

Punktdefektgeneration bei der Versetzungsbewegung

DISSERTATION



zur Erlangung des akademischen Grades

doctor rerum naturalium (Dr. rer. nat.)

vorgelegt der

Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät
der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg

von

Dipl. Phys. Christian Gerhard Hübner

geb. am 18. November 1968 in Halle

Gutachter:

1. Prof. Dr. H.-R. Höche
2. PD Dr. R. Krause-Rehberg
3. Prof. Dr. K. Maier

Halle(Saale), den 29. Oktober 1998

INHALTSVERZEICHNIS

1. Einleitung	1
2. Plastische Deformation	4
2.1 Die Spannungs-Dehnungs-Kurve	4
2.2 Versetzungsbewegung	5
2.3 Versetzungsmultiplikation	11
2.4 Punktdefekterzeugung	12
2.4.1 Modelle	12
2.4.2 Punktdefektbilanz	15
2.5 Versetzungen in der Diamantstruktur	18
3. Materialien und Methoden	22
3.1 Probenmaterial	22
3.2 Probenpräparation	22
3.3 Deformationsexperimente	23
3.4 Positronenannihilationsspektroskopie	25
3.4.1 Prinzip	25
3.4.2 Positroneneinfang	26
3.4.3 Technische Details	32
3.5 Elektronenspinresonanz-Spektroskopie	33
3.6 Infrarot-Absorptions-Spektroskopie	34
4. Ergebnisse der Deformationsexperimente	35
4.1 Undotiertes Galliumarsenid	36
4.1.1 Dynamische Deformation	36
4.1.2 Dehnungsratenwechselversuche	40
4.1.3 Relaxationsversuche	42
4.1.4 Temperaturwechselversuche	42
4.2 Dotiertes GaAs	43
4.2.1 GaAs:Zn	43
4.2.2 GaAs:Te	45
4.2.3 Diskussion der Ergebnisse im dotierten GaAs	45
4.3 Silizium	46
4.4 Zusammenfassung der Deformationsergebnisse	48
5. Defektcharakterisierung mittels Positronenlebensdauerspektroskopie	50
5.1 Undotiertes GaAs	50
5.1.1 Temperaturabhängige Messungen	51
5.1.2 Ausheiluntersuchungen	64
5.2 GaAs:Zn	68

5.2.1	Referenzmaterial	68
5.2.2	Deformierte Proben	69
5.3	GaAs:Te	71
5.3.1	Referenzmaterial	71
5.3.2	Deformierte Proben	71
5.4	Silizium	73
5.4.1	FZ-Silizium	73
5.4.2	Cz-Silizium	75
5.5	Metalle	77
5.5.1	Aluminium	78
5.5.2	Kupfer	79
5.5.3	Silber	80
5.6	Zusammenfassung	80
6.	Andere Methoden	82
6.1	Elektronenspinresonanz-Spektroskopie	82
6.2	Infrarot-Spektroskopie	84
7.	Diskussion – Modelle	86
7.1	Leerstellenagglomeration	86
7.2	Zwischengitteratome	88
7.3	Variation der Dehnung	88
7.4	Variation der Dehnungsrate	92
7.4.1	Einfluß der gleichzeitigen Ausheilung	92
7.4.2	Einfluß der Orientierung	93
7.4.3	Einfluß der Dotierung	95
7.4.4	Vergleich zwischen GaAs und Si	96
7.5	Abhängigkeit von der Deformationstemperatur	97
7.6	Mecking-Estrin-Modell	100
8.	Zusammenfassung	102
	Literaturverzeichnis	104
	Danksagung	111
A.	Symbolverzeichnis	112
B.	Deformationsparameter aller Halbleiterproben	114

1. EINLEITUNG

Es ist eine bekannte Tatsache, daß bestimmte Festkörper, auf die eine ausreichend große Spannung (Kraft je Querschnitt) wirkt, eine bleibende Veränderung ihrer Form (Verkürzung, Verlängerung, Verdrehung), also eine plastische Deformation, erfahren. Solche Festkörper bezeichnet man als *duktil*.

Die mikroskopischen Prozesse, die bei der Deformation von Kristallen ablaufen, sind Gegenstand vieler wissenschaftlicher Arbeiten dieses Jahrhunderts. Eine zunächst ungeklärte Tatsache war die offensichtliche Diskrepanz zwischen der theoretisch berechneten Festigkeit von Kristallen und der wesentlich niedrigeren experimentell beobachteten Festigkeit. Als makroskopischer Prozeß bei der Deformation wurde die Gleitung an deformierten Kristallen beobachtet. 1934 wurde die Idee, daß sich die Gleitung durch Bewegung von Versetzungen fortpflanzt, unabhängig von TAYLOR [Tay34], OROWAN [Oro34] und POLANYI [Pol34] veröffentlicht. Durch dieses Modell war es möglich, die geringen Schubspannungen, die zur Deformation eines Kristalls notwendig sind, zu erklären.

Die verschiedenen Stufen, die eine makroskopisch aufgenommene Spannungs-Dehnungskurve durchläuft, lassen sich jedoch nicht durch einfaches Gleiten von Versetzungen begründen. Ebenso wenig ließen sich die hohen Verformungsraten, die beobachtet wurden, mit der vor der Deformation in den Proben vorhandenen Versetzungsdichte erklären. Es stellte sich die Frage, wie die Zahl der Versetzungen während der Deformation zunehmen kann, welche Mechanismen zur Versetzungsvervielfachung führen. FRANK und READ entwickelten dazu die Vorstellung, daß sich eine an zwei Punkten festgehaltene (*gepinnte*) Versetzung durch die wirkende Spannung ausbaucht, bis sich die beiden äußersten Bögen der ausgebauchten Versetzung so nahe kommen, daß sie miteinander annihilieren können und eine geschlossene Versetzungsschleife entsteht. Durch die Wirkung dieser FRANK-READ-Quellen kann die Erhöhung der Zahl (und damit der Dichte) der Versetzungen im Kristall im Lauf der Deformation erklärt werden.

Die Vorstellungen zu den mikroskopischen Mechanismen der Versetzungsbewegung wurden in den folgenden Jahrzehnten stetig weiterentwickelt. Zur Beschreibung der Einschränkung der Versetzungsbewegung postulierte PEIERLS [Pei40] ein periodisches Potential für die Versetzungslinie mit der Periodizität des BURGERS-Vektors. Das heißt, bei jeder Bewegung der Versetzung um einen BURGERS-Vektor muß diese eine bestimmte Potentialbarriere überwinden. Eine Versetzungsbewegung, die ausschließlich durch das PEIERLS-Potential bestimmt ist, deckt sich jedoch nicht mit Messungen der Versetzungsgeschwindigkeit bei verschiedenen Temperaturen und Spannungen. Daraus wurde geschlußfolgert, daß andere Hindernisse existieren, die die Versetzungsbewegung hemmen. In hochreinen Kristallen, in denen keine Fremdatome oder Ausscheidungen als Gleithindernisse wirken, können nur Eigendefekte wie Leerstellen, Zwischengitteratome oder die Versetzungen selbst die Versetzungsbewegung beeinflussen. MOTT [Mot60] schlug als erster vor, daß durch Schneiden von Schraubenversetzungen entstandene Jogs¹ solche Gleithindernisse darstellen können und entwickelte eine Theorie, wie sich eine Jogs enthaltende Schraubenversetzung unter Emission oder Absorption

¹ Sprung in der Versetzungslinie, der nicht in der Gleitebene liegt

von Leerstellen bewegt. Damit war ein Modell der Punktdefektgeneration durch Versetzungsbewegung aufgestellt worden.

SEITZ [Sei50] war der erste, der Messungen von GYULAI und HARTLY [Gyu28] sowie STEPANOV [Ste33] der elektrischen Leitfähigkeit von plastisch deformierten NaCl-Kristallen mit Leerstellengeneration durch Versetzungsbewegung interpretierte. Die Erzeugung von Punktdefekten durch plastische Deformation wurde in den vergangenen Jahren in Ionenkristallen, Metallen und Halbleitern [Bro87] mit den verschiedensten experimentellen Methoden nachgewiesen. Die quantitativen Modelle, die zur Punktdefektgeneration aufgestellt wurden, hatten primär zum Ziel, den Einfluß der Punktdefektgeneration auf die Versetzungsbewegung zu beschreiben [Sch65, Bar65, Mec80, Mil94].

Das Ziel dieser Arbeit ist es, durch systematische Untersuchung der Art und Zahl der bei der Deformation entstehenden Punktdefekte Aufschluß über die Mechanismen ihrer Generation und damit der Deformation selbst zu erhalten. Es soll also das Wissen über die Deformation, das bezüglich der makroskopisch meßbaren Größen und bezüglich der eindimensionalen Defekte, der Versetzungen, schon einen hohen Stand erreicht hat, um Erkenntnisse zu den beteiligten nulldimensionalen Defekten erweitert werden. Zu diesem Zweck werden Proben bei Variation verschiedener Deformationsparameter (Deformationstemperatur und -richtung, Dehnung, Dehnungsrate) verformt und anschließend das Spektrum der erzeugten Defekte mit verschiedenen experimentellen Methoden untersucht.

Bei der Auswahl der Proben für die Experimente waren verschiedene Aspekte zu berücksichtigen. Um möglichst überschaubare Verhältnisse bei der Bewegung der Versetzungen zu gewährleisten, stellte eine größtmögliche Gitterperfektion (Reinheit sowie Einkristallinität) eine der Hauptforderungen dar. Die Kristalle, die heute mit der besten Reinheit bei vertretbarem Aufwand gezüchtet werden, gehören zur Gruppe der Halbleiter. Ein weiterer Vorteil der Halbleiter besteht in ihrer guten Handhabbarkeit und Bearbeitbarkeit. Ein Nachteil der Halbleiter ist, daß sie sich meist nur bei Temperaturen plastisch verformen lassen, bei denen Punktdefekte bereits beweglich sind. Ein weiterer Nachteil im Hinblick auf die hauptsächlich angewendete Untersuchungsmethode ist, daß Defekte eine Ladung tragen können. Diese beiden Nachteile besitzen Metallkristalle nicht: sie lassen sich bereits bei sehr niedrigen Temperaturen verformen, und es existieren keine geladenen Punktdefekte. Allerdings sind sie nur schwer so rein und ideal zu züchten wie Halbleiter. Ein weiterer Nachteil der leicht verfügbaren Metalle ist, daß die intrinsischen Punktdefekte oft weit unterhalb der Raumtemperatur ausheilen, so daß es notwendig ist, diese bei tiefen Temperaturen zu verformen und der Messung ohne zwischenzeitliches Erwärmen zuzuführen. Eine Präparation ist unter diesen Bedingungen kaum möglich, so daß die Proben bereits bei der Deformation eine Geometrie haben müssen, die für die spätere Messung geeignet ist. Ein solche Geometrie ist aber oft für eine definierte Deformation ungeeignet.

Der Schwerpunkt der Arbeit liegt auf Experimenten mit deformierten Halbleitern, speziell mit undotiertem Galliumarsenid, was in erster Linie durch eine gute Verfügbarkeit und auf Erfahrungen mit diesem Material in unserer Arbeitsgruppe begründet ist. In undotiertem GaAs ist kein Einfluß von Fremdatomen bzw. Ausscheidungen, die das Verformungsgeschehen verkomplizieren könnten, zu erwarten. In dem Verbindungshalbleiter GaAs besteht zudem die Möglichkeit, bei der Deformation primär erzeugte Zwischengitteratome aufgrund von Defektreaktionen, bei denen als sekundäre Defekte Antistrukturdefekte gebildet werden, nachzuweisen. Neben GaAs wurden jedoch auch andere Halbleiter- sowie Metallproben deformiert und untersucht, um Parallelen oder Differenzen zu finden.

Unter den angewendeten Methoden nimmt die Positronen-Annihilations-Spektroskopie (PAS) eine herausragende Stellung ein. Die PAS beruht zum einen darauf, daß die Annihilati-

onsrate der Positronen von der Elektronendichte abhängt, wodurch der Annihilationsort der Positronen identifiziert werden kann. Die zweite physikalische Stütze der PAS ist die Tatsache, daß es Kristalldefekte gibt, die aufgrund eines für Positronen attraktiven Potentials diese einfangen können. Wegen des Fehlens des positiven Atomkerns sind es hauptsächlich Defekte mit offenem Volumen, also Leerstellen oder deren Agglomerate, die solche Positronen-Traps² bilden. Diese Sensitivität für Defekte mit offenem Volumen, das heißt, die Möglichkeit, Leerstellen oder deren Agglomerate direkt zu identifizieren, macht die PAS für die Untersuchung der Deformationsdefekte besonders geeignet. Neben der PAS wurden zur Charakterisierung der Defekte und auch deren quantitativer Bestimmung die Elektronenspinresonanz (ESR) und die Infrarotspektroskopie angewendet.

