei (°C)
$925,0 \pm 1,0$	924,7	D5 <sup>1</sup>	nach Verf. - 240
$933,0 \pm 1,0$	935,0	D3 <sup>-</sup>	300 - 390
$935,0 \pm 1,0$	934,5	D5 <sup>2</sup>	nach Verf. - 270
$940,0 \pm 1,0$	941,0	D3 <sup>+</sup>	360 - 390
$943,0 \pm 1,0$	943,0	D5 <sup>3</sup>	nach Verf. - 270
$950,0 \pm 1,5$	948,3	D5 <sup>4</sup>	nach Verf. - 270
$959,0 \pm 1,5$	961,1	D5 <sup>3</sup>	240
$965,0 \pm 1,5$	966,8	D5 <sup>4</sup>	240 - 270
$972,0 \pm 1,0$	972,1	D5 <sup>5</sup> , D4 <sup>r</sup>	270, 330 - 390
$982,5 \pm 1,5$	981,1	D5 <sup>7</sup>	nach Verf. - 270
$986,0 \pm 1,0$	985,0	D5 <sup>8</sup> , D4 <sup>P</sup>	300 - 390
$990,5 \pm 1,5$	991,0	D4 <sup>-</sup>	nach Verf. - 240, 330 - 390
$997,5 \pm 1,0$	994,0	D4 <sup>+</sup>	360 - 390
$1014,0 \pm 1,0$	1012,6	D6	nach Verf. - 270

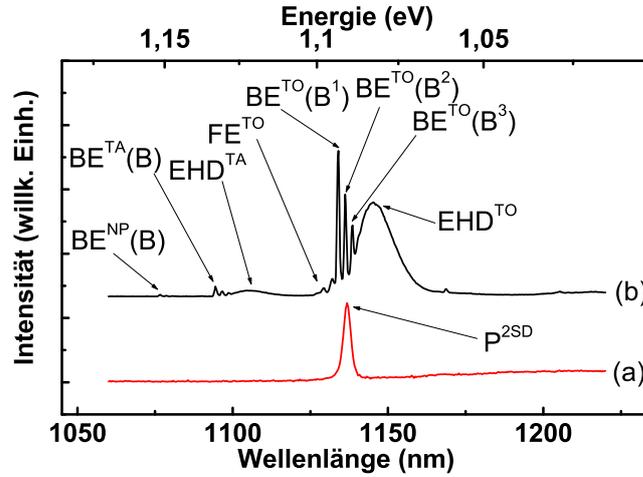
D5-Bande mit dem Intensitätsmaximum bei 950 meV dominiert. Die Temperaturbehandlungen bei den Temperaturen 100 bzw. 150°C führten zu keiner Änderung des PL-Spektrums und sind daher in Abbildung 5.14 nicht dargestellt. Nach dem Behandlungsschritt bei 180°C nimmt die Lumineszenzintensität überall mit Ausnahme des Bereichs 970 bis 1000 meV ab. Die Lagerung bei 210°C hat einen ähnlichen Einfluss auf das Lumineszenzspektrum wie die vorherige Behandlung und daher ist das zugehörige PL-Spektrum nicht abgebildet. Die Behandlung bei 240°C führt zu einer weiteren Abnahme der Intensität mit Ausnahme des bereits genannten Spektralbereichs. Der nächste Temperaturschritt ändert das PL-Spektrum drastisch. Die Maximalintensität liegt nun bei ca. 970 meV und ehemalige Maximum der D5-Bande bei ca. 950 meV ist nahezu verschwunden. Die Intensität D6-Linie nimmt kontinuierlich ab. Das Lumineszenzspektrum nach der Behandlung bei 300°C ähnelt schon sehr dem des Probenzustands s1: zwei dominante Lumineszenzbanden, deren spektrale Lage sich in der Nähe der Linien D4 bzw. D3 befindet, sind erkennbar und die D6-Linie ist nahezu verschwunden. Durch die weiteren Temperaturschritte oberhalb von 300°C verringert sich die spektrale Breite der beiden Linien und ihre Position nähert sich den Gleichgewichtswerten für die Linien D3 und D4 an. Die Dublettstruktur der D3- und der D4-Linie wird ersichtlich.

In der Tabelle 5.15 sind alle Lumineszenzlinien, die vor und nach den einzelnen Behandlungsschritten in den PL-Spektren auftauchten, mit ihren spektralen Positionen aufgelistet. Anhand dieser werden sie bekannten Lumineszenzlinien aus der Literatur [2, 32, 50] zugeordnet. Eine Vielzahl der von SAUER et al. beobachteten Linien konnten nachgewiesen werden. Die von den Autoren gefundenen Ergebnisse zur Umwandlung der D5-Lumineszenz in die Lumineszenz der D3- und der D4-Linie und Auslöschung der D6-Linie konnten bestätigt werden.

### 5.3.2 Lumineszenz der P<sup>2SD</sup>-Linie

Im Abschnitt 5.3.1 wurde bereits erwähnt, dass in den PL-Spektren der Probenzustände s2 und s2E eine bisher nicht identifizierte Lumineszenzlinie auftaucht. In dieser Arbeit wird für diese Linie die Bezeichnung P<sup>2SD</sup> (**2** stage **d**eformed) eingeführt. Im Folgenden werden nun die Eigenschaften dieser Lumineszenzlinie untersucht.

Abbildung 5.16 zeigt die Lumineszenz der P<sup>2SD</sup>-Linie im Vergleich zur Lumineszenz des unverformten Ausgangsmaterials. Man erkennt, dass die P<sup>2SD</sup>-Linie mit ihrem Intensitätsmaximum bei ca. 1090 meV deutlich (ca. 3 meV) zu kleineren Energien verschoben ist im Vergleich zur TO-Phononenreplik des am Borakzeptor gebundenen Exzitons [BE<sup>TO</sup>(B<sup>1</sup>)]. Weiterhin konnte durch PL-Messungen mit hoher Auflösung gezeigt werden, dass die P<sup>2SD</sup>-Linie keine Feinstruktur und eine minimale Halbwertsbreite von ca. 2,5 meV besitzt. Im Gegensatz dazu ist die Halbwertsbreite



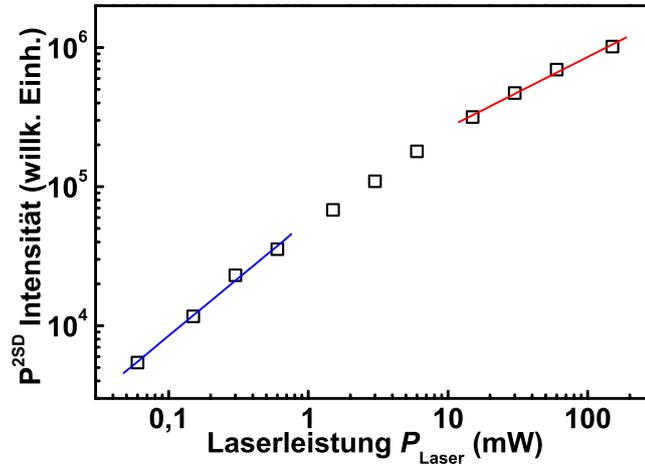
**Abbildung 5.16:** PL-Spektrum mit der  $P^{2SD}$ -Linie des Probenzustandes s2E (a) und des unverformten Ausgangsmaterials (b)

des  $BE^{TO}(B^1)$ -Signals deutlich kleiner (in diesem Fall begrenzt durch die spektrale Auflösung der Apparatur) und das  $BE^{TO}(B^1)$ -Signal wird von Multiexzitonlinien [ $BE^{TO}(B^2)$  und  $BE^{TO}(B^3)$ ] begleitet.

Ein weiterer Unterschied zur Lumineszenz gebundener Exzitonen besteht darin, dass keine Phononenrepliken der  $P^{2SD}$ -Linie beobachtet wurden. Eigene PL-Messungen an zweistufig verformten Proben mit Phosphordotierung konnten die  $P^{2SD}$ -Linie an der identischen spektralen Position wie in den Probenzuständen s2 und s2E nachweisen. Daher kann man ableiten, dass die Art der flachen Dotierung keinen Einfluss auf die Linienposition der  $P^{2SD}$ -Linie hat.

### 5.3.2.1 Einfluss der Anregungsleistung auf die integrale Intensität der $P^{2SD}$ -Linie

In Abbildung 5.17 ist die Intensität der  $P^{2SD}$ -Linie in Abhängigkeit der Anregungsleistung des Lasers dargestellt. Man erkennt in der doppelt-logarithmischen Darstellung, dass es sich dabei um eine sublineare Abhängigkeit handelt. Zusätzlich schwächt sich ab einer Anregungsleistung von ca. 10 mW die Zunahme der  $P^{2SD}$ -Linienintensität bei wachsender Anregungsleistung ab. Anpassungen nach Gleichung (5.1) liefern für den Exponenten  $m$  Werte von ca. 0,5 (für hohe Anregungsleistungen im Bereich der Sättigung, rot) bzw. ca. 0,8 (für kleine Anregungsleistungen bis 1 mW, blau). Durch die Variation der Anregungsleistung treten keine wesentlichen Änderungen der Linienform der  $P^{2SD}$ -Linie auf. Die Halbwertsbreite vergrößert sich leicht von 2,6 meV ( $P=60 \mu\text{W}$ ) auf 2,8 meV ( $P=150 \text{ mW}$ ).



**Abbildung 5.17:**  $P^{\text{2SD}}$ -Linienintensität in Abhängigkeit der Anregungsleistung für den Probenzustand s2E

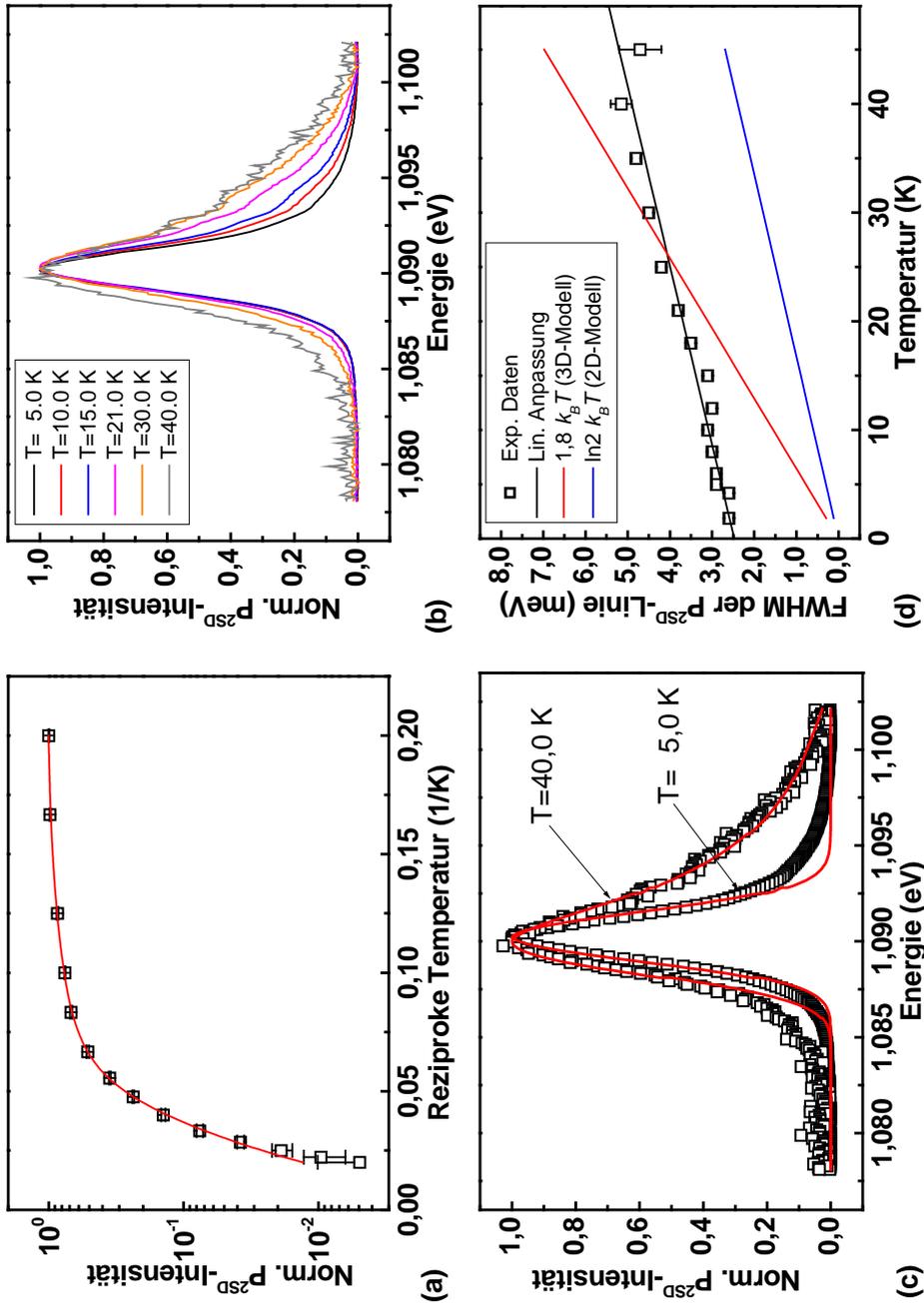
**Tabelle 5.18:** Parameterwerte für die Abhängigkeit der Lumineszenzintensität der  $P^{\text{2SD}}$ -Linie von der Temperatur

$g_1^*$	$E_1$ (meV)	$g_2$	$E_2$ (meV)
$1,1 \pm 0,3$	$6,8 \pm 0,7$	$2,9 \pm 0,9$	$1,8 \pm 0,3$

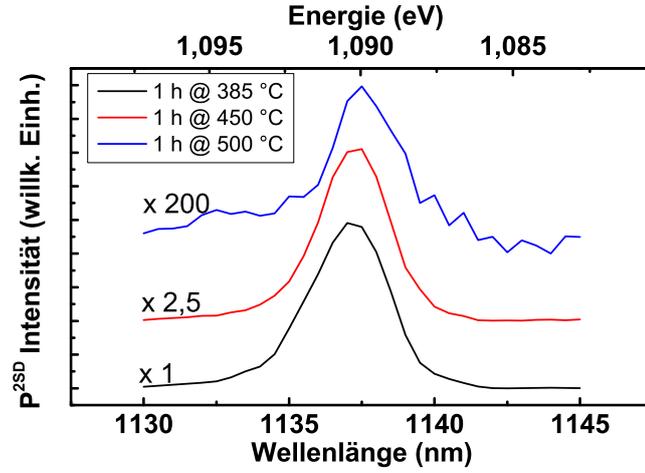
### 5.3.2.2 Temperaturabhängigkeit der $P^{\text{2SD}}$ -Linie

Abbildung 5.19(a) zeigt die Temperaturabhängigkeit der Intensität der  $P^{\text{2SD}}$ -Linie. Im Temperaturbereich bis 15 K ist nur eine geringe Abnahme der Lumineszenzintensität zu beobachten. Dieser Abfall verstärkt sich zusehends mit einer weiteren Erhöhung der Temperatur. Oberhalb einer Probentemperatur von ca. 50 K ist keine Intensität der  $P^{\text{2SD}}$ -Linie mehr nachweisbar. Die Anpassung in Abbildung 5.19(a) erfolgte mithilfe der Gleichung (2.12). In der Tabelle 5.18 sind die Parameterwerte für die beste Anpassung aufgelistet. Die Energieabstände der angeregten Zustände sind mit 1,8 bzw. 6,8 meV gering.

Eine Erhöhung der Probentemperatur führt auch zu einer Änderung der Linienform der  $P^{\text{2SD}}$ -Linie, wie man in Abbildung 5.19(b) erkennen kann: Während sie bei einer Temperatur von 5 K noch nahezu symmetrisch ist, bildet sich mit zunehmender Temperatur eine Schulter auf der energetisch höher liegenden Seite aus. Eine mögliche Anpassung könnte durch eine Überlagerung der Linienform des freien Exzitons [siehe Gleichung (2.8)] mit einer GAUSSförmigen Verbreiterung erfolgen. Jedoch zeigt sich [siehe Abbildung 5.19(d)], dass oberhalb einer Temperatur von 30 K die Halbwertsbreite der  $P^{\text{2SD}}$ -Linie geringer ist als die der FE-Lumineszenz (ca.  $1,8 \cdot k_B \cdot T$ ). Somit wird eine alternative Anpassung unter der Annahme einer zweidimensionalen



**Abbildung 5.19:** (a) Abhängigkeit der Intensität der P<sup>2SD</sup>-Linie von der Proben temperatur, (b) Linienform der P<sup>2SD</sup>-Linie in Abhängigkeit der Proben temperatur, (c) Anpassungen der Linienform für ausgewählte Messtemperaturen und (d) Linienbreite der P<sup>2SD</sup>-Linie in Abhängigkeit der Proben temperatur für den Probenzustand s2E



**Abbildung 5.20:** Einfluss der Ausheiltemperatur auf die Intensität der  $P^{2SD}$ -Linie für den Probenzustand s2E

Zustandsdichte versucht:

$$I_{PL}(E) \propto \Theta(E - E_0) \cdot \exp\left(-\frac{E - E_0}{k_B \cdot T}\right) \quad (5.2)$$

Dabei stellen  $\Theta$  die Sprungfunktion und  $E_0$  die Übergangsenergie der  $P^{2SD}$ -Linie dar. Die Halbwertsbreite dieser Linienform beträgt  $\ln 2 \cdot k_B \cdot T$  und ist auch in Abbildung 5.19(d) dargestellt. Eine lineare Anpassung der Abhängigkeit der Linienbreite der  $P^{2SD}$ -Linie von der Temperatur liefert einen zu  $\ln 2 \cdot k_B$  identischen Anstieg. Das vorgeschlagene Modell kann die Änderung der Halbwertsbreite in Abhängigkeit der Temperatur gut beschreiben. Auch eine Anpassung der Linienform der  $P^{2SD}$ -Linie durch eine Überlagerung der Gleichung (5.2) mit einer GAUSSförmigen Verbreiterung liefert gute Ergebnisse. Abbildung 5.19(c) zeigt diese beispielhaft für die Temperaturen 5 bzw. 40 K. Die Abweichungen der Anpassung von der Messkurve für die Temperatur von 40 K auf der energetisch niedriger liegenden Seite lassen sich mit dem geringeren Signal-Rausch-Verhältnis und der damit schlechteren Korrektur der Untergrundlumineszenzintensität im Vergleich zur Messkurve bei 5 K erklären.

### 5.3.2.3 Einfluss der Temperaturbehandlung auf die Intensität der $P^{2SD}$ -Linie

Aus Abbildung 5.4 des Abschnitts 5.3 ist ersichtlich, dass die  $P^{2SD}$ -Linie in den PL-Spektren der Probenzustände s2T und s2ET im Gegensatz zu den PL-Spektren der Probenzustände s2 und s2E nicht mehr vorhanden ist. Im Folgenden soll nun der Einfluss einer Temperaturbehandlung auf die Intensität der  $P^{2SD}$ -Linie genauer un-

tersucht werden.

Abbildung 5.20 zeigt den Einfluss der Temperaturbehandlung auf die Intensität der  $P^{2SD}$ -Linie. Eine einstündige Temperaturbehandlung bei 450 °C führt bereits zu einer deutlichen Reduktion der Intensität der  $P^{2SD}$ -Linie auf ca. 40 % des Ausgangswertes. Lässt man dieser eine weitere Temperaturbehandlung von 1 h Dauer bei 500 °C folgen, ist die  $P^{2SD}$ -Linie nahezu verschwunden (Restintensität ca. 5 Promille).

Im Rahmen der Untersuchungen zur Umwandlung der D5-Lumineszenz in die D3- und D4-Linie sowie zur Auslöschung der D6-Lumineszenz an Proben des Zustands s2 (Kapitel 5.3.1.5) konnte auch das Verhalten der Intensität der  $P^{2SD}$ -Linie auf einstündige Temperaturbehandlungen im Bereich bis 390 °C charakterisiert werden. Dabei zeigte sich, dass Temperaturbehandlungen bis zu einer Temperatur von 300 °C nur einen geringen Abfall der Intensität der  $P^{2SD}$ -Linie hervorrufen. So beträgt die Intensität der  $P^{2SD}$ -Linie nach der Behandlung bei 300 °C noch ca. zwei Drittel des Ausgangswertes. Die weiteren Behandlungen oberhalb von 300 °C führen zu einer verstärkten schrittweisen Reduktion der Lumineszenzintensität. Nach der Behandlung bei 390 °C betrug die Intensität der  $P^{2SD}$ -Linie noch ca. 25 % der Ausgangsstärke.

Eine weitere quantitative Auswertung war nicht möglich. Festzuhalten bleibt, dass keine der Temperaturbehandlungen zu einer Zunahme der Intensität der  $P^{2SD}$ -Linie führte. Genauer gesagt, haben Behandlungen im Bereich bis 300 °C keinen bzw. nur geringen Einfluss auf die Intensität der  $P^{2SD}$ -Linie. Oberhalb von 450 °C führen sie jedoch zu einem schnellen Ausheilen der  $P^{2SD}$ -Linie.

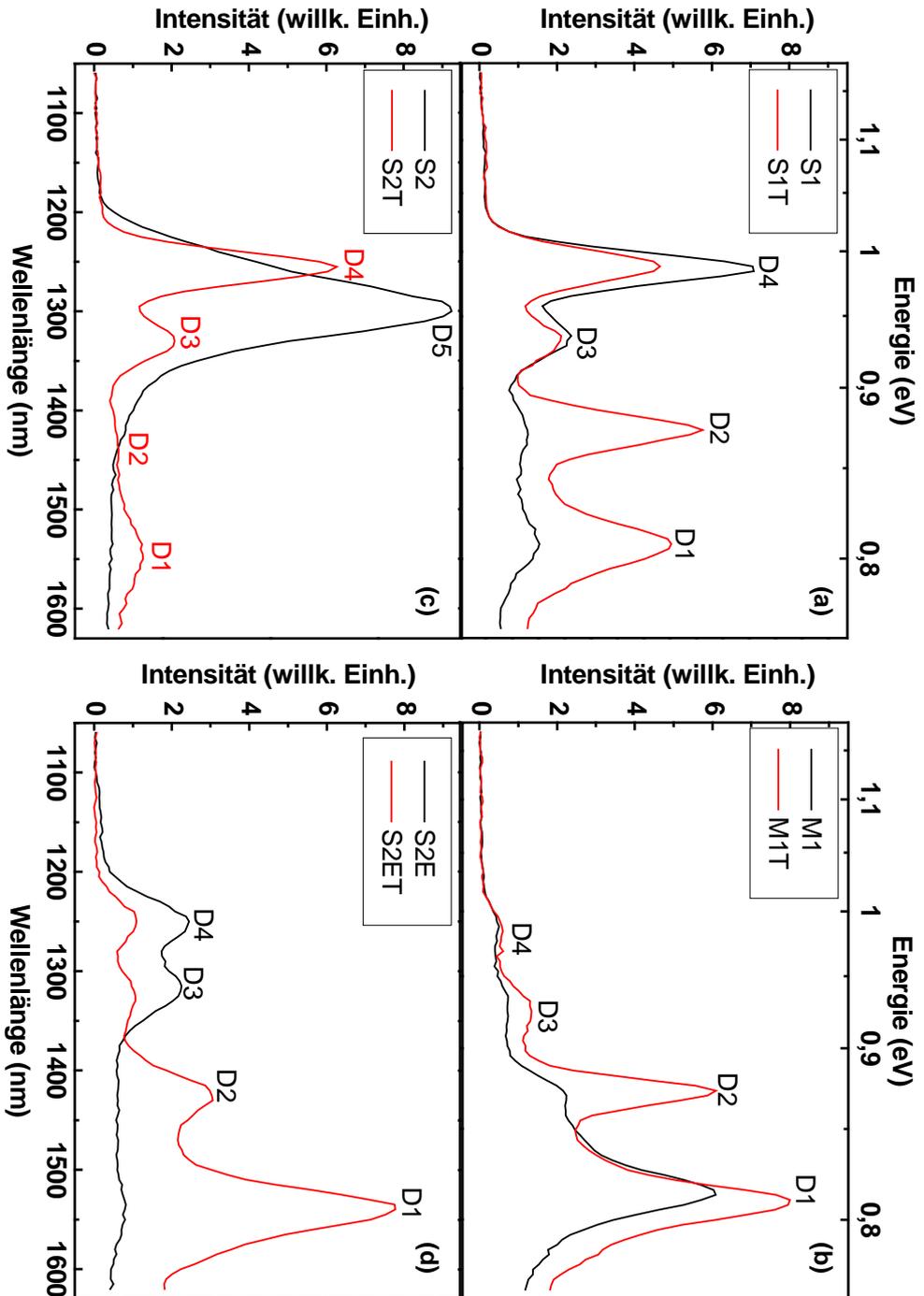
## 5.4 Ergebnisse der spektralen KL-Untersuchungen

### 5.4.1 D-Linien-Lumineszenz

#### 5.4.1.1 D-Linien-Lumineszenz bei fokussierter Elektronenstrahlanregung

In Abbildung 5.21 sind die KL-Spektren unter Anregung mittels fokussiertem Elektronenstrahl der verschiedenen Probenzustände vor und nach der Temperaturbehandlung von 6 h Dauer bei einer Temperatur von 850 °C dargestellt. Ein Vergleich mit den zugehörigen PL-Spektren (Abbildung 5.4) erlaubt folgende Aussagen:

- Die KL- und PL-Spektren sehen qualitativ ähnlich aus, jedoch sind die einzelnen D-Linien in den KL-Spektren deutlich breiter. Dies liegt an der deutlich geringeren spektralen Auflösung (34 nm bei den KL-Untersuchungen im Vergleich zu 1,6 nm bei den PL-Untersuchungen), welche durch die geringe KL-Intensität bedingt ist. Diese wiederum hat im Wesentlichen ihren Ursprung in dem kleinen Anregungsvolumen (ca. 4 bis 5 Größenordnungen kleiner als bei den PL-Untersuchungen).