Im ersten Kapitel der Arbeit werden Modelle der Versetzungsbewegung und -wechselwirkung sowie der Punktdefektgeneration bei der plastischen Deformation vorgestellt. Das zweite Kapitel befaßt sich mit den verwendeten experimentellen Methoden, der Probenpräparation und technischen Details der Versuchsdurchführung. In Kapitel III werden die Ergebnisse der Deformationsexperimente vorgestellt. Kapitel IV und V beschäftigen sich mit der *Charakterisierung* der induzierten Defekte mit der PAS bzw. mit anderen Untersuchungsmethoden. In Kapitel VI werden Defekt-*Konzentrationen* als Funktion der verschiedenen Deformationsparameter ermittelt. Diese Konzentrationen sowie die Ergebnisse der Defektcharakterisierung werden im Zusammenhang mit den Modellen aus Kapitel I diskutiert.

² Positronenfallen

2. PLASTISCHE DEFORMATION

Die makroskopischen Größen, die bei der Verformung eines Festkörpers gemessen werden können, sind die einwirkende Kraft und die Änderung der äußeren Form, die Dehnung, Stauchung oder Verdrehung. Aus der Kraft F und der jeweiligen, sich während der Deformation ändernden Querschnittsfläche A der Probe kann die apparente Spannung τ berechnet werden: $\tau = F/A$. Die Längenänderung Δl bezogen auf die Gesamtlänge l der Probe ist die apparente Dehnung ϵ . Im folgenden wird der Begriff der Dehnung im allgemeinen Sinn verwendet, das heißt, auch eine Verkürzung der Probe wird als Dehnung bezeichnet. Wird die Deformation bei konstanter Dehnungsrate (zeitliche Ableitung der Dehnung) durchgeführt, spricht man vom dynamischen Regime, wird hingegen unter Anlegen einer konstanten Spannung deformiert, so spricht man vom statischen Regime. Im statischen Regime ist die gemessene Dehnung ϵ gleich der plastischen Dehnung ϵ_{plast}

$$\epsilon = \epsilon_{\text{plast}}, \quad (2.1)$$

während im dynamischen Regime die elastische Dehnung zu berücksichtigen ist:

$$\epsilon = \epsilon_{\text{plast}} + \epsilon_{\text{elast}}. \quad (2.2)$$

Das Ziel der meisten Arbeiten, die das Gebiet der plastischen Deformation zum Gegenstand haben, ist es, einen Zusammenhang zwischen diesen makroskopischen Meßgrößen und den Mikroprozessen, also der Versetzungsbewegung, herzustellen. Die Gliederung dieses Kapitels folgt diesem Ziel. Im ersten Abschnitt wird die Spannungs-Dehnungs-Kurve beschrieben, die makroskopische Äußerung der Deformation. Die folgenden Abschnitte behandeln qualitativ und quantitativ die vorgeschlagenen Mikroprozesse, die den Stufen der Spannungs-Dehnungs-Kurve zugeordnet werden. Dies führt schließlich zu den Mechanismen, die der Punktdefektgeneration zugrunde liegen.

2.1 Die Spannungs-Dehnungs-Kurve

Trägt man die bei einem dynamischen Deformationsexperiment eines Einkristalls gemessene Spannung gegen die Dehnung auf, spricht man von einer Spannungs-Dehnungs-Kurve, die beispielhaft in Abb. 2.1 für dynamische Deformation dargestellt ist. Der Anstieg der Spannungs-Dehnungs-Kurve wird als *Verfestigungskoeffizient* Θ bezeichnet. Die Spannungs-Dehnungs-Kurve kann, auf einen Vorschlag von DIEHL [Die56] zurückgehend, in verschiedene Bereiche unterteilt werden. Einige Bereiche der Spannungs-Dehnungs-Kurve treten nur auf, wenn bestimmte Voraussetzungen erfüllt sind, die die Orientierung und die vor der Deformation im Kristall vorhandenen Versetzungen betreffen.

Der erste Bereich ist der elastische oder HOOKEsche Bereich. Er ist durch eine lineare Abhängigkeit der Spannung von der Dehnung und durch die Reversibilität der Verformung gekennzeichnet.

An den elastischen Bereich schließt sich eine Region an, in der eine Abnahme des Anstiegs der Spannungs-Dehnungs-Kurve zu verzeichnen ist. In diesem Bereich beginnt die plastische

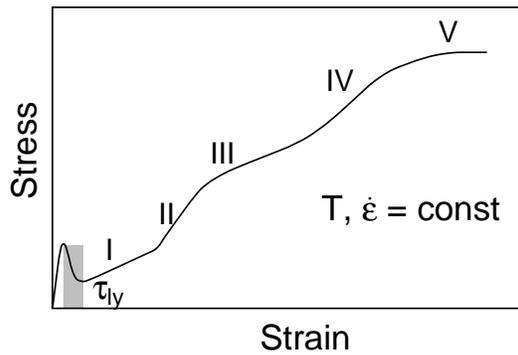


Abb. 2.1: Spannungs-Dehnungs-Kurve bei einem dynamischen Verformungsexperiment, das heißt, konstanter Dehnungsrate $\dot{\epsilon}$. Der Fließbereich ist grau hinterlegt, die verschiedenen Deformationsstufen sind gekennzeichnet. Nach [Sie93a].

Deformation, der Festkörper beginnt zu *fließen*, weshalb dieser Bereich als *Fließbereich* bezeichnet wird. Abhängig vom Ausgangszustand der Probe (Versetzungsdichte vor der Deformation) kann die Spannungs-Dehnungs-Kurve in diesem Bereich unterschiedliche Verläufe nehmen. Die Abnahme des Anstiegs kann so weit gehen, daß mit zunehmender Verformung ein Konstantbleiben oder sogar eine Abnahme der Spannung beobachtet wird, wie es in Abb. 2.1 angedeutet ist.

An den Fließbereich schließt sich ein als Stufe I bezeichneter Bereich an, in dem die Spannung linear mit der Dehnung ansteigt. Es ist auch möglich, daß die Spannung in diesem Bereich konstant bleibt. Nach den in diesem Stadium ablaufenden Prozessen, auf die noch näher eingegangen wird, nennt man die Stufe I Easy-Glide¹-Region.

Bei weiterer Verformung ist eine Zunahme des Anstiegs der Spannung als Funktion der Dehnung zu beobachten, die Stufe II der Spannungs-Dehnungs-Kurve wird erreicht. Bei einer Zunahme des Anstiegs der Spannungs-Dehnungs-Kurve spricht man von einer *Verfestigung* der Probe.

Das Gegenteil der Verfestigung, die Abnahme des Anstiegs, wird mit *Erholung* bezeichnet. Bei fortgesetzter Deformation schließt sich an die Stufe II die Stufe III der *dynamischen Erholung* an. Die Bezeichnung *dynamische Erholung* wurde gewählt, weil in dieser Stufe während der Deformation gleichzeitig Versetzungen vernichtet und erzeugt werden.

Unter bestimmten Umständen (Orientierung der Probe, Reinheit) werden bei Deformation bei hohen Temperaturen noch eine weitere Verfestigungs(IV)- und Erholungs(V)-Stufe beobachtet.

2.2 Versetzungsbewegung

Geometrie Eine bleibende Veränderung der Form von Festkörpern wird durch die Bewegung von Versetzungen realisiert. Abb. 2.2(a) zeigt schematisch eine Versetzung im Kristallgitter. Die *Versetzungslinie* ist die Linie, die den verschobenen Kristallbereich berandet. Für die Versetzung in Abb. 2.2(a) ist es die Linie, an der die zusätzlich eingeschobene Halbebene endet. Der BURGERS-Vektor \vec{b} ist der Fehlervektor, der den Start- und Endpunkt eines vollständigen Gittervektor-Umlaufes um die Versetzungslinie verbindet. Die *Gleitebene* ist die Ebene, in der sich die Versetzung durch einfaches ‘Umklappen’ von Bindungen bewegen kann. Die Gleitebene wird von der Versetzungslinie und dem BURGERS-Vektor aufgespannt. In Abb. 2.2(a) steht der BURGERS-Vektor senkrecht auf der Versetzungslinie. In diesem Fall spricht man von einer *Stufenversetzung*, während eine *Schraubenversetzung* durch einen zur Versetzungslinie parallelen BURGERS-Vektor gekennzeichnet ist. Im allgemeinen können BURGERS-Vektor und Versetzungslinie beliebige Winkel einschließen. Ein *Gleitsystem* wird durch die Gleitebe-

¹ engl. Einfaches Gleiten, das heißt, geringe Verfestigung

ne und den BURGERS-Vektor bestimmt. Die *Scherspannung* σ , die auf eine Versetzung in einem bestimmten Gleitsystem wirkt, kann durch Multiplikation der angelegten Spannung τ mit dem SCHMID-Faktor berechnet werden: $\sigma = m_s \tau$. Der Schmidfaktor m_s ist das Produkt der Kosinus der Winkel zwischen Deformationsachse und Gleitebenenormale Ψ und zwischen Deformationsachse und BURGERS-Vektor Φ : $m_s = \cos \Phi \cos \Psi$. Abb. 2.2(b) illustriert die Lage einer Gleitebene sowie der genannten Winkel in eine für Verformungsversuche üblicherweise verwendete Probe in Barrengometrie.

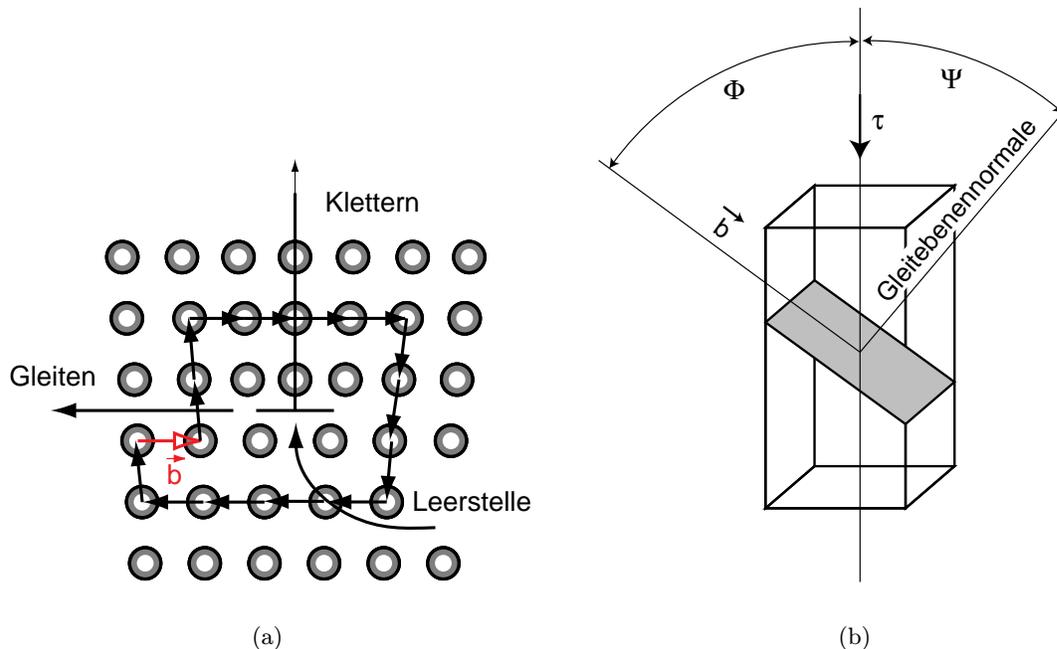


Abb. 2.2: (a) Modell einer Stufenversetzung mit BURGERS-Umlauf und Gleitebene. \vec{b} ist der BURGERS-Vektor. Die Versetzungslinie, die senkrecht zur Zeichenebene verläuft, berandet die von oben eingeschobene Halbebene. Die Anlagerung von Leerstellen führt zu einem Abbau der Halbebene, also einer Bewegung der Versetzungslinie senkrecht zur Gleitebene. (b) Lage der Gleitebene, der Deformationsachse und des BURGERS-Vektors in einer Probe unter Kompression. Nach [Wee83a].

Der Zusammenhang zwischen apparenter Dehnung ϵ und *Abgleitung* γ , das ist die Kristallverschiebung in der Gleitebene, ist komplizierter. Für kleine ϵ kann er jedoch durch $\gamma = \epsilon/m_s$ angenähert werden.

Es ist wichtig anzumerken, daß durch die Bewegung der Versetzungslinie der Kristallbereich nach deren Durchlaufen gegenüber dem Kristallbereich vor der Versetzungslinie um den BURGERS-Vektor verschoben ist. Auf diese Weise wird die makroskopische Änderung der Form realisiert.

Aus anschaulichen Gründen ist offensichtlich, daß Versetzungen bevorzugt auf den dicht gepackten Ebenen gleiten, da dabei die Gitterverzerrung am geringsten ist.

Orowan-Beziehungen OROWAN [Oro40] betrachtete als erster plastische Deformation als dynamischen Prozeß. Er schlug vor, daß die plastische Dehnungsrate analog zu anderen Transportprozessen in Festkörpern durch die Konzentration und Beweglichkeit der Träger des Transports, im Fall der Deformation sind das die Versetzungen, beschrieben werden sollten:

$$\dot{\gamma} = bN_{\text{dm}}v. \quad (2.3)$$

Hierbei ist b der Betrag des BURGERS-Vektors, N_{dm} die Dichte und v die Geschwindigkeit der beweglichen Versetzungen. Während der Deformation bleibt allerdings die Versetzungsdichte nicht konstant, so daß auch eine alternative Formulierung des OROWAN-Modells möglich ist:

$$\dot{\gamma} = b\dot{N}_{\text{dm}}\lambda. \quad (2.4)$$

Hier ist λ die mittlere freie Weglänge der Versetzungen. Im allgemeinen werden sowohl die Versetzungsgeschwindigkeit als auch die Versetzungsdichte keine Konstanten während der Deformation sein.

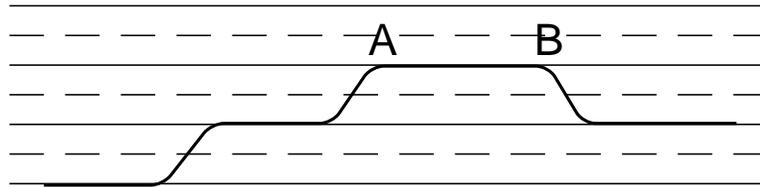


Abb. 2.3: Bewegung einer Versetzungslinie im PEIERLS-Potential. Die gestrichelten und durchgezogenen Linien kennzeichnen die Maxima und Minima des PEIERLS-Potentials. Das Segment AB ist von zwei Kinken begrenzt. Nach [Hir83].

Das Peierls-Potential Aus Abb. 2.2(a) wird offensichtlich, daß für die Bewegung der Versetzungslinie um einen Gittervektor Bindungen im Kristall aufgebrochen werden müssen, was nur unter Energiezufuhr möglich ist. PEIERLS [Pei40] führte zur Beschreibung dieses Sachverhaltes ein periodisches Potential für die Versetzungslinie ein:

$$\frac{W}{L} = \frac{W_{\text{P}}}{L} \sin^2 \frac{\pi x}{a_{\text{P}}}. \quad (2.5)$$

Dabei ist L die Länge des betrachteten Versetzungssegmentes, W_{P} die PEIERLS-Energie und a_{P} die Periode – üblicherweise gleich dem Betrag des BURGERS-Vektors. Abb. 2.3 zeigt schematisch die Bewegung einer Versetzungslinie im PEIERLS-Potential. Aus der Gleichgewichtslage im Minimum dieses Potentials wird die Versetzungslinie über die Peierlsbarriere in die nächste Gleichgewichtslage verschoben. Energetisch günstiger als die Bewegung der Versetzungslinie als Ganzes ist es, wenn zunächst nur ein kurzes Segment über die Peierlsbarriere gehoben wird. Dieses Segment wird von zwei Knicken in der Versetzungslinie begrenzt, die *in* der Gleitebene liegen. Einen solchen Knick bezeichnet man als *Kinke* im Gegensatz zu einem *Jog*, der einen Knick aus der Gleitebene heraus repräsentiert und auf den unten detailliert eingegangen wird. Kinken können durch thermische Anregung auf der Versetzungslinie gebildet werden. In einem Kristall, der als überwiegende Defekte parallele Versetzungen enthält, wird die Versetzungsbewegung ausschließlich durch das PEIERLS-Potential bestimmt, man spricht vom Kinkenmodus der Versetzungsbewegung.

Gleithindernisse Oft jedoch enthält ein Einkristall andere Defekte, die die Versetzungsbewegung behindern: Punktdefekte und deren Agglomerate, Fremdatome und Ausscheidungen sowie Versetzungen nichtkomplanarer Gleitebenen, die auch als *Waldversetzungen* bezeichnet werden.

In einem solchen Kristall wird der Mechanismus der Versetzungsbewegung zusätzlich durch die Gleithindernisse bestimmt. Wie in Abb. 2.4 dargestellt, wird eine Versetzung zunächst von den Hindernissen festgehalten. Durch die weiterhin wirkende Spannung gleitet die Versetzung zwischen den Hindernissen weiter, wodurch sie sich ausbaucht. Wird die

Spannung, die an der Versetzung am Ort des Hindernisses angreift, groß genug, kann das Hindernis überwunden werden. Im Gegensatz zum Kinkenmodus bezeichnet man diesen Fall der Versetzungsbewegung als Bowing²-Modus.

In hochreinen Kristallen stellen Waldversetzungen die wesentlichen Gleithindernisse dar. Waldversetzungen können verschiedenen Ursprungs sein. Zum einen können von der Kristallzucht bereits vor der Deformation Versetzungen im Kristall vorhanden sein. Da prinzipiell Versetzungen in allen Gleitsystemen mit von Null verschiedenem Schmidfaktor gebildet werden können, erhöht sich die Waldversetzungsdichte während der Deformation. Durch geschickte Wahl der Deformationsachse ist es möglich, ein Gleitsystem bevorzugt oder mehrere Gleitsysteme gleichberechtigt anzuregen und so das Verhältnis zwischen der Dichte beweglicher Versetzungen und der Waldversetzungsdichte zu variieren. Auf diese Weise kann die Abhängigkeit der Zahl der generierten Punktdefekte von der Zahl der Versetzungsschneidprozesse untersucht werden.

Die Zunahme der Waldversetzungsdichte wird für die in Stufe II der Spannungs-Dehnungs-Kurve beobachtete Verfestigung verantwortlich gemacht.

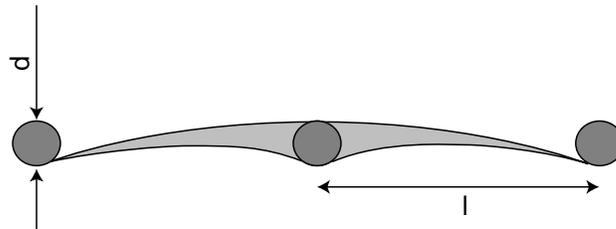


Abb. 2.4: Versetzungslinie, die sich zwischen Gleithindernissen der Ausdehnung d mit dem Abstand l ausbaucht. Das Aktivierungsvolumen ist das Produkt aus der grauen Fläche und dem Betrag des BURGERS-Vektors. Die Versetzungslinie ist vor und nach dem Überwinden des Hindernisses dargestellt. Nach [Wee83a].

Das Modell der effektiven Spannung Für theoretische Überlegungen zur Versetzungsbewegung ist die Frage wichtig, welche Spannung auf die Versetzungslinie wirkt. Neben der von außen angelegten Spannung wirken auch die Spannungsfelder der im Kristall vorhandenen Versetzungen auf eine bestimmte Versetzungslinie. Statistisch verteilte Versetzungen erzeugen eine interne Spannung σ_i [Ale68a]

$$\sigma_i^E = [\mu b/2\pi(1-\nu)]N_d^{1/2} \quad \text{bzw.} \quad (2.6)$$

$$\sigma_i^S = [\mu b/2\pi]N_d^{1/2}, \quad (2.7)$$

wobei die erste Beziehung für Stufen- und die zweite für Schraubenversetzungen gilt. μ ist der Schermodul und ν die POISSON-Zahl. Um die auf eine Versetzungslinie wirkende Spannung zu betrachten, muß man also die äußere Spannung σ_a durch eine effektive Spannung σ_{eff} [Haa62] ersetzen:

$$\sigma_{\text{eff}} = \sigma_a - \sigma_i = \sigma_a - AN_d^{1/2}. \quad (2.8)$$

Die verschiedenen Versetzungstypen werden in der Konstante A zusammengefaßt. Aus Gl. 2.8 wird ersichtlich, daß die maximale Versetzungsdichte während der Deformation $(\sigma/A)^2$ nicht überschreiten kann. A kann aus den elastischen Konstanten für die verschiedenen Versetzungstypen berechnet werden. In der Regel wird zur Abschätzung der Versetzungsdichte bei

² engl. Ausbauchung

einer gegebenen Spannung die TAYLOR-Gleichung [Ger86]

$$\tau = \alpha \mu b \sqrt{N_d} \quad (2.9)$$

verwendet. Dabei ist α eine durch die Geometrie der Versetzungsanordnung bestimmte Konstante, die Werte zwischen 0.5 und 1 annimmt [Mec81].

Versetzungsgeschwindigkeit Es gibt zwei von unterschiedlichen Ansätzen ausgehende Modelle, die den Zusammenhang zwischen der Versetzungsgeschwindigkeit und der Spannung sowie der Temperatur beschreiben, das Modell von Schoeck [Sch65] und das Modell von ALEXANDER und HAASEN [Ale68a].

Im Ansatz von SCHOECK [Sch65], der von thermodynamischen Überlegungen ausgeht, wird die Kraft auf einen Abschnitt einer Versetzungslinie aus der Änderung der totalen Energie bei der Verschiebung der Versetzungslinie um dx berechnet. Dabei sind verschiedene Beiträge zur Gesamtenergie zu berücksichtigen: die Arbeit, die von externen Kräften verrichtet wird, die Änderung der Wechselwirkungsenergie mit anderen Defekten, die Änderung der Energie im Spannungsfeld der Versetzung selbst, die Energie, die notwendig ist, um einen Bereich mit gestörter Gitterperfektion zu erzeugen sowie die Änderung des chemischen Potentials durch Erzeugung oder Vernichtung von Punktdefekten.

Die Gibbs-Enthalpie zur Überwindung von Gleithindernissen ΔG ist durch

$$\Delta G = U + T \frac{\partial \mu}{\partial T} \frac{\sigma_i}{\mu} V_A + T \left(\frac{\partial \Delta g}{\partial T} \right)_{\sigma_{\text{eff}}} \quad (2.10)$$

gegeben [Sch65]. Hierbei ist U der thermische Beitrag zur Überwindung des Gleithindernisses, V_A das *Aktivierungsvolumen* und Δg die Gibbs-Enthalpie durch lokale atomare Fehlordnung. Der letzte Term kann in der Regel vernachlässigt werden, ebenso wie die Temperaturabhängigkeit des Schermoduls [Sch65]. Gl. 2.10 wird oft in der vereinfachten Form

$$\Delta G = U + V_A \sigma_{\text{eff}} \quad (2.11)$$

verwendet [Zon94]. Abb. 2.4 illustriert die Überwindung von Gleithindernissen der Ausdehnung d und mit einem Abstand l durch eine Versetzung mit dem Betrag des BURGERS-Vektors b . Das Volumen

$$V_A = dlb \quad (2.12)$$

kann als *Aktivierungsvolumen* für die Überwindung des Gleithindernisses angesehen werden [Wee83a].

Die Häufigkeit, mit der ein Gleithindernis überwunden wird, ist proportional zu $\exp(-\Delta G/k_B T)$, dem BOLTZMANN-Faktor für thermisch aktivierte Prozesse. Nimmt man an, daß das Überwinden von Gleithindernissen der geschwindigkeitsbestimmende Schritt ist, daß also die Zeit, die die Versetzung zur Bewegung zwischen zwei Gleithindernissen benötigt, zu vernachlässigen ist, kann man die Versetzungsgeschwindigkeit berechnen [Wee83a]:

$$v = lf \exp(-\Delta G/k_B T). \quad (2.13)$$

Darin ist f die Vibrationsfrequenz der Versetzungslinie. Nach Gln. 2.11 und 2.13 und unter der Annahme eines von der Spannung unabhängigen Aktivierungsvolumens ist der funktionale Zusammenhang zwischen der Versetzungsgeschwindigkeit v und der Spannung σ ein exponentieller: $v \propto \exp(\sigma)$.