**Abbildung 5.21:** KI-Spektren, aufgenommen bei einer Temperatur  $T=5$  K (Anzeigetemperatur) unter Anregung mittels fokussiertem Elektronenstrahl ( $U_B=20$  keV und  $I_{beam}=45$  nA), der verschiedenen Probenzustände

**Tabelle 5.22:** Intensitätsverhältnisse der D-Linien bei fokussierter Elektronenstrahlanregung (zum Vergleich die Werte aus den PL-Untersuchungen, vgl. Abbildungen 5.8 und 5.9)

		s1	s1T	M1	M1T	s2T	s2E	s2ET
KL	D1/D4	0,15	0,86	18,55	24,32	0,13	0,21	7,10
	D2/D4	0,05	0,95	3,85	16,52	0,01		0,98
	D3/D4	0,19	0,29	0,64	1,20	0,20	0,55	0,44
	int. Int. (norm. auf s2T)	1,21	1,83	1,29	1,85	1	0,79	1,68
PL	D1/D4	1,10	3,05	20,04	13,86	2,08	0,12	5,37
	D2/D4	0,40	2,35	3,92	13,74	0,19	0,06	0,85
	D3/D4	0,49	0,52	0,78	0,96	0,47	0,49	0,50
	int. Int. (norm. auf s2T)	0,46	0,86	6,98	4,66	1	1,68	3,05

- Linien, die in den PL-Spektren eine geringe Halbwertsbreite und moderate Intensität zeigen (z.B. die D1- und die D2-Linie im Zustand s1 oder die P<sup>2SD</sup>-Linie im Zustand s2E), haben aufgrund der geringen spektralen Auflösung der KL-Spektren eine viel geringere Linienhöhe und sind daher kaum (D1- und D2-Linie im Zustand s1) oder gar nicht (P<sup>2SD</sup>-Linie) nachweisbar.
- Die Linienpositionen der Linien D1 und D2 stimmen bei den KL-Spektren mit den Werten aus den PL-Messungen überein. Für die Linien D3 und D4 ist es schwierig eine Aussage zu treffen, da aufgrund der verringerten spektralen Auflösung im Fall der KL-Untersuchungen die Dublettstruktur der D3- und der D4-Linie für die auf Einfachleitung orientierten Probenzustände nicht nachweisbar ist. Für die Probenzustände M1 und M1T ist die KL-Intensität der D3- und der D4-Linie zu gering, um eine genaue Bestimmung der spektralen Linienpositionen beider Linien zu gewährleisten. Daher ist auch hier kein Vergleich der Linienpositionen mit den aus den PL-Messungen bestimmten Werten möglich.
- Die Intensitätsverhältnisse der D-Linien im Fall der KL-Anregung stimmen nur bedingt mit denen aus den PL-Messungen (siehe Tabelle 5.22) überein. So sind bei den Probenzuständen M1 und M1T die relativen Abweichungen sehr gering, bei den Probenzuständen s1 und s1T dagegen sehr stark. Betrachtet man ferner nur das Intensitätsverhältnis der Linien D1 und D2, gibt es eine gute Übereinstimmung zwischen den KL- und den PL-Ergebnissen. Eine Ursache für die z.T. sehr großen Abweichungen bei den Intensitätsverhältnissen liegt in der lokalen Variation der Intensität der D-Linien, welche später noch diskutiert wird. Somit müssen die Intensitätsverhältnisse der einzelnen D-Linien für ein KL-Spektrum, welches bei einer Vergrößerung von 1000 aufgenommen wurde (Die abgerasterte Fläche entspricht einem Probenbereich von 114 x 86  $\mu\text{m}^2$ .),

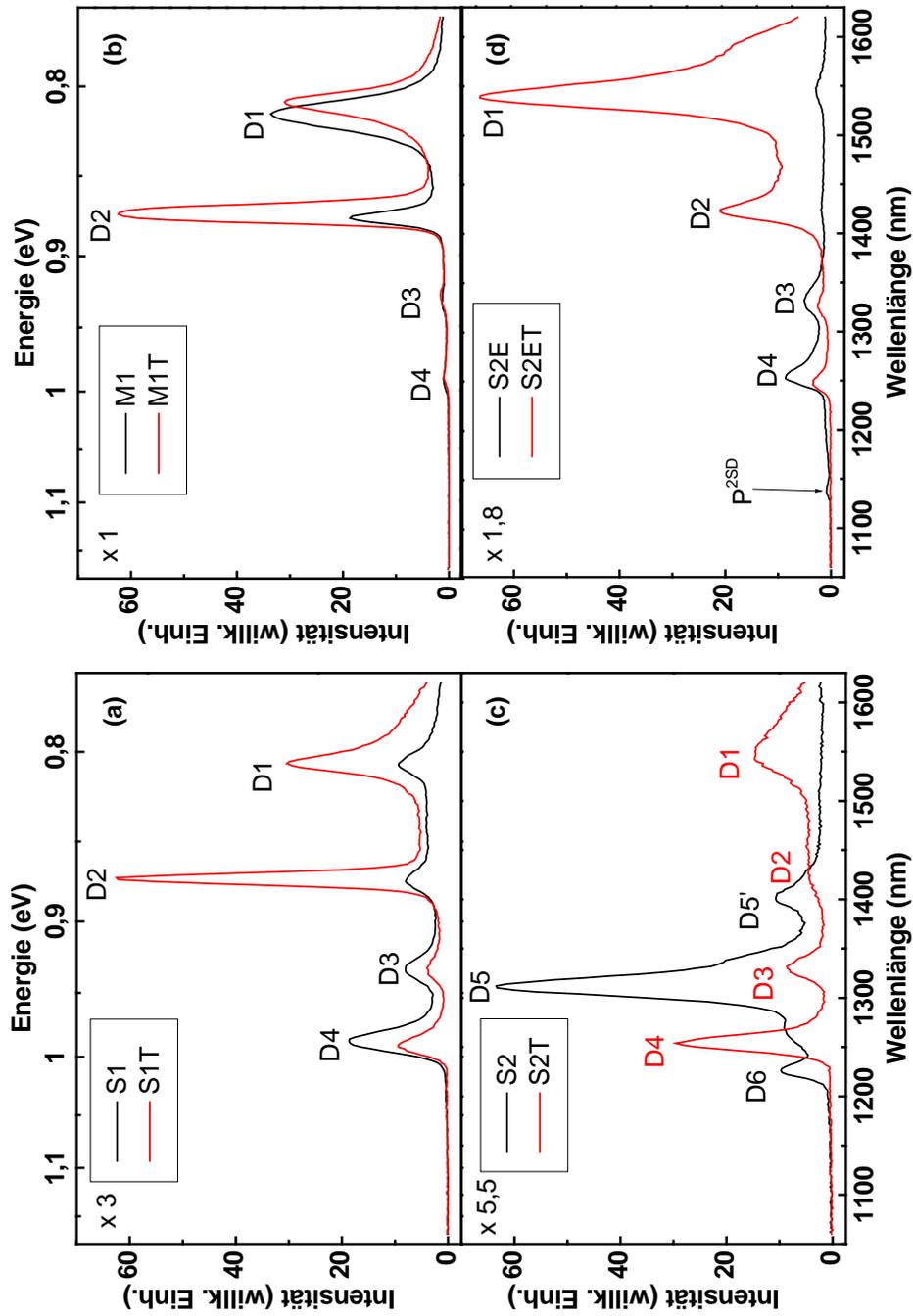
nicht mit den Intensitätsverhältnissen des über die gesamte Probe gemittelten Lumineszenzspektrums (wie im Fall der PL-Untersuchungen) übereinstimmen.

- Die in den PL-Spektren der Zustände s1 und s1T nachgewiesene Rekombination von an Phosphordotoren gebundenen Exzitonen sowie die EHD-Lumineszenz sind in den KL-Spektren nicht sichtbar. Grund ist auch hier die starke lokale Variation der Intensität dieser Lumineszenz. An anderen Probenpositionen konnten die BE- und EHD-Lumineszenz nachgewiesen werden.

#### 5.4.1.2 D-Linien-Lumineszenz bei defokussierter Elektronenstrahlanregung

Abbildung 5.23 zeigt die KL-Spektren unter Anregung mittels defokussiertem Elektronenstrahl der verschiedenen Probenzustände vor und nach der Temperaturbehandlung von 6 h Dauer bei einer Temperatur von 850 °C. Vergleichend mit den zugehörigen PL-Spektren (Abbildung 5.4) und den gerade besprochenen fokussierten KL-Spektren fällt auf:

- Die KL-Spektren der Untersuchungen mittels defokussierter Anregung ähneln ebenfalls den PL-Spektren. Die D-Linien sind deutlich schmaler im Vergleich zu den fokussierten KL-Spektren. Aufgrund des deutlich vergrößerten Anregungsvolumens (entspricht dem Zehntausend- bis Hunderttausendfachen des Volumens bei fokussierter Anregung) ist die integrale KL-Intensität höher und ermöglicht Messungen mit größerer spektraler Auflösung (in diesem Fall: 11,4 nm). Die spektrale Auflösung bestimmt für Linien mit geringer natürlicher Linienbreite (z.B. D2-Linie im Zustand s1T) deren Linienbreite.
- Die spektralen Positionen der D-Linien entsprechen im Wesentlichen denen der KL-Untersuchungen mit fokussiertem Elektronenstrahl.
- Im Gegensatz zur fokussierten Anregung sind für den Probenzustand s2 auch die D6-Linie und die D5'-Bande nachweisbar. Deren spektrale Lagen stimmen im Rahmen des Messfehlers mit den Werten aus den PL-Untersuchungen überein.
- Für die Intensitätsverhältnisse der D-Linien untereinander kann eine den Ergebnissen der Untersuchungen unter fokussierter Anregung vergleichbare Aussage getroffen werden: Die Intensitätsverhältnisse der D2- und D1-Linie sowie mit Abstrichen die Intensitätsverhältnisse der Linien D3 und D4 (siehe Tabelle 5.24) stimmen mit denen aus den PL-Untersuchungen überein. Dagegen gibt es bei den Intensitätsverhältnissen der D1- und D4-Linie bzw. der D2- und D4-Linie z.T. sehr starke Abweichungen.



**Abbildung 5.23:** KL-Spektren, aufgenommen bei einer Temperatur  $T \approx 5$  K unter Anregung mittels defokussiertem Elektronenstrahl ( $U_B = 20$  keV und  $I_{beam} = 45$  nA), der verschiedenen Probenzustände; alle Teilgrafiken haben die gleiche Skalierung der Intensität, der Faktor in jeder Grafik soll die Intensitätsverhältnisse zwischen den einzelnen Probenzuständen widerspiegeln

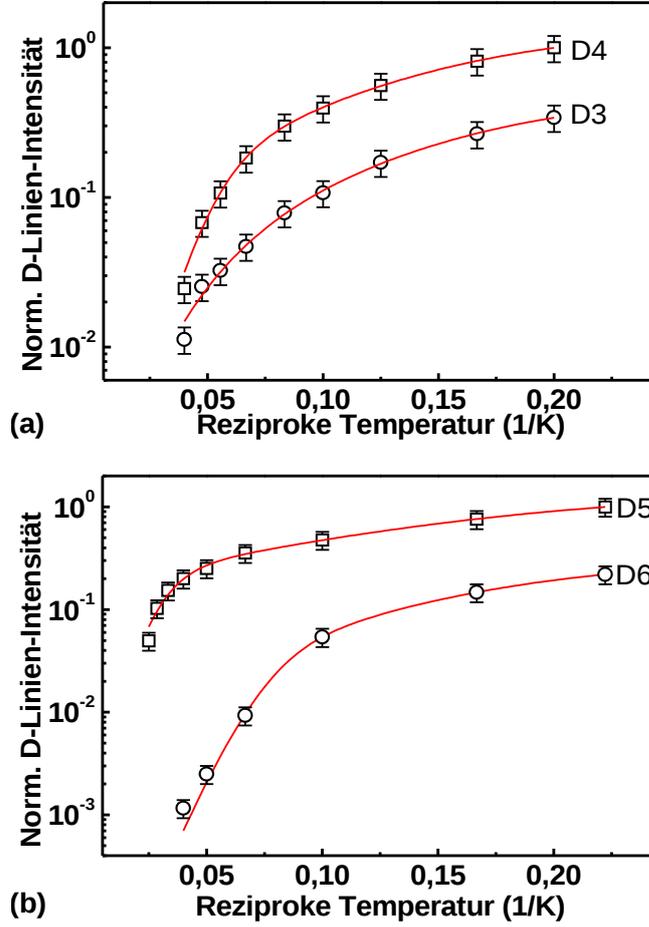
**Tabelle 5.24:** Intensitätsverhältnisse der D-Linien bei defokussierter Elektronenstrahlanregung (zum Vergleich die Werte aus den PL-Untersuchungen, vgl. Abbildungen 5.8 und 5.9)

		s1	s1T	m1	m1T	s2	s2T	s2E	s2ET
KL	D1/D4	0,36	3,10	48,65	43,43		1,02	0,35	25,67
	D2/D4	0,26	4,25	12,40	67,88		0,05	0,08	6,72
	D3/D4	0,33	0,36	0,60	1,00		0,29	0,53	0,52
	D5/D6					12,31			
	D5'/D6					1,40			
	integ. Intensität (norm. auf s2T)	1,33	2,23	4,24	6,12	1,35	1	1,14	5,48
PL	D1/D4	1,10	3,05	20,04	13,86		2,08	0,12	5,37
	D2/D4	0,40	2,35	3,92	13,74		0,19	0,06	0,85
	D3/D4	0,49	0,52	0,78	0,96		0,47	0,49	0,50
	D5/D6					6,56			
	D5'/D6					1,54			
	integ. Intensität (norm. auf s2T)	0,46	0,86	6,98	4,66	0,67	1	1,68	3,05

#### 5.4.1.3 Temperaturabhängigkeit der D-Linien-Lumineszenz

Aufgrund der deutlich größeren integralen KL-Intensität wurden die temperaturabhängigen KL-Messungen bei defokussierter Elektronenstrahlanregung durchgeführt. Die Temperaturen wurden im Bereich 4 bis 40 K variiert. Im Gegensatz zu den vorher präsentierten KL-Untersuchungen wurde hier zur Detektion der KL das PMT-Modul H10330B-45 verwendet.

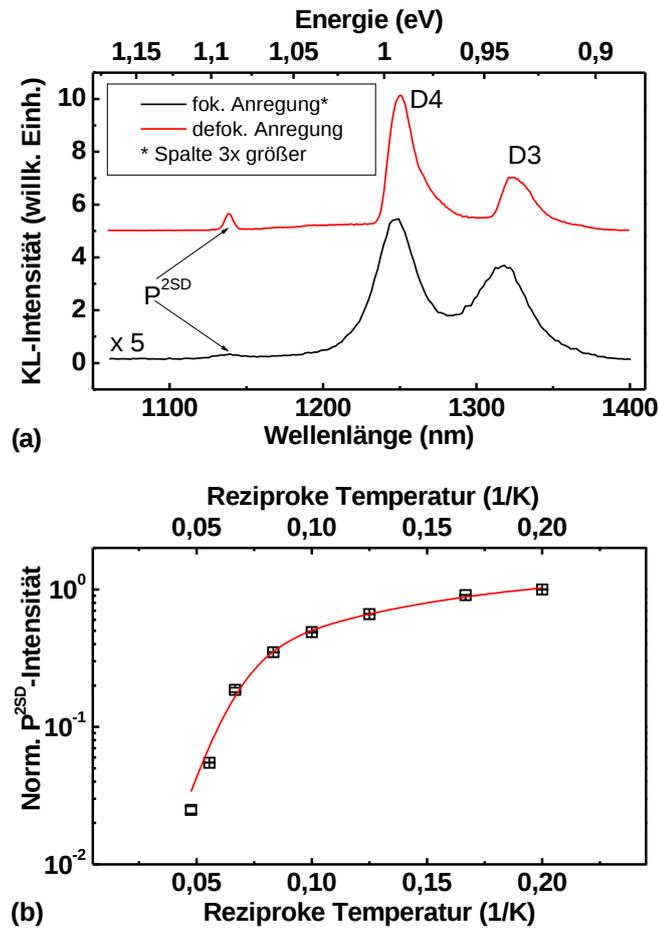
Abbildung 5.25 zeigt für die Probenzustände s2 und s2E die Abhängigkeit der D-Linien-Intensität von der Temperatur. Man erkennt, dass für alle Linien die Intensität mit steigender Temperatur kontinuierlich sinkt. Für die D6 Linie ist die Intensität für Temperaturen oberhalb von 25 K in der Größenordnung des Rauschens. Bei den anderen D-Linien lag die Intensität noch deutlich oberhalb des Rauschniveaus. Vergleicht man die Abbildung 5.25 mit den temperaturabhängigen PL-Messungen (Abbildung 5.12) zeigen sich ähnliche Verläufe. Es fällt aber auf, dass im Vergleich zu den PL-Untersuchungen bei den KL-Messungen das thermische Löschen der Lumineszenzintensität bei deutlich niedrigeren Temperaturen einsetzt. Die Anpassungen in Abbildung 5.25 wurden mittels der Gleichung (2.12) durchgeführt. Die erhaltenen Parameterwerte sind in Tabelle 5.26 dargestellt. Ein Vergleich mit den Werten aus den PL-Messungen (vgl. Tabelle 5.13) gibt für die Energieabstände gute Übereinstimmungen für die Linien D3 und D4. Für die D5-Bande stimmt der Wert für  $E_2$  auch überein. Der Wert für  $E_1$  ist im Fall der KL-Untersuchungen deutlich kleiner als bei den PL-Messungen, was sich mit den fehlenden Messpunkten oberhalb von 40 K erklären lässt. Die PL-Untersuchungen zeigen in diesem Temperaturbereich für die



**Abbildung 5.25:** KL-Intensität in Abhängigkeit von der Temperatur unter Anregung mittels defokussiertem Elektronenstrahl ( $U_B=20$  keV und  $I_{beam}=45$  nA) für die Probenzustände s2E (a) und s2 (b)

**Tabelle 5.26:** Parameterwerte für die Abhängigkeit der Intensität von der Temperatur unter Anregung mittels defokussiertem Elektronenstrahl

	D3	D4	D5	D6
$g_1$	$0,8 \pm 0,5$	$6,2 \pm 3,4$	$0,5 \pm 0,4$	$78 \pm 20$
$E_1$ (meV)	$3,1 \pm 1,1$	$6,7 \pm 1,0$	$7,5 \pm 2,4$	$6,8 \pm 0,3$
$g_2$	$16,6 \pm 5,7$	$15,2 \pm 1,6$	$7,1 \pm 0,6$	$23,8 \pm 0,9$
$E_2$ (meV)	$1,5 \pm 0,1$	$1,6 \pm 0,1$	$1,0 \pm 0,2$	$1,6 \pm 0,1$



**Abbildung 5.27:** Lumineszenz der  $P^{2SD}$ -Linie für den Probenzustand s2E bei fokussierter und defokussierter Elektronenstrahlanregung (a) sowie Temperaturabhängigkeit der Lumineszenzintensität der  $P^{2SD}$ -Linie (b)

Intensität der D5-Bande ein sehr starkes thermisches Löschen, was den großen Wert für  $E_1$  von 18 meV erklärt. Im Fall der KL-Messungen sind für die Linie D6 die Werte für beide Energieabstände kleiner. Als Ursache kann man die gleiche Erklärung wie bei der D5-Bande nennen.

#### 5.4.2 Lumineszenz der $P^{2SD}$ -Linie

Wie im vorherigen Kapitel erwähnt, konnte mittels der KL-Untersuchungen nur eine geringe Lumineszenzintensität der  $P^{2SD}$ -Linie nachgewiesen werden. Daher wurde für die weitergehenden Untersuchungen aufgrund seiner größeren Empfindlichkeit das PMT-Modul H10330B-45 zur Detektion der Lumineszenz verwendet. Abbildung 5.27(a) zeigt die Lumineszenz der  $P^{2SD}$ -Linie bei fokussierter und defokussierter Anregung. In letzterem Fall konnte aufgrund der höheren KL-Intensität die spektrale

**Tabelle 5.28:** Parameterwerte für die Abhängigkeit der Lumineszenzintensität der P<sup>2SD</sup>-Linie von der Temperatur bei defokussierter Elektronenstrahlanregung

$g_1^*$	$E_1$ (meV)	$g_2$	$E_2$ (meV)
$17,5 \pm 24,6$	$7,0 \pm 1,9$	$7,4 \pm 1,9$	$1,4 \pm 0,1$

Auflösung vergrößert werden, so dass die Lumineszenz der P<sup>2SD</sup>-Linie im Spektrum gut ersichtlich ist. Die höhere spektrale Auflösung ist auch an der geringeren Linienbreite der Linien D3 und D4 bei defokussierter Anregung erkennbar.

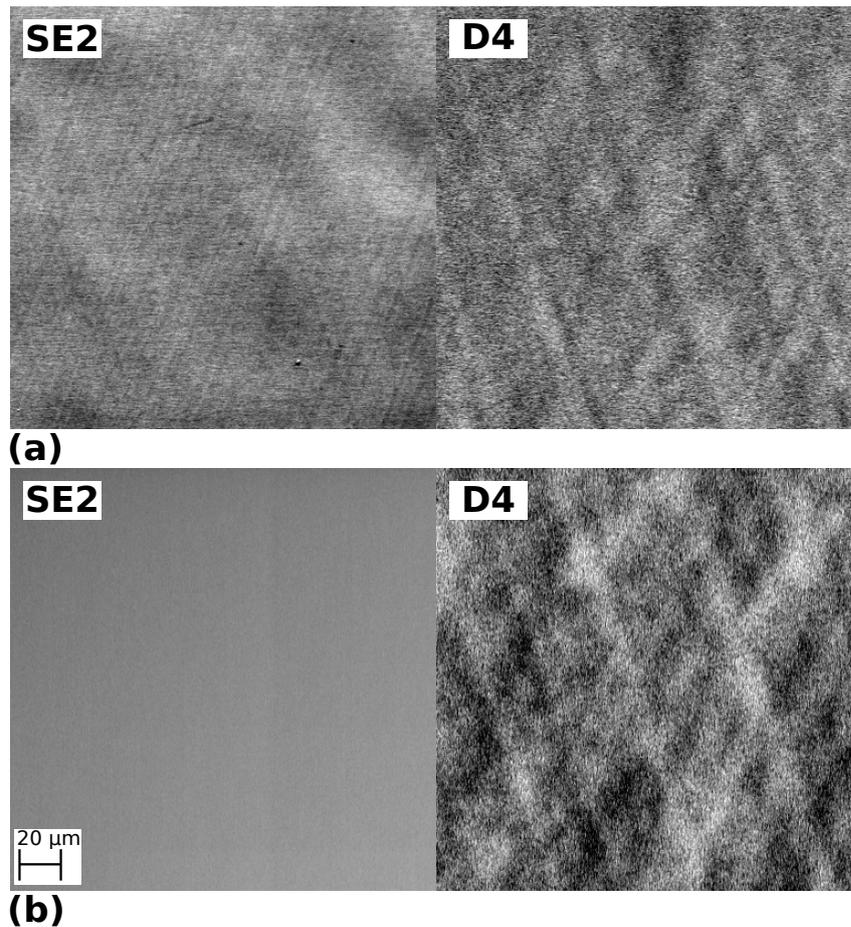
In Teilabbildung 5.27(b) ist die Abhängigkeit der Lumineszenzintensität der P<sup>2SD</sup>-Linie von der Temperatur als Ergebnis temperaturabhängiger Messungen bei defokussierter Anregung dargestellt. Man erkennt das stetige Absinken der Intensität mit steigender Temperatur und ein verstärktes thermisches Löschen oberhalb von 15 K. Daher ist die Lumineszenzintensität bei einer Temperatur von 25 K bereits auf die Signalstärke des Rauschniveaus abgefallen. Die Anpassung der Messdaten erfolgte mit Gleichung (2.12). Eine Auflistung der Werte für die beste Anpassung findet sich in Tabelle 5.28. Ein Vergleich mit den Werten aus den PL-Untersuchungen (Tabelle 5.18) zeigt eine gute Übereinstimmung für beide Energieabstände  $E_1$  und  $E_2$ . Betrachtet man die Werte für die Entartungsfaktoren, ist für  $g_2$  nur eine geringe Abweichung festzustellen. Dagegen zeigen sich beim Faktor  $g_1^*$  deutlich stärkere Unterschiede: Hier ist der KL-Wert eine Größenordnung höher als der zugehörige PL-Wert und außerdem sehr fehlerbehaftet.

Der bisherige Vergleich der Ergebnisse der PL-Untersuchungen mit denen aus den KL-Untersuchungen liefert eine gute Übereinstimmung. Die PL erlaubt Messungen mit höherer spektraler Auflösung und eignet sich daher besser zur Untersuchung der spektralen Lage und Feinstruktur von Lumineszenzlinien. Die KL, wie im Folgenden gezeigt wird, erlaubt eine hohe Ortsauflösung und eignet sich daher zur Untersuchung der lokalen Variation bzw. der Homogenität der Lumineszenzintensität.

## 5.5 Ergebnisse zur KL-Abbildung

### 5.5.1 Einfluss der Oberflächentopographie auf die lokale D-Linien-Lumineszenz

Abbildung 5.29 zeigt exemplarisch Sekundärelektronen- und monochromatische KL-Bilder jeweils einer Probenstelle für eine natürliche und eine polierte Probenoberfläche. In Teilabbildung(a) sind im Sekundärelektronenbild die Gleitlinien des PGS und des SGS erkennbar [vgl. Abbildung 5.3(d)]. Das zugehörige monochromatische KL-Bild zeigt ebenfalls zwei Systeme paralleler Linien, die die gleiche Orientierung



**Abbildung 5.29:** Einfluss der Oberflächentopographie auf die KL-Abbildung der D-Linien-Lumineszenz: (a) Sekundärelektronenbild und KL-Abbildung gleicher Stelle einer natürlichen Oberfläche sowie (b) Sekundärelektronenbild und KL-Bild gleicher Stelle einer polierten Oberfläche des Probenzustands s2E

wie die Gleitlinien aufweisen. Poliert man nach der Verformung die natürliche Oberfläche, so sind die Gleitlinien im Sekundärelektronenbild nicht mehr sichtbar [Teilabbildung(b)]. Betrachtet man jedoch das zugehörige monochromatische KL-Bild sind erneut zwei Systeme paralleler Linien erkennbar, die wiederum die Orientierung der Gleitlinien des PGS und des SGS aufweisen. Sowohl für die polierte als auch die natürliche Probenoberfläche ist in den monochromatischen KL-Bildern ein vergleichbarer Kontrast entlang der Gleitlinien erkennbar. Dieser hängt nicht von der Oberflächentopographie ab.

Im Folgenden werden nur noch ausschließlich natürliche Probenoberflächen Gegenstand der Untersuchung sein, da nur hier eine direkte Zuordnung des Kontrasts in den monochromatischen KL-Bildern mit den Gleitlinien in den zugehörigen Sekundär- bzw. Rückstreuerelektronenbildern möglich ist.

## 5.5.2 Korrelation der lokalen Gleitaktivität mit der lokalen Lumineszenz

### 5.5.2.1 Einfluss des Verformungszustandes auf die lokale D-Linien-Lumineszenz

Im Folgenden werden für die verschiedenen Probenzustände Rückstreuelektronenbilder und monochromatische KL-Bilder der D-Linien gegenübergestellt, um Aussagen zur Korrelation der lokalen Gleitaktivität mit der lokalen D-Linien-Lumineszenz zu treffen. Dabei ist anzumerken, dass die hier gezeigten monochromatischen KL-Bilder für jeweils einen Probenzustand nicht immer unter identischen Bedingungen aufgenommen werden konnten. So musste z. B. aufgrund der unterschiedlichen Intensitäten der einzelnen D-Linien der Helligkeitswert am PMT-Verstärker variiert werden. Die in den KL-Bildern auftretenden Grauwertvariationen werden durch lokale relative Schwankungen der KL-Intensität verursacht. Aussagen zu den absoluten Schwankungen der KL-Intensität finden sich im nächsten Kapitel.

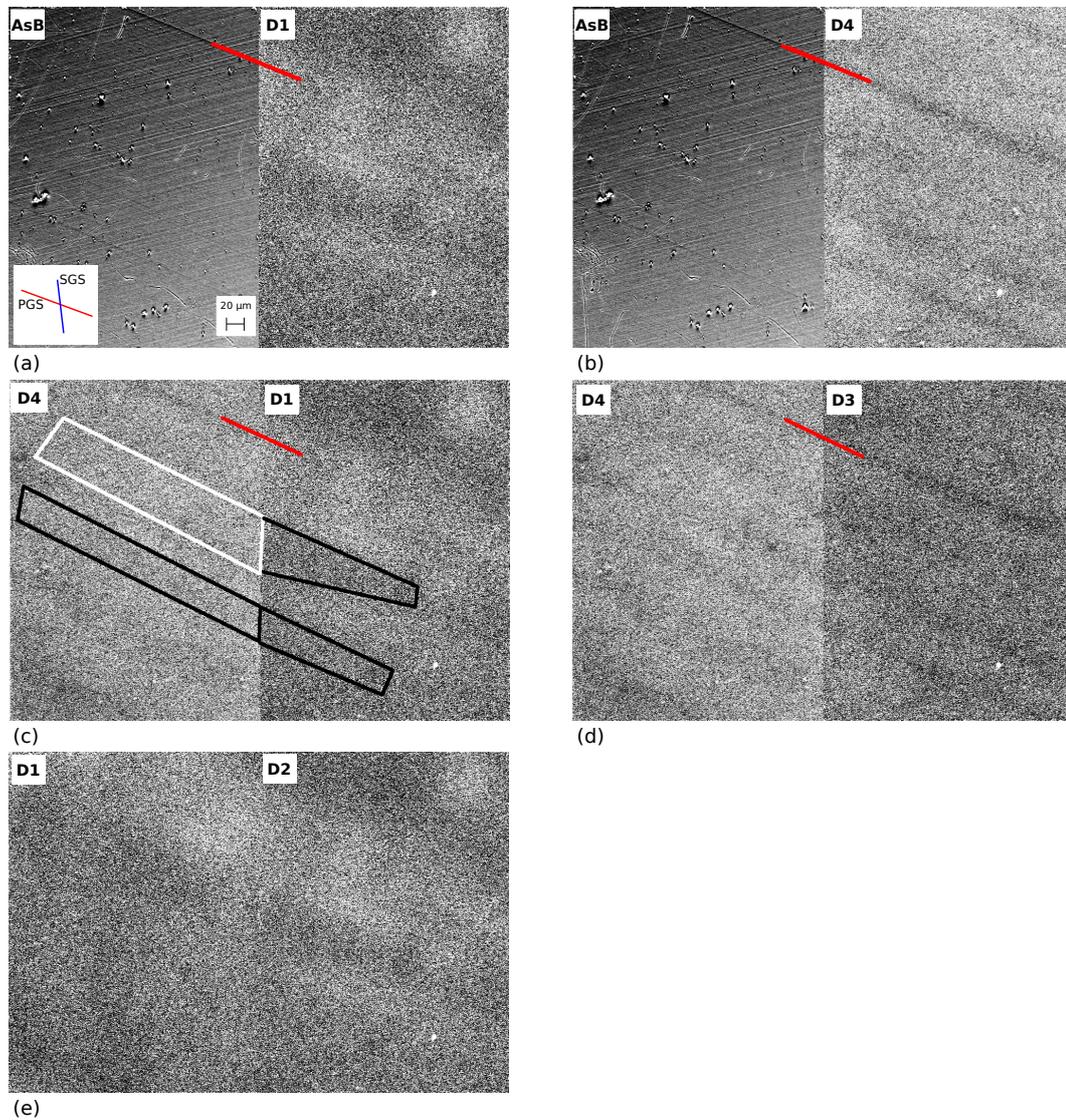
#### 1. s1

Abbildung 5.30 zeigt Bilder einer Probenstelle des Probenzustands s1, wobei in den Teilabbildungen(a) bis (e) jeweils unterschiedliche Detektorsignale zur Bildgebung in aneinander angrenzenden Probenbereichen genutzt wurden. Im Rückstreuelektronenbild von Teilabbildung(a) erkennt man die Gleitbänder des PGS (Richtung rot markiert, vgl. Abbildung 5.3). Das D1-Bild der rechten Hälfte zeigt helle und dunkle Bereiche, die parallel zu den Gleitbänder des PGS orientiert sind.

Im linken Bereich der Teilabbildung(b) ist das gleiche Rückstreuelektronenbild dargestellt. Auf der rechten Seite kann man im D4-Bild die Fortführung des markanten Gleitbandes als dunkle Linie (rot markiert) erkennen. Andere Gleitbänder des PGS deuten sich als weitere dunkle Streifen im D4-Bild an. Die Breite dieser Streifen beträgt ca. 15  $\mu\text{m}$ .

Teilabbildung(c) zeigt die Gegenüberstellung des D4-Bildes mit dem D1-Bild. Man findet Bereiche, die im D4-Bild heller (weiß umrandet) und als Fortführung im D1-Bild dunkler als die Umgebung erscheinen (schwarz umrandet). Jedoch sind auch Bereiche sichtbar, die im D4-Bild dunkler und deren Fortführung in der D1-Abbildung ebenfalls dunkel erscheinen (schwarz umrandet). Die direkte Korrelation bzw. Antikorrelation der Intensität der Linien D1 und D4 kann man daraus noch nicht zwingend ableiten.