Experimentell wird jedoch, insbesondere für kleine Spannungen, oft eine Abhängigkeit der Versetzungsgeschwindigkeit von der Spannung in der Form $v \propto \sigma^m$ [Sch67] beobachtet, wobei m als *Spannungsexponent* bezeichnet wird und für Halbleiter Werte zwischen 1 und 2 annimmt. ALEXANDER und HAASEN [Ale68a] gehen in ihrem Modell für die Versetzungsgeschwindigkeit davon aus, daß sich die Versetzungen im Kinken-Modus bewegen, die durch thermische Aktivierung gebildet werden. Unter dieser Voraussetzung und unter der Annahme, daß von der angelegten Spannung verrichtete Arbeit klein gegenüber dem thermischen Beitrag zur Kinkenbildung ist, erhalten sie folgenden Ausdruck für die Versetzungsgeschwindigkeit:

$$v = B\sigma^m \exp\left(-\frac{U}{k_B T}\right). \quad (2.14)$$

Hierbei ist U die Aktivierungsenergie der Versetzungsbewegung, die sich aus der Bildungs- und Migrationsenergie der Doppelkinken zusammensetzt, und B eine empirische Konstante. Für unterschiedliche Annahmen über die Vibrationsfrequenz des Versetzungssegments zwischen zwei Kinken erhalten sie für m Werte von 1 bzw. 1.5.

Abhängig davon, welches Modell der Versetzungsgeschwindigkeit verwendet wird, kann der Zusammenhang zwischen Dehnungsrate und Fließspannung, der durch die OROWAN-Beziehung Gl. 2.3 über die Versetzungsgeschwindigkeit hergestellt wird, unterschiedlich formuliert werden. Wird die Versetzungsgeschwindigkeit nach Gl. 2.13 zugrundegelegt, so erwartet man eine exponentielle Abhängigkeit der Dehnungsrate von der Fließspannung, und es kann eine *Dehnungsratenempfindlichkeit* I definiert werden,

$$I = \frac{\partial \sigma}{\partial \ln(\dot{\epsilon}_{\text{plast}})}, \quad (2.15)$$

die mit dem Aktivierungsvolumen V_A über die Beziehung $V_A = k_B T / I$ verknüpft ist. Betrachtet man dagegen die Versetzungsbewegung im Modell von ALEXANDER und HAASEN (Gl. 2.14), so kann der Zusammenhang zwischen Dehnungsrate und Fließspannung durch

$$m = \frac{\partial \ln(\dot{\epsilon}_{\text{plast}})}{\partial \ln \sigma} \quad (2.16)$$

beschrieben werden. Durch Messung der Fließspannung in Abhängigkeit von der Dehnungsrate können m bzw. I bestimmt werden. Dabei muß jedoch sichergestellt sein, daß die Versetzungsdichte konstant bleibt. Bei einer Veränderung der Dehnungsrate ändert sich aber die Versetzungsdichte [Ale68a]. Das heißt, daß man die Dehnungsrate sprunghaft ändern muß, wenn man die charakteristischen Größen der Versetzungsgeschwindigkeit aus der Spannungsänderung bestimmen will.

Die direkte Messung der Versetzungsgeschwindigkeit während der Deformation ist sehr kompliziert. In der letzten Zeit wurde versucht [Bau95], die Versetzungen *in situ* während der Deformation im TEM³ abzubilden. Die Versetzungskonfiguration während der Deformation kann auf diese Weise sehr schön gezeigt werden. Die Bestimmung der mittleren Versetzungsgeschwindigkeit ist jedoch nicht einfach, da immer nur einzelne sich bewegende Versetzungen beobachtet werden können. Ein weiteres Problem ist, daß die Verhältnisse in den sehr dünnen bei TEM verwendeten Proben nicht ohne weiteres auf größere Kristalle übertragen werden können.

So ist man oft auf die indirekte Bestimmung der Versetzungsgeschwindigkeit über die OROWAN-Beziehung Gl. 2.3 angewiesen, wobei stets das Problem der mangelnden Kenntnis über die Dichte beweglicher Versetzungen besteht. Im folgenden Abschnitt wird dieser Aspekt im Mittelpunkt stehen.

³ Transmissionselektronenmikroskop

2.3 Versetzungsmultiplikation

Die Versetzungsdichte ist als Versetzungslinienlänge je Volumen definiert. Das heißt, daß eine Erhöhung der Versetzungsdichte nicht notwendigerweise eine Erhöhung der Zahl der Einzelversetzungen bedeutet. Eine Erhöhung der Versetzungsdichte kann auch durch Vergrößerung der Linienlänge der vorhandenen Versetzungen realisiert werden. Da eine Versetzung nicht im Kristall enden kann, gibt es nur zwei Möglichkeiten für deren Konfiguration: sie kann entweder einen geschlossenen Ring im Kristall bilden oder an der Kristalloberfläche enden. Die verschiedenen Möglichkeiten, wie eine Versetzungslinie verlängert werden kann, illustriert Abb. 2.5(a). Durch entsprechende Präparation der Probenoberfläche (Schleifen) kann man eine gleichmäßig hohe Dichte von Versetzungs(halb)ringen an diesen erreichen.

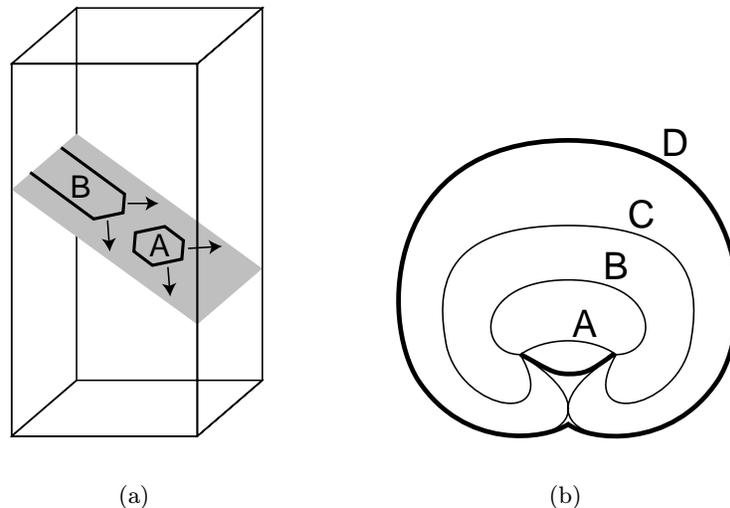


Abb. 2.5: (a) Vollständiger (A) und an der Probenoberfläche endender (B) Versetzungsring. (b) FRANK-READ-Versetzungsquelle. Das Segment A baucht sich über die Stadien B und C aus, bis im Stadium D eine neue Schleife entsteht. Nach [Hir83].

Frank-Read-Quelle Abb. 2.5(b) zeigt, wie neue Versetzungsringe durch die Wirkung einer FRANK-READ-Quelle (nach [Hir83]) entstehen können. Ein Segment A einer Versetzungslinie, das zwischen zwei Hindernissen liegt, an denen die Versetzung festgehalten wird, baucht sich in einer anderen als der ursprünglichen Gleitebene aus. Über die Stadien B und C wird schließlich Stadium D erreicht, in dem die beiden Bögen der Versetzungslinie annihilieren, so daß ein neuer Versetzungsring entsteht, während sich das übriggebliebene Segment der ursprünglichen Versetzungslinie erneut ausbauchen kann, um einen weiteren Ring zu erzeugen.

Für den Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurve im Fließbereich wird eine starke Versetzungsmultiplikation als Ursache angesehen [Ale68a] (JOHNSTON-GILMAN-Effekt). Durch die Verformung im elastischen Bereich wird die Spannung auf die in dem Kristall vorhandenen Versetzungen so groß, daß sie ihre Position im Minimum des PEIERLS-Potentials verlassen und anfangen zu gleiten. Die Waldversetzungsdichte ist noch klein, so daß sich die Versetzungen schnell im Kristall bewegen können: In Gl. 2.3 ist v groß. Von Versetzungsquellen an der Oberfläche, zum Beispiel an Kratzern vom Schleifen der Proben, und im Kristallinneren, zum Beispiel FRANK-READ-Quellen, generierte Versetzungen führen zu einer schnellen Zunahme

der Dichte beweglicher Versetzungen⁴: N_{dm} in Gl. 2.3 ist ebenfalls groß. Die plastische Dehnungsrate $\dot{\epsilon}_{\text{plast}} = N_{\text{dm}} m_s b v$ wird größer als die totale Dehnungsrate $\dot{\epsilon}$, so daß die elastische Dehnungsrate $\dot{\epsilon}_{\text{elast}} = \dot{\epsilon} - \dot{\epsilon}_{\text{plast}}$ negativ wird. Die elastische Dehnungsrate ist proportional zur zeitlichen Änderung der Spannung: $\dot{\epsilon}_{\text{elast}} = E \dot{\sigma}$, wobei die Proportionalitätskonstante der Elastizitätsmodul E ist. Eine negative elastische Dehnungsrate bedeutet eine Abnahme der Spannung. Ein Optimum der Versetzungsdichte wird an der unteren Streckgrenze erreicht. Das heißt, die Versetzungsdichte ist groß genug, um eine schnelle Deformation zu gewährleisten, aber noch nicht zu groß, um über eine Zunahme der Waldversetzungsdichte die Bewegung der gleitenden Versetzungen zu stark zu behindern.

Quergleiten Die Gleitebene einer Stufenversetzung ist durch den BURGERS-Vektor und den Versetzungslinienvektor eindeutig festgelegt. Da bei der Schraubenversetzung der BURGERS-Vektor parallel zur Versetzungslinie liegt, kann diese theoretisch in beliebigen Richtungen gleiten, als Gleitebenen werden jedoch (siehe oben) dicht gepackte Ebenen bevorzugt. Durch die Wirkung des Spannungsfeldes einer benachbarten Versetzung oder eines anderen Gleithindernisses kann eine Schraubenversetzung auf eine andere Gleitebene wechseln. Man spricht dann vom *Quergleiten* dieser Versetzung. Abb. 2.6 zeigt das doppelte Quergleiten einer Schrau-

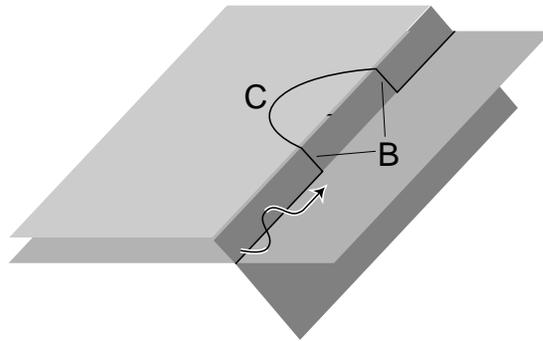


Abb. 2.6: Doppelquergleiten einer Schraubenversetzung. Die Segmente B können nur längs der Versetzungslinie gleiten. Das Segment C kann als FRANK-READ-Quelle wirken.

benversetzung. Nachdem diese ein kleines Stück auf einer anderen Gleitebene gegliitten ist, wechselt sie wieder auf die ursprüngliche Gleitebene. Die Segmente B der Versetzungslinie besitzen eine Gleitebene, die quer zur ursprünglichen liegt, so daß diese Segmente sich nicht mit dem Rest der Versetzungslinie weiterbewegen können. Auf diese Weise kann das Segment C als FRANK-READ-Quelle wirken.

Die Entfestigung in Stufe V der Spannungs-Dehnungs-Kurve wird mit verstärktem Quergleiten assoziiert. Dadurch wird zum einen die Gleitversetzungsdichte erhöht, zum anderen steigt die Geschwindigkeit der Versetzungen, da diese durch das Quergleiten Hindernissen ausweichen können.

2.4 Punktdefekterzeugung

2.4.1 Modelle

Versetzungsklettern Das Gleiten von Versetzungen wird als *konservative* Versetzungsbe-
wegung bezeichnet. Daneben können sich Versetzungen auch nichtkonservativ, das heißt, aus

⁴ In GaAs wird davon ausgegangen, daß Oberflächenversetzungsquellen gegenüber Versetzungsquellen im Kristallinneren dominieren [Kar84].

der Gleitebene heraus, durch *Klettern* bewegen. Diesen Mechanismus, der ausschließlich Versetzungen (beziehungsweise Segmente) mit Stufencharakter betrifft, zeigt Abb. 2.2(a). An die eingeschobene Halbebene lagern sich zum Beispiel Leerstellen an. Hat sich eine komplette Reihe von Leerstellen angelagert, ist die Versetzung um einen Gittervektor senkrecht zur Gleitebene verschoben worden.

Versetzungsklettern ist prinzipiell ein möglicher Mechanismus zur Erzeugung von Punktdefekten, da eine Versetzung durch Emission oder Absorption von Punktdefekten klettern kann. Allerdings ist die Anlagerung von Punktdefekten der energetisch günstigere Prozeß, was man anhand folgender Überlegungen begründen kann: Eine Leerstelle, die sich an eine Versetzung anlagert, kann durch schnelle Diffusion längs der Versetzungslinie [Cui96] zu einem Sprung transportiert werden. Durch Einbau an der Stelle des Sprunges wird dieser lediglich verschoben, so daß die Gesamtenergie der Versetzungslinie unverändert bleibt. Die Gesamtenergiebilanz ist jedoch negativ, da die Bildungsenergie der Leerstelle gewonnen wird. Eine Anlagerung sollte also stets mit einem Energiegewinn verbunden sein, so daß es unwahrscheinlich ist, daß eine Versetzung spontan Leerstellen emittiert. Vielmehr ist anzunehmen, daß eine Versetzungslinie eine Senke für Leerstellen ist [Mec80]. Eine spontane Emission von Leerstellen ist nur dann möglich, wenn der Energiegewinn durch den Abbau von Spannungen durch die nichtkonservative Versetzungsbewegung größer ist als die Energie, die zur Erzeugung der Leerstellen notwendig ist. Da die Bildungsenergie für Zwischengitteratome größer ist als für Leerstellen, ist ein spontane Emission von Zwischengitteratomen ebenso unwahrscheinlich.

WEERTMAN und WEERTMAN berechnen die Punktdefektüber- bzw. -untersättigung in der Nähe kletternder Versetzungen unter Zugrundelegung rein energetischer Betrachtungen [Wee83b]:

$$\Delta = C_0 \exp(-U/k_B T) \exp(\pm \sigma b^3 L/dk_B T), \quad (2.17)$$

wobei L bzw. d der mittlere Weg der Versetzungslinie bis zur Annihilation (mit einer anderen Versetzung) durch Gleiten bzw. Klettern und U die Leerstellenbildungsenergie ist. Das Vorzeichen im zweiten Exponentialterm steht für leerstellenemittierende bzw. -absorbierende Versetzungen. Die Theorie von WEERTMAN und WEERTMAN wurde für das Kriechen von Metallen bei hoher Temperatur aufgestellt. Bei der dynamischen Deformation ist das Klettern als Mechanismus der Punktdefektgeneration mit großer Wahrscheinlichkeit auszuschließen. Das heißt jedoch nicht, daß die Versetzungen nicht klettern können. Ein Klettern unter Absorption von Leerstellen, die durch andere Generationsmechanismen in einer Übersättigung erzeugt werden, ist auch bei der dynamischen Deformation wahrscheinlich.

Die Entfestigungs-Stufe III der Spannungs-Dehnungs-Kurve wird mit Versetzungsklettern in Verbindung gebracht [Haa89]. Durch das Klettern können die Versetzungen, ähnlich wie in Stufe V durch Quergleiten, Gleithindernissen ausweichen.

Jog-Dragging MOTT [Mot60] schlug 1960 ein Modell vor, wie sich eine Sprünge enthaltende Schraubenversetzung unter Emission bzw. Absorption von Punktdefekten bewegt. Dieser, in der Literatur als *jog-dragging*⁵ bezeichnete Mechanismus ist in Abb. 2.7(a) dargestellt. Ein Sprung in einer Schraubenversetzung stellt ein Versetzungssegment dar, das Stufencharakter hat und dessen Gleitebene senkrecht zur Gleitebene der Schraubenversetzung steht. Demzufolge kann dieser Sprung der Schraubenversetzung bei deren Gleiten nur durch nichtkonservative Kletterbewegung folgen. Diese Kletterbewegung kann durch Emission oder Absorption von Punktdefekten realisiert werden. Für die Absorption wäre eine hohe Konzentration von Punktdefekten im Kristallvolumen notwendig. Wahrscheinlicher ist, daß durch die auf die

⁵ Hinterherziehen von Sprüngen

Versetzungslinie wirkende Spannung die Energie zur Erzeugung eines Punktdefektes aufgebracht wird. Abhängig von Gleitrichtung, BURGERS-Vektor und Richtung des Sprunges werden Leerstellen oder Zwischengitteratome erzeugt.

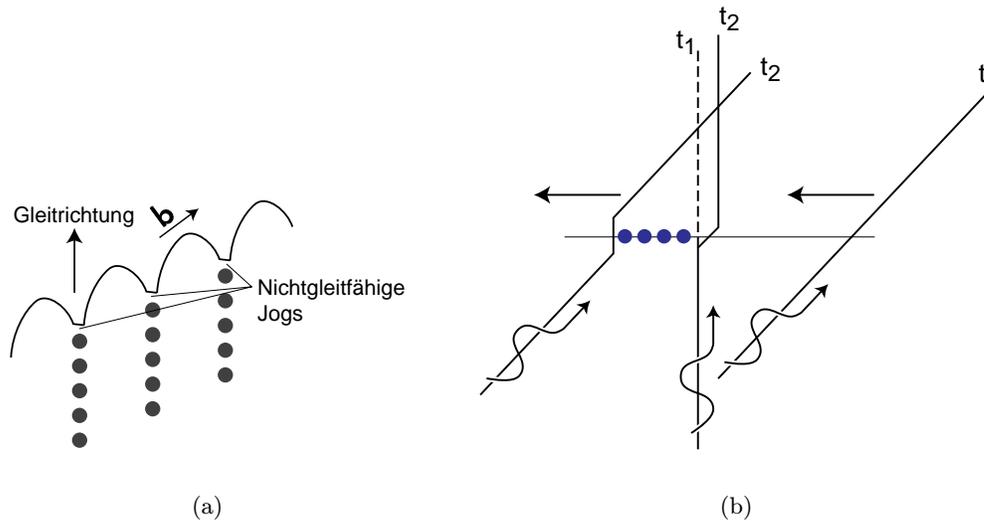


Abb. 2.7: (a) Punktdefekterzeugung durch *jog-dragging*, \mathbf{b} ist der BURGERS-Vektor. (b) Schneiden zweier Schraubenversetzungen. Die entstehende Punktdefektkette durch das Mitziehen des nichtgleitfähigen Sprungs ist angedeutet. Nähere Erklärung im Text.

Die Sprünge in der Versetzungslinie können unterschiedlichen Ursprunges sein. Zum einen entstehen sie beim doppelten Quergleiten (Abb. 2.6) einer Versetzung. Die Segmente B stellen Sprünge in der Versetzungslinie dar, die nicht in der ursprünglichen Gleitrichtung der Versetzung gleiten können. Sind die Segmente B nur einen BURGERS-Vektor hoch, so können sie von der Schraubenversetzung unter Punktdefektgeneration mitgezogen werden. Die Ursache dafür, daß eine Schraubenversetzung durch doppeltes Quergleiten auf eine benachbarte Gleitebene springt, können thermisch induzierte Fluktuationen oder Spannungsfelder anderer Versetzungen sein. Komponenten der von außen angelegten Spannung können ebenfalls ein Quergleiten bewirken.

Abb. 2.7(b) zeigt, wie durch das Schneiden von zwei Schraubenversetzungen Sprünge entstehen können. Da der Kristall nach dem Durchlaufen einer Versetzung oberhalb der Gleitebene gegenüber dem Kristall unterhalb dieser um den BURGERS-Vektor verschoben ist, wird auch die Versetzungslinie verschoben: ein Sprung ist entstanden. Durch das Schneiden von Stufenversetzungen entstehen keine nichtgleitfähigen Sprünge.

Wie aus Abb. 2.7(a) ersichtlich, sollte durch das Jog-dragging eine Kette von Punktdefekten entstehen. Eine solche Konfiguration muß nicht notwendigerweise stabil sein. Es ist möglich, daß eine Umordnung der entstandenen Punktdefekte, zum Beispiel eine Clusterung⁶, stattfindet. Leerstellen können dabei sowohl drei- als auch zweidimensionale Agglomerate bilden. Dreidimensionale Agglomerate aus Zwischengitteratomen führen zu einer starken Gitterverzerrung, so daß es wahrscheinlicher ist, daß Zwischengitteratome in einer Ebene agglomerieren. Diese Ebene stellt eine zusätzlich eingeschobene "Halbebene" im Kristall dar, die von einer Stufenversetzung berandet ist. Die berandende Stufenversetzung wird als *prismatischer* Versetzungsring bezeichnet.

⁶ engl. Zusammenlagerung

2.4.2 Punktdefektbilanz

Bei der Punktdefektbilanz muß man neben der Rate ihrer Generation auch die Vernichtungsrate berücksichtigen. Dabei gibt es verschiedene Vernichtungspfade.

- Rekombination von Leerstellen mit Zwischengitteratomen, die von Sprüngen unterschiedlichen Vorzeichens erzeugt wurden.
- Wanderung der Punktdefekte zu Senken, wie Versetzungen, Korngrenzen, Oberflächen.

Dabei ist es entscheidend, ob bei der Deformationstemperatur die Punktdefekte beweglich sind. Ist das nicht der Fall, so sollte die Annihilation zu vernachlässigen sein. Die Punktdefekte werden jedoch unmittelbar an den Versetzungen generiert. Man kann aus diesem Grund die Energie, die im ungestörten Kristall zur Bewegung von Leerstellen notwendig ist, nicht ohne weiteres auf den Bereich in der Nähe der Versetzungslinie, der durch starke Verspannung gekennzeichnet ist, übertragen.

Punktdefektgenerationsrate

Ausgangspunkt der Theorien zur Punktdefektgenerationsrate ist, daß ein Sprung auf einer Schraubenversetzung, der einen BURGERS-Vektor hoch ist, beim Gleiten dieser Schraubenversetzung um einen BURGERS-Vektor genau einen Punktdefekt erzeugt. Diese Aussage ist zunächst nur für einfach kubische Gitter richtig. In komplizierteren Gittern kann es für eine solche Bewegung eines Sprunges notwendig sein, daß mehrere Punktdefekte gebildet werden müssen. Für die folgenden Rechnungen ergeben sich dadurch keine prinzipiellen Änderungen.

Der erste, der das Gleiten von Sprüngen enthaltenden Schraubenversetzungen betrachtete, war MOTT [Mot60]. Er stellte ein Differentialgleichungssystem auf, das das dynamische Gleichgewicht der Prozesse der Bildung neuer Jogs als Resultat des Schneidens gleitender Schraubenversetzungen, die sich mit konstanter Geschwindigkeit bewegen, mit Versetzungen nichtkomplanarer Gleitsysteme, und der Annihilation oder Vereinigung elementarer Jogs beschreibt. Für die Leerstellengenerationsrate erhält MOTT folgenden Ausdruck:

$$\frac{\partial c_v}{\partial \gamma} = \frac{\xi^{1/2}}{2\sqrt{2}} b N_d^{1/2}. \quad (2.18)$$

Darin ist c_v die Leerstellenkonzentration und ξ das Verhältnis der Dichte der Waldversetzungen zur Gesamtversetzungsdichte.