Vergleicht man dagegen die KL-Bilder der Linien D4 und D3 [Teilabbildung(d)], kann man erkennen, dass das D4-Bild nahezu übergangslos in das D3-Bild übergeht: Dunkle bzw. helle Bereiche im D4-Bild erscheinen auch dunkel bzw. hell



**Abbildung 5.30:** Gegenüberstellung von Rückstreuelektronenbildern (AsB) und monochromatischen KL-Bildern einer Probenstelle des Zustands s1; alle Bilder aufgenommen bei  $U_B=20$  keV,  $I_{beam}=45$  nA und 200 facher Vergrößerung; (D1:  $\lambda=1536$  nm, D2:  $\lambda=1423$  nm, D3:  $\lambda=1325$  nm und D4:  $\lambda=1257$  nm), farbige Markierungen (siehe Text)

im D3-Bild. Daraus kann man eine lokale Übereinstimmung der Probenbereiche ableiten, in denen die D4- und D3-Lumineszenz gleichartig stark oder schwach sind.

Teilabbildung(e) zeigt den Vergleich des D1- und des D2-Bildes. Es ist ersichtlich, dass auch das D1-Bild nahezu übergangslos in das D2-Bild übergeht, woraus sich eine gleichartige Lokalisierung beider Linien ableiten lässt.

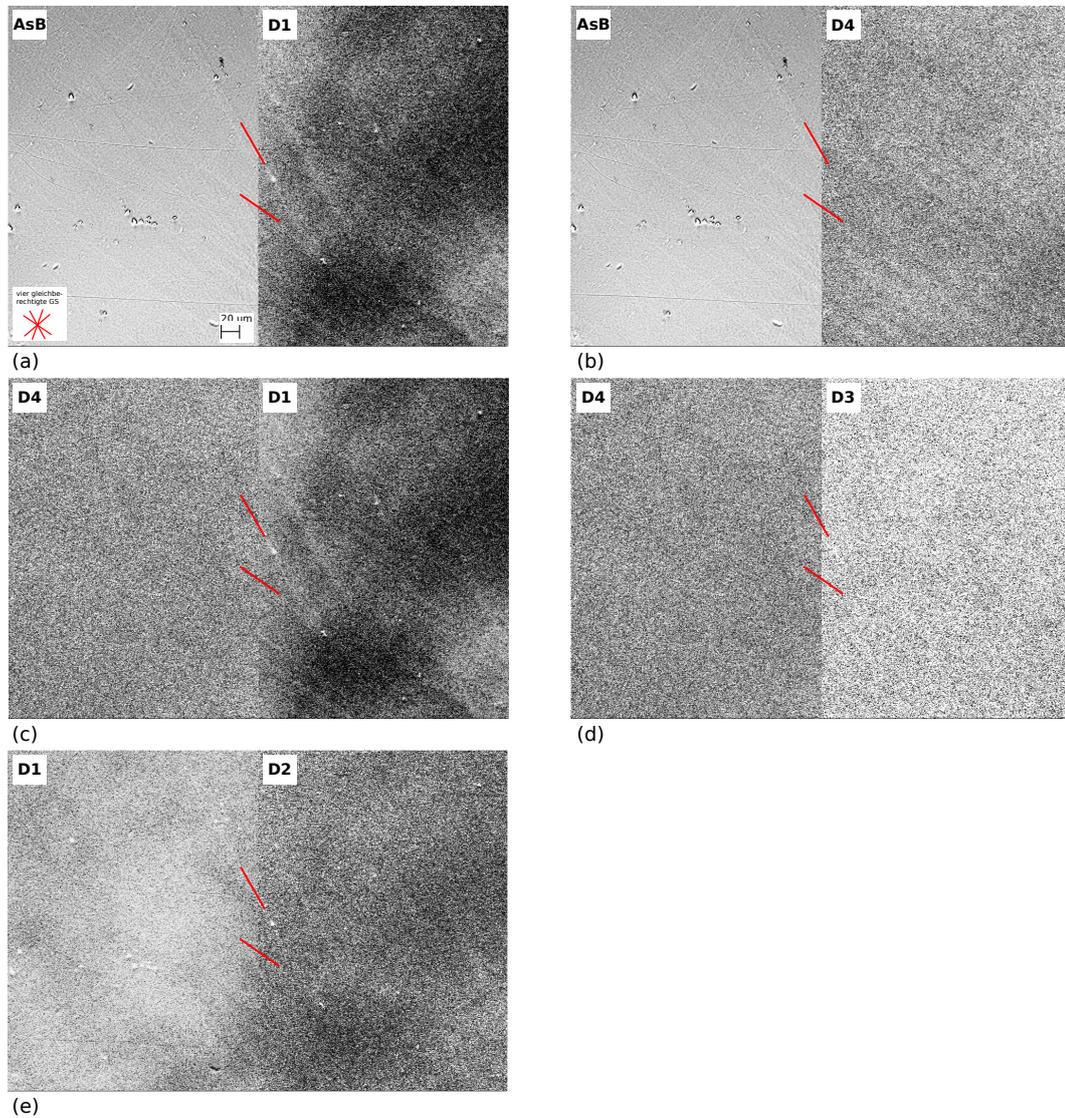
## 2. M1

Abbildung 5.31 zeigt Bilder einer Probenstelle des Probenzustands M1. In Teilabbildung(a) erkennt man auf der linken Seite im Rückstreuelektronenbild die Gleitbänder der vier verschiedenen gleichberechtigten Gleitsysteme (vgl. Abbildung 5.3). Das D1-Bild auf der rechten Seite zeigt helle und dunkle Streifen, die parallel zu allen vier Typen von Gleitbändern verlaufen und deren Breite mindestens  $8\ \mu\text{m}$  beträgt. Beispielhaft sind zwei verschiedene Gleitbänder sowohl im ASB- als auch im D1-Bild rot markiert. Diese erzeugen im D1-Bild einen hellen Streifen, sind also heller als die Umgebung, d.h. die Lumineszenzintensität der D1-Linie ist entlang des Gleitbandes erhöht.

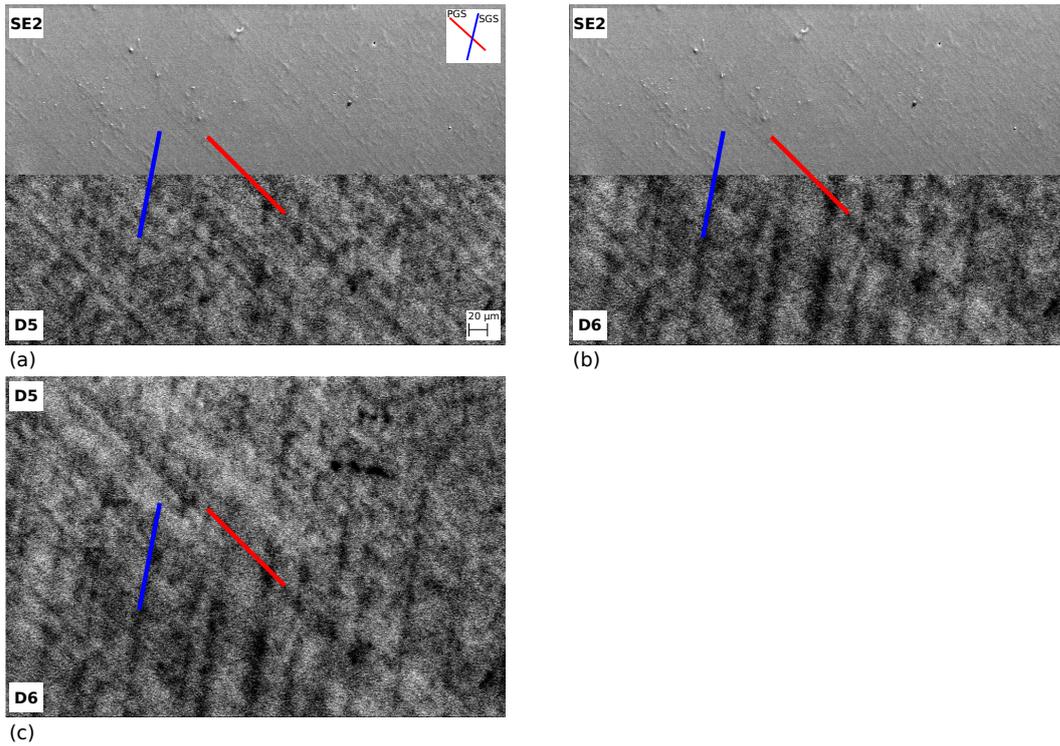
Das D4-Bild im rechten Teil der Teilabbildung(b) zeigt ebenfalls helle und dunkle Linien, die parallel zu den Gleitbändern verlaufen und auch eine Breite von mindestens  $8\ \mu\text{m}$  besitzen. Die Verlängerungen der beiden rot markierten Gleitbänder aus dem ASB-Bild erscheinen im D4-Bild, wie auch beim Probenzustand s1, als dunkle Streifen. Die Lumineszenzintensität der D4-Linie ist im Vergleich zur Umgebung entlang der Gleitbänder verringert.

In Teilabbildung(c) sind das D4- und das D1-Bild gegenübergestellt. Die Fortführungen von dunklen Streifen entlang eines Gleitbands im D4-Bild erscheinen hell im D1-Bild. Hier wird die Antikorrelation der Linien D4 und D1 deutlich. Teilabbildung(d) ist die Gegenüberstellung des D4- und des D3-Bildes. Beide KL-Bilder sind kontrastarm. Trotzdem kann man erkennen, dass die dunklen Streifen entlang eines Gleitbands im D4-Bild auch im D3-Bild dunkel sind. Dies bestätigt erneut, dass sich die Lumineszenzintensität der Linien D3 und D4 lokal ähnlich verhält.

In Teilabbildung(e) sind in den angrenzenden Probenbereichen das D1- und das D2-Bild dargestellt. Helle Streifen im D1-Bild entlang eines Gleitbands setzen sich auch im D2-Bild als helle Streifen fort. Vergleicht man die D2- und D1-Bilder der gleichen Probenstelle [jeweils rechte Hälfte in den Teilabbildungen (e) und (c)], zeigen sich viele Gemeinsamkeiten: Helle bzw. dunkle Bereiche im D1-Bild sind auch hell bzw. dunkel im D2-Bild. Somit kann man für den Probenzustand M1 eine lokale Übereinstimmung der Probenbereiche ableiten, in denen die D1- und D2-Lumineszenz gleichartig stark oder schwach sind.



**Abbildung 5.31:** Gegenüberstellung von Rückstreuelektronenbildern (AsB) und monochromatischen KL-Bildern einer Probenstelle des Zustands M1; alle Bilder aufgenommen bei  $U_B=20$  keV,  $I_{beam}=45$  nA und 200 facher Vergrößerung; (D1:  $\lambda=1522$  nm, D2:  $\lambda=1423$  nm, D3:  $\lambda=1335$  nm und D4:  $\lambda=1256$  nm), farbige Markierungen (siehe Text)



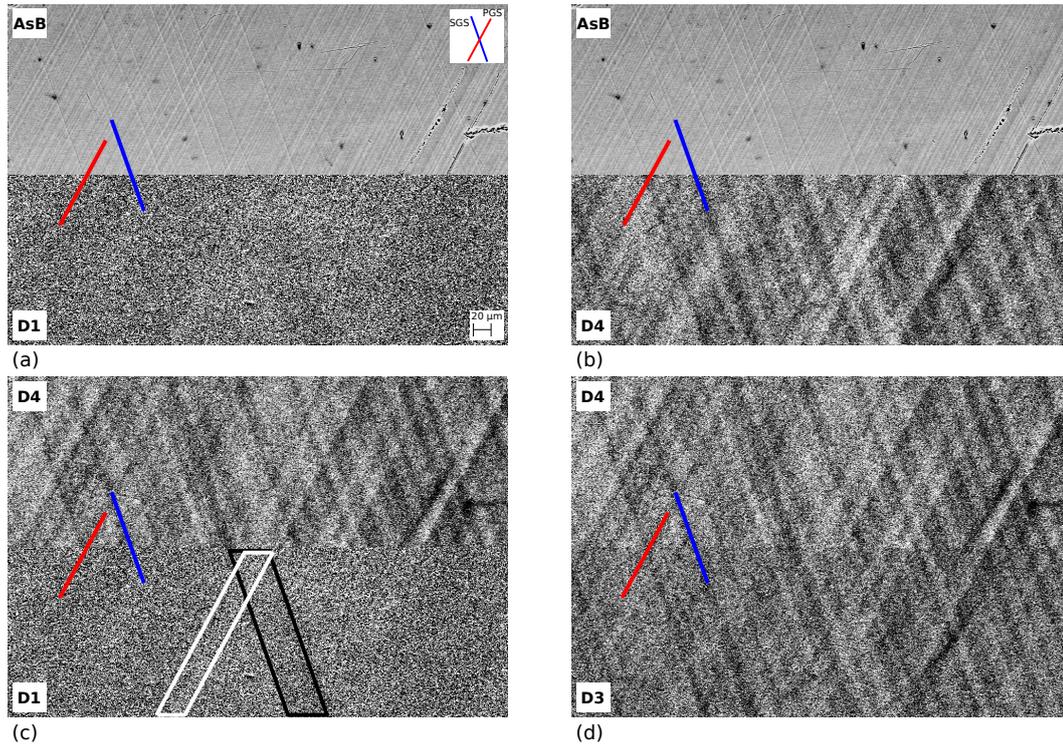
**Abbildung 5.32:** Gegenüberstellung von Sekundärelektronenbildern (SE2) und monochromatischen KL-Bildern einer Probenstelle des Zustands s2; alle Bilder aufgenommen bei  $U_B=20$  keV,  $I_{beam}=45$  nA und 200 facher Vergrößerung; (D5:  $\lambda=1298$  nm und D6:  $\lambda=1227$  nm), farbige Markierungen (siehe Text), KL-Bilder aufgenommen unter Verwendung des PMT-Modul H10330B-45

### 3. s2

In Abbildung 5.32 sind Aufnahmen einer Probenstelle des Zustand s2 dargestellt. Die Teilabbildung(a) zeigt in der oberen Hälfte das Sekundärelektronenbild. Dort erkennt man Strukturen, die aus den Gleitbändern des PGS (rot markiert) und des SGS (blau markiert) bestehen. In der unteren Hälfte sind im D5-Bild zwei Systeme heller und dunkler Streifen erkennbar. Die Mehrheit dieser Streifen ist parallel zu den Gleitlinien des PGS orientiert. Man findet jedoch auch wenige Streifen parallel zum SGS (blau markiert). Die Streifenbreite beträgt 10-20  $\mu\text{m}$ .

In Teilabbildung(b) ist in der oberen Hälfte das gleiche Sekundärelektronenbild gezeigt. Im D6-Bild sind wiederum helle und dunkle Streifen erkennbar, die parallel zu den Gleitbändern des PGS und des SGS verlaufen. Dabei sind die Streifen parallel zum SGS deutlicher zu erkennen als im D5-Bild. Die Streifenbreite beträgt 20-50  $\mu\text{m}$  für das PGS und 10-20  $\mu\text{m}$  für das SGS.

Teilabbildung(c) stellt das D5- und das D6-Bild gegenüber. Helle bzw. dunkle



**Abbildung 5.33:** Gegenüberstellung von Rückstreuelektronenbildern (AsB) und monochromatischen KL-Bildern einer Probenstelle des Zustands s2E; alle Bilder aufgenommen bei  $U_B=20$  keV,  $I_{beam}=45$  nA und 200 facher Vergrößerung; (D1:  $\lambda=1537$  nm, D3:  $\lambda=1318$  nm und D4:  $\lambda=1253$  nm), farbige Markierungen (siehe Text)

Streifen im D5-Bild setzen sich auch hell bzw. dunkel im D6-Bild fort. Die Streifen parallel zum PGS sind im D6-Bild breiter und nicht so detailliert wie im D5-Bild. Dagegen ist die Lokalisierung der Lumineszenz entlang des SGS im D6-Bild stärker ausgeprägt. Man kann aber nicht aus den Beobachtungen eine lokale Übereinstimmung der Probenbereiche, in denen sich die D5- und die D6-Lumineszenz gleichartig verhalten, ableiten. Für die D5'-Bande konnte aufgrund der sehr geringen KL-Intensität keine Lokalisierung beobachtet werden.

#### 4. s2E

In Abbildung 5.33 sind Bilder einer Probenstelle des Zustands s2E dargestellt, wobei erneut verschiedene Detektorsignale für die Abbildung in den angrenzenden Probenbereichen verwendet wurden. Teilabbildung(a) zeigt im oberen Teil das Rückstreuelektronenbild, indem man die Gleitbänder des PGS (rot markiert) und des SGS (blau markiert) erkennt. Der mittlere Gleitbänderabstand des SGS beträgt ca.  $13 \mu\text{m}$ . Für das PGS kann man aufgrund der hohen Dichte nur eine obere Grenze von ca.  $1 \mu\text{m}$  angeben. Im D1-Bild in der unteren Hälfte

sind helle und dunkle Streifen erkennbar, welche parallel zu den Gleitbändern des PGS und SGS verlaufen. Ihre Breite ist jedoch mit ca. 40  $\mu\text{m}$  deutlich größer als der mittlere Gleitbänderabstand im Rückstreuelektronenbild.

In Teilabbildung(b) ist das gleiche ASB-Bild dargestellt. Das D4-Bild in der unteren Hälfte zeigt deutlich helle und dunkle Linien parallel zu den Gleitbändern des PGS und SGS. Der mittlere Abstand der dunklen Streifen ist mit ca. 30  $\mu\text{m}$  etwa doppelt so groß wie der mittlere Gleitbänderabstand des SGS. Die Streifenbreite beträgt ca. 10  $\mu\text{m}$ . Die Verlängerungen von Gleitbändern im ASB-Bild (rot bzw. blau markiert) erscheinen im D4-Bild als dunkle Streifen. Dagegen erscheinen Bereiche mit geringerer Gleitbänderdichte heller.

Teilabbildung(c) stellt in der oberen Hälfte das D4-Bild dar, welches deutlich kontrastreicher ist als das D1-Bild in der unteren Hälfte. Ein weiterer Unterschied besteht in der Breite der hellen (weiß markiert) und dunklen Streifen (schwarz markiert), welche im D1-Bild deutlich größer ist. Daraus ist eine direkte Korrelation bzw. Antikorrelation zwischen der D4- und der D1-Linie auch hier nicht ableitbar.

Der Vergleich der D4- und D3-Linie in Teilabbildung(d) zeigt erneut die nahezu identische Fortführung des D4-Bildes im D3-Bild. Daraus kann man ableiten, dass für den Probenzustand s2E auch im D3-Bild entlang der Gleitbänder eine geringere KL-Intensität vorherrscht.

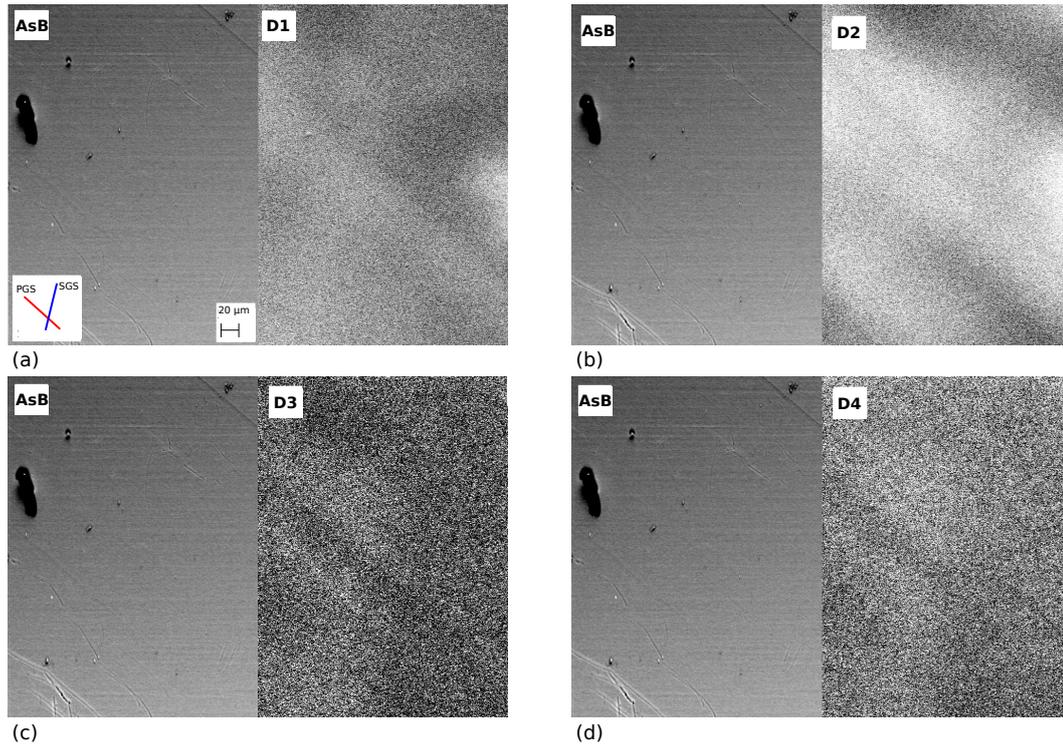
### 5.5.2.2 Einfluss der Temperaturbehandlung auf die lokale D-Linien-Lumineszenz

In diesem Abschnitt werden Auswirkungen der Temperaturbehandlung für 6 h bei 850 °C auf die Korrelation der lokalen Gleitaktivität mit der lokalen D-Linien-Lumineszenz für die verschiedenen Probenzustände untersucht.

#### 1. s1T

Abbildung 5.34 zeigt Aufnahmen einer Probenstelle des Zustands s1T. Im Rückstreuelektronenbild in Teilabbildung(a) erkennt man erneut die Gleitbänder des PGS. Das angrenzende D1-Bild zeigt helle und dunkle Streifen, die parallel zu den Gleitbändern ausgerichtet sind. Die minimale Breite der Bereiche beträgt 40  $\mu\text{m}$ , was deutlich größer als die Breite der Gleitbänder ist. Zusätzlich lässt sich im D1-Bild ein heller Streifen von ca. 60  $\mu\text{m}$  Breite erahnen.

Teilabbildung(b) stellt das Rückstreuelektronen- und das D2-Bild gegenüber. Im D2-Bild sind auch helle und dunkle Streifen vorhanden, die parallel zu den



**Abbildung 5.34:** Gegenüberstellung von Rückstreuelektronenbildern (AsB) und monochromatischen KL-Bildern einer Probenstelle des Zustands s1T; alle Bilder aufgenommen bei  $U_B=20$  keV,  $I_{beam}=45$  nA und 200 facher Vergrößerung; (D1:  $\lambda=1536$  nm, D2:  $\lambda=1419$  nm, D3:  $\lambda=1330$  nm und D4:  $\lambda=1256$  nm)

Gleitbändern des PGS verlaufen. Die Streifenbreite ist mit 50-200  $\mu\text{m}$  größer als im Fall der D1-Linie. Vergleicht man das D1- [aus Teilabbildung(a)] mit dem D2-Bild gibt es Bereiche, die in beiden Bildern hell bzw. dunkel sind. Allerdings treten auch Bereiche auf, in denen das D1-Bild hell und das D2-Bild dunkel ist oder umgekehrt. Deshalb kann man für den Probenzustand s1T nicht allgemeingültig festhalten, dass sich die D1- und die D2-Lumineszenz an einer Probenstelle gleichartig verhalten.

Die Teilabbildungen (c) und (d) zeigen jeweils die Gegenüberstellung des AsB- und des D3- bzw. D4-Bildes. Beide KL-Bilder zeigen helle und dunkle Bereiche, die parallel zu den Gleitbändern des PGS verlaufen. Dabei ist die Streifenbreite deutlich größer als die der Gleitbänder. Nur die Verlängerung eines markanten Gleitbandes lässt sich als dunkle Linie im D3- bzw. D4-Bild erkennen. Ein direkter Vergleich des D3- mit dem D4-Bild zeigt für beide die gleiche Verteilung heller und dunkler Bereiche. Die lokale Übereinstimmung der Probenbereiche, in denen die D3- und die D4-Lumineszenz gleichartig ist, blieb durch die Temperaturbehandlung erhalten. Jedoch wirken die KL-Bilder der Linien D3 und D4 des Zustands s1T kontrastärmer im Vergleich zu den D3- und D4-Bildern

des Zustands s1 (siehe Abbildung 5.30).

## 2. M1T

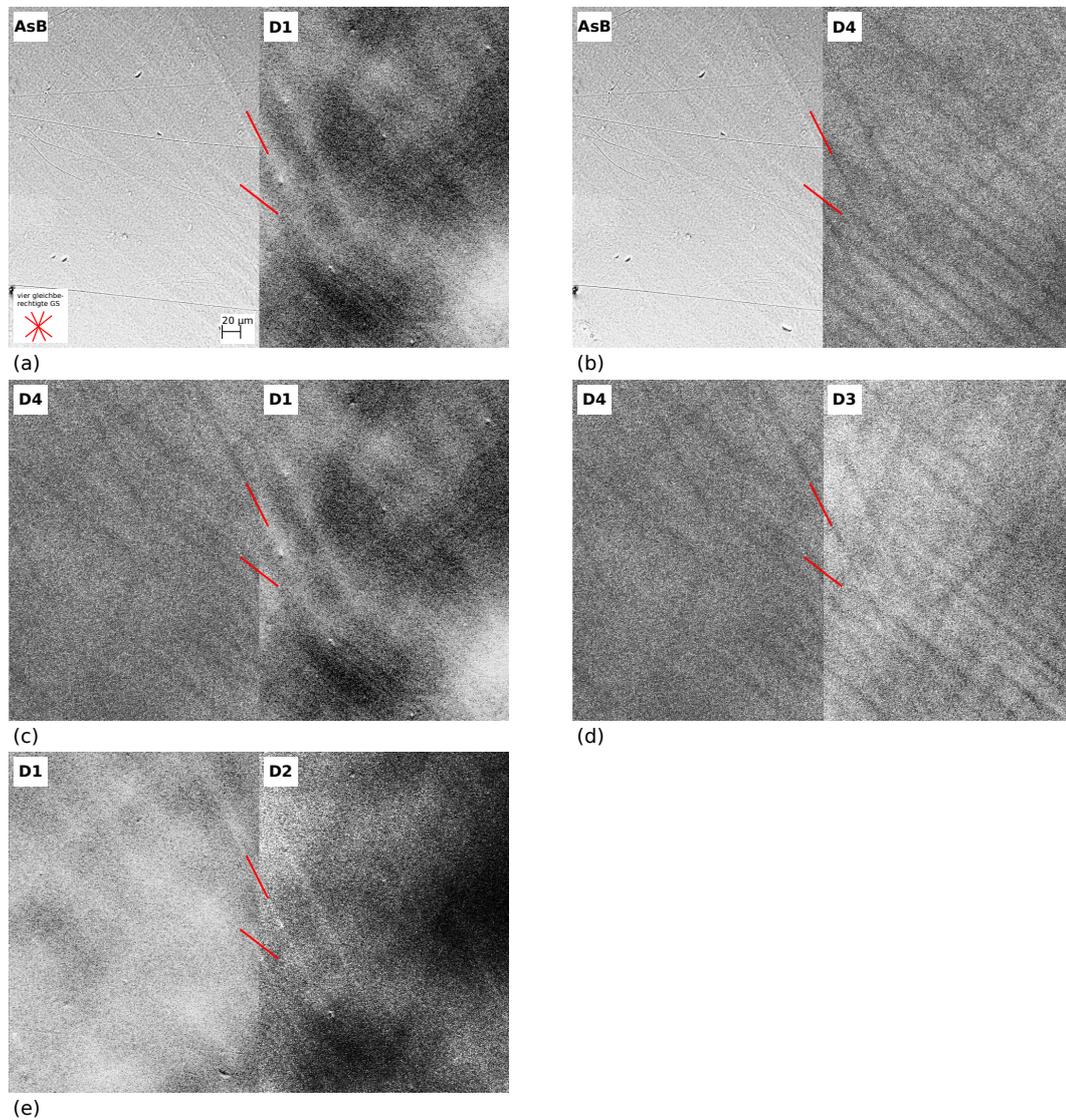
Abbildung 5.35 zeigt Aufnahmen einer Probenstelle des Zustands M1T. Die Probenstelle ist mit der in Abbildung 5.31 Dargestellten identisch. In Teilabbildung(a) erkennt man im Rückstreuелеktronenbild in der linken Hälfte erneut die Gleitbänder aller vier Gleitsysteme. Im D1-Bild auf der rechten Seite sind helle Linien parallel zu allen Gleitsystemen erkennbar. Die Breite der hellen Linien liegt im Bereich von 10-20  $\mu\text{m}$ . Die Verlängerungen zweier Gleitbänder (rot markiert) zeigen sich im D1-Bild als helle Linien. Dies ist ein weiterer Nachweis dafür, dass die D1-Intensität entlang eines Gleitbands im Vergleich zur Umgebung erhöht ist.

In Teilabbildung(b) sind das ASB- und das D4-Bild gegenübergestellt. Das D4-Bild zeigt helle und dunkle Streifen, die parallel zu den Gleitbändern der vier Gleitsysteme verlaufen. Die Breite der dunklen Streifen beträgt ca. 10  $\mu\text{m}$ . Die Verlängerungen der beiden markierten Gleitbänder aus Teilabbildung(a) sind hier im D4-Bild als dunkle Streifen zu erkennen, d.h. man kann die dunklen Linien im D4-Bild mit den Gleitbändern identifizieren. Die reduzierte D4-Intensität entlang eines Gleitbands wird erneut verifiziert.