POPOV [Pop90] geht von ähnlichen Überlegungen wie MOTT aus, betrachtet jedoch die konservative Bewegung der Sprünge längs der Schraubenversetzung detaillierter. Das Verhältnis der Gleitgeschwindigkeit v_j dieser Sprünge zur Versetzungsgeschwindigkeit v ist entscheidend für die Punktdefektgeneration. Laufen zwei Sprünge auf der Versetzungslinie zusammen, so gibt es zwei Möglichkeiten. Haben die Sprünge ungleiches Vorzeichen, so annihilieren sie, haben sie gleiches Vorzeichen, bilden sie einen Supersprung, der nicht mehr mit der Versetzung bewegt werden kann und demzufolge keine Punktdefekte generiert. Betrachtet man eine Schraubenversetzung, die Sprünge mit einem mittleren Abstand λ_j enthält, so werden für Versetzungsgeschwindigkeiten

$$v \leq v_j b / \lambda_j \quad (2.19)$$

keine Punktdefekte generiert. Gilt dagegen

$$v > v_j b / \lambda_j, \quad (2.20)$$

so werden während der Zeit $t = \lambda_j/v_j$, also bevor die Sprünge zusammengelaufen sind, Punktdefekte generiert. Während dieser Zeit legt die Versetzung den Weg Δl zurück. Die lineare Jogdichte c_j , die sich auf dem Weg Δl ausbildet, ist dann bestimmt durch

$$c_j = P_j \xi N_d \Delta l, \quad (2.21)$$

wobei ξ der Anteil der Waldversetzungen an der Gesamtversetzungsdichte und P_j der Anteil der jogbildenden Waldversetzungen an der Waldversetzungsdichte. Wenn man von einer gleichmäßigen Verteilung beider Jogvorzeichen ausgeht, ist die Zahl n der dabei generierten Punktdefekte gleich

$$\Delta n_{i,v} = c_j \Delta l / 2b. \quad (2.22)$$

Der Index bezeichnet Zwischengitteratome (i) bzw. Leerstellen (v). Die Erhöhung $\Delta c_{i,v}$ der Konzentration der Deformationsdefekte entsprechend der Zunahme ihrer Zahl um $\Delta n_{i,v}$ ist gleich

$$\Delta c_{i,v} = \Delta n_{i,v} \Omega, \quad (2.23)$$

wobei $\Omega \approx b^3$ das Atomvolumen ist⁷. Damit kann man die Intensität der Punktdefektgeneration ausrechnen:

$$\frac{\partial c_{i,v}}{\partial \gamma} = \frac{1}{2} P_j^{1/2} \xi^{1/2} b N_d^{1/2} (v/v_j)^{1/2}. \quad (2.24)$$

Unter Verwendung der OROWAN-Beziehung Gl. 2.3, wobei die Dichte beweglicher Versetzungen $N_{dm} = (1 - \xi)N_d$ ist, erhält man die Beziehung

$$\frac{\partial c_{i,v}}{\partial \gamma} = \frac{1}{2} P_j^{1/2} \left(\frac{\xi}{1 - \xi} \right)^{1/2} b^{1/2} (\dot{\gamma} v_j)^{1/2}. \quad (2.25)$$

Das heißt, wenn man vereinfachend annimmt, daß P_j und ξ von der Dehnungsrate unabhängig sind, sollte die Intensität der Punktdefektgeneration proportional zur Wurzel der plastischen Dehnungsrate sein:

$$\frac{\partial c_{i,v}}{\partial \gamma} \propto \dot{\epsilon}_{\text{plast}}^{1/2}. \quad (2.26)$$

Der Anteil der Waldversetzungen und der jogbildenden Waldversetzungen wird jedoch von der Dehnungsrate abhängen, da gerade das Zusammenlaufen der Jogs zu Superjogs von der Versetzungsgeschwindigkeit abhängt. Superjogs können als FRANK-READ-Quellen in Quergleitebenen wirken, so daß die Waldversetzungsdichte stärker zunimmt als die Dichte beweglicher Versetzungen. Daraus folgt, daß man einen Exponenten der Dehnungsrate $\dot{\epsilon}$ in Gl. 2.26 erwarten kann, der etwas kleiner als 1/2 ist. Aus Gl. 2.25 folgt, daß die Temperaturabhängigkeit der Generationsrate aus der Temperaturabhängigkeit der Gleitgeschwindigkeit der Jogs längs der Schraubenversetzung resultiert. Nimmt man dafür ein ARRHENIUS-Gesetz an, so folgt unmittelbar, daß mit zunehmender Temperatur die Generationsrate sinkt. Die Temperaturabhängigkeiten von P_j und ξ sind weitgehend unbekannt.

Bewegen sich die Versetzungen im Kristall mit so hoher Geschwindigkeit, daß konservatives Gleiten der Jogs längs der Versetzungslinie nicht mehr möglich ist, annihilieren diese nicht mehr. Die kritische Versetzungsgeschwindigkeit für das Erreichen dieses Regimes ist von der Größenordnung 100 m/s [Pop90]. Die Intensität der Punktdefektgeneration für dieses Regime gibt POPOV mit

$$\frac{\partial c_{v,i}}{\partial \gamma} \approx \frac{8}{\Gamma_s} b N_d^{1/2} \quad (2.27)$$

⁷ In der Diamantstruktur ist das eine recht grobe Näherung.

an. Darin ist Γ_s eine Konstante, die die Länge der Quellsegmente mit der Versetzungsdichte verknüpft. Im Vergleich zu Gl. 2.24 ist zu bemerken, daß die Intensität nicht mehr von der Dehnungsrate und -temperatur (außer über die Versetzungsdichte) abhängig ist.

Ein prinzipiell anderer Ansatz zur Berechnung der Punktdefektgeneration geht auf GOTTSTEIN *et al.* [Got75] bzw. MECKING und ESTRIN [Mec80] zurück. Dieser Ansatz, der von MILTZER *et al.* [Mil93, Mil94] weiterentwickelt wurde, geht von phänomenologischen, energetischen Überlegungen aus. Die Bildungsenergie E_k eines Punktdefektes der Sorte k (Leerstelle oder Zwischengitteratom) wird als proportional zu μb^3 angenommen. Ausgangspunkt der Theorie von MECKING und ESTRIN ist, daß ein bestimmter Teil der bei der Deformation aufgewendeten Energie für die Generation von Punktdefekten verwendet wird. Damit kann die Generationsrate P der Punktdefekte berechnet werden:

$$P = \frac{\chi \tau \dot{\epsilon}}{\alpha \mu b^3}. \quad (2.28)$$

Der Faktor α ist eine numerische Konstante, χ ist der Anteil an der insgesamt geleisteten Arbeit, der zur Punktdefektgeneration genutzt wird. Für ξ/α ist ein Wert von 0.1 sinnvoll [Got75]. Nach dem Modell von MECKING und ESTRIN ist die Konzentration der generierten Punktdefekte proportional zur Fläche unter der Spannungs-Dehnungs-Kurve. Die Abhängigkeit der Punktdefektkonzentration (ohne Annihilation) von der Dehnungsrate ist durch die Abhängigkeit der Spannung von der Dehnungsrate bestimmt.

Punktdefektannihilationsrate

Für die Annihilation der Punktdefekte gehen MECKING und ESTRIN [Mec80] von einer Reaktion erster Ordnung aus:

$$A = \beta(c - c_0) = \beta \Delta c, \quad (2.29)$$

das heißt, die Annihilationsrate A ist proportional zur Überschußpunktdefektkonzentration. c_0 ist die Konzentration der Punktdefekte im thermischen Gleichgewicht. Die Konstante β wird nur von der Diffusion der Leerstellen zu den Senken bestimmt:

$$\beta = \frac{D_{SD}}{c_0 b^3 \lambda^2}, \quad (2.30)$$

wobei D_{SD} der Selbstdiffusionskoeffizient und λ der mittlere Abstand zwischen den Annihilationszentren ist. Gibt es mehrere Annihilationspfade, etwa an Korngrenzen in Polykristallen, so sind zusätzliche Annihilationsterme zu berücksichtigen. Die Rekombination von Frenkel-Paaren wird in dem Modell von MECKING und ESTRIN nicht berücksichtigt. Die allgemeine Form eines Annihilationstermes müßte lauten:

$$A = K c^R, \quad (2.31)$$

wobei K eine Konstante und R die Reaktionsordnung der Annihilation ist. Die Konstante K ist von der Diffusion und von der Konzentration möglicher Reaktionspartner bestimmt.

Stationäre Konzentration

Die stationäre Konzentration von Überschußleerstellen Δc erhält man, wenn die Annihilationsrate gleich der Produktionsrate gesetzt wird. Im Modell von MECKING und ESTRIN beträgt

sie unter der Annahme, daß die Annihilationszentren Versetzungen der Dichte N_d sind, und unter Verwendung der Beziehung $\sigma \simeq \mu b N_d^{1/2}$

$$\Delta c = c_0 \frac{\chi}{\alpha} \frac{\dot{\epsilon}}{N_d D_{SD}} \frac{\mu}{\tau}. \quad (2.32)$$

Gemäß Gl. 2.14 und Gl. 2.3 gilt für den Zusammenhang zwischen Fließspannung und Dehnungsrate

$$\tau \propto \dot{\epsilon}^{1/m}. \quad (2.33)$$

Die Versetzungsdichte N_d steigt ebenfalls mit zunehmender Dehnungsrate. Das heißt, daß man für den Exponenten p der Dehnungsrate im funktionalen Zusammenhang $\Delta c \propto \dot{\epsilon}^p$ einen Wert erwartet, der etwas kleiner als $p \approx 1 - 1/m$ ist.

MILITZER *et al.* [Mil94] sagen auf der Grundlage eines ähnlichen Modells, das allerdings eine thermische Generation von Jogs und die Annihilation an Korngrenzen beachtet, einen etwas schwächeren als linearen Anstieg von $\Delta c(\dot{\epsilon})$, das heißt, ein p , das etwas kleiner als 1 ist, voraus.

Geht man von dem allgemeinen Ausdruck für den Annihilationsterm (Gl. 2.31) aus, so wird die Funktion $\Delta c(\dot{\epsilon})$ von der Reaktionsordnung der Annihilation bestimmt.

Für die Temperaturabhängigkeit der stationären Punktdefektkonzentration finden MILITZER *et al.* bei ihren Rechnungen ein Sinken der Überschußleerstellenkonzentration mit der Temperatur, das annähernd einem ARRHENIUS-Gesetz folgt. Diese ARRHENIUS-Abhängigkeit stammt von der Geschwindigkeitskonstanten der Annihilationsreaktion.

Zusammenfassung

Zur Berechnung der Punktdefektgenerationsrate bei der Versetzungsbewegung gibt es zwei prinzipiell verschiedene Ansätze. Das Modell von MOTT bzw. POPOV versucht, die Punktdefektgeneration mikroskopisch zu beschreiben, während im Ansatz von MECKING und ESTRIN die mikroskopischen Prozesse nicht betrachtet werden, sondern von energetischen Überlegungen ausgegangen wird. Die Annahme, daß ein konstanter Teil der bei der Deformation geleisteten Arbeit zur Punktdefektgeneration genutzt wird, das heißt, daß χ tatsächlich eine Konstante ist, kann physikalisch nicht zwingend begründet werden.

Beide Ansätze sagen ein Ansteigen der Punktdefektkonzentration mit steigender Dehnung und Dehnungsrate voraus. Der funktionelle Zusammenhang zwischen Punktdefektdichte und Dehnungsrate ist von der Form $c \propto \dot{\epsilon}^p$, wobei p Werte zwischen 0 und 1 annimmt.

Werden die Punktdefekte gleichzeitig erzeugt und vernichtet, kann es zu einem Gleichgewicht der Erzeugung und Annihilation, zu einem stationären Zustand, kommen. In diesem Fall wäre die Punktdefektkonzentration unabhängig von der Dehnung. Es ist nachzuprüfen, ob während der Deformation überhaupt ein stationärer Zustand erreicht wird.

2.5 Versetzungen in der Diamantstruktur

Die Diamantstruktur besteht aus einem fcc-Gitter mit einer Basis aus zwei Atomen bei $a(0, 0, 0)$ und $a(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4})$. Sind die Atome von unterschiedlicher Sorte, so liegt die Zinkblende-Struktur vor, in der die III-V-Verbindungshalbleiter GaAs und InP kristallisieren. Am dichtesten gepackt und damit als Gleitebenen bevorzugt sind (111)-Ebenen.

Diese Ebenen liegen jeweils als Paare vor (Abb. 2.8). Die Zahl der Bindungen zwischen zwei Ebenen eines Paares ist dreimal so groß wie die Zahl der Bindungen zwischen zwei Ebenen, die nicht zu einem Paar gehören. Der Abstand verhält sich genau umgekehrt: Er

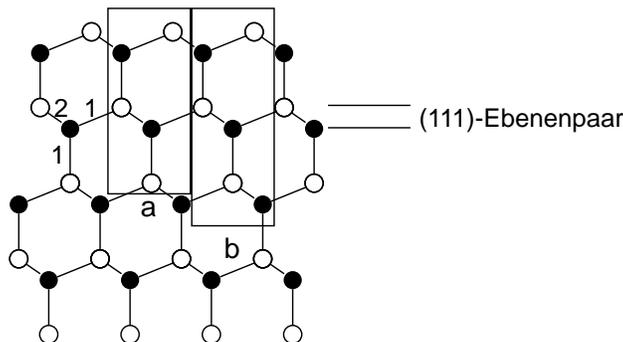


Abb. 2.8: (111)-Ebenen in der Zinkblendestruktur, betrachtet aus einer $[\bar{1}10]$ -Richtung. Die Zahlen stehen für die Bindungen zwischen den jeweiligen Ebenen. Die zu entfernenden Halbebenen für eine 60° -Versetzung im a) *glide set* und b) *shuffle set* sind umrandet. Nach [Ale88].

beträgt zwischen den Ebenen eines Ebenenpaares $1/3$ des Abstandes zwischen den weiter auseinander liegenden Ebenen.

Wie in der fcc-Struktur sind die BURGERS-Vektoren von vollständigen Versetzungen in der Diamantstruktur vom Typ $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle$ und können in SHOCKLEY-Partialversetzungen mit dem BURGERS-Vektor $\frac{a}{6}\langle 112 \rangle$ dissoziieren, die Gleitebenen sind vom Typ (111).

Die in dieser Arbeit untersuchten Proben wurden in $[100]$ -, $[110]$ - und $[213]$ -Richtung verformt. Damit wird eine unterschiedliche Anzahl von Gleitsystemen angeregt. Bei Deformation in $[100]$ -Richtung werden acht Gleitsysteme (jeweils zwei BURGERS-Vektoren auf jeder der vier Hauptgleitebenen) und bei Deformation in $[110]$ -Richtung vier Gleitsysteme gleichberechtigt angeregt. Die Schmidfaktoren der anderen Gleitsysteme verschwinden jeweils. Bei Deformation in $[213]$ -Richtung wird ein Gleitsystem bevorzugt angeregt, der Schmidfaktor des Quergleitsystems verschwindet.

Die Besonderheit der Diamantstruktur ist, daß es zwei mögliche Lagen der (111)-Gleitebenen gibt: zwischen den Ebenenpaaren bzw. zwischen den Ebenen innerhalb eines Paares. Im ersten Fall spricht man von Versetzungen im *shuffle set*, im zweiten Falle vom *glide set* [Ale68a]. Die Ursache für diese Bezeichnungsweise ist, daß im glide set eine Dissoziation der vollständigen Versetzungen in Partialversetzungen möglich ist, wodurch die Gitterverzerrungen verringert werden. Die beiden Partialversetzungen beranden einen Stapelfehler, der durch eine hexagonale Stapelfolge gekennzeichnet ist. Wegen des großen Abstandes der (111)-Ebenenpaare ist die zusätzliche Energie einer solchen Atomanordnung, die *Stapelfehlerenergie*, klein im Vergleich zum Energiegewinn durch die Dissoziation einer vollständigen Versetzung. Die Mehrzahl der Versetzungen in der Diamantstruktur sollte also dissoziiert vorliegen.

In der Zinkblendestruktur ist als weitere Besonderheit zu betrachten, daß die (111)-Ebenen polar sind, das heißt, daß die Spiegelung an einer (111)-Ebene kein Symmetrieelement des Kristalls ist. Bei einer Stufenversetzung kann die zusätzliche Halbebene aus der $[111]$ - oder aus der $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ -Richtung eingeschoben sein. Den ersten Fall bezeichnet man als α -, den zweiten als β -Versetzung [Ale68a]. Im glide set endet eine α -Versetzung in GaAs mit einer Reihe von Galliumatomen, eine β -Versetzung entsprechend mit einer Reihe von Arsenatomen.

Durch den Stapelfehler, den die beiden Partialversetzungen einer dissoziierten Schraubenversetzung beranden, ist deren Gleitebene vorgegeben. Zum Quergleiten einer dissoziierten Schraubenversetzung ist es notwendig, daß die Dissoziation zunächst aufgehoben wird. Eine solche Einschnürung kann zum Beispiel an einem Gleithindernis erfolgen. Hat die Schrauben-

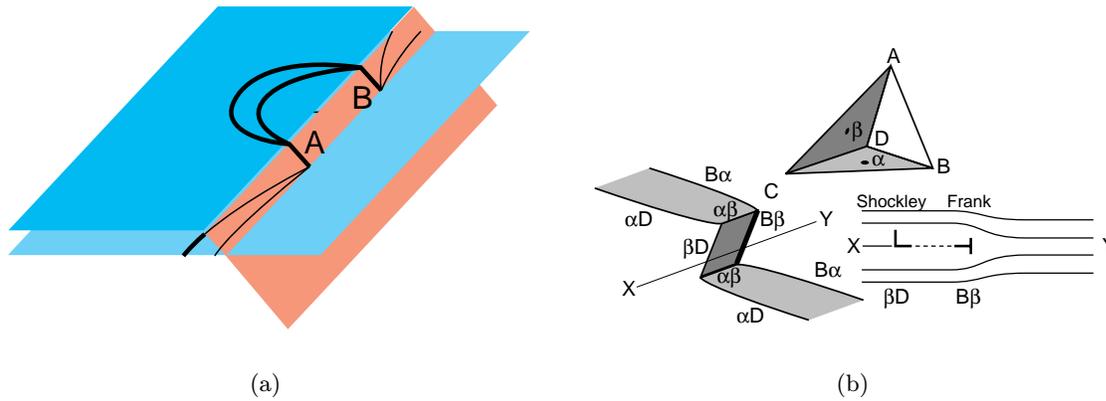
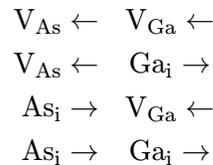


Abb. 2.9: (a) Quergleiten einer dissoziierten Schraubenversetzung. Die Segmente A und B sind in Richtung der Bewegung der dissoziierten Schraubenversetzung nicht gleitfähig. (b) Jog auf einer dissoziierten Schraubenversetzung. Zur Veranschaulichung der entsprechenden BURGERS-Vektoren ist zusätzlich das THOMSON-Tetraeder dargestellt. Der Schnitt X-Y veranschaulicht die Aufspaltung des Sprungs in eine SHOCKLEY- und eine FRANK-Partialversetzung. Letztere hat reinen Stufencharakter und kann nur unter Absorption bzw. Emission von Punktdefekten bewegt werden. Nach [Hul84] und [Hir82].

versetzung auf die neue Gleitebene gewechselt, kann sie erneut dissoziieren (Abb. 2.9(a)). Die Segmente der Versetzungslinie, die in der Quergleitebene verbleiben, stellen vollständige 60° -Versetzungen dar. Völlig analog dazu ist die Situation, wenn sich zwei aufgespaltene Schraubenversetzungen schneiden. Am Schnittpunkt beider Schraubenversetzungen kommt es zur Einschnürung, und nach dem Schneiden ist auf beiden Schraubenversetzungen ein 60° -Sprung entstanden. Die entstandenen Jogs können nun wiederum aufspalten, wie in Abb. 2.9(b) dargestellt ist. Bei der Bewegung mit der Schraubenversetzung werden Leerstellen bzw. Zwischengitteratome von der FRANK-Partialversetzung erzeugt.

Zur Bewegung eines Sprunges um einen vollständigen BURGERS-Vektor in der Diamantstruktur sind wegen der zweiatomigen Basis von der Halbebene zwei Atome zu entfernen bzw. zwei Atome anzulagern, die in der Zinkblendstruktur zusätzlich jeweils einer Atomsorte angehören müssen. Es ist auch vorstellbar, daß zum Beispiel zum Abbau einer Halbebene eine Leerstelle des Untergitters A angelagert und ein Zwischengitteratom des Untergitters B emittiert wird. Insgesamt gibt es für den Ab- bzw. Aufbau der Halbebene jeweils 4 mögliche Elementarprozesse. Zum Abbau einer Halbebene in GaAs zum Beispiel:



Der Pfeil nach rechts bedeutet Emission, der nach links Absorption des entsprechenden Punktdefektes. Welche dieser Prozesse ablaufen, wird von der Bildungsenergie und der Gleichgewichtskonzentration der jeweiligen Punktdefektart abhängen.

Eine wichtige Frage ist, welche Prozesse unmittelbar nach der Emission der Punktdefekte ablaufen. Doppelleerstellen, falls sie entstehen, sind in der Diamantstruktur aufgrund der Bindungsverhältnisse im Vergleich zu fcc-Metallen relativ unbeweglich. Das heißt, eine

schnelle Diffusion vom Ort des Entstehens weg ist nicht möglich. Denkbar ist jedoch, daß die Kette von Doppelleerstellen, die entsteht, sich zu energetisch günstigeren Konfigurationen umordnet. Bei einem Mitziehen des Jogs um N BURGERS-Vektoren können so Cluster mit $2N$ Leerstellen gebildet werden. In der Literatur wird diesem Punkt bisher wenig Beachtung geschenkt. Eine Kette von Zwischengitteratomen wird sich ebenfalls umordnen, wobei eine zweidimensionale Clusterung am wahrscheinlichsten erscheint. Durch eine solche Clusterung würde ein prismatischer Versetzungsring entstehen, der energetisch günstiger sein sollte als eine Kette von Zwischengitteratomen. Die Bildung eines solchen prismatischen Versetzungsringes ist auch bei Leerstellenketten nicht auszuschließen. Die Umordnungsprozesse der Leerstellenkette sollten eine Geschwindigkeitskonstante haben, die von der Größenordnung der Diffusionskonstante längs Versetzungen ist, da die Bindungsverhältnisse denen im Versetzungskern ähneln.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, daß die Elementarprozesse beim Jog-Dragging in der Diamantstruktur denen in fcc-Metallen ähneln. Es sind jedoch stets zwei Atome an einem Elementarprozeß beteiligt, die in der Zinkblende-Struktur unterschiedlichen Untergittern angehören. Die Gleichgewichtskonzentration der Punktdefekte hat aus diesem Grund großen Einfluß auf die Bewegung einer Sprünge enthaltenden Schraubenversetzung.

3. MATERIALIEN UND METHODEN

3.1 Probenmaterial

Das verwendete Galliumarsenid wurde von verschiedenen Anbietern bezogen. Von der Freiburger Compound Materials GmbH wurde undotiertes semiisolierendes GaAs mit einem spezifischen Widerstand von $10^8 \Omega\text{cm}$ sowie tellurdotiertes (n-leitendes) GaAs mit einer Ladungsträgerkonzentration von $2.5 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$ geliefert. Von der Crystec GmbH Berlin wurde eine Scheibe zinkdotiertes (p-leitendes) GaAs mit einer Zinkkonzentration von $2.5 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$ bezogen. Alle Galliumarsenidproben wurden nach dem LEC¹-Verfahren hergestellt. Cz²-gezogenes sowie im Fließzonenverfahren hergestelltes phosphordotiertes Silizium mit einem spezifischen Widerstand von $0.55 - 0.85 \Omega\text{cm}$ wurde von der Wacker Siltronic AG Burghausen zur Verfügung gestellt.

Die Metallproben (polykristallines Aluminium, Kupfer und Silber) mit einer Reinheit von 99.999% wurden bei der Goodfellow Corp. gekauft.

3.2 Probenpräparation

Aus den [100] beziehungsweise [111] orientierten Halbleiterscheiben mit einer Dicke zwischen 4 mm und 6 mm wurden zunächst Quader mit den Dimensionen $\approx 4 \times 4 \times 12 \text{mm}^3$ mit Hilfe einer Diamantfadensäge herausgesägt. Die Seitenflächen dieser Quader wurden anschließend mit Borcarbid mit 1200er Körnung geschliffen, um eine möglichst gleichmäßige Dichte von Versetzungsquellen an der Oberfläche zu erzielen. Die seitlichen Kanten wurden dabei gerundet, um Ribbildung zu vermeiden. Besonders wichtig bei der Präparation der spröden Halbleiterproben ist es, planparallele Endflächen zu erhalten. Zu diesem Zweck wurde ein spezieller Zusatz zu einem Minimet[®] Polisher von Buehler[®] angefertigt. Mit diesem Zusatz ist es möglich, die Proben mit einer Genauigkeit von 1' planparallel zu schleifen.