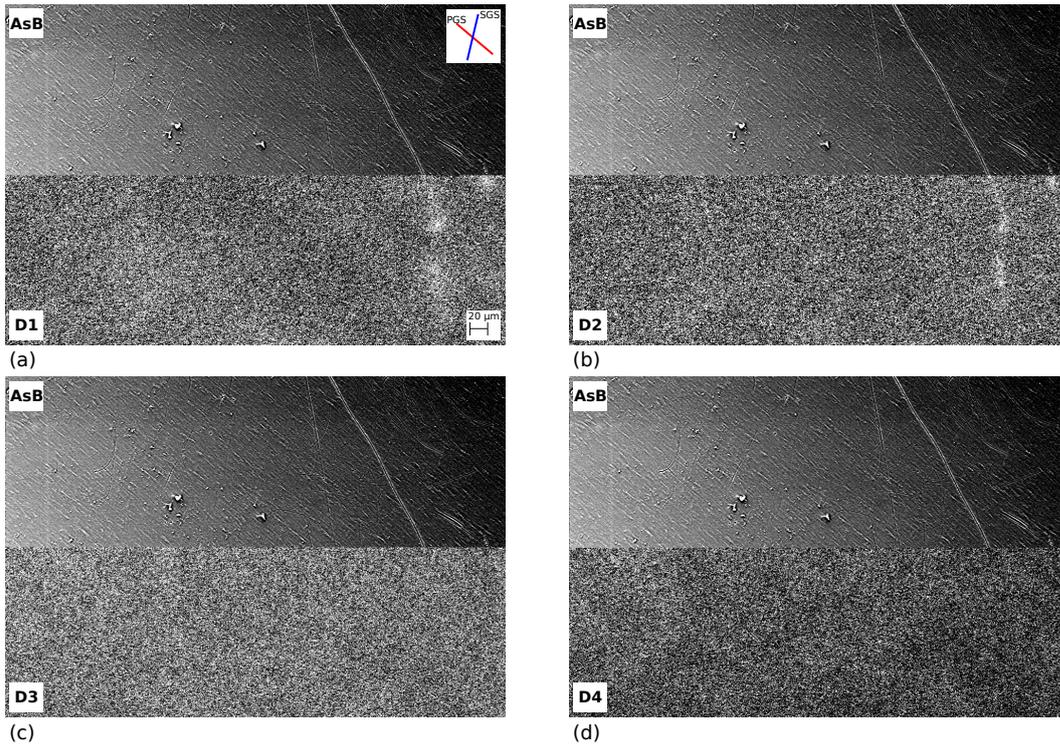
Teilabbildung(c) stellt die Gegenüberstellung des D4- und des D1-Bildes dar. Die Verlängerungen zweier dunkler Linien im D4-Bild sind im D1-Bild hell. Entlang eines Gleitbands verhalten sich die D1-Intensität und die D4-Intensität antikorreliert. Vergleicht man die rechten Hälften der Teilabbildungen (b) und (c) zeigt sich Folgendes: Großflächig helle oder dunkle Bereiche im D1-Bild erscheinen im D4-Bild dunkel bzw. hell. Somit wird für den Probenzustand M1T eine allgemeine Antikorrelation der D4- und der D1-Intensität beobachtet.

Der Vergleich des D4-Bildes und des D3-Bildes ist in Teilabbildung(d) dargestellt. Man erkennt, dass erneut das D4-Bild nahezu übergangslos in das D3-Bild übergeht: Die Verlängerungen der dunklen Linien des D4-Bildes erscheinen auch im D3-Bild dunkel. Weiterhin lassen sich alle vier Typen von Gleitbändern als dunkle Linien im D3-Bild erkennen. Dies bestätigt die lokale Übereinstimmung der Probenbereiche, in denen sich die D3- und D4-Intensität gleichartig verhält.

Teilabbildung(e) zeigt die Gegenüberstellung des D1- und des D2-Bildes. Man erkennt im D1- und D2-Bild helle Linien, die parallel zu allen vier Gleitbändertypen verlaufen. Die Verlängerungen zweier verschiedener heller Linien des D1-Bildes sind auch im D2-Bild als helle Linien erkennbar. Der Vergleich der rechten Bildhälften der Teilabbildungen(c) und (e) zeigt, dass helle bzw. dunkle



**Abbildung 5.35:** Gegenüberstellung von Rückstreuelektronenbildern (AsB) und monochromatischen KL-Bildern einer Probenstelle des Zustands M1T; alle Bilder aufgenommen bei  $U_B=20$  keV,  $I_{beam}=45$  nA und 200 facher Vergrößerung; (D1:  $\lambda=1531$  nm, D2:  $\lambda=1421$  nm, D3:  $\lambda=1337$  nm und D4:  $\lambda=1258$  nm), farbige Markierungen (siehe Text)



**Abbildung 5.36:** Gegenüberstellung von Rückstreuelektronenbildern (AsB) und monochromatischen KL-Bildern einer Probenstelle des Zustands s2T; alle Bilder aufgenommen bei  $U_B=20$  keV,  $I_{beam}=45$  nA und 200 facher Vergrößerung; (D1:  $\lambda=1541$  nm, D2:  $\lambda=1439$  nm, D3:  $\lambda=1330$  nm und D4:  $\lambda=1256$  nm)

Flächen des D1-Bildes auch hell bzw. dunkel im D2-Bild erscheinen. Dies ist der Nachweis für die lokale Übereinstimmung der Probenbereiche des Zustands M1T, in denen die D1- und D2-Intensität sich gleichartig verhält.

Alle aufgeführten experimentellen Beobachtungen treffen also für die Probenzustände M1 und M1T gleichermaßen zu. Die Temperaturbehandlung hat allerdings eine Vergrößerung des Kontrasts bzw. eine stärkere Lokalisierung der Lumineszenz für alle vier D-Linien bewirkt. Qualitative Aussagen zum Kontrast finden sich im Kapitel 5.5.3.

### 3. s2T

Abbildung 5.36 zeigt Aufnahmen einer Probenstelle des Zustands s2T. In Teilabbildung(a) sind das Rückstreuelektronen- und das D1-Bild gegenübergestellt. Im Rückstreuelektronenbild erkennt man wiederum Strukturen, die aus den Gleitbändern des PGS bestehen. Das D1-Bild zeigt nur geringe Helligkeitsunterschiede. Mit Ausnahme des Kratzers lassen sich keine markanten Strukturen erkennen. Großflächige helle und dunkle Bereiche, die eine Orientierung parallel zu den Gleitbändern aufweisen, lassen sich nur erahnen.

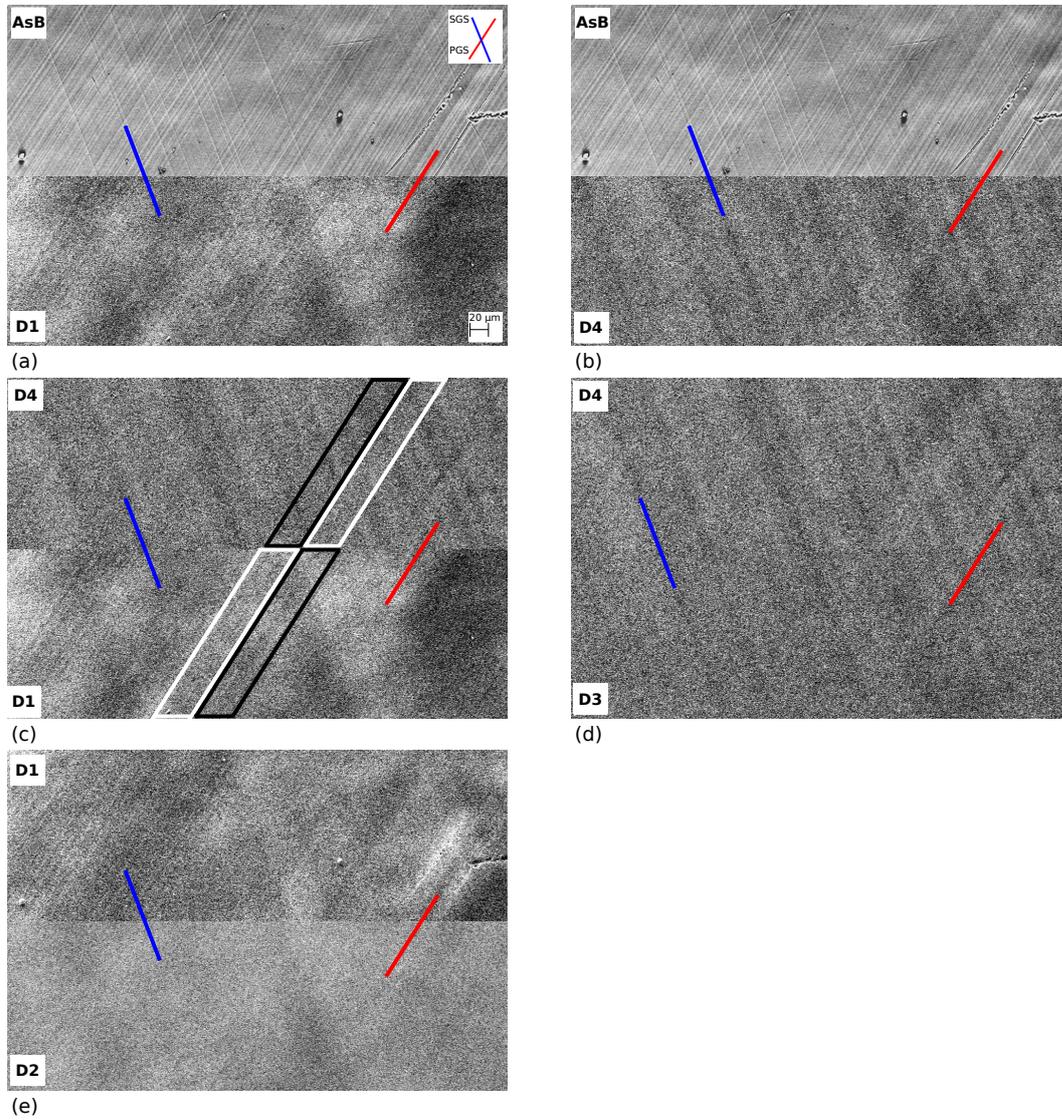
In den Teilabbildungen(b) bis (d) sind die Rückstreuелектronenbilder den drei anderen D-Linien gegenübergestellt. Für alle drei monochromatische KL-Bilder zeigt sich ein vergleichbares Bild zum D1-Bild: Helle oder dunkle Bereiche, die parallel zu den Gleitbändern des PGS orientiert sind, heben sich kaum von der Umgebung ab. Im Fall der Linien D1 und D2 könnte man diesen Effekt mit der geringen KL-Intensität (siehe Abbildung 5.21) erklären. Diese Erklärung wäre jedoch für die Linien D3 und D4 nicht haltbar, da diese eine deutlich höhere KL-Intensität aufweisen. Man beobachtet also für den Probenzustand s2T nur eine sehr geringe Lokalisierung der KL. Somit ist festzustellen, dass durch die Temperaturbehandlung die Lokalisierung der D-Linien-Lumineszenz, wie sie beim Probenzustand s2 für die D5-Bande und die D6-Linie beobachtet wurde, drastisch reduziert worden ist.

#### 4. s2ET

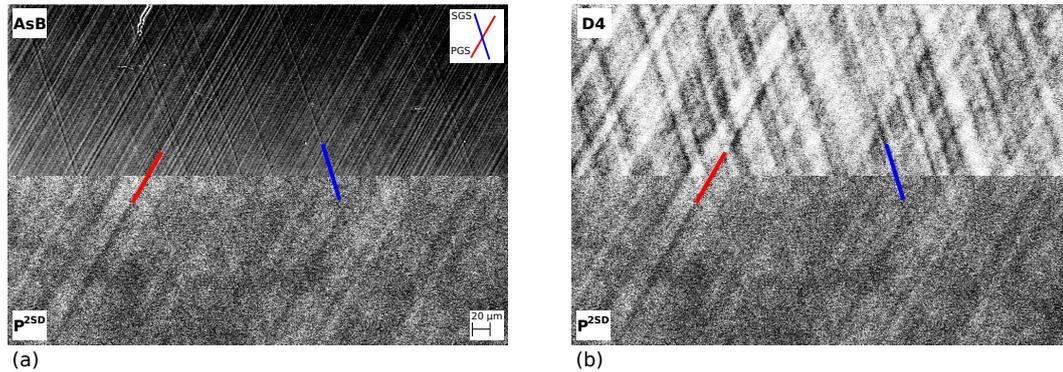
In Abbildung 5.37 sind Bilder einer Probenstelle des Zustands s2ET dargestellt. Diese Probenstelle ist identisch mit der aus Abbildung 5.33 vor der Temperaturbehandlung. Teilabbildung(a) zeigt in der oberen Hälfte das Rückstreuелектronenbild. Man erkennt erneut die Gleitbänder des PGS (rot markiert) und des SGS (blau markiert). Im D1-Bild in der unteren Hälfte sind verschiedene Strukturen ersichtlich: Zum einen kann man teilweise die Gleitbänder des PGS direkt als schmale Linien erkennen. Zum anderen sind helle und dunkle Streifen mit größerer Breite vorhanden, die parallel zu den Gleitbändern der beiden Gleitsysteme verlaufen. Die Streifenbreite ist mit 30-80  $\mu\text{m}$  deutlich größer als die der Gleitbänder bzw. deren mittlerer Abstand.

In Teilabbildung(b) sind das gleiche ASB-Bild und das D4-Bild dargestellt. Das D4-Bild zeigt helle und dunkle Streifen, die parallel zu den Gleitbändern des PGS und SGS verlaufen. Dabei erscheinen die Streifen parallel zum SGS aufgrund dessen geringerer Gleitbänderdichte deutlicher. Die Verlängerungen der Gleitbänder sind im D4-Bild erneut als dunkle Linien erkennbar. Dies zeigt nochmals, dass die D4-Intensität entlang des Gleitbandes verringert ist.

Teilabbildung(c) zeigt die Gegenüberstellung des D4- und des D1-Bildes. Man erkennt Streifen, die im D4-Bild dunkel erscheinen (schwarz umrandet) und deren Fortführung im D1-Bild hell erscheint (weiß umrandet). Der umgekehrte Fall tritt auch auf. Für Streifen parallel zu den Gleitbändern des SGS lassen sich auch Beispiele finden; sie sind jedoch in Teilabbildung(c) zu Gunsten der Übersichtlichkeit nicht markiert. Für Streifen mit Breiten von 30-100  $\mu\text{m}$  kann man eine Antikorrelation zwischen der D4- und der D1-Lumineszenz beobachten. Auf der Längenskala kleiner als 10  $\mu\text{m}$  ist eine Aussage schwierig, da der



**Abbildung 5.37:** Gegenüberstellung von Rückstreuelektronenbildern (ASB) und monochromatischen KL-Bildern einer Probenstelle des Zustands s2ET; alle Bilder aufgenommen bei  $U_B=20$  keV,  $I_{beam}=45$  nA und 200 facher Vergrößerung; (D1:  $\lambda=1537$  nm, D2:  $\lambda=1426$  nm, D3:  $\lambda=1318$  nm und D4:  $\lambda=1253$  nm), farbige Markierungen (siehe Text)



**Abbildung 5.38:** Gegenüberstellung von Rückstreuelektronenbildern (ASB) und monochromatischen KL-Bildern einer Probenstelle des Zustands s2E; Bilder aufgenommen bei  $U_B=20$  keV,  $I_{beam}=45$  nA und 200 facher Vergrößerung; ( $P^{2SD}$ :  $\lambda=1138$  nm und D4:  $\lambda=1248$  nm), farbige Markierungen (siehe Text), KL-Bilder aufgenommen unter Verwendung des PMT-Modul H10330B-45

Kontrast im D4-Bild hauptsächlich entlang des SGS im D1-Bild jedoch mehrheitlich entlang des PGS verläuft.

In Teilabbildung(d) sind das D4- und das D3-Bild dargestellt. Dabei stellt das D3-Bild in der unteren Hälfte erneut die nahezu identische Fortführung des D4-Bildes aus der oberen Hälfte dar. Die lokale Übereinstimmung der D4- und der D3-Lumineszenz wird bestätigt.

Teilabbildung(e) zeigt den Vergleich des D1-Bildes mit dem D2-Bild. Helle und dunkle Bereiche im D1-Bild setzen sich als helle bzw. dunkle Bereiche im D2-Bild fort. Für den Probenzustand s2ET kann man somit eine lokale Übereinstimmung der Probenbereiche ableiten, in denen sich die D1- und die D2 Lumineszenz gleichartig verhalten.

### 5.5.2.3 Lokalisierung der Lumineszenz der $P^{2SD}$ -Linie

Wie im Kapitel 5.3 berichtet, konnte bei einer Energie von 1,090 eV in den PL-Spektren der Probenzustände s2 und s2E eine bisher nicht näher untersuchte Lumineszenzlinie, die  $P^{2SD}$ -Linie, beobachtet werden. Aufgrund der geringeren Intensität und spektralen Auflösung konnte diese Linie in den KL-Untersuchungen nur für den Probenzustand s2E charakterisiert werden.

Abbildung 5.38 zeigt Aufnahmen einer Probenstelle des Zustands s2E. In Teilabbildung(a) erkennt man im Rückstreuelektronenbild in der oberen Hälfte die Gleitbänder des PGS (rot markiert) und des SGS (blau markiert). Im KL-Bild der  $P^{2SD}$ -Linie sind helle und dunkle Streifen parallel zu den Gleitbändern des PGS und des SGS zu sehen. Dabei dominieren die Streifen parallel zum PGS. Die Streifenbreite beträgt 10-50  $\mu\text{m}$ . Die Verlängerungen zweier Gleitbänder aus dem ASB-Bild sind im Bild der

$P^{2SD}$ -Linie als dunkle Linien erkennbar. Jedoch finden sich auch helle Streifen im Bild der  $P^{2SD}$ -Linie, deren Fortsetzungen im ASB-Bild eine hohe Gleitbänderdichte aufweisen.

Teilabbildung(b) zeigt die Gegenüberstellung des D4-Bildes mit dem Bild der  $P^{2SD}$ -Linie. Wie schon im vorherigen Teilkapitel berichtet, sind im D4-Bild helle und dunkle Streifen parallel zu beiden Gleitbändersystemen erkennbar, wobei entlang eines Gleitbands die KL-Intensität reduziert ist. Verfolgt man die hellen oder dunklen Streifen, welche parallel zum PGS verlaufen, setzen sie sich auch im Wesentlichen im Bild der  $P^{2SD}$ -Linie hell bzw. dunkel fort. Eine Aussage zu den Streifen des SGS ist schwierig, da diese nur ansatz- und teilweise im Bild der  $P^{2SD}$ -Linie erkennbar sind.

#### 5.5.2.4 EHD-Lumineszenz

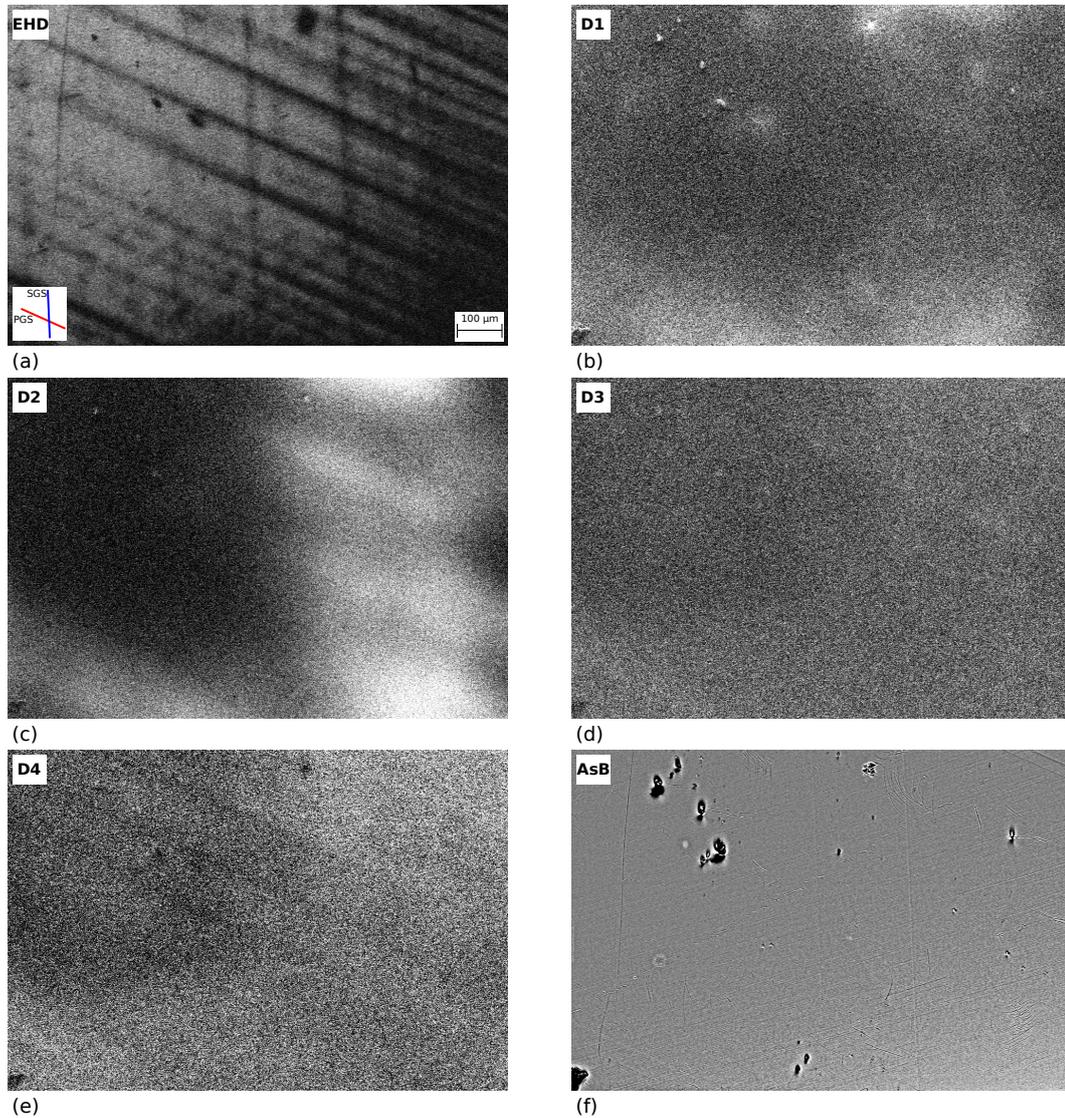
Wie bereits im Kapitel 5.4.1.1 festgestellt, konnte für den Probenzustand s1T neben der D-Linien-Lumineszenz auch die EHD-Lumineszenz in den KL-Untersuchungen nachgewiesen werden. Abbildung 5.39 zeigt verschiedene monochromatische KL-Bilder und das Rückstreuelektronenbild einer Probenstelle des Zustands s1T. In Teilabbildung(a), welche das EHD-Bild darstellt, erkennt man helle und dunkle Streifen, die parallel zu den Gleitbändern des PGS und des SGS verlaufen. Die Breite der dunklen Streifen beträgt 20-40  $\mu\text{m}$ . Teilweise lassen sich die Streifen einzelnen Gleitbändern [siehe Teilabbildung(f)] im Rückstreuelektronenbild zuordnen. Des Weiteren ist ersichtlich, dass die Intensität der EHD-Lumineszenz im rechten Drittel und am unteren Rand des Bildes deutlich verringert ist. Ein Blick auf die KL-Bilder der D-Linien [Teilabbildungen (b)-(e)] macht deutlich, dass die Intensität der D-Linien in diesem Bildbereich erhöht ist. Es zeigt sich hier also ein gegensätzliches Verhalten zur EHD-Lumineszenz.

Die Lokalisierung der D-Linien-Lumineszenz parallel zu den Gleitbändern des PGS ist erneut erkennbar. Weiterhin zeigt sich für das untere rechte Bildviertel eine gegensätzliche Lokalisierung der D4- und der D2-Lumineszenz. Ebenso kann die gleichartige Lokalisierung für die D3- und die D4-Lumineszenz nachgewiesen werden.

#### 5.5.2.5 Teilzusammenfassung zur Lokalisierung der Lumineszenz

Tabelle 5.40 stellt eine Zusammenfassung des letzten Teilkapitels dar. In ihr sind Aussagen zur Korrelation der D-Linien-Lumineszenz mit der lokalen Gleitaktivität aufgelistet, mit einer Wertung für den jeweiligen Probenzustand. Die Kernaussagen aus den monochromatischen KL-Untersuchungen sind folgende:

- Für alle Probenzustände, bei denen die D3- und D4-Linie im KL-Spektrum auftauchen, zeigen beide eine gleichartige Lokalisierung: Die Bereiche, die für beide Linien hell bzw. dunkel erscheinen, sind identisch.



**Abbildung 5.39:** Auflistung von monochromatischen KL-Bildern und Rückstreuelektronenbild (ASB) einer Probenstelle des Zustands s1T; alle Bilder aufgenommen bei  $U_B = 20$  keV,  $I_{beam} = 45$  nA und 100 facher Vergrößerung; (D1:  $\lambda = 1536$  nm, D2:  $\lambda = 1419$  nm, D3:  $\lambda = 1330$  nm, D4:  $\lambda = 1256$  nm und EHD:  $\lambda = 1148$  nm)

- Auf markanten Gleitbändern des PGS und des SGS wird eine Verringerung der Intensität der D4-Lumineszenz beobachtet.
- Mit Ausnahme des Probenzustands s1T zeigen die Linien D1 und D2 eine identische Lokalisierung: Die Bereiche, die für beide Linien hell bzw. dunkel erscheinen, sind identisch.
- Ebenso kann in den meisten Fällen nachgewiesen werden, dass auf markanten Gleitbändern des PGS und des SGS die Lumineszenzintensität der D1-Linie erhöht ist.
- Bis auf die Probenzustände s1 und s1T wird für die D4- und D1-Linie in gleichen Bereichen ein gegensätzliches Verhalten der Lumineszenzintensität beobachtet: Eine erhöhte D4-Intensität an einer Probenstelle geht mit einer verminderten D1-Intensität einher und umgekehrt.
- Für zweistufig verformte Proben zeigen die Linien D5 und D6 eine Lokalisierung der Lumineszenz parallel zu den Gleitbändern des PGS und des SGS. Es kann nicht entschieden werden, ob die Intensität auf den Gleitbändern erhöht bzw. verringert ist.
- Die Lumineszenz der P<sup>2SD</sup>-Linie, welche nur im Probenzustand s2E nachgewiesen werden kann, ist ebenfalls parallel zu den Gleitbändern, hauptsächlich des PGS, lokalisiert.
- Die Breite der Lumineszenzstreifen ist mit 10-50  $\mu\text{m}$  deutlich größer als der mittlere Versetzungsabstand  $d = \rho^{-\frac{1}{2}}$ , der für die verschiedenen Probenzustände zwischen 0,3 und 1,4  $\mu\text{m}$  beträgt.
- Die EHD-Lumineszenz kann nur für niedrige Versetzungsdichten nach der Temperaturbehandlung beobachtet werden. Dabei zeigte sich eine Lokalisierung parallel zu den Gleitbändern des PGS. Weiterhin wird festgestellt, dass Probenbereiche mit erhöhter EHD-Intensität eine verringerte D-Linien-Intensität aufweisen.
- Die Temperaturbehandlung führt bei den auf Einfachgleitung orientierten Probenzuständen zu einer Delokalisierung der D-Linien-Lumineszenz. Dagegen beobachtet man für den Probenzustand m1 keine Veränderung der Lokalisierung.

Aus der Tabelle wird ersichtlich, dass einige Aussagen für einige Probenzustände, speziell s1T und s2T, nicht eindeutig sind. Die Ursachen liegen zum einen in zu geringen D-Linien-Intensitäten. Zum anderen führt die Zunahme der Delokalisierung nach der Temperaturbehandlung dazu, dass die jeweilige Aussage für einige Bereiche der Probenoberfläche stimmt, für andere jedoch nicht.

**Tabelle 5.40:** Übersicht der Aussagen zur Korrelation der lokalen Gleitaktivität und der D-Linien-Lumineszenz für die verschiedenen Probenzustände; Bedeutung der Markierungen: Übereinstimmung mit der Kernaussage (+), keine Beurteilung der Kernaussage möglich aufgrund zu geringer Intensität (○) und Kernaussage trifft nicht überall im untersuchten Probenbereich zu (△)

Kernaussage	s1	m1	s2	s2E	s1T	m1T	s2T	s2ET
D4-Intensität auf den markanten Gleitbändern verringert	+	+		+	△	+	△	+
D3- und D4-Linie zeigen gleichartige Lokalisierung	+	+		+	+	+	+	+
D1-Intensität auf den markanten Gleitbändern erhöht	△	+		+	△	+	△	+
D4- und D1-Linie verhalten sich antikorreliert	△	+		○	△	+	○	+
D1- und D2-Linie zeigen gleichartige Lokalisierung	+	+		○	△	+	○	+
D5- und D6-Linie zeigen Lokalisierung parallel zu den Gleitbändern			+					
D5- und D6-Linie zeigen gleichartige Lokalisierung			△					
P <sup>2SD</sup> -Linie zeigt Lokalisierung parallel zu den Gleitbändern				+				
EHD-Lumineszenz lokalisiert parallel zu den Gleitbändern					+			

### 5.5.3 Kontrast der KL-Abbildungen

Im vorangegangenen Kapitel wurde anhand von Rückstreu- und monochromatischen KL-Bildern die Korrelation zwischen der lokalen Gleitaktivität und lokalen D-Linien-Lumineszenz diskutiert. Dabei ging es in erster Linie darum, die Positionen und die geometrischen Abmessungen von Gebieten homogener (hoher bzw. niedriger) KL-Intensität zu ermitteln. Die aufgenommenen Bilder wurden durch nachträgliche Bildbearbeitung modifiziert, um die lokalen Intensitätsschwankungen hervorzuheben. Im folgenden Kapitel werden die absoluten lokalen Variationen der KL-Intensitäten analysiert. Dazu wird einer Probenstelle aus dem Grauwert des KL-Bildes eine KL-Intensität zugeordnet, um die lokalen Intensitätsschwankungen der D-Linien-Lumineszenz quantitativ zu bestimmen. Diese Prozedur ist bereits im Kapitel 3.4 beschrieben worden.

Tabelle 5.41 zeigt die ermittelten Werte für den maximalen KL-Kontrast der einzelnen D-Linien und der P<sup>2SD</sup>-Linie für die verschiedenen Probenzustände. Die Fehlerangaben ergeben sich aus den Standardabweichungen der Mittelwerte der KL-Intensitäten. Man erkennt, dass alle Kontrastwerte zwischen 0,02 und 0,25 liegen. Die absoluten

**Tabelle 5.41:** Übersicht zu den maximalen Kontrasten in den KL-Bildern der verschiedenen D-Linien für die verschiedenen Probenzustände; \* Untersuchung unter Verwendung des PMT-Moduls H10330B-45

	D1	D2	D3	D4
S1	$0,10 \pm 0,06$	$0,20 \pm 0,06$	$0,09 \pm 0,05$	$0,07 \pm 0,03$
S1T	$0,10 \pm 0,02$	$0,15 \pm 0,02$	$0,07 \pm 0,03$	$0,06 \pm 0,02$
M1	$0,07 \pm 0,02$	$0,07 \pm 0,03$	$0,06 \pm 0,04$	$0,12 \pm 0,07$
M1T	$0,11 \pm 0,02$	$0,08 \pm 0,03$	$0,08 \pm 0,02$	$0,20 \pm 0,04$
S2T	$0,09 \pm 0,04$	$0,15 \pm 0,05$	$0,04 \pm 0,03$	$0,02 \pm 0,02$
S2E	$0,12 \pm 0,06$	$0,09 \pm 0,07$	$0,17 \pm 0,04$	$0,25 \pm 0,03$
S2ET	$0,09 \pm 0,02$	$0,09 \pm 0,02$	$0,13 \pm 0,04$	$0,15 \pm 0,04$
	D5	D6		
S2	$0,07 \pm 0,02$	$0,07 \pm 0,04$		
	D3	D4	P <sup>2SD</sup>	
S2E	* $0,24 \pm 0,02$	* $0,26 \pm 0,02$	* $0,17 \pm 0,03$	

lokalen Schwankungen der KL-Intensitäten sind also im Vergleich zu den mittleren KL-Intensitäten klein. Weiterhin ist ersichtlich, dass die maximalen Kontrastwerte für alle vier D-Linien für die Probenzustände s1 und s2E durch die Temperaturbehandlung verringert wurden. Dies deckt sich mit der schon im vorherigen Teilkapitel besprochenen Delokalisierung der Lumineszenz durch die Temperaturbehandlung. Für die auf Vielfachgleitung orientierte Probe erhöhen sich dagegen durch die Temperaturbehandlung die maximalen Kontrastwerte aller D-Linien. Die wesentliche Ursache dieses Effektes ist die Erhöhung der Lumineszenzintensität der einzelnen D-Linien durch die Temperaturbehandlung.

Der maximale Kontrastwert der P<sup>2SD</sup>-Linie von 0,17 ist vergleichbar mit den Kontrastwerten der D-Linien. Anzumerken ist, dass die zur Kontrastermittlung genutzten KL-Bilder unter Verwendung des PMT-Moduls H10330B-45 aufgenommen wurden, welches eine größere Empfindlichkeit aufweist. Jedoch ergaben Vergleichsmessungen mit diesem Detektor für die Linien D3 und D4 für den Probenzustand s2E Werte für den maximalen KL-Kontrast, die nur unwesentlich größer sind als die mit dem PMT-Modul R5509-73 ermittelten Werte (siehe Tabelle 5.41).

## 5.6 Ergebnisse der zeitaufgelösten KL-Untersuchungen

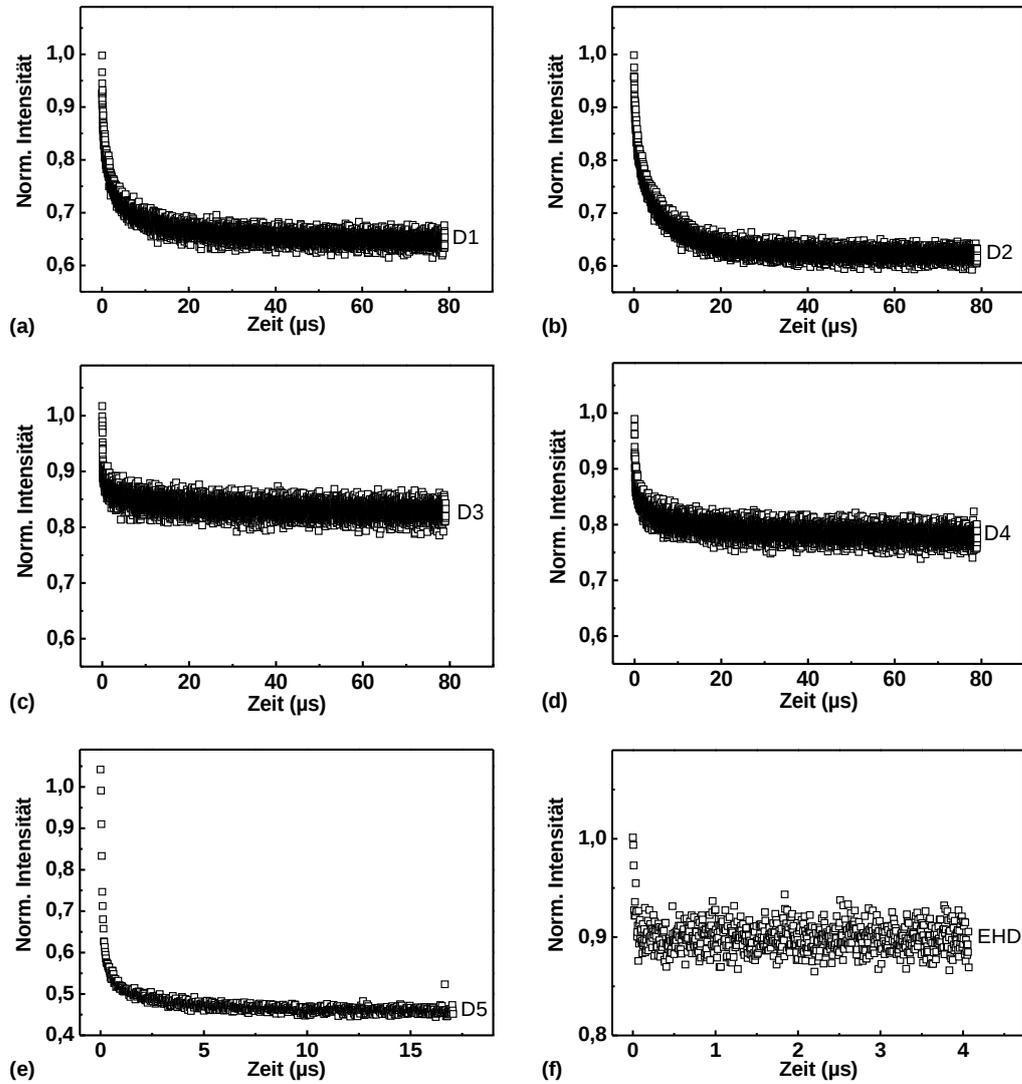
Im folgenden Kapitel wird das zeitliche Verhalten der D-Linien bei gepulster Anregung (fokussierte, defokussierte Elektronenstrahl- sowie Spotmodeanregung) untersucht. Der zugehörige Messaufbau ist bereits im Kapitel 3.5 beschrieben worden. Die Untersuchungen der Linien D1 bis D4 werden am Probenzustand s1T durchgeführt.

Die Zeitabhängigkeit für die D5-Linie wird am Probenzustand s2 charakterisiert. Die KL-Spektren der Messstellen entsprechen denen aus Abbildung 5.21.

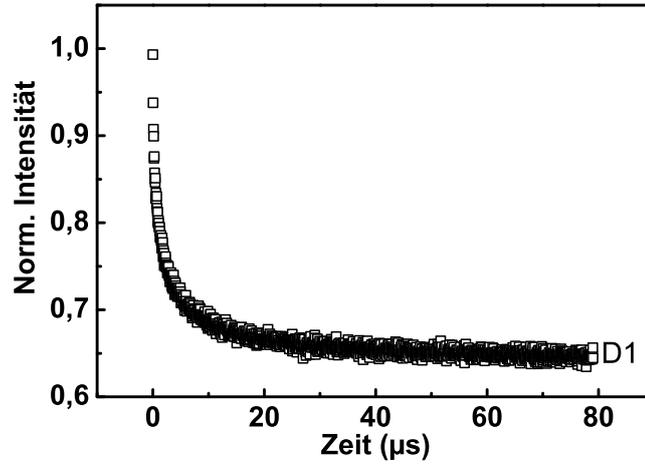
In Abbildung 5.42 sind die Zeitabhängigkeiten der Zerfälle der Lumineszenzintensitäten für die verschiedenen D-Linien und die EHD-Lumineszenz unter Anregung mittels fokussiertem Elektronstrahl dargestellt. Dabei sind die Intensitäten auf die Maximalintensität normiert. Es fällt auf, dass die Lumineszenzintensität nicht wesentlich größer als die Untergrundintensität, hervorgerufen durch das Dunkelrauschen des Detektors, ist. So entspricht der Untergrund ca. 60 % (D1- und D2-Linie), ca. 80 % (D3- und D4-Linie) bzw. 45 % (D5-Linie) der Ausgangslumineszenzintensität. Zusätzlich lässt sich beobachten, dass für lange Zeiten die Messpunkte der Transiente stark streuen. Daher wurde für die zeitaufgelösten Messungen eine Prozedur für die Messpunktmittelung erstellt, wobei die Flankensteilheit des Beamblockers (20 bis 30 ns) die untere Grenze für die messbaren Zerfallskonstanten bildet. Für die D-Linien und die EHD-Lumineszenz wurden die Transienten über 5 Messpunkte gemittelt (Zeitbereich von 50 ns für die D-Linien bzw. 25 ns für die EHD-Lumineszenz). Abbildung 5.43 zeigt beispielhaft für die D1-Linie den Zeitverlauf nach der Mittelung. Man erkennt deutlich die Reduktion der Intensitätsschwankungen. Weiterhin fällt auf, dass der Abfall der Lumineszenzintensität folgendermaßen verläuft: Ein schneller Prozess mit kurzer Lebensdauer bestimmt den Zerfall in den ersten 5  $\mu$ s. Parallel findet ein deutlich langsamerer Zerfallsprozess statt, der den zeitlichen Verlauf ab 10  $\mu$ s dominiert. Man stellt fest, dass für die Transienten aller D-Linien der Lumineszenzabfall nach 10  $\mu$ s bereits mindestens 90 % der Differenz zwischen Ausgangsintensität und der Untergrundintensität entspricht. Anders ausgedrückt: Der Zeitverlauf der Transiente ab einer Zeit von 10  $\mu$ s stellt maximal 10 % des gesamten Lumineszenzintensitätsabfalls der Transiente dar und spielt daher nur eine untergeordnete Rolle.

Quantitativ kann die Zeitabhängigkeit des Zerfalls der Lumineszenzintensität über eine Summe zweier exponentieller Zerfälle mit jeweils einer Zeitkonstante [siehe Gleichung (2.16)] beschrieben werden. Leider ließ sich die gesamte Transiente weder mit diesem Modell noch alternativen Rekombinationsmodellen zufriedenstellend anpassen. Daher wird im Folgenden die quantitative Auswertung auf den Zeitbereich bis 10  $\mu$ s beschränkt, da dieser, wie bereits ausgeführt, den Großteil des Lumineszenzintensitätsabfalls ausmacht. In den Teilabbildungen 5.44(a)-(f) kann man erkennen, dass sich die gemittelten Zeitverläufe gut unter Verwendung des Modells der Summe zweier exponentieller Zerfälle mit jeweils einer Zeitkonstante [siehe Gleichung (2.16)] anpassen lassen. Dabei wurde zur Berücksichtigung der Untergrundintensität der Parameter  $I_0$  bei der Auswertung hinzugefügt.

In Tabelle 5.45 sind die erhaltenen Parameter für die Anpassungen mittels Gleichung (2.16) für die verschiedenen D-Linien sowohl für die fokussierte-, defokussierte- als



**Abbildung 5.42:** Zeitabhängigkeit der Zerfälle der Lumineszenzintensitäten für die Probenzustände s1T und s2: (a) D1 ( $\lambda=1535$  nm), (b) D2 ( $\lambda=1419$  nm), (c) D3 ( $\lambda=1325$  nm), (d) D4 ( $\lambda=1256$  nm), (e) D5 ( $\lambda=1311$  nm) und (f) EHD ( $\lambda=1150$  nm); aufgenommen bei  $U_B=20$  keV,  $I_{beam}=45$  nA, 200 facher Vergrößerung und fokussierter Anregung

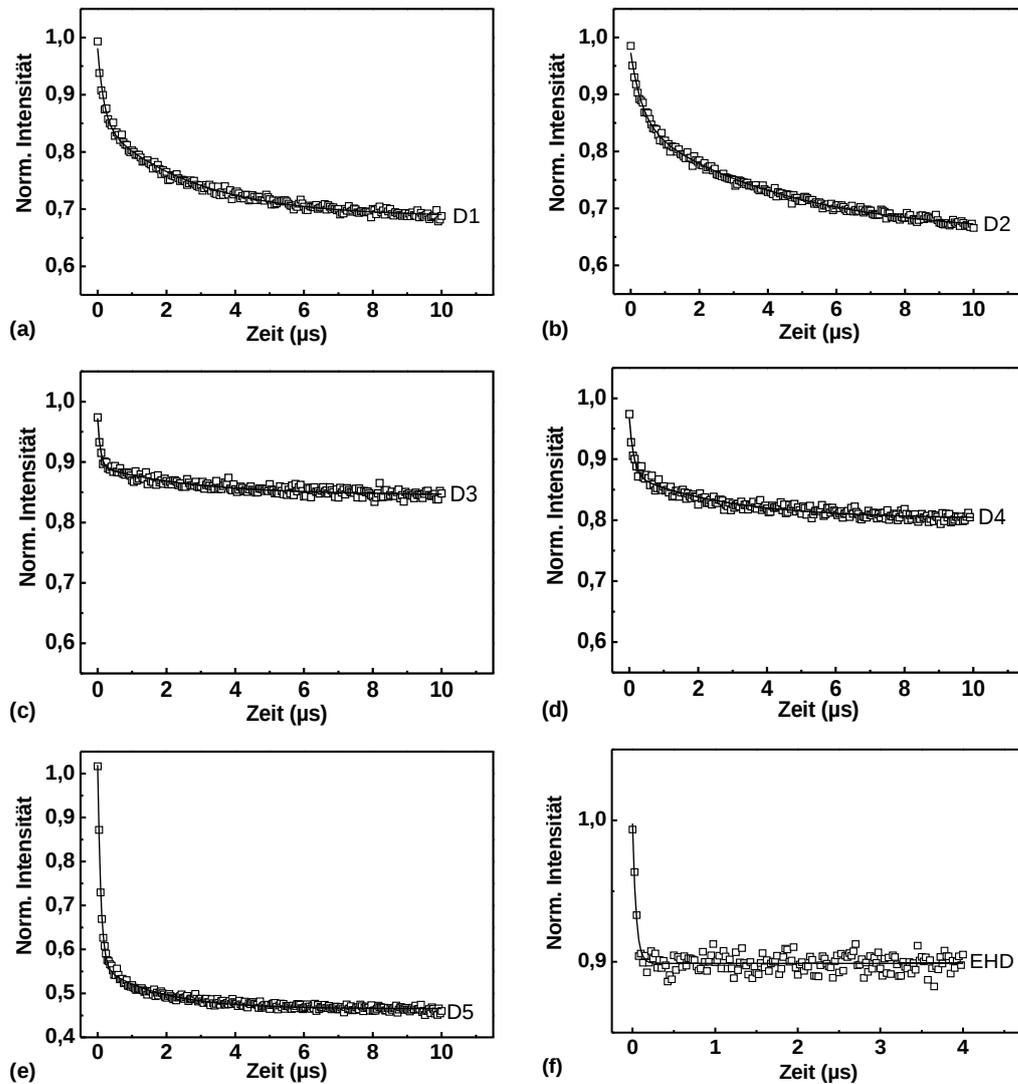


**Abbildung 5.43:** Zeitabhängigkeit des Zerfalls der Lumineszenzintensität der D1-Linie ( $\lambda=1535$  nm) für den Probenzustand s1T nach Mittelung; aufgenommen bei  $U_B=20$  keV,  $I_{beam}=45$  nA, 200 facher Vergrößerung und fokussierter Anregung

auch Spotmode-Anregung dargestellt. Es ist ersichtlich, dass die Untergrundintensität  $I_0$  bei defokussierter Anregung deutlich kleiner ist. Dies lässt sich mit dem größeren Anregungsvolumen und der damit einhergehenden höheren Lumineszenzintensität erklären. Weiterhin erkennt man, dass für alle D-Linien die erhaltenen Parameter unter fokussierter- und Spotmode-Anregung nahezu gleich sind. Für die Linien D3 und D4 ergeben sich bei defokussierter Anregung für die Anpassung Parameterwerte, die mit den Werten der fokussierten- bzw. Spotmode-Anregung vergleichbar sind. Im Fall der Linien D1 und D2 sind unter defokussierter Anregung die ermittelten Lebensdauern  $\tau_1$  und  $\tau_2$  etwas größer im Vergleich zur fokussierten- und Spotmode-Anregung. Generell kann noch festgehalten werden, dass die ermittelten Werte für die Lebensdauern  $\tau_1$  und  $\tau_2$  für die D3-Linie am kleinsten und für die D2-Linie am größten sind. Außerdem ist ersichtlich, dass für alle drei Anregungsarten  $\tau_{D3} \leq \tau_{D4}$  und  $\tau_{D1} < \tau_{D2}$  gilt.

In der Literatur findet man bisher drei Veröffentlichungen zu zeitaufgelösten Untersuchungen der D-Linien-Lumineszenz. WERONEK [32] führte zeitaufgelöste PL-Untersuchungen an plastisch verformten- und laseraufgeschmolzenen Siliziumproben durch. Apparaturbedingt konnten nur Lebensdauern  $\geq 250$  ns nachgewiesen werden. Somit war eine Untersuchung der Lebensdauern für die Linien D3 und D4 nicht möglich. Die Messkurven für die Linien D1 und D2 konnte er mittels einer Anpassung der Form  $I(t) \propto \frac{1}{c' \cdot (t+t_0)}$  mit  $c' \approx 1$  MHz gut beschreiben.

STEINMAN et al. [76] untersuchten plastisch verformte Siliziumproben. Aufgrund der Flankenzeit des Lasers konnten nur Lebensdauern größer als  $3 \mu\text{s}$  bestimmt werden.



**Abbildung 5.44:** Zeitabhängigkeit der Zerfälle der Lumineszenzintensitäten für die Probenzustände s1T und s2 nach Mittelung: (a) D1 ( $\lambda=1535$  nm), (b) D2 ( $\lambda=1419$  nm), (c) D3 ( $\lambda=1325$  nm), (d) D4 ( $\lambda=1256$  nm), (e) D5 ( $\lambda=1311$  nm) und (f) EHD ( $\lambda=1150$  nm); aufgenommen bei  $U_B=20$  keV,  $I_{beam}=45$  nA, 200 facher Vergrößerung und fokussierter Anregung

**Tabelle 5.45:** Übersicht zu den Lebensdauern der D-Linien-Lumineszenz für die Zerfallskurven die Probenzustände s1T (keine Berücksichtigung der Fehler der Messpunkte)

	$I_0(10^{-2})$	$A_1(10^{-2})$	$\tau_1(\text{ns})$	$A_2(10^{-2})$	$\tau_2(\mu\text{s})$
D1, Spot	$66,8 \pm 0,1$	$15,2 \pm 0,4$	$182 \pm 13$	$16,1 \pm 0,2$	$2,71 \pm 0,09$
D1, fok	$68,6 \pm 0,1$	$13,0 \pm 0,5$	$178 \pm 11$	$16,5 \pm 0,2$	$2,73 \pm 0,09$
D1, defok	$29,6 \pm 0,2$	$30,1 \pm 0,7$	$332 \pm 16$	$36,7 \pm 0,5$	$3,07 \pm 0,08$
D2, Spot	$61,3 \pm 0,3$	$14,6 \pm 0,5$	$279 \pm 21$	$23,4 \pm 0,3$	$3,77 \pm 0,15$
D2, fok	$65,4 \pm 0,2$	$11,9 \pm 0,4$	$333 \pm 21$	$19,9 \pm 0,2$	$4,21 \pm 0,16$
D2, defok	$30,4 \pm 0,5$	$23,5 \pm 0,8$	$383 \pm 27$	$46,2 \pm 0,4$	$4,38 \pm 0,15$
D3, Spot	$85,8 \pm 0,2$	$10,5 \pm 0,9$	$79 \pm 14$	$4,2 \pm 0,3$	$2,57 \pm 0,44$
D3, fok	$84,5 \pm 0,1$	$8,0 \pm 0,5$	$83 \pm 11$	$4,7 \pm 0,2$	$2,83 \pm 0,28$
D3, defok	$73,4 \pm 0,3$	$9,3 \pm 1,5$	$100 \pm 15$	$16,7 \pm 0,4$	$2,72 \pm 0,20$
D4, Spot	$81,8 \pm 0,2$	$13,2 \pm 0,7$	$210 \pm 21$	$5,8 \pm 0,3$	$3,18 \pm 0,48$
D4, fok	$80,2 \pm 0,1$	$9,3 \pm 0,5$	$127 \pm 15$	$7,2 \pm 0,2$	$2,87 \pm 0,23$
D4, defok	$65,9 \pm 0,3$	$16,9 \pm 2,0$	$178 \pm 36$	$24,2 \pm 0,7$	$2,76 \pm 0,17$
D5, fok	$46,5 \pm 0,1$	$45,4 \pm 0,5$	$90 \pm 2$	$10,0 \pm 0,3$	$1,74 \pm 0,07$
D5, defok	$15,8 \pm 0,1$	$39,9 \pm 0,4$	$293 \pm 6$	$44,6 \pm 0,3$	$2,33 \pm 0,02$
EHD	$89,9 \pm 0,1$	$9,9 \pm 0,6$	$42 \pm 5$		

Ihre Anpassungen führten STEINMAN et al. auf Basis von Gleichung (2.16) durch. Sie erhielten für den schnellen Prozess eine Lebensdauer von ca. 5  $\mu\text{s}$ . Für  $\tau_2$  ergaben sich, abhängig von der Probe, Werte zwischen 50 und 200  $\mu\text{s}$ .

Eine dritte Arbeit wurde von FUKATSU et al. [77] durchgeführt. Sie untersuchten eine durch Molekularstrahlepitaxie auf Siliziumsubstrat abgeschiedene SiGe-Mischschicht, in der mittels mechanischem Kratzen und anschließender Temperaturbehandlung Fehlanpassungsversetzungen erzeugt wurden. Aus der Krümmung der Zerfallskurven schätzten sie die Lebensdauer für die Linien D1 und D2 auf ca. 200 ns (für kurze Zeiten) bzw. 1 bis 1,5  $\mu\text{s}$  (für lange Zeiten der Zerfallskurve) ab. Für die Linien D3 und D4 ergab sich eine Lebensdauer von ca. 40 ns. Gute Anpassungen der Zerfallskurven der Linien D1 und D2 konnten mit einer gestreckten exponentiellen Zerfallskurve, erstmals durch KOHLRAUSCH [78] vorgeschlagen, erzielt werden. Dabei wird zusätzlich nicht von einer einzelnen Zerfallskonstante sondern einer Vielzahl von Zeitkonstanten, die durch eine Verteilungsfunktion gewichtet werden, ausgegangen [79]. Für die Linien D3 und D4 wurde eine andere Anpassung gewählt. Diese ergab sich unter der Annahme zweier konkurrierender Zerfallskanäle, deren Zerfallskonstanten aufgrund der Streuung in der Halbleiterschicht (hier SiGe) exponentiell verteilt sind [80].

Die in [77] und [32] verwendeten Modelle lieferten keine zufriedenstellenden Ergebnisse für die Anpassungen der in dieser Arbeit vorgestellten zeitaufgelösten KL-Messungen und sind daher nicht dargestellt.

# Kapitel 6

## Diskussion

Folgend werden zu den einzelnen D-Linien und der Lumineszenz der P<sup>2SD</sup>-Linie die wichtigsten Erkenntnisse aufgelistet und mit den Ergebnissen anderer Autoren verglichen. Darauf aufbauend wird jeweils ein Defektmodell für die jeweilige Linie entwickelt und diskutiert.

### 6.1 Ursachen der D-Linien-Lumineszenz

#### 6.1.1 Ursache der D3- und D4-Lumineszenz

Kapitel 5 hat gezeigt, dass die Lumineszenzlinien D3 und D4 sich ähnlich verhalten. Folgend sind nochmals die wichtigsten Fakten zu diesen beiden Linien aufgelistet:

- Der energetische Abstand der spektralen Positionen der D3- und D4-Linie ist konstant. Er beträgt für die auf Einfachgleitung orientierten Proben ( $58 \pm 1$ ) meV. Dieser Wert passt sehr gut zur Energie impulserhaltender transversaler optischer Phononen in Silizium ( $E_{\text{TO}} = (58,0 \pm 0,3)$  meV [28]). Für die Probenzustände M1 und M1T wurde der Abstand zu  $(62 \pm 2)$  meV bestimmt.

In der Literatur findet man verschiedene Werte für den energetischen Abstand zwischen der D3- und der D4-Linie. So ermittelten WERONEK [32, 81] und SAUER et al. [2], die jeweils auf Einfachgleitung orientiertes verformtes FZ-Si untersuchten, ebenfalls einen Wert von 58 meV. Dagegen wurde von DROZDOV in der Ursprungsarbeit ein Wert von 66 meV angegeben [1]. Allgemein liegt der energetische Abstand im Bereich von 60 meV, hängt jedoch im Detail von der Kristallzüchtung, Dotierung, Orientierung und den Verformungsparametern der Proben ab.

- Das aus den PL-Untersuchungen ermittelte Intensitätsverhältnis der D3- zur D4-Linie liegt für die auf Einfachgleitung orientierten Proben bei  $0,45 \pm 0,05$ , unabhängig von der Anregungsleistung ( $P_{\text{Laser}} = 10^{-5} \text{ W} \cdot 10^{-2} \text{ W}$ ) und der

Messtemperatur (im untersuchten Temperaturbereich 4 K-80 K). Gleiches gilt für die Probenzustände M1 und M1T für die auf Vielfachgleitung orientierten Proben, wobei hier das Verhältnis der D3- zur D4-Linie  $0,80 \pm 0,15$  beträgt.

In einer Vielzahl von Arbeiten auf dem Gebiet der D-Linien-Lumineszenz in Silizium [30, 32, 48, 49, 71, 82, 83] kann man aus den PL-Spektren ein Intensitätsverhältnis zwischen der D3- und der D4-Linie kleiner als 1 ablesen. So beträgt es bei SUEZAWA und SUMINO [48, 75], WERONEK [32], LIGHTOWLERS und HIGGS [49] ca. 0,5. Eine der wenigen Arbeiten, in der ein Intensitätsverhältnis größer als 1 festgestellt wurde, war die Untersuchung von DROZDOV [72]. Die Unabhängigkeit des Intensitätsverhältnisses von der Anregungsleistung wurde in [48, 72] festgestellt. Die Unabhängigkeit von der Messtemperatur zeigten auch SUEZAWA und SUMINO [75] sowie WERONEK [32].

- In den PL-Untersuchungen kann in den auf Einfachgleitung orientierten Proben bei beiden Linien eine Dublettstruktur festgestellt werden.

Die identische Dublettstruktur für die Linien D3 und D4 wurde bereits von WERONEK [32] beobachtet.

- In den monochromatischen KL-Bildern zeigen beide D-Linien für alle Probenzustände eine identische Lokalisierung. Entlang markanter Gleitbänder ist die Lumineszenzintensität im Vergleich zur Umgebung verringert.

SEKIGUCHI und SUMINO fanden für die D3- und die D4-Lumineszenz ebenfalls eine identische Lokalisierung [43, 44]. Im Gegensatz zu den Ergebnissen dieser Arbeit detektierten sie eine erhöhte Lumineszenzintensität entlang der Gleitlinien, welche anhand von Ätzgrübchenreihen in Sekundärelektronenbildern sichtbar waren.

HIGGS et al. berichteten von monochromatischen KL-Bildern der D3- und der D4-Linie, die sich hinsichtlich der Lokalisierung ähnlich verhalten [35, 42]. Sie zeigten jedoch nur ein monochromatisches KL-Bild der D4-Linie, auf denen helle Streifen sichtbar waren, die den Gleitlinien entsprechen sollten. Analoge Rückstreuelektronenbilder der Probenoberfläche zur Untermauerung dieses Standpunktes wurden nicht präsentiert. Jedoch wurden die KL-Spektren durch die D3- und die D4-Lumineszenz dominiert, wenn die Anregung auf den Gleitlinien erfolgte. Diese Lokalisierung der Lumineszenz entlang der Gleitlinien konnten sie für verschiedene Probenstellen verifizieren.

Besonders hervorzuheben ist, dass die in der vorliegenden Arbeit gefundenen lokalen Schwankungen der KL-Intensitäten, welche die Lokalisierung der Lumineszenz hervorrufen, im Vergleich zur mittleren KL-Intensität klein sind. Der maximale Kontrast für die Linien D3 und D4 beträgt ca. 25 %, der mittlere Kontrast sogar nur 5 bis 10 %. In den monochromatischen KL-Abbildungen von HIGGS et al. [35, 42] tauchen helle und dunkle Streifen auf. Quantitative Aussagen zum Kontrast wurden jedoch

nicht gemacht. Aus den von HIGGS et al. gezeigten KL-Spektren lässt sich allerdings eine Tendenz ableiten: Erfolgte die Anregung zwischen den Gleitlinien, so konnte keine Intensität der D3- und der D4-Linie nachgewiesen werden. Bei Anregung auf den Gleitlinien war dagegen die Intensität maximal. SEKIGUCHI und SUMINO [43, 44] geben ebenfalls keine Kontrastwerte für ihre KL-Abbildungen an. Die KL-Spektren, welche ein ungünstiges Signal-zu-Rausch Verhältnis aufweisen, zeigen an verschiedenen Probenpositionen jedoch Intensitätsvariationen der D3 und- D4-Linie von ca. 50 %. Daher kann man auch hier ableiten, dass dieser KL-Kontrast im Vergleich zu den Ergebnissen der vorliegenden Arbeit deutlich größer ist.

Die vier zuvor genannten Punkte stellen die Grundlage dar, die D3-Linie als TO-Phononenreplik der D4-Rekombination zu interpretieren. Für einen indirekten Übergang ist das Phonon zur Impulserhaltung nötig und somit ein konstantes Intensitätsverhältnis und eine gleichartige Lokalisierung der D3- und D4-Linie unabdingbar. Setzt man den phononischen Zusammenhang der Linien D3 und D4 voraus und modelliert die D4-Linie zusätzlich als Rekombination eines an eine Störstelle gebundenen Exzitons, lassen sich weitere wichtige Schlussfolgerungen ableiten. Aus der Lumineszenz an flachen Störstellen gebundener Exzitonen in einkristallinem Silizium ist bekannt, dass es einen Zusammenhang zwischen dem Intensitätsverhältnis der TO-Phononenlinie und des Nullphononübergangs des Exzitons mit der Bindungsenergie der Störstelle gibt [84, 85]: Je kleiner das Intensitätsverhältnis ist, desto größer ist die Bindungsenergie des zugehörigen flachen Donators oder Akzeptors. Für ein Intensitätsverhältnis von 0,4 bis 0,5 im Fall der Linien D3 und D4 ergibt sich eine Bindungsenergie der Störstelle von 70 meV (Donator) bzw. 130 meV (Akzeptor). Über die von HAYNES gefundene, nach ihm benannte empirische Regel [86]  $E_{BE} = 0,1 \cdot E_B$  kann die Bindungsenergie des Exzitons an die Störstelle  $E_{BE}$  abgeschätzt werden. Dabei stellt  $E_B$  die Bindungsenergie der neutralen Störstelle dar. Im Fall der D4-Lumineszenz ergibt sich für  $E_{BE}$  ein Wert von ca. 10 meV. Unter Verwendung von Gleichung (2.9) (S. 18) und Berücksichtigung einer indirekten Bandlücke bei  $T=0$  K von 1170 meV [87] ergäbe sich für die D4-Lumineszenz eine Übergangsenergie von 1145 meV. Ein Vergleich mit dem experimentell bestimmten Wert von ca. 1000 meV (siehe Tabelle 5.6, S. 57) zeigt eine Differenz von ca. 145 meV auf. Für eine Übereinstimmung würde eine um 145 meV verringerte Bandlücke  $E_G^*$  benötigt. Diese Bandlückenänderung könnte z.B. durch das Verzerrungsfeld einer Versetzung hervorgerufen werden. BARDEEN und SHOCKLEY schätzten die Verschiebung der Energiebänder in Abhängigkeit der Verformung für verschiedene Halbleiter ab [88]. Für Silizium ermittelten sie eine lineare Änderung der Bandlücke von  $-30$  eV pro mittlerer Dehnung  $\bar{\epsilon} = 1$ , wobei die Absenkung des Leitungsbandes etwa zwei Drittel des Wertes der Anhebung des Valenzbandes betrug. Im Fall der D4-Linie entspricht die Verringerung der Bandlücke

um 145 meV dann einer mittleren Dehnung  $\bar{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-3}$ . Betrachtet man den Verzerrungstensor einer Versetzung [10], kann man für die Bestimmung der mittleren Dehnung  $\bar{\epsilon}$  wie folgt vorgehen: Die von Null verschiedenen Dehnungskomponenten nehmen mit dem Kehrwert des Abstands  $r$  vom Versetzungskern ab. Für eine grobe Abschätzung kann nach [10] folgende Relation verwendet werden:

$$\epsilon \approx 0,1 \cdot \frac{|\mathbf{b}|}{r} \quad (6.1)$$

Mittelt man  $\epsilon$  über den Bereich um die Versetzung, so erhält man eine mittlere Dehnung  $\bar{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-3}$  für einen inneren Abschneideradius  $r_i = |\mathbf{b}|$  und einen äußeren Abschneideradius von  $r_{\bar{\epsilon}} \approx 90 |\mathbf{b}|$ . Unter Verwendung des Burgersvektors einer vollständigen Versetzung in Silizium  $\mathbf{b} = \frac{a}{2} \langle 110 \rangle$  und der Gitterkonstante von Silizium  $a_{\text{Si}} = 0,357 \text{ nm}$  [87] ergibt sich  $r \approx 35 \text{ nm}$ . Zusammengefasst: Die Verringerung der Bandlücke, verursacht durch das Verzerrungsfeld der Versetzung, ist innerhalb dieses Gebietes um einen Versetzungskern so groß, dass sie die D4-Lumineszenz als Rekombination eines an eine Störstelle gebundenen Exzitons und die D3-Linie als dessen TO-Phononenreplik erklären kann. Will man nun den Anteil dieses verzerrten Bereichs am Gesamtvolumen der Probe ermitteln, vergleicht man die Fläche  $A_{\bar{\epsilon}} \approx \pi \cdot r_{\bar{\epsilon}}^2$  um eine Versetzung mit der mittleren Fläche  $A_V$  pro Versetzung, welche dem Quadrat des mittleren Versetzungsabstands  $d$  bzw. der inversen mittleren Versetzungsdichte  $\frac{1}{\bar{\rho}}$  entspricht. Für den Probenzustand M1 mit der größten Versetzungsdichte ( $\bar{\rho} = 1 \cdot 10^9 \text{ cm}^{-2}$ ) ergibt sich ein Anteil  $\frac{A_{\bar{\epsilon}}}{A_V} \approx 4 \%$ . Für den Zustand S1 mit der geringsten Versetzungsdichte ( $\bar{\rho} = 5 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-2}$ ) beträgt dieser Anteil 0,2 %.

Erklärt man die D3-Linie als TO-Phononenreplik der D4-Linie, stellt sich die Frage nach einer möglichen TA-Phononenreplik, die z.B. bei der Lumineszenz an flachen Störstellen gebundener Exzitonen beobachtet wird. Dort zeigt sich, dass die Intensität der TA-Replik nur ca. 5-10 % der Intensität der TO-Phononenreplik beträgt [84, 85]. Überträgt man diese Erkenntnis auf die Linien D3 und D4, deren Halbwertsbreite z. T. mehr als 10 meV beträgt, sucht man nach einer Linie im Spektralbereich zwischen den beiden Linien, deren Intensität maximal 10 % der D3-Intensität entspricht und deren Halbwertsbreite ca. 10 meV beträgt. Ein möglicher Kandidat wäre die Linie  $D4^r$  (siehe Tabelle 5.6, S. 57). Dieser Vorschlag findet sich auch in der Arbeit von WERONEK [32].

Im Folgenden wird die D3-Linie als TO-Phononenreplik der D4-Linie aufgefasst. Die Linie D4 selbst wird als exzitonische Rekombination an einer Störstelle beschrieben, wobei aufgrund des Verzerrungsfelds der Versetzungen das Leitungs- und Valenzband von ihren jeweiligen Volumenwerten abgespalten sind und dadurch eine Verringerung der Bandlücke auftritt. Folgend werden weitere experimentelle Fakten zu den Linien

D3 und D4 genannt und ihre Vereinbarkeit mit dem bisherigen Modell diskutiert.

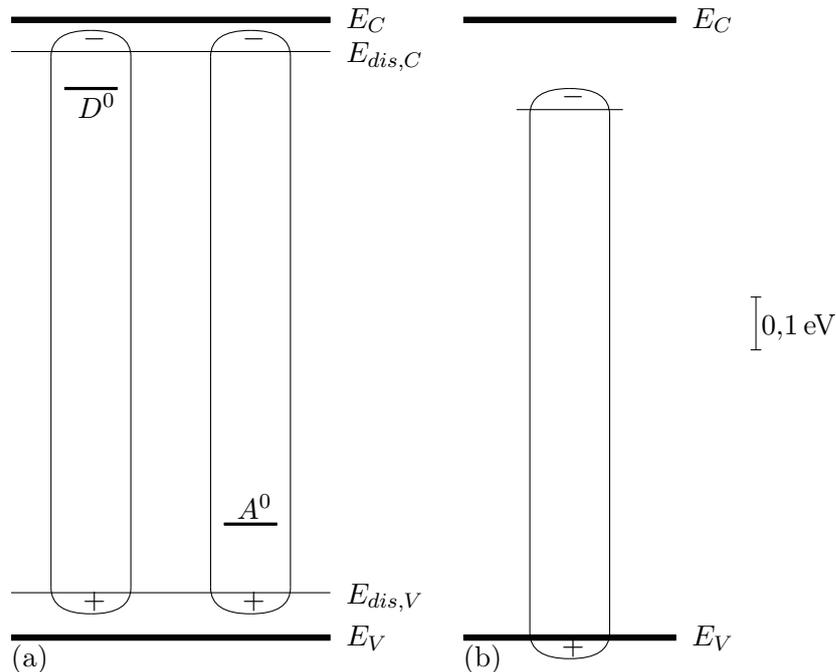
- In den temperaturabhängigen PL-Messungen konnte eine schnelle Thermalisierung der D3- und D4-Lumineszenz festgestellt werden. Die Anpassung mittels eines Dreiniveausystems nach Gleichung [Gleichung (2.11), S. 20] ergab Energieabstände der angeregten Zustände von 1 meV bzw. 5 meV.

Die schnelle Thermalisierung lässt sich gut mit der geringen Bindungsenergie des Exzitons an die Störstelle vereinbaren. Allerdings lassen die Ergebnisse der temperaturabhängigen PL-Messungen auch das Modell der Rekombination eines freien oder schwach gebundenen Elektrons bzw. Lochs mit einem neutralen Akzeptor bzw. Donator als Erklärung zu.

- Die Lumineszenz der D3- und der D4-Linie zeigen eine wurzelförmige Abhängigkeit von der Anregungsleistung.

Die gefundene Abhängigkeit der Intensität von der Anregungsleistung passt weniger zum Modell einer exzitonschen Rekombination. Nach SCHMIDT et al. erwartet man für exzitonsche Rekombinationen lineare bzw. superlineare Abhängigkeiten ( $I \propto P^m$  mit  $m = 1-2$ ) [73]. Dagegen ergibt sich für die Rekombination eines freien oder schwach gebundenen Elektrons bzw. Lochs mit einem neutralen Akzeptor bzw. Donator eine wurzelförmige Abhängigkeit [73]. Ähnliches erhält man für das Modell von GRIESHABER et al. bei Rekombination über tiefe Störstellen [74].

Darüber hinaus sind auch die Ergebnisse von WEBER und ALONSO in Betracht zu ziehen, die die D-Linien-Lumineszenz in  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ -Mischschichten untersuchten [52]. Sie erhielten für die D3- und die D4-Linie Übergangsenergien, die sich mit zunehmendem Ge-Gehalt linear verringerten. Dagegen ließ sich die Verringerung der Bandlücke der  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ -Mischschicht (bis zu  $x=0,85$ ) nur mithilfe eines Polynoms 2. Grades anpassen. Daher erklärten sie die D4-Linie als Rekombination eines schwach gebundenen Lochs mit einem tiefgebundenen Elektron. Dieses Modell wäre sowohl mit den Ergebnissen der temperaturabhängigen Messungen als auch der leistungsabhängigen Messungen dieser Arbeit vereinbar. In Abbildung 6.1 sind beide vorgestellten Modelle für die D4-Linie dargestellt: (a) die Rekombination eines an eine Störstelle (Donator  $D^0$  bzw. Akzeptor  $A^0$ ) gebundenen Exzitons, wobei das Leitungs- und Valenzband von ihrem jeweiligen Volumenwert verschoben sind, sowie (b) die exzitonsche Rekombination eines tief gebundenen Elektrons mit einem schwach gebundenen Loch. Damit wären Bandschemata vorgestellt, die die Übergangsenergie und viele weitere Eigenschaften der D4-Linie erklären könnten. Offen bleibt jedoch noch, welcher Strukturdefekt das jeweilige Donator- oder Akzeptorniveau bzw. das tiefe Störstellenniveau in der Bandlücke erzeugt. Als mögliche Gitterdefekte kommen relaxierte 60°- und Schraubenversetzungen, welche die Versetzungsstruktur der auf Einfachgleitung



**Abbildung 6.1:** Defektmodelle zur D4-Lumineszenz in der Darstellungsart nach [73] (Maßstab): (a) exzitoniche Rekombination im Verzerrungsfeld einer Versetzung und (b) Rekombination eines tief gebundenen Elektrons mit einem schwach gebundenen Loch

orientierten Proben dominieren, in Betracht. Allein mit geraden, nicht relaxierten Versetzungen, wie sie in zweistufig verformten Proben nach Hochlastverformung vorliegen, kann man allerdings das Auftreten der D4-Lumineszenz nicht erklären, da die PL-Spektren solcher hochlastverformter Proben ausschließlich die D5- und D6-Lumineszenz zeigen. Erst durch eine Temperaturbehandlung bei einer Temperatur  $T \approx 400^\circ\text{C}$  von ca. 1 h Dauer relaxiert die Versetzungsstruktur [2] und anstelle der D5-Bande und der D6-Linie treten die Linien D3 und D4, wie von SAUER et al. gezeigt und in dieser Arbeit bestätigt wurde. Der folgende in dieser Arbeit gefundene Fakt ist allerdings auch zu berücksichtigen.

- Die Intensität der D3- und der D4-Linie verringert sich nach einer Temperaturbehandlung von 6 h Dauer bei einer Temperatur von  $850^\circ\text{C}$ .

Eine vergleichbare Beobachtung wurde bereits von WERONEK gemacht [32]. SUEZAWA und SUMINO [48] sowie OSIP'YAN et al. [89] berichteten von einer Reduzierung der Intensität der Linien D3 und D4 nach Ausheilsschritten bei Temperaturen oberhalb von  $800^\circ\text{C}$ . Der Effekt der Verminderung der Intensität konnte nicht mit einer Verringerung der Versetzungsdichte erklärt werden, da die Änderung der Versetzungsdichte im Vergleich zur Intensitätsänderung deutlich geringer ausfiel [48]. Dagegen könnten zusätzliche, während der Temperaturbehandlung gebildete strahlende Rekombinationszentren, die in Konkurrenz zur D4-Lumineszenz treten, den

experimentellen Befund erklären.

Aufgrund der Korrelation mit den beobachteten Versetzungsanordnungen wird also die D4-Linie eher der Rekombination an relaxierten Versetzungen zuzuschreiben sein [siehe Abbildung 6.1(a)]. Welche Lokalisierung der D4-Lumineszenz in den plastisch verformten Proben würde man unter Kenntnis der Versetzungsstruktur erwarten? Alle untersuchten Proben zeichnen sich durch hohe mittlere Versetzungsdichten aus (siehe Tabelle 5.2, S. 50), d.h. durch kleine Werte für den mittleren Versetzungsabstand  $d$  ( $d < 1,4 \mu\text{m}$ ). Zum Vergleich ist der Durchmesser  $R_e$  des Anregungsvolumens in den KL-Untersuchungen mit mindestens  $3 \mu\text{m}$  [20] deutlich größer als  $d$ . Daher kann man nicht erwarten, in den KL-Abbildungen das Lumineszenzverhalten einzelner Versetzungen zu beobachten. Vielmehr sollte in Folge der hohen Versetzungsdichte auf der Längenskala von  $d$  die Lumineszenzverteilung in den KL-Bildern homogen sein. Eventuelle Schwankungen um die mittlere Intensität auf größeren Längenskalen müssten gering ausfallen, da an den hier untersuchten plastisch verformten Siliziumproben eine relativ homogene Verteilung von Gleitlinien auf der Oberfläche beobachtet wurde, was auf eine homogene Versetzungsverteilung schließen lässt. Dies wird auch durch die vorliegenden TEM-Ergebnisse bestätigt. Die experimentellen Ergebnisse aus den KL-Abbildungsuntersuchungen zur Lokalisierung der D-Linien-Lumineszenz sind mit den Eigenschaften der Versetzungsanordnung vereinbar. Die in den KL-Bildern beobachteten Lumineszenzstreifen verlaufen parallel zu den Gleitlinien der beteiligten Gleitsysteme über die gesamte Probenoberfläche. Ihre Breite senkrecht zur Spur der Gleitebenen ist mit 10 bis  $50 \mu\text{m}$  deutlich größer als  $d$  und  $R_e$ . Des Weiteren betragen die ermittelten Kontraste zwischen hellen und dunklen Lumineszenzstreifen in den KL-Bildern der D4-Linie maximal 25 %.

Probenbereiche, mit einer Lokalisierung der plastischen Verformung in Form von dicht nebeneinander liegenden Gleitebenen, konnten in den Rückstreuелеktronenbildern als markante Gleitbänder identifiziert werden. In diesen Bereichen erhöhter Gleitaktivität wird im Vergleich zur Umgebung eine verringerte D4-Intensität festgestellt. Dieses Verhalten wird mit zusätzlichen strahlenden Rekombinationszentren erklärt, die in Konkurrenz zur Lumineszenz der D4-Linie treten. Die physikalische Ursache dieser Zentren wird im Rahmen des folgenden Teilkapitels nochmal aufgegriffen und näher ausgeführt.

### 6.1.2 Ursache der D1- und D2-Lumineszenz

Vorab sei erwähnt, dass in den folgenden Ausführungen, wenn von der D1-Linie gesprochen wird, immer das Maximum bei einer Energie von ca. 807 meV gemeint ist. Nebenpeaks bzw. begleitende Lumineszenzlinien, wie sie in den PL-Spektren einiger Probenzustände auftraten, bleiben hier unberücksichtigt.

In Kapitel 5 wurde gezeigt, dass die Lumineszenzlinien D1 und D2 offensichtlich miteinander korreliert sind. Folgend sind nochmals die wichtigsten Fakten zu diesen beiden Linien aufgelistet:

- Der energetische Abstand der spektralen Positionen der D1- und D2-Linie ist konstant und beträgt ca. 66 meV. Dieser Wert entspricht in etwa der Energie optischer Phononen am  $\Gamma$ -Punkt in Silizium ( $E_{\text{OR}} = (64,4 \pm 0,4)$  meV [28]).

Auch SAUER et al. [2], WERONEK [32], HIGGS et al. [35] sowie WATSON et al. [36] stellten einen energetischen Abstand zwischen der D1- und der D2-Linie von ca. 66 meV fest. Aus den PL-Spektren der Arbeiten von DROZDOV [72], SUEZAWA und SUMINO [48] sowie KVEDER et al. [90] ließ sich eine Energiedifferenz zwischen der D1- und der D2-Linie von ca. 63 meV ableiten.

- Die Intensität beider Linien zeigt bei Variation der Anregungsleistung die gleiche sublineare Abhängigkeit  $I \propto P^m$  mit  $m \approx 0,5$ . Weiterhin wird für große Anregungsleistungen eine Sättigung der Lumineszenzintensität festgestellt, die für die D2-Linie etwas stärker ausgeprägt ist (siehe Abbildung 5.10).

WERONEK berichtete ebenfalls für die Linien D1 und D2 in plastisch verformten Siliziumproben von einer gleichartigen sublinearen Abhängigkeit der Lumineszenzintensität von der Anregungsleistung, ohne  $m$  quantitativ anzugeben [32]. In laser-aufgeschmolzenen Proben beobachtete er zusätzlich eine Sättigung der D1- bzw. D2-Intensität für hohe Anregungsleistungen, wobei der Sättigungseffekt bei der D1-Linie geringer ausfiel. Aus den PL-Spektren von SUEZAWA und SUMINO lassen sich vergleichbare Ergebnisse für die Linien D1 und D2 ableiten [75]. DROZDOV et al. stellten ebenfalls eine sublineare Abhängigkeit der D1- und D2-Intensität fest. Jedoch erhielten die Autoren für die D2-Linie einen größeren Wert für  $m$ , so dass bei hohen Anregungsleistungen die Intensität der D2-Linie die Intensität der D1-Linie überwog [1, 72].

- Im Gegensatz zur D3- und D4-Linie ist das Intensitätsverhältnis zwischen der D1- und der D2-Linie für die verschiedenen untersuchten Proben nicht konstant. Mit Ausnahme des Probenzustands s1T mit der kleinsten Versetzungsdichte variiert für alle anderen Probenzustände das Intensitätsverhältnis der Linien D1 und D2 auf einer Probe nur geringfügig.

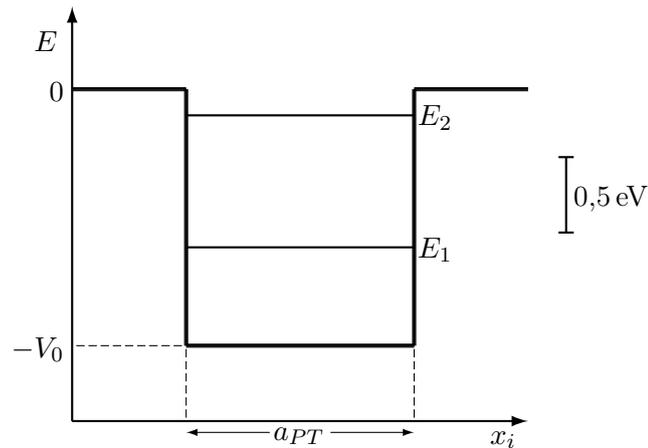
Auch aus den in der Arbeit von WERONEK [32] dargestellten PL-Spektren verformter Proben konnte man kein konstantes Intensitätsverhältnis der D1- und D2-Linie ableiten: So wiesen gleichartig verformte Proben, deren Ausgangsmaterialien sich nur in der Art bzw. Konzentration flacher Störstellen unterschieden, auch unterschiedliche Intensitätsverhältnisse der Linien D1 und D2 auf. Proben, die nach plastischer Verformung eine Temperaturbehandlung für eine Dauer von 6 h bei 850 °C durchlaufen

hatten, zeigten andere Intensitätsverhältnisse im Vergleich zum Verformungszustand. Proben, die aus dem gleichen Ausgangsmaterial bestanden, aber unterschiedlich verformt wurden, weisen, wie von SAUER et al. [2] berichtet, verschiedene Intensitätsverhältnisse auf. Aus den PL-Spektren von SUEZAWA und SUMINO für gleichartig verformtes FZ- und CZ-Silizium konnte man ebenfalls verschiedene Werte für das Intensitätsverhältnis der D1- mit der D2-Linie ableiten [48]. Allgemein ist festzustellen, dass kein fester Wert für das Intensitätsverhältnis zwischen den Linien D1 und D2 beobachtet wurde. Vielmehr hängt es insbesondere von den Verformungsbedingungen und den thermischen Nachbehandlungen der Probe ab. Auch können die Linien D1 und D2 im Lumineszenzspektrum verformter Proben komplett fehlen: So tauchen in dieser Arbeit die beiden Linien im Spektrum der zweistufig verformten Proben wie auch in den Spektren einiger Proben von SAUER et al. [2] nicht auf. Des Weiteren haben eigene PL-Untersuchungen an verformten Siliziumproben sowie Messungen der Autoren aus [48] gezeigt, dass auch für sehr hohe Dotierkonzentrationen (größer als  $10^{18} \text{ cm}^{-3}$ ) keinerlei D1- und D2-Lumineszenz feststellbar ist.

- Beide Linien verzeichnen einen Intensitätsanstieg nach der Temperaturbehandlung für 6 h bei einer Temperatur von  $T = 850^\circ\text{C}$ . Für einstufig verformte Proben dominiert die Intensität der D2-Linie nach der Temperaturbehandlung. Für zweistufig verformte Proben ist die Intensität der D1-Linie nach der Temperaturbehandlung am höchsten.

Die in der vorliegenden Arbeit beobachtete Zunahme der Intensitäten der D1- und D2-Linie nach einer Temperaturbehandlung von 6 h Dauer bei einer Temperatur von  $T = 850^\circ\text{C}$  wurde auch von WERONEK [32] gezeigt. Bei zweistufig verformten Proben wurden auch nach einer thermischen Behandlung bei einer Temperatur von  $390^\circ\text{C}$  für 1 h, die zur Relaxation der Versetzungsstruktur führte, unterschiedliche Intensitätsverhältnisse der D1- und D2-Linie beobachtet [2]. Weitere Berichte über vergleichbare Temperaturbehandlungen an zweistufig verformten Proben und deren Einfluss auf die D1- und D2-Intensität sind nicht bekannt.

Die gewonnenen experimentellen Ergebnisse lassen die Schlussfolgerung zu, die D1-Linie als die  $\text{O}\Gamma$ -Phononenreplik der D2-Linie zu betrachten. Das  $\text{O}\Gamma$ -Phonon hat keinen Impuls und trägt daher nicht zur Impulserhaltung bei. Somit erwartet man eine  $\text{O}\Gamma$ -Phononenreplik nur bei einem direkten Übergang, bei dem auch kein konstantes Intensitätsverhältnis zwischen der Phononenreplik und der Nullphononlinie vorliegen muss. Aus PL-Untersuchungen von Galliumarsenid ist bekannt, dass für verschiedene Akzeptoren das Verhältnis zwischen der Phononenreplik unter Beteiligung eines LO-Phonons am  $\Gamma$ -Punkt und des Nullphononübergangs unterschiedlich ist: Mit zunehmender Bindungsenergie des Akzeptors erhöht sich das Intensitätsver-



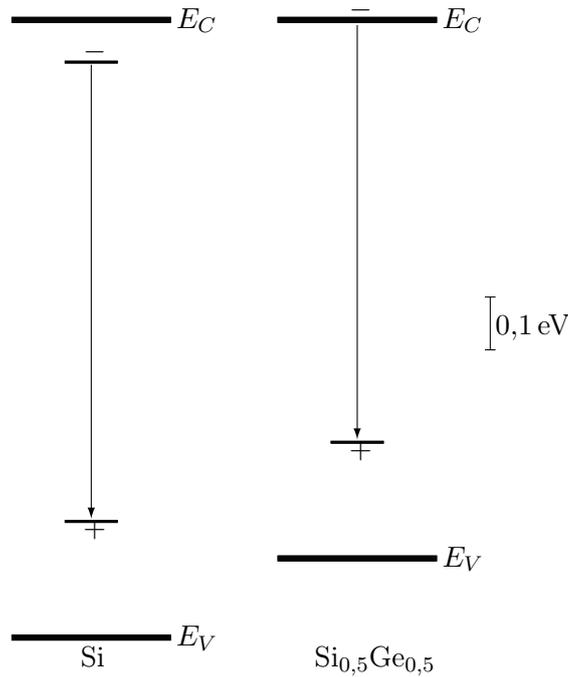
**Abbildung 6.2:** Zweidimensionales Potentialtopfmodell  $E(x_i)$  für die D2-Linie

hältnis zwischen der Phononenreplik und des Nullphononübergangs [91].

Auch WERONEK [32] ordnete die D1-Linie der OF-Phononenreplik der D2-Linie zu und beschrieb zusätzlich die D2-Linie als Rekombination am intrinsischen Stapelfehlerband einer aufgespaltenen  $60^\circ$ -Versetzung. Aus der Anpassung der Linienform der D1- und der D2-Linie schlussfolgerte er, dass die an den Übergängen beteiligten Energieniveaus bandartig sein und eine zweidimensionale Zustandsdichte aufweisen müssten. Daher definierte er die D2-Linie als Übergang zwischen verschiedenen Energieniveaus eines zweidimensionalen Stapelfehlers, welcher als Potentialtopf mit endlicher Tiefe modelliert wurde.

Hier wird die Idee WERONEKS aufgegriffen und der Ursprung der D2-Linie mit einem zweidimensionalen Potentialtopf (Lösung z.B. in [92]) verknüpft. Man erhält unter Annahme entsprechender Werte für die Parameter des Potentialtopfs (ebene Dimension:  $a_{PT}^2 = |\mathbf{b}| \cdot |\mathbf{b}|$ ; effektive Masse des Elektrons  $m^* = 3,95 \cdot m_0$ ; Tiefe des Potentialtopfs  $V_0 = 1,7 \text{ eV}$ ) zwei gebundene Zustände, deren energetischer Abstand ungefähr der Übergangsenergie der D2-Linie entspricht (siehe Abbildung 6.2). Die beiden gebundenen Zustände haben die Energien  $E_1$  und  $E_2$  ( $E_1 = -1,048 \text{ eV}$  und  $E_2 = -0,173 \text{ eV}$ ). Dieses Potentialtopfmodell wird zur Beschreibung der Rekombination im Bereich von Jogs und Kinken an Versetzungen sowie eines Partialversetzungsringes vorgeschlagen.

WEBER und ALONSO [52] ordneten die D1-Linie ebenfalls einer Phononenreplik der D2-Linie zu, verfolgten jedoch zur Erklärung der D2-Linie einen anderen Ansatz: Sie beobachteten bei ihren Lumineszenzuntersuchungen an  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ -Mischschichten konstante Linienpositionen der D1- und D2-Linie für Ge-Anteile kleiner als 20 %. Für Ge-Anteile größer als 20 % verschoben beide Linienpositionen linear zu kleineren Energien. Daher beschrieben die Autoren die D2-Linie als internen Übergang



**Abbildung 6.3:** Bandschema für die D2-Linie auf Basis der Daten kristalliner SiGe-Mischschichten

eines tiefen Defekts. Dieser änderte sich zu einem *free-to-bound*-Übergang, wenn das obere Niveau mit zunehmendem Ge-Anteil mit dem Leitungsband der  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ -Mischschicht entartete. Dies ist in Abbildung 6.3 nochmal detailliert dargestellt: Für reines Silizium (links) ergibt sich die D2-Rekombination als Übergang zwischen einem schwach gebundenen Elektron und einem tief gebundenen Loch. Im Fall der  $\text{Si}_{0,5}\text{Ge}_{0,5}$ -Mischschicht (rechts) befindet sich das am Übergang beteiligte Elektron im Leitungsband. Eine direkte Übertragung des von WEBER und ALONSO entwickelten Modells auf plastisch verformtes reines Silizium ist nicht möglich. Allerdings kann auf der Grundlage der vorliegenden experimentellen Daten nicht entschieden werden, welches der beiden Modelle (zweidimensionaler Potentialtopf oder interner Übergang in einem tiefen Defekt) für die Beschreibung der D2-Linie zutrifft. Folgende weitere Fakten zur D1- und D2-Lumineszenz unterstützen eher die Modellvorstellung des mit der Versetzungsstruktur korrelierten zweidimensionalen Potentialtopfes:

- Unmittelbar nach der Verformung sind die Linien D1 und D2 nur in der auf Vielfachgleitung orientierten Probe im PL-Spektrum dominant. Diese Probe weist auch die höchste mittlere Versetzungsdichte aller untersuchten Proben auf.

KVEDER et al. berichteten ebenfalls, dass für Proben mit großen Versetzungsdichten in den zugehörigen PL-Spektren die Linien D1 und D2 dominierten [51, 90, 93]. Des

Weiteren führten sie aus, dass die Versetzungsstruktur mehrheitlich durch gebogene Versetzungen, die Netzwerke bildeten, gekennzeichnet war.

- In den monochromatischen KL-Bildern zeigen beide D-Linien für viele Probenzustände eine identische Lokalisierung. Entlang markanter Gleitbänder ist die Lumineszenzintensität im Vergleich zur Umgebung erhöht.

SEKIGUCHI und SUMINO fanden eine gleichartige Lokalisierung der D1- und D2-Lumineszenz in ihren KL-Untersuchungen [43, 44]. Im Gegensatz zu den Ergebnissen dieser Arbeit konnten sie nur an Kreuzungspunkten von Gleitlinien verschiedener Gleitsysteme eine merkliche Lumineszenzintensität für die beiden Linien feststellen. War in den verformten Proben nur ein Gleitsystem aktiviert, fanden sie in den KL-Bildern der D1- und der D2-Linie keinen Kontrast parallel zu den Gleitlinien.

HIGGS et al. [35, 42] zeigten polychromatische KL-Bilder, in denen helle Streifen sichtbar waren, die der Lage der Gleitlinien entsprechen sollten. Sie zeigten außerdem KL-Spektren, die durch die Linien D1 und D2 dominiert waren, wenn die Anregung „zwischen den Gleitlinien“ erfolgte. Bei Anregung „auf den Gleitlinien“ war keine D1- und D2-Intensität im Spektrum zu beobachten. Hinsichtlich dieser Aussagen über die Lokalisierung der D1- und D2-Lumineszenz sind Zweifel angebracht, da einerseits keine Rückstreuелеktronenbilder zur Lage der Gleitlinien und keine monochromatischen KL-Bilder der D1- und D2-Linie vorliegen. Andererseits sollte die plastische Verformung der Probe zu einer relativ homogenen Bedeckung der Probenoberfläche mit Gleitlinien führen, wie es in der vorliegenden Arbeit beobachtet wurde. Eine Anregung „zwischen den Gleitlinien“ ist daher bei einem Durchmesser des Elektronenwechselwirkungsvolumens von ca. 5  $\mu\text{m}$  kaum realisierbar.

Für die beiden zuletzt genannten experimentellen Befunde (Lokalisierung der Lumineszenz und den Einfluss der Temperaturbehandlung bei 850°C) lässt sich zusammenfassend folgendes konstatieren: Im Wesentlichen wurde eine homogene Lumineszenzintensität beobachtet, die lokal maximal 15 % von der mittleren Intensität abwich. Entlang markanter Gleitbänder war die Intensität im Vergleich zur Umgebung erhöht. In der auf Vielfachgleitung orientierten Probe waren die Linien D1 und D2 gegenüber den anderen D-Linien bereits nach der Verformung die dominante strahlende Rekombination. In dieser Probe wurden vier verschiedene Gleitsysteme während der Verformung gleichwertig aktiviert. Dabei treffen Versetzungen verschiedener Gleitsysteme aufeinander und reagieren miteinander, wobei Jogs, Kinken oder auch Lomer-Cottrell-Versetzungen gebildet werden können. Verknüpft man die Produkte der Versetzungsreaktionen mit der vorherrschenden Lumineszenz dieser Probe, kann man Jogs, Kinken und Lomer-Cottrell-Versetzungen als Voraussetzungen für das Auftreten der D1- und D2-Linie ansehen. Für die Zunahme der D1- und D2-

Intensität durch die thermische Behandlung von 6 h Dauer bei einer Temperatur von 850°C könnten folgende Argumente sprechen: Die Hochtemperaturbehandlung unterstützt die Diffusion und Agglomeration von Punktdefekten oder anderen thermisch aktivierten Defekten im Verzerrungsfeld der Versetzungen. Daher können diese Defekte auf oder in der unmittelbaren Umgebung der Versetzungen als strahlende Rekombinationszentren für die D1- und D2-Linie wirken. Dies würde die erhöhte D1- und D2-Intensität auf markanten Gleitbändern erklären. Diese Gleitbänder sind ein Ausdruck erhöhter Gleitaktivität und stellen damit Orte erhöhter Wahrscheinlichkeit von Prozessen der Versetzungswechselwirkung dar. Hier sollten Jogs, Kinken und Lomer-Cottrell-Versetzungen bevorzugt zu finden sein. Da die Dimension der für die D1- und D2-Lumineszenz verantwortlichen Defekte in der Größenordnung des Burgersvektors liegt, kann das in Abbildung 6.2 vorgeschlagene Modell für die Erklärung der D2-Linie als direkter Übergang mit der D1-Linie als deren OF-Phononenreplik angewendet werden. Da die D1- und D2-Zentren in Konkurrenz zur D3- und D4-Lumineszenz stehen, reduziert sich auf den Gleitbändern im Vergleich zur Umgebung die Intensität der D3- und D4-Linie.

### 6.1.3 Ursache der D5- und D6-Lumineszenz

Insgesamt gibt es in der Literatur nur wenige Untersuchungen zu diesen D-Linien. Folgende eigene Ergebnisse wurden zu den Linien D5 und D6 gefunden, die nur in den Lumineszenzspektren zweistufig verformter Proben auftreten:

- Beide Linien zeigen bei PL-Messungen eine sublineare Abhängigkeit ihrer Intensität von der Anregungsleistung  $I \propto P^m$  mit  $m \approx 0,7$ .

Auch SAUER et al. [50] stellten eine sublineare Abhängigkeit der verschiedenen Teillinien, die als Überlagerung die D5-Bande bilden, fest. Für hohe Anregungsleistungen dominierten die Teillinien mit den höchsten Übergangsenergien das Spektrum. Zur Abhängigkeit der D6-Linie äußern sich die Autoren nicht.

- Aus den temperaturabhängigen Lumineszenzmessungen konnte festgestellt werden, dass die D6-Linie schneller thermalisiert als die D5-Bande. Im untersuchten Temperaturbereich liegt die Verbreiterung der D5-Bande deutlich unterhalb von  $k_B \cdot T$ .

Aus temperaturabhängigen Messungen ermittelten SAUER et al. [50] hinsichtlich der Verbreiterung der Teillinien der D5-Bande ähnliche Ergebnisse. In der vorliegenden Arbeit wird eine Überlagerung einer temperaturunabhängigen mit einer temperaturabhängigen Linienbreite als Erklärung vorgeschlagen. Die Ergebnisse zu den temperaturabhängigen Untersuchungen der D6-Linie sind neu.

- Durch thermische Behandlungen im Temperaturbereich bis 390 °C wird die D6-Lumineszenz ausgelöscht. Die D5-Bande wandelt sich schrittweise in die D3- und D4-Lumineszenz um.

Im Rahmen der Untersuchungen zur Umwandlung der D5-Bande in die D3- und D4-Lumineszenz konnten fast alle Teillinien nachgewiesen werden, die auch von SAUER et al. [50] gefunden wurden. Die Autoren zeigten, dass sich die D5-Bande als Überlagerung von mindestens elf Teillinien und deren TA- und TO-Phononenrepliken darstellen lässt. Jede einzelne Teillinie sollte nach [50] mit einem bestimmten Abstand der Partialversetzungen der aufgespaltenen Versetzungen verknüpft sein. Die D6-Linie heilt ebenfalls schrittweise aus und kann nach einer Temperaturbehandlung von 300 °C nicht mehr im PL-Spektrum nachgewiesen werden wie auch von SAUER et al. [50] berichtet wurde. Die in der vorliegenden Arbeit beobachtete Transformation der D5-Bande entspricht den in der Literatur dargestellten Befunden.

- Die Linien D5 und D6 zeigen in den KL-Abbildungen eine ähnliche Lokalisierung parallel zu den Gleitlinien der aktivierten Gleitsysteme. Ob sich die Intensität auf den markanten Gleitbändern im Vergleich zur Umgebung unterscheidet, kann hier nicht geklärt werden. Im Unterschied zum Verhalten der D4- und der D3-Linie zeigen die D5- und D6-Linie keine gleiche lokale Intensitätsverteilung in den monochromatischen KL-Abbildungen.

Monochromatische KL-Abbildungen zur D5- und D6-Lumineszenz wurden bisher noch nicht veröffentlicht. Die KL-Abbildungen der Linien D5 und D6 sind, wie schon bei den Linien D1 bis D4 festgestellt wurde, durch eine relativ homogene Lumineszenzintensität gekennzeichnet. Die Schwankungen um die mittlere Intensität betragen ca. 5 %. Die Breite heller und dunkler Lumineszenzstreifen, die parallel zu den Gleitlinien ausgerichtet sind, ist mit 10 bis 20  $\mu\text{m}$  (D5-Bande) bzw. 10 bis 50  $\mu\text{m}$  (D6-Linie) größer als der mittlere Versetzungsabstand  $d$ . Da eine direkte Zuordnung der Lumineszenzstreifen mit den Gleitbändern nicht möglich war, können aus der Lokalisierung der Lumineszenz keine weiteren zusätzlichen Erkenntnisse zu den die D5- und D6-Lumineszenz verursachenden Strukturdefekten abgeleitet werden.

Alle genannten Beobachtungen zu den Linien D5 und D6 lassen sich mit dem bisherigen Kenntnisstand zu den beiden Linien vereinbaren [2, 50]. Jedoch können gerade Versetzungen allein, wie in [2] vorgeschlagen wurde, nicht das Auftreten der D5-Bande erklären, denn wie von WERONEK [32] gezeigt wurde, fehlt in den PL-Spektren laseraufgeschmolzener Proben die D5-Bande obwohl die Versetzungsstruktur dieser Proben von langen geradlinigen Versetzungssegmenten gekennzeichnet ist. Vielmehr muss die D5-Linie mit den durch die Hochlastverformung veränderten Aufspaltungsweiten der 60°- und Schraubenversetzungen verknüpft sein, wie es von SAUER et

al. vorgeschlagen wurde [50]. Dabei kann jedoch nicht abschließend geklärt werden, ob die Rekombination an Versetzungen stattfindet, deren Aufspaltungsweiten größer oder kleiner als der Gleichgewichtsabstand sind. WESSEL und ALEXANDER hatten gezeigt, dass durch die Hochlastverformung je nach Versetzungstyp sowohl eine Vergrößerung als auch Verkleinerung der Aufspaltungsweite auftreten kann [12].

Die D6-Linie wurde in [2] mit ausgedehnten Stapelfehlern verknüpft, da bei einer Hochlastverformung entlang der  $[2111]$ -Richtung eine große Anzahl von Stapelfehlern mit Aufspaltungsweiten von mehreren Mikrometern erzeugt wurden [53]. Gleichzeitig stellte die D6-Linie die dominante Lumineszenz in diesen Proben dar. Jedoch muss berücksichtigt werden, dass es sich diesem Fall auch um eine eingefrorene, thermisch nicht stabile Versetzungsstruktur handelt [32]. Eine allgemeine Zuordnung der D6-Lumineszenz zu ausgedehnten Stapelfehlern ist allerdings fragwürdig, da sowohl Proben, die *oxygen-induced stacking faults* enthalten, als auch Proben mit ausgedehnten Stapelfehlern keine D6-Lumineszenz zeigten [94].

#### 6.1.4 Zusammenhang zwischen bandkantennaher und D-Linien-Lumineszenz

Die Lumineszenz an flachen Störstellen gebundener Exzitonen und die EHD-Lumineszenz wurde nur in den Proben mit der geringsten mittleren Versetzungsdichte beobachtet. Generell zeigen Probenbereiche mit dominanter EHD-Lumineszenz nahezu keine D-Linien-Lumineszenz. Dagegen fehlt an Probenstellen mit hoher D-Linien-Intensität die EHD-Lumineszenz. Es gibt also eine Konkurrenz zwischen beiden Lumineszenzarten, wobei erwartungsgemäß die für die D-Linien-Lumineszenz verantwortlichen Zentren effektiver sind [95]. Das führt dazu, dass in monochromatischen EHD-Bildern Probenbereiche mit Gleitbändern, auf denen die D-Linien-Lumineszenz nachweisbar ist, als schwarze Streifen erscheinen.

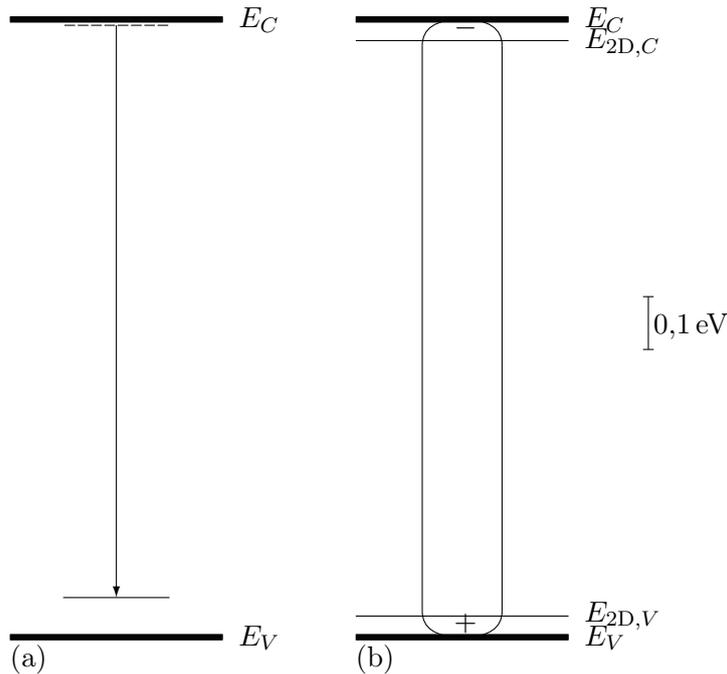
Diese Beobachtungen stimmen mit den Literaturangaben überein: So zeigten z.B. DROZDOV et al. [1], dass sich die bandkantennahe Lumineszenz und die D-Linien-Lumineszenz gegensätzlich verhalten. In Bereichen niedriger Versetzungsdichte dominierte die Lumineszenz an flachen Störstellen gebundener Exzitonen, wogegen bei hoher Versetzungsdichte eine große D-Linien-Intensität feststellbar war. Auch in den KL-Untersuchungen von SEKIGUCHI und SUMINO [44] wurde nachgewiesen, dass entlang der Gleitlinien die bandkantennahe Lumineszenz stark reduziert ist. Im Gegensatz dazu waren an diesen Stellen alle D-Linien mit merklicher Intensität nachweisbar.

## 6.2 Ursache der Lumineszenz der P<sup>2SD</sup>-Linie

In Kapitel 5 wurde gezeigt, dass nur in den zweistufig verformten Proben eine Lumineszenzlinie auftaucht, die zwar z.B. in der Arbeit von SAUER et al. [2] beobachtet, aber nicht inhaltlich diskutiert wurde. Für diese Linie wurde in dieser Arbeit die Bezeichnung P<sup>2SD</sup> (**2 stage deformed**) eingeführt. Folgend sind die wichtigsten Fakten der experimentellen Befunde zu dieser Linie aufgeführt:

- Die P<sup>2SD</sup>-Linie wird im Lumineszenzspektrum bei einer Energie von 1090 meV beobachtet. Die spektrale Lage wird nicht von der Art der flachen Dotierung beeinflusst.
- PL-Untersuchungen bei einer Temperatur von 4,2 K liefern für diese Linie eine Halbwertsbreite von 2,5 meV. Sie weist keine Feinstruktur auf.
- In den PL-Untersuchungen konnte eine sublineare Abhängigkeit der Intensität von der Anregungsleistung  $I \propto P^m$  mit  $m < 1$  festgestellt werden. Für kleine Anregungsleistungen war  $m \approx 0,8$ . Bei hohen Anregungsleistungen reduzierte sich der Wert für  $m$  und betrug  $\approx 0,5$ .
- Die Linienform ist bei tiefen Temperaturen nahezu symmetrisch. Es bildet sich jedoch mit zunehmender Messtemperatur eine Schulter auf der energetisch höher liegenden Seite aus. Die Temperaturabhängigkeit der Linienbreite lässt sich durch Faltung einer GAUSSschen Verbreiterung mit der Linienbreite einer zweidimensionalen Zustandsdichte modellieren.
- Die P<sup>2SD</sup>-Linie heilt aus. Ihre Intensität verringert sich durch thermische Behandlungen bis zu einer Temperatur von 300 °C nur geringfügig. Eine Behandlung bei 500 °C führt zu einer vollständigen Auslöschung der P<sup>2SD</sup>-Lumineszenz.
- Die monochromatischen KL-Abbildungen der P<sup>2SD</sup>-Linie zeigen helle und dunkle Lumineszenzstreifen parallel zu den Gleitlinien des PGS. Da die Breite der Lumineszenzstreifen deutlich größer als der mittlere Gleitlinienabstand ist, kann keine Aussage getroffen werden, ob die Intensität der P<sup>2SD</sup>-Linie auf markanten Gleitbändern im Vergleich zur Umgebung erhöht oder verringert ist.

Die spektrale Position und die relativ große Halbwertsbreite der Linie schließen eine Interpretation der Linie als Rekombination an flachen Störstellen gebundener Exzitonen aus. Vielmehr folgt aus den experimentellen Beobachtungen, dass die Hochlastverformung ein notwendiges Kriterium für das Auftauchen der P<sup>2SD</sup>-Linie im Lumineszenzspektrum ist. Allerdings scheidet die nach der Hochlastverformung erzeugte Anordnung gerader Versetzungen selbst als Ursache der P<sup>2SD</sup>-Linie aus, da die P<sup>2SD</sup>-Linie noch beobachtet werden kann, wenn die Versetzungsstruktur bereits



**Abbildung 6.4:** Defektmodelle für die  $P^{2SD}$ -Linie: (a) Rekombination eines schwach gebundenen Ladungsträgers mit einem an ein Niveau in der Bandlücke gebundenen Loch und (b) exzitoniche Rekombination an zweidimensionaler Bandstruktur

vollständig relaxiert ist. Relaxierte, aufgespaltene  $60^\circ$ - und Schraubenversetzungen können ebenfalls ausgeschlossen werden, da diese im Gegensatz zur  $P^{2SD}$ -Linie durch Temperaturbehandlungen bei  $500^\circ\text{C}$  nicht ausgeheilt werden. Eher lässt das Ausheilverhalten der  $P^{2SD}$ -Linie auf einen Punktdefekt oder kleine Punktdefektglomerate als deren Ursache schließen. Aus der sublinearen Abhängigkeit von der Anregungsleistung könnte man für die  $P^{2SD}$ -Linie die Rekombination eines freien Elektrons bzw. Lochs mit einem neutralen Akzeptor bzw. Donator ableiten. Im Rahmen eines Dreineivaumodells lassen sich aus den temperaturabhängigen Messungen prinzipiell Energieabstände von  $E_1 \approx 7 \text{ meV}$  bzw.  $E_2 \approx 2 \text{ meV}$  für die angeregten Zustände berechnen (Abbildung 2.13, S. 20). Die Anpassung der experimentellen Daten führt zu der Vermutung, dass ein bandartiger angeregter Zustand vorliegt. Das daraus resultierende Modell für die  $P^{2SD}$ -Linie als Rekombination eines schwach gebundenen Ladungsträgers mit einem Niveau in der Bandlücke ist in Abbildung 6.4(a) dargestellt. Die Abhängigkeit der Intensität der  $P^{2SD}$ -Linie von der Anregungsleistung lässt den Schluss zu, dass für hohe Anregungsleistungen die Anregungsdichte die Größenordnung der Dichte der für die  $P^{2SD}$ -Linie verantwortlichen Lumineszenzzentren erreichen kann. Aus einfachen Überlegungen kann die Dichte der Lumineszenzzentren zu  $\approx 10^{16} \text{ cm}^{-3}$  abgeschätzt werden.

Ein alternatives Modell für die physikalische Interpretation der  $P^{2SD}$ -Linie kann aus der Temperaturabhängigkeit ihrer Breite unter Annahme einer zweidimensionalen

Zustandsdichte abgeleitet werden, mit der man die  $P^{2SD}$ -Linie als exzitonische Rekombination an zweidimensionalen Energiebändern erklärt [siehe Abbildung 6.4(b)]. Aus den bisher vorliegenden Daten kann keine Entscheidung zu Gunsten eines der beiden Modelle getroffen werden.

## Kapitel 7

# Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurden die optischen Eigenschaften von Versetzungen in einkristallinem Silizium untersucht. Dabei wurden die Versetzungen mittels plastischer Verformung erzeugt. Die Messung der versetzungskorrelierten Lumineszenz, der sogenannten D-Linien Lumineszenz, der plastisch verformten Proben erfolgte mittels PL- und KL-Spektroskopie. Die lokale Intensitätsverteilung der beobachteten Lumineszenzlinien auf der Probenoberfläche wurde durch KL-Abbildungen bestimmt. Zur Analyse der Oberflächengleiterscheinungen und der kristallographischen Orientierung der Proben wurden Rückstreuelektronenabbildungen und EBSD-Untersuchungen am REM durchgeführt. Die Versetzungsstruktur im Probenvolumen wurde durch TEM-Aufnahmen charakterisiert. Die Mehrheit der untersuchten Proben war auf Einfachgleitung orientiert, wodurch während der Verformung bei hohen Temperaturen bevorzugt das primäre Gleitsystem aktiviert wurde. Außerdem waren  $[001]$ -orientierte Proben mit vier gleichberechtigten Gleitsystemen Gegenstand der Untersuchungen. Einige Proben wurden einem zweistufigen Verformungsprozess unterworfen, wobei im zweiten Schritt eine Hochlastverformung bei einer tieferen Temperatur ausgeführt wurde. Die mittleren Versetzungsdichten der Proben lagen im Bereich von  $5 \cdot 10^7$  bis  $1 \cdot 10^9 \text{ cm}^{-2}$ . Die Lumineszenzspektren der einstufig verformten Proben waren durch das Auftreten der Linien D1 bis D4 gekennzeichnet, während in den zweistufig verformten Proben die Linien D5 und D6 nachgewiesen wurden. Die spektralen Positionen aller D-Linien entsprachen den aus der Literatur bekannten Werten [2, 32, 67, 69]. Zusätzlich konnte in den zweistufig verformten Proben bei einer Energie von 1090 meV eine bisher nicht charakterisierte Lumineszenzlinie festgestellt werden, welche in dieser Arbeit als  $P^{2SD}$ -Linie bezeichnet wird. Lumineszenz an flachen Störstellen gebundener Exzitonen sowie die Lumineszenz des EHD konnten nur in Proben mit geringer Versetzungsdichte nachgewiesen werden. Die integrale Lumineszenzintensität der D-Linien nimmt mit der mittleren Versetzungsdichte zu. In den auf Einfachgleitung orientierten plastisch verformten Proben erhöht eine thermische Behandlung von 6 h

Dauer bei einer Temperatur von 850 °C die Intensität der Linien D1 und D2. In der [001]-orientierten Probe dominieren die Linien D1 und D2 das Lumineszenzspektrum bereits nach der Verformung.

Die KL-Abbildungsuntersuchungen zeigen für alle D-Linien und die P<sup>2SD</sup>-Linie eine weitestgehend homogene Lumineszenzverteilung. Die Schwankungen der KL-Intensität um die mittlere Intensität betragen maximal 15 %. Weiterhin lassen sich in den KL-Bildern helle und dunkle Streifen beobachten, die parallel zu den Gleitlinien der jeweils aktivierten Gleitsysteme ausgerichtet sind und die gesamte Probenoberfläche bedecken. Die Streifenbreite senkrecht zu den Gleitlinien ist für alle Proben dabei deutlich größer als der jeweilige mittlere Versetzungsabstand. Hervorzuheben ist, dass die lokalen Intensitätsverteilungen der D3- und die D4-Linien übereinstimmen. Ähnliches wurde auch für die Linien D1 und D2 beobachtet. Deren Intensität ist in der Regel auf markanten Gleitbändern im Vergleich zur Umgebung erhöht. Im Fall der D3- und D4-Lumineszenz ist die Intensität auf markanten Gleitbändern im Vergleich zur Umgebung verringert. Aussagen zur Korrelation zwischen der lokalen Intensitätsverteilung der Linien D5, D6 und P<sup>2SD</sup> einerseits und der lokalen Gleitaktivität andererseits lassen die vorliegenden experimentellen Befunde nicht zu. Generell kann festgestellt werden, dass Probenbereiche mit dominanter D-Linien Lumineszenz erwartungsgemäß keine EHD-Lumineszenz zeigen.

Zur Interpretation der physikalischen Ursachen der D-Linien Lumineszenz werden folgende Vorschläge unterbreitet:

Die Gesamtheit der experimentellen Untersuchungen, insbesondere auch das stets konstante Intensitätsverhältnis der beiden Linien, führt zur Identifikation der D3-Linie als TO-Phononenreplik der D4-Linie. Die D4-Linie selbst könnte als Rekombination eines an einen Defekt gebundenen Exzitons beschrieben werden, wobei das Leitungs- und Valenzband aufgrund des Verzerrungsfeldes der Versetzungen von den jeweiligen Volumenwerten abgespalten sind. Ein alternatives Modell wird aufgrund der wurzelförmigen Abhängigkeit der D3- und D4-Intensitäten von der Anregungsleistung sowie aufgrund der Untersuchungen von WEBER und ALONSO an Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub>-Mischschichten [52] vorgeschlagen: Hier wird die D4-Linie als Rekombination eines tief gebundenen Elektrons mit einem schwach gebundenen Loch beschrieben. Die Rekombinationszentren der D4-Lumineszenz sollten relaxierte 60°- und Schraubenversetzungen sein. Aussagen zum Lumineszenzverhalten von Einzelversetzungen können in der vorliegenden Arbeit allerdings nicht getroffen werden, da der Durchmesser des KL-Wechselwirkungsvolumens deutlich größer als der mittlere Versetzungsabstand ist.

Anhand der experimentellen Befunde zu den Linien D1 und D2 kann die D1-Linie als OF-Phononenreplik der D2-Linie eingeordnet werden. Damit geht einher, dass die

D2-Rekombination einem direkten Übergang entsprechen muss. Diese Zuordnung ist bereits von WERONEK [32] bekannt. Er beschreibt die D2-Linie außerdem als Rekombination am intrinsischen Stapelfehlerband aufgespaltener  $60^\circ$ -Versetzungen und modelliert diese in einem Potentialtopf endlicher Tiefe. Diese Idee aufgreifend können mit angepassten Parametern für den Potentialtopf zwei gebundene Zustände gefunden werden, deren Energiedifferenz der Übergangsenergie der D2-Linie entspricht. Ein solcher Potentialtopf könnte durch Kinken und Jogs auf den Versetzungslinien oder durch kleine Punktdefekttagglomerate im Verzerrungsfeld von Versetzungen gebildet werden. Die Dichte solcher Defekte sollte auf markanten Gleitbändern aufgrund der dort vorhandenen größeren Wahrscheinlichkeit von Versetzungswechselwirkungen erhöht sein und könnte somit die höhere D2-Lumineszenz auf markanten Gleitbändern erklären. Alternativ kann die D2-Lumineszenz analog der Zuordnung von WEBER und ALONSO [52] als interner Übergang eines tiefen Defekts erklärt werden, wobei für  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ -Mischschichten mit Ge-Anteilen größer als 20 % das obere Lumineszenzniveau mit dem Leitungsband entartet. Dadurch wechselt der die D2-Linie beschreibende Übergang in eine *free-to-bound* Rekombination.

Die Experimente zur D5- und D6-Lumineszenz zeigen erstmals die Lokalisierung der Lumineszenz parallel zu den Gleitlinien. Die D5-Bande wird analog zu SAUER et al. [50] als Rekombination an aufgespaltenen  $60^\circ$ - und Schraubenversetzungen erklärt, wobei deren Aufspaltungsweite nach Hochlastverformung stark variiert. In Übereinstimmung mit der Literatur [2, 50] wurde auch hier nach thermischen Behandlungen eine schrittweise Umwandlung der D5-Bande in die D4-Linie beobachtet. SAUER et al. beschreiben die D6-Lumineszenz als Rekombination an ausgedehnten Stapelfehlern [2]. Diese Aussage wird in dieser Arbeit wie auch von WERONEK [32] angezweifelt. Die experimentellen Befunde lassen jedoch auch keine Zuordnung der D6-Linie zu einem alternativen Defekt zu.

Für das Auftreten der  $\text{P}^{2\text{SD}}$ -Linie können anhand des Ausheilverhaltens sowohl die nach Hochlastverformung erzeugte thermisch instabile Anordnung gerader aufgespaltener Versetzungen als auch relaxierte Versetzungen als Erklärung ausgeschlossen werden. Vielmehr spricht die Auslöschung der Lumineszenz nach einer Temperaturbehandlung bei  $500^\circ\text{C}$  für einen Punktdefekt als Ursache der Lumineszenz. Aus der sublinearen Abhängigkeit der Intensität von der Anregungsleistung kann als Rekombinationsmodell ein *free-to-bound* Übergang vorgeschlagen werden. Alternativ kann die  $\text{P}^{2\text{SD}}$ -Linie als exzitonische Rekombination an zweidimensionalen Energiebändern, die von ihren jeweiligen Volumenwerten abgespalten sind, erklärt werden. Die Existenz dieser Energiebänder ergibt sich aus der Analyse der Temperaturabhängigkeit der Linienbreite der  $\text{P}^{2\text{SD}}$ -Linie.

Trotz der großen Anzahl experimenteller Befunde, die seit 1976 zur Versetzungs-

lumineszenz in Silizium publiziert wurden, bleiben auch unter Berücksichtigung der in der vorliegenden Arbeit gewonnenen Ergebnisse Teilfragen offen, zu deren Klärung weitere Untersuchungen erforderlich sind. Folgende Aspekte sollten vorrangig bearbeitet werden:

1. Wünschenswert wäre es, die Lumineszenz einzelner Versetzungen visualisieren zu können. Um dies mit dem bisher verwendeten KL-Messaufbau zu realisieren, benötigt man mittlere Versetzungsabstände, die größer als die minimale Ortsauflösung der KL-Abbildungsuntersuchungen (ca.  $5\ \mu\text{m}$ ) sind. Dies entspricht einer mittleren Versetzungsdichte kleiner als  $10^6\ \text{cm}^{-2}$ . Solch relativ geringe Versetzungsdichten könnten prinzipiell in einem dehnungsgeregelten Druckversuch eingestellt werden.
2. Als Alternative zur Untersuchung des Lumineszenzverhaltens einzelner Versetzungen in einem REM wird vorgeschlagen, KL-Messungen in einem TEM durchzuführen. Damit wäre einerseits die hochaufgelöste Abbildung der Versetzungsstruktur und andererseits die gezielte Anregung der Lumineszenz spezieller Versetzungskonfigurationen möglich.
3. Zur Bestätigung der in der Literatur und in der vorliegenden Arbeit vorgeschlagenen Korrelation der D5-Bande mit verschiedenen stark aufgespaltenen  $60^\circ$ - und Schraubenversetzungen und der schrittweisen Umwandlung der D5-Bande in die D4-Linie durch thermische Behandlungen sind hochaufgelöste TEM-Messungen in Kombination mit KL-Abbildungen und -Spektroskopie nötig. Dabei wäre die Frage zu klären, ob die D5-Bande und D4-Lumineszenz ausschließlich durch Verzerrungsfelder verschiedener Versetzungskonfigurationen hervorgerufen werden, die zu einer lokalen Verringerung der Bandlücke führen oder ob zusätzlich geladene Defekte auf den Versetzungslinien berücksichtigt werden müssen [50].
4. Zur Klärung der physikalischen Ursache der  $P^{2SD}$ -Linie sollten Hochlastverformungsversuche durchgeführt werden, um eine hohe Dichte der als Rekombinationszentren in Frage kommenden Punktdefekte bzw. kleinen Punktdefekt-agglomerate zu erzeugen. Solche Defekte und deren Ausheilverhalten können mithilfe hochauflösender TEM-Aufnahmen untersucht werden.
5. Um sichere Aussagen über die vorherrschenden Rekombinationsmechanismen der einzelnen D-Linien aus den zeitaufgelösten KL-Messungen gewinnen zu können, muss das Signal-zu-Rausch-Verhältnis deutlich verbessert werden. Aus den Lebensdauern der die einzelnen D-Linien hervorrufenden Defekte könnten bei Berücksichtigung der gegebenen Anregungsbedingungen Aussagen über die Dichte der Rekombinationszentren gewonnen werden.

# Literatur und Quellen

- [1] N. A. DROZDOV, A. A. PATRIN und V. D. TKACHEV: Recombination radiation on dislocations in silicon. *JETP Letters* **23**, S. 597–99 (1976).
- [2] R. SAUER, J. WEBER, J. STOLZ, E. R. WEBER, K.-H. KÜSTERS und H. ALEXANDER: Dislocation-Related Photoluminescence in Silicon. *Appl. Phys. A* **36**, S. 1–13 (1985).
- [3] S. MAHAJAN: Defects in semiconductors and their effects on devices. *Acta Materialia* **48**, S. 137–149 (2000).
- [4] K. BÖHM und B. FISCHER: Photoluminescence at dislocations in GaAs and InP. *Journal of Applied Physics* **50**, S. 5453–5459 (1979).
- [5] T. W. JAMES, J. B. JAMES und V. B. HARPER: Experimental evidence for creation of luminescence quenching localized defects by moving dislocations in gallium arsenide. *Journal of Applied Physics* **64**, S. 3885–3889 (1988).
- [6] S. MYCHAJLENKO, J. L. BATSTONE, H. J. HUTCHINSON und J. W. STEEDS: Luminescence studies of individual dislocations in II-VI (ZnSe) and III-V (InP) semiconductors. *Journal of Physics C; Solid State Physics* **17**, S. 6477–6492 (1984).
- [7] P. J. DEAN, G. M. WILLIAMS und G. BLACKMORE: Novel type of optical transition in MBE grown CdTe. *Journal of Physics D: Applied Physics* **17**, S. 2291–2300 (1984).
- [8] R. NEWMAN: Recombination radiation from deformed and alloyed Germanium p-n junctions at 80 K. *Phys. Rev.* **105**, S. 1715–1720 (1957).
- [9] CHARLES KITTEL: *Introduction to Solid State Physics*. John Wiley & Sons, New York, London, Sydney (1967).
- [10] JOHN PRICE HIRTH und JENS LOTHE: *Theory of dislocations*. Krieger Publishing Company, Malabar (Florida) (1992).

- [11] I. L. F. RAY und D. J. H. COCKAYNE: The Dissociation of Dislocations in Silicon. *Proceedings of the Royal Society A* **325**, S. 543–554 (1971).
- [12] K. WESSEL und H. ALEXANDER: On the mobility of partial dislocations in silicon. *Philosophical Magazine* **35**, S. 1523–1536 (1977).
- [13] CHRISTIAN GERHARD HÜBNER: *Punktdefektgeneration bei der Versetzungsbe-  
wegung*. Dissertation, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg (1998).
- [14] J. WEBER: Correlation of structural and electronic properties from dislocations in semiconductors. *Solid State Phenomena* **37-38**, S. 13–24 (1994).
- [15] M. SHIMBO, K. FURUKAWA, K. FUKUDA und K. TANZAWA: Silicon-to-silicon direct bonding method. *Journal of Applied Physics* **60**, S. 2987–2989 (1986).
- [16] J. B. LASKY: Wafer bonding for silicon-on-insulator technologies. *Applied Physics Letters* **48**, S. 78–80 (1986).
- [17] M. REICHE: Dislocation networks formed by silicon wafer direct bonding. *Materials Science Forum* **590**, S. 57–78 (2008).
- [18] S. SAAGER: *Kathodolumineszenzuntersuchungen an Kristallgitterdefekten bei tiefen Temperaturen*. Diplomarbeit, Technische Universität Dresden, Dresden (2010).
- [19] LUDWIG REIMER: *Scanning Electron Microscopy*. Springer, Berlin, Heidelberg, New York (1998).
- [20] T. E. EVERHARD und P. H. HOFF: Determination of Kilovolt Electron Energy Dissipation vs Penetration Distance in Solid Materials. *Journal of Applied Physics* **42**, S. 5837–5846 (1971).
- [21] K. KANAYA und S. OKAYAMA: Penetration and Energy-loss theory of electrons in solid targets. *Journal of Physics D: Applied Physics* **5**, S. 43–58 (1972).
- [22] S. SCHILLER, U. HEISIG und S. PANZER: *Elektronenstrahltechnologie*. Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft mbH, Stuttgart (1977).
- [23] W. VAN ROOSBROECK und W. SHOCKLEY: Photon-Radiative Recombination of Electrons and Holes in Germanium. *Phys. Rev.* **94**, S. 1558–1560 (1954).
- [24] PETER Y. YU und MANUEL CARDONA: *Fundamentals of semiconductors*. Springer, Berlin, Heidelberg, New York (2001).
- [25] GORDON DAVIES: The optical properties of luminescence centers in silicon. *Physics reports* **176**, S. 83–188 (1989).

- [26] V. ALEX, S. FINKBEINER und J. WEBER: Temperature dependence of the indirect energy gap in crystalline silicon. *Journal of Applied Physics* **79**, S. 6943–6947 (1996).
- [27] H. HERR: *Temperaturabhängigkeit der Photolumineszenz von Halbleitern (Galliumnitrid und Galliumphosphid)*. Diplomarbeit, Max-Planck-Institut für Festkörperforschung Stuttgart (1996).
- [28] M. A. VOUK und E. C. LIGHTOWLERS: Two-phonon assisted free exciton recombination radiation from intrinsic silicon. *Journal of Physics C: Solid State Physics* **10**, S. 3689–3699 (1977).
- [29] G. DOLLING: *Inelastic scattering of neutrons in solids and liquids*. Bd. 2, S. 37–48, International Atomic Energy Agency (1963).
- [30] R. H. UEBBING, P. WAGNER, H. BAUMGART und H. J. QUEISSER: Luminescence in slipped and dislocation-free laser annealed silicon. *Applied Physics Letters* **37**, S. 1078–1079 (1980).
- [31] H. BAUMGART, F. PHILIPP, G. A. ROZGONYI und U. GÖSELE: Slip dislocation formation during cw laser annealing of silicon. *Applied Physics Letters* **38**, S. 95–97 (1980).
- [32] K. WERONEK: *Untersuchung der optischen Eigenschaften von Versetzungen in Silizium und Germanium*. Dissertation, Max-Planck-Institut für Festkörperforschung Stuttgart, Stuttgart (1992).
- [33] M. TAJIMA und Y. MATSUSHITA: Photoluminescence related to dislocations in annealed Czochralski-grown Si crystals. *Japanese Journal of Applied Physics* **22**, S. L589–L591 (1983).
- [34] Y. MATSUSHITA, S. KISHINO und M. KANAMORI: A study of thermally induced microdefects in Czochralski-grown silicon crystals: Dependence on annealing temperature and starting materials. *Japanese Journal of Applied Physics* **19**, S. L101–L104 (1980).
- [35] V. HIGGS, E. C. LIGHTOWLERS, S. TAJBAKHSI und P. J. WRIGHT: Cathodoluminescence imaging and spectroscopy of dislocations in Si and  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  alloys. *Applied Physics Letters* **61**, S. 1087–1089 (1992).
- [36] G. P. WATSON, J. L. BENTON, Y. H. XIE und E. A. FITZGERALD: Influence of misfit dislocation intersections on photoluminescence spectra of SiGe on patterned Si. *Journal of Applied Physics* **83**, S. 3773–3776 (1998).

- [37] K. IKEDA, T. SEKIGUCHI, S. ITO und M. SUEZAWA: EBIC and Cathodoluminescence Study of the Bonded Silicon Wafers. *Solid State Phenomena* **63-64**, S. 481–488 (1998).
- [38] T. SEKIGUCHI, S. ITO und A. KANAI: Cathodoluminescence study of the tilt and twist boundaries in bonded silicon wafers. *Materials Science and Engineering B* **91-92**, S. 244–247 (2002).
- [39] M. KITTLER, X. XU, T. MCHEDLIDZE, T. ARGUIROV, O. F. VYVENKO, W. SEIFERT, M. REICHE, T. WILHELM, M. SEIBT, O. VOSS, A. WOLFF und W. FRITZSCHE: Regular dislocation networks in silicon as a tool for nanostructure devices used in optics, biology and electronics. *Small* **3**, S. 964–973 (2007).
- [40] H. ALEXANDER, C. KISIELOWSKI-KEMMERICH und E. R. WEBER: Investigations of well defined dislocations in silicon. *Physica* **116B**, S. 583–593 (1983).
- [41] E. R. WEBER und H. ALEXANDER: Deep level defects in plastically deformed silicon. *Journal de Physique Colloque* **44**, S. C4–319–328 (1983).
- [42] V. HIGGS, E. C. LIGHTOWLERS, C. E. NORMAN und P. KIGHTLEY: Characterisation of dislocations in the presence of transition metal contamination. *Materials Science Forum* **83-87**, S. 1309–1314 (1992).
- [43] T. SEKIGUCHI und K. SUMINO: Catholuminescence study on dislocation-related luminescence in silicon. *Materials Science Forum* **196-201**, S. 1201–1206 (1995).
- [44] T. SEKIGUCHI und K. SUMINO: Cathodoluminescence study on dislocations in silicon. *Journal of Applied Physics* **79**, S. 3253–3260 (1996).
- [45] T. ARGUIROV: *Electro-optical properties of dislocations in silicon and their possible application for light emitters*. Dissertation, Brandenburgische Technische Universität Cottbus (2007).
- [46] YU. S. LELIKOV, YU. T. REBANE, S. RUVIMOV, A. A. SITNIKOVA, D. V. TARHIN und YU. G. SHRETER: A Classification of the Dislocation-Related Photoluminescence in Silicon. *Phys. Status Solidi B* **172**, S. 53–63 (1992).
- [47] YU. G. SHRETER, YU. T. REBANE und A. R. PEAKER: Optical Properties of Dislocations in Silicon Crystals. *Phys. Status Solidi A* **138**, S. 681–686 (1993).
- [48] M. SUEZAWA und K. SUMINO: The Nature of Photoluminescence from Plastically Deformed Silicon. *Phys. Status Solidi A* **78**, S. 639–645 (1983).
- [49] E. C. LIGHTOWLERS und V. HIGGS: Luminescence Associated with the Presence of Dislocations in Silicon. *Phys. Status Solidi A* **138**, S. 665–672 (1993).

- [50] R. SAUER, CH. KISIELOWSKI-KEMMERICH und H. ALEXANDER: Dissociation-width-dependent radiative recombination of electrons and holes at widely split dislocations in silicon. *Phys. Rev. Lett.* **57**, S. 1472–1475 (1986).
- [51] V. V. KVEDER, A. I. SHALYNIN, E. A. SHTEINMAN und A. N. IZOTOV: Influence of the splitting of dislocations on the g factor of holes in a one-dimensional dislocation band. *JETP* **83**, S. 829–833 (1996).
- [52] J. WEBER und M. I. ALONSO: Detection of dislocation-related photoluminescence bands in Si-Ge alloys grown by liquid phase epitaxy. K. SUMINO (Hg.) *Defect control in semiconductors*, Bd. 1, S. 1453–1457. North-Holland (1990).
- [53] H. ALEXANDER und K. WESSEL: On the core structure and mobility of dislocations in silicon under high stress. *Journal de Physique Colloque* **39**, S. C2–114–115 (1978).
- [54] M. NACKE, M. ALLARDT, P. CHEKHONIN, E. HIECKMANN, W. SKROTZKI und J. WEBER: Investigations on Residual Strains and the CL and EBIC Signal Behavior of Grain Boundaries in Silicon. *Journal of Applied Physics* **115**, S. 163511 (2014).
- [55] T. FISCHER: *Photolumineszenz von wasserstoffimplantiertem Silizium*. Diplomarbeit, Technische Universität Dresden, Dresden (2004).
- [56] G. E. JELLISON JR. und F. A. MODINE: Optical absorption of silicon between 1.6 and 4.7 eV at elevated temperatures. *Applied Physics Letters* **41**, S. 180–182 (1982).
- [57] W. CZAJA: Response of Si and GaP p-n Junctions to a 5- to 40-keV Electron Beam. *Journal of Applied Physics* **11**, S. 4236–4248 (1966).
- [58] CLAUDE A. KLEIN: Bandgap Dependence and related Features of Radiation Ionization Energies in Semiconductors. *Journal of Applied Physics* **39**, S. 2029–2038 (1968).
- [59] C. J. WU und D. B. WITTRY: Investigation of minority-carrier diffusion lengths by electron bombardement of Schottky barriers. *Journal of Applied Physics* **49**, S. 2827–2836 (1977).
- [60] NIR photomultiplier tubes R5509-43/R5509-73.
- [61] OLAF ENGLER und VALERIE RANDLE: *Introduction to texture analysis*. CRC Press, Boca Raton (2010).

- [62] MANFRED VON HEIMENDAHL: *Einführung in die Elektronenmikroskopie*. vieweg, Braunschweig (1970).
- [63] A. F. BOGENSCHÜTZ: *Ätzpraxis für Halbleiter*. Carl Hanser Verlag, München (1967).
- [64] J. WEBER, H. BAUCH und R. SAUER: Optical properties of copper in silicon: Excitons bound to isoelectric copper pairs. *Phys. Rev. B* **25**, S. 7688–7699 (1982).
- [65] M. L. W. THEWALT, M. STEGER, A. YANG, N. STAVRIAS, M. CARDONA, H. RIEMANN, N. V. ABROSIMOV, M. F. CHURBANOV, A. V. GUSEV, A. D. BULANOV, I. D. KOVALEV, A. K. KALITEEVSKII, O. N. GODISOV, P. BECKER, H.-J. POHL, J. W. AGER III und E. E. HALLER: Can highly enriched  $^{28}\text{Si}$  reveal new things about old defects? *Physica B* **401-402**, S. 587–592 (2007).
- [66] E. LEONI, S. BINETTI, B. PICAUD und S. PIZZINI: Dislocation luminescence in plastically deformed silicon crystals: effect of dislocation intersection and oxygen segregation. *The European Physical Journal of Applied Physics* **27**, S. 123–127 (2004).
- [67] E. A. STEINMAN und H. G. GRIMMEISS: Dislocation-related luminescence properties of silicon. *Semiconductor Science and Technology* **13**, S. 124–129 (1998).
- [68] A. J. KENYON, E. A. STEINMAN, C. W. PITT, D. E. HOLE und V. I. VDOVIN: The origin of the 0.78 eV luminescence band in dislocated silicon. *Journal of Physics: Condensed Matter* **15**, S. S2843–S2850 (2003).
- [69] S. BINETTI, S. PIZZINI, E. LEONI, R. SOMASCHINI, A. CASTALDINI und A. CAVALLINI: Optical properties of oxygen precipitates and dislocations in silicon. *Journal of Applied Physics* **92**, S. 2437–2445 (2002).
- [70] E. A. STEINMAN, A. N. TERESHCHENKO, V. I. ORLOV und F. KIRSCHT: Fine Structure of Dislocation Related PL Band D1 and D2 in Silicon. *Solid State Phenomena* **108-109**, S. 767–772 (2005).
- [71] S. A. SHEVCHENKO und A. N. IZOTOV: Dislocation-Induced Photoluminescence in Silicon Crystals of Various Impurity Composition. *Physics of the Solid State* **45**, S. 259–265 (2003).
- [72] N. A. DROZDOV, A. A. PATRIN, V. D. TKACHEV und A. R. CHELAYADINSKII: Luminescence of dislocations in silicon. *Journal of Applied Spectroscopy* **27**, S. 999–1002 (1977).

- [73] T. SCHMIDT, K. LISCHKA und W. ZULEHNER: Excitation-power dependence of the near-band-edge photoluminescence of semiconductors. *Phys. Rev. B* **45**, S. 8989–8994 (1992).
- [74] W. GRIESHABER, E. F. SCHUBERT, I. D. GOEPFERT, JR. R. F. KARLICEK, M. J. SCHURMAN und C. TRAN: Competition between band gap and yellow luminescence in GaN and its relevance for optoelectronic devices. *Journal of Applied Physics* **80**, S. 4615–4620 (1996).
- [75] M. SUEZAWA, X. SASAKI und K. SUMINO: Dependence of Photoluminescence on Temperature in Dislocated Silicon Crystals. *Phys. Status Solidi A* **79**, S. 173–181 (1983).
- [76] E. A. STEINMAN, A. J. KENYON und A. N. TERESHCHENKO: Time-resolved measurements of dislocation-related photoluminescence bands in silicon. *Semiconductor Science Technology* **23**, S. 025010 (2008).
- [77] S. FUKATSU, Y. MERA, M. INOUE, K. MAEDA, H. AKIYAMA und H. SAKAKI: Time-resolved D-band luminescence in straine-relieved SiGe/Si. *Applied Physics Letters* **68**, S. 1889–1891 (1996).
- [78] F. KOHLRAUSCH: Über die elastische Nachwirkung bei der Torsion. *Annalen der Physik und Chemie* **119**, S. 337–268 (1863).
- [79] G. MAUCKNER, K. THONKE, T. BAIER, T. WALTER und R. SAUER: Temperature-dependent lifetime distribution of the photoluminescence S-band in porous silicon. *Journal of Applied Physics* **75**, S. 4167–4170 (1994).
- [80] M. V. KLEIN, M. D. STURGE und E. COHEN: Exponential distribution of radiative decay rates by alloy scattering in an indirect-gap semiconductor. *Phys. Rev. B* **25**, S. 4331–4333 (1982).
- [81] K. WERONEK, J. WEBER, A. HÖPNER, F. ERNST, R. BUCHNER, M. STEFANIAC und H. ALEXANDER: Correlation of the D-band photoluminescence with spatial properties of dislocations in silicon. *Materials Science Forum* **83-87**, S. 1315–1320 (1992).
- [82] A. N. IZOTOV, YU. A. OSIP'YAN und E. A. SHTEINMAN: Influence of quenching on the photoluminescence spectra due to dislocations in silicon. *Soviet physics – Solid state* **28**, S. 655–657 (1986).
- [83] A. V. DEMCHUK, N. M. KAZYUCHITS, A. M. PRISTREM, N. I. DANILOVICH und A. A. PATRIN: Photoluminescent study of the formation of dislocation

- structure in silicon under the influence of scanning laser radiation. *Journal of Applied Spectroscopy* **44**, S. 482–485 (1986).
- [84] P. J. DEAN, J. R. HAYNES und W. F. FLOOD: New radiative recombination involving neutral donors and acceptors in silicon and germanium. *Phys. Rev.* **161**, S. 711–729 (1967).
- [85] M. A. VOUK und E. C. LIGHTOWLERS: A high resolution investigation of the recombination radiation from Si containing the acceptors B, Al, Ga, In and Tl. *Journal of Luminescence* **15**, S. 357 – 384 (1977).
- [86] J. R. HAYNES: Experimental proof of the existence of a new electronic complex in silicon. *Phys. Rev. Lett.* **4**, S. 361–363 (1960).
- [87] OTFRIED MADELUNG: *Semiconductors: Data Handbook*. Springer, Berlin, Heidelberg, New York (2003).
- [88] J. BARDEEN und W. SHOCKLEY: Deformation Potentials and Mobilities in Non-Polar Crystals. *Phys. Rev.* **80**, S. 72–81 (1950).
- [89] YU. A. OSIP'YAN, A. M. RTISHCHEV und E. A. SHTEINMAN: Investigation of dislocation photoluminescence spectra during annealing of deformed silicon samples. *Soviet physics – Solid state* **26**, S. 1072–1074 (1984).
- [90] V. V. KVEDER, E. A. STEINMAN, S. A. SHEVCHENKO und H. G. GRIMMEISS: Dislocation-related electroluminescence at room temperature in plastically deformed silicon. *Phys. Rev. B* **51**, S. 10520–10526 (1995).
- [91] H. BARRY BEBB und E.W. WILLIAMS: Photoluminescence II: Gallium Arsenide. R. K. WILLARDSON und ALBERT C. BEER (Hg.) *Semiconductor and Semimetals*, Bd. 8. Academic Press, New York and London (1972).
- [92] WALTER GREINER: *Quantenmechanik Teil 1 Einführung*. Verlag Harri Deutsch, Frankfurt/Main, Thun (1989).
- [93] V. KVEDER und M. KITTLER: Dislocations in Silicon and D-Band Luminescence for Infrared Light Emitters. *Materials Science Forum* **590**, S. 29–56 (2008).
- [94] A. R. PEAKER, B. HAMILTON, G. R. LAHIJI, I. E. TURE und G. LORIMER: Electronic Behaviour of Decorated Stacking Faults in Silicon. *Materials Science and Engineering B* **4**, S. 123–128 (1989).
- [95] R. SAUER: *Halbleiterphysik*. Oldenbourg Wissenschaftsverlag GmbH, München (2009).

# Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei allen Personen bedanken, deren Hilfe und Unterstützung während der Zeit der Promotion zum Gelingen der vorliegenden Arbeit beigetragen haben:

- Herrn PROF. DR. JÖRG WEBER danke ich für die Möglichkeit, diese Dissertation mit vielen Freiheiten an seinem Lehrstuhl durchzuführen. Des Weiteren bin ich ihm für die Betreuung während dieser Arbeit, seine Geduld und die zahlreichen Diskussionen und Anregungen zu Dank verpflichtet.
- Herrn PROF. DR. HANS-JOACHIM MÖLLER danke ich für die schnelle und unkomplizierte Zusage zur Erstellung des Zweitgutachtens.
- Besonderer Dank gilt Frau PD DR. ELLEN HIECKMANN, die mich umfangreich bei den KL-Untersuchungen unterstützt hat und die EBSD-Messungen zur Bestimmung der Kristallorientierung durchgeführt hat. Des Weiteren hat sie durch ihre Ausdauer, fachkundigen Hinweise und anregenden Diskussionen sehr zum erfolgreichen Abschluss dieser Arbeit beigetragen.
- Bei DANIEL ORIWOL, INGMAR RATSCHINKSI und PD DR. HARTMUT LEIPNER vom IZM in Halle/Saale möchte ich mich für die TEM-Probenpräparation und die Durchführung der TEM-Messungen bedanken.
- Dank gilt auch allen Mitgliedern des Lehrstuhls für Halbleiterphysik: Frau SIMONE BEHRENDT danke ich für die Unterstützung bei den verschiedenen Probenpräparationen. Der Sekretärin Frau STEFFI GERBER sei für die Hilfe bei organisatorischen Dingen und das sorgfältige Durchlesen des Manuskripts gedankt. Bei Herrn BERTHOLD KÖHLER möchte ich mich für die Hilfe bei technischen und rechentechischen Problemen bedanken. DR. EDWARD LAVROV und DR. VLADIMIR KOLKOVSKY danke ich für die interessanten wissenschaftlichen und nichtwissenschaftlichen Diskussionen.
- Meinen Freunden und Doktoranden-Kollegen gebührt ebenfalls Dank für ihren Zuspruch. Mit DIRK BASTIN, SANDRO KOCH, LEOPOLD SCHEFFLER, SEBASTIAN SOCHER und RONALD STÜBNER konnte ich jederzeit wissenschaftliche

Probleme diskutieren und mögliche Lösungen entwickeln. Des Weiteren haben auch einige nichtphysikalische Aktivitäten das Gelingen dieser Arbeit gefördert. Insbesondere möchte ich mich bei STEFFEN KRAUSE für das sorgfältige Korrekturlesen des Manuskripts bedanken.

- Abschließend danke ich meinen Eltern und meiner Freundin für die Unterstützung, die Geduld und das Verständnis, speziell beim Anfertigen der Dissertation.

Dresden, 18. Dezember 2014

M. A.

## Erklärung

Hiermit versichere ich, dass ich die vorliegende Arbeit ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe; die aus fremden Quellen direkt oder indirekt übernommenen Gedanken sind als solche kenntlich gemacht. Die Arbeit wurde bisher weder im Inland noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form einer anderen Prüfungsbehörde vorgelegt.

Diese Dissertation wurde an der Professur für Halbleiterphysik des Instituts für Angewandte Physik der Technischen Universität Dresden unter der wissenschaftlichen Betreuung von Herrn PROF. DR. JÖRG WEBER angefertigt.

Hiermit versichere ich außerdem, dass weder ein früheres erfolgloses Promotionsverfahren stattgefunden hat noch ein weiteres Promotionsverfahren anhängig ist.

Ich erkenne die Promotionsordnung der Fakultät Mathematik und Naturwissenschaften der Technischen Universität vom 23.02.2011 in der aktuellen Fassung mit den durch den Fakultätsrat beschlossenen Änderungen vom 15.06.2011 und 18.06.2014 an.

Dresden, 18. Dezember 2014

DIPL.-PHYS. MATTHIAS ALLARDT