Für die PAS-Messungen wurden aus der Mitte der deformierten Quader jeweils zwei 0.5 mm dicke Scheiben³ mit der Fadensäge abgesägt. Um die durch das Sägen entstandenen Defekte zu entfernen, wurden die Scheiben jeweils einige Minuten in 3%iger Brommethanolösung geätzt, wobei etwa $50 \mu\text{m}$ abgetragen wurden. Für die Hallmessungen wurden ebenfalls solche Scheiben verwendet. Für die Infrarotmessungen wurden dickere (1.5 mm) Scheiben abgesägt, die nach dem Ätzen noch optisch poliert wurden. Die Endstücke der Proben wurden für die ESR-Messungen benutzt. Dazu wurden diese lediglich unmittelbar vor der Messung mit Brommethanol geätzt, um Oberflächeneffekte zu minimieren.

Die Metallproben für die Deformation in flüssigem Stickstoff wurden aus Folien zwischen 0,5 mm und 1 mm Dicke ausgeschnitten. Die Scheiben haben eine Kantenlänge von 4 mm, so daß sie unmittelbar in dem mit einem Stickstoffkryostaten ausgestatteten Positronenlebensdauerspektrometer verwendet werden können.

¹ Liquid Encapsulated Czochralski

² Czochralski

³ Für die PAS-Messungen werden zwei identische Proben benötigt, siehe Abschn. 3.4

3.3 Deformationsexperimente

Deformationsapparat Für die Deformationsexperimente stand eine hydraulische Prüfmaschine von Material Testing SystemsTM zur Verfügung, die es ermöglicht, einen sehr weiten Bereich von Dehnungsraten abzudecken. Mit dieser Maschine können außerdem sehr schnelle Wechsel der Dehnungsrate realisiert werden. Die Steuerung der PID⁴-geregelten Hydraulik erfolgt über einen angeschlossenen Computer, mit dem auch die Messdaten aufgezeichnet werden können.

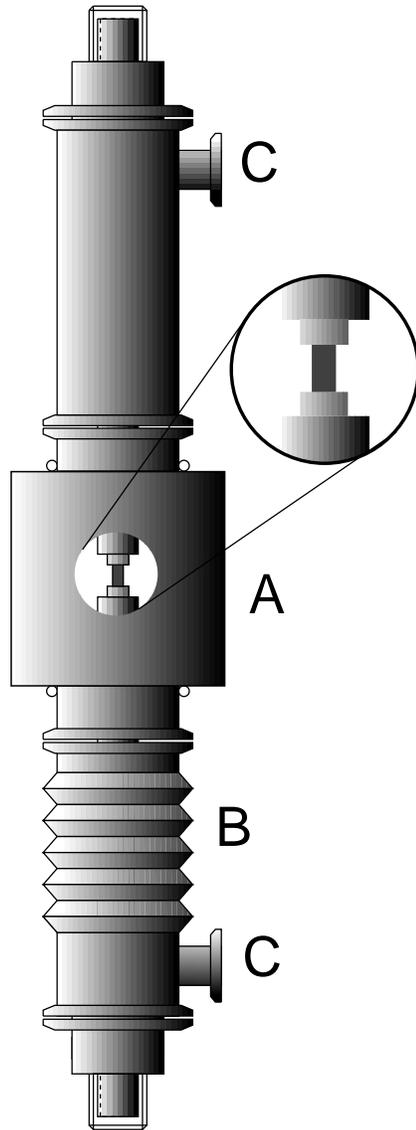


Abb. 3.1: Deformationsapparat.
A – Ofen, B – Vakuumbalg, C – Flansche für den Anschluß der Pumpe/ Schutzgaszufuhr. Das kleine Bild zeigt die Probe zwischen den Quarzscheiben.

Um die Experimente bei hohen Temperaturen durchzuführen, wurden spezielle Druckstempel und ein Ofen angefertigt. Abb. (3.1) zeigt die von der mechanischen Werkstatt des Fachbereichs Physik angefertigten Apparat. Diese sollte verschiedenen Anforderungen genügen. Zum einen sollten Deformationstemperaturen bis zu 1000°C realisiert werden können. Da bei so hohen Temperaturen Reaktionen an der Probenoberfläche bzw. die Eindiffusion von Verunreinigungen nicht auszuschließen sind, muß es möglich sein, unter Schutzgas bzw. Vakuum zu deformieren. Eine äußerst wichtige Forderung ist außerdem, daß die Proben

⁴ Proportional Integral Differential

nach der Deformation sehr schnell abgekühlt werden können, um die tatsächliche Defekt-konfiguration während der Deformation einzufrieren. Durch die zwei Flansche ist es möglich, nach der Deformation die Probe mit kaltem Schutzgas zu spülen. Auf diese Weise werden Abkühlraten der Größenordnung 100 K/min erzielt. Der Vakuumbalg erlaubt es außerdem, den Ofen sehr schnell von der Probe zu entfernen. Dadurch ist es möglich, innerhalb von wenigen Minuten die Probe vollständig abzukühlen. Das Abkühlen kann außerdem unter angelegter Last erfolgen, wodurch Relaxationsprozesse vermieden werden können. Hier muß kritisch angemerkt werden, daß die erzielte Abkühlrate zum Einfrieren der Versetzungs-konfiguration ausreicht, jedoch unter Umständen zu klein ist, um das Ausheilen von Punktdefekten während der Abkühlung vollständig zu verhindern.

Leider mußte auf die Möglichkeit, die Längenänderung der Probe unmittelbar an deren Endflächen zu messen, verzichtet werden, da es zu aufwendig gewesen wäre, eine ausreichend abgedichtete Durchführung für Keramiksonden, wie sie in [Bau97] beschrieben sind, zu realisieren. So mußte für die Messung der Deformation die Messung des Kolbenweges der Deformationsmaschine herangezogen werden. Um dennoch so gut wie möglich die tatsächliche Verformung der Probe zu messen, wurde die Steifigkeit der Gesamtapparatur ohne Probe bestimmt. Diese kann bereits während der Messung vom Steuerprogramm herausgerechnet werden.

Die Temperaturregelung wird mit Hilfe eines im Ofen befestigten Thermoelementes, das an einen PID-Regler angeschlossen ist, vorgenommen. Zur Überprüfung der Temperatur der Probe wurde ein weiteres Thermoelement in direkten Kontakt mit dieser gebracht.

Die Druckstangen, die die notwendige Kraft übertragen müssen, bestehen aus Aluminiumoxidkeramik. Zwischen diese Stempel und die eigentliche Probe wurden Scheiben aus Quarzglas gelegt, um zum einen Verunreinigungen der Probe zu vermeiden und zum anderen die Keramikstempel zu schützen.

Durchführung Alle Deformationsexperimente wurden in Kompression durchgeführt. Das Meßprogramm, das speziell für die Experimente geschrieben wurde, ist wie folgt konzipiert: zunächst fährt der Druckstempel langsam an die Probe heran, bis eine geringe Kraft (30 N) an der Kraftmeßdose registriert wird. Unter dieser geringen Kraft kann nochmals eine Feinjustierung der Probe vorgenommen werden. Dann wird der Ofen geschlossen und die Deformationstemperatur eingestellt. Das Erreichen des thermischen Gleichgewichts kann man sehr gut an der thermischen Ausdehnung verfolgen. Wird keine Längenänderung mehr registriert, kann die eigentliche Deformation gestartet werden. Die meisten Experimente wurden im dynamischen Regime ausgeführt, das heißt, es wurde mit einer konstanten Geschwindigkeit verformt. Beim Erreichen der vorgegebenen Gesamtdeformation schaltet das Programm auf Kraftregelung um und hält die Probe unter konstanter Spannung. Der Ofen wird ausgeschaltet und die Probe mit Schutzgas bis zu einer Temperatur gekühlt, bei der ein Kontakt mit der Luft unkritisch ist. Der Ofen wird nach unten geschoben und die Probe direkt mit einem Ventilator gekühlt. Schließlich wird die Probe entlastet und aus der Apparatur genommen.

Zur Deformation bei 77 K wurde ein Schaumstoff-Becher auf die Keramikstangen geschoben. In diesen wurde flüssiger Stickstoff eingefüllt, nachdem eine kleine Last an die Probe angelegt wurde. Es wurden jeweils zwei Proben identisch verformt (siehe Fußnote auf S. 22). Nach der Deformation wurde die Probe im flüssigen Stickstoff entnommen und bis zur Messung in diesem gelagert.

3.4 Positronenannihilationspektroskopie

3.4.1 Prinzip

Bei der Positronenannihilationspektroskopie werden die Positronen als Sonde in die zu untersuchende Substanz – in diesem Fall den Festkörper – eingestrahlt. Als *Positronenquellen* kommen dabei radioaktive Isotope oder Paarerzeugung durch hochenergetische Strahlung zum Einsatz. Für die in dieser Arbeit durchgeführten Messungen wurde ^{22}Na als β^+ -Strahler verwendet.

Die von ^{22}Na emittierten Positronen besitzen eine breite Energieverteilung mit einer maximalen Positronenenergie $E_{\max} = 0.545 \text{ MeV}$. Mit Energien, die dieser Verteilung entsprechen, dringen die Positronen in den Festkörper ein. Durch verschiedene Wechselwirkungsmechanismen werden sie auf thermische Energien abgebremst. Mit abnehmender Energie sind die Prozesse, über die die Positronen die Energie abgeben, Ionisation von Rumpfelektronen, Exzitonenanregung und schließlich Phononenanregung [Per70]. Für das Eindringen wird ein empirisches Extinktionsmodell [Bra77] angenommen, das zu einem exponentiellen Abnehmen der Zahl $N(z)$ der Positronen mit der Tiefe z mit einer mittleren Eindringtiefe $1/\alpha_+$ führt:

$$N(z) = N_0(z) \exp(-\alpha_+ z), \quad \alpha_+ (\text{cm}^{-1}) = 17 \frac{\rho (\text{g/cm}^3)}{E_{\max}^{1.43} (\text{MeV})}. \quad (3.1)$$

Dabei ist ρ die Massedichte des untersuchten Materials. Die Positronen thermalisieren in den untersuchten Kristallen in einer mittleren Tiefe von der Größenordnung einiger zehn Mikrometer, das heißt, die Positronensonde liefert Information von Volumeneigenschaften. Die Zeit, innerhalb der das Positron thermalisiert, beträgt einige ps.

Eine Anmerkung zur Verwendung von N als Anzahl der Positronen in der vorliegenden Arbeit ist an dieser Stelle wichtig. Die Quellstärke der Positronenquelle wird in der Regel so gewählt, daß sich meist nur ein Positron im Festkörper befindet. Wenn also von N der Einfachheit wegen als der Zahl der Positronen gesprochen wird, ist die Summe von N identischen Systemen, das heißt, eine Grundgesamtheit N gemeint. $N(t)$ symbolisiert demzufolge die Wahrscheinlichkeit, daß ein Positron nach der Zeit t noch existiert.

Nach der Thermalisation ist das Positron im Grundzustand, das heißt, über den gesamten Kristall delokalisiert. Betrachtet man das Positron im Teilchenbild, so führt es eine diffusive Bewegung im Kristall aus. Der wesentliche Wechselwirkungsmechanismus während der Diffusion des Positrons im Kristall ist die isotrope Streuung an Phononen. Im idealen Kristall endet die diffusive Bewegung des Positrons mit der Annihilation. Die mittlere Diffusionsweglänge ist von der Größenordnung einiger 100 nm.

Trifft das Positron auf seinem Diffusionsweg auf einen Defekt mit einem attraktiven Potential, so kann es in diesem Potential eingefangen werden. Im Wellenbild kann man diesen Einfang als Übergang von einer im gesamten Kristall delokalisierten Wellenfunktion in eine stark lokalisierte betrachten. Abb. (3.2) zeigt die Positronenwellenfunktion im ungestörten GaAs-Kristall sowie in einer Galliumleerstelle. Man kann sehr schön erkennen, daß sich das Positron im ungestörten Kristall hauptsächlich in den Zwischengitterbereichen aufhält. Ferner ist die starke Lokalisierung der Positronenaufenthaltswahrscheinlichkeit in der Galliumleerstelle zu erkennen.

Da die Annihilationswahrscheinlichkeit von der Elektronendichte abhängt, wird sie sich in einem Kristalldefekt, zum Beispiel in einer Leerstelle, von der im perfekten Kristall unterscheiden. Die Annihilationswahrscheinlichkeit ist über die Messung der Lebensdauern einer ausreichenden Anzahl von Positronen zu bestimmen. In den untersuchten Metallen und Halbleitern ist die Lebensdauer des Positrons, die der Kehrwert der Positronenannihilationsrate ist, von der Größenordnung einiger 100 ps.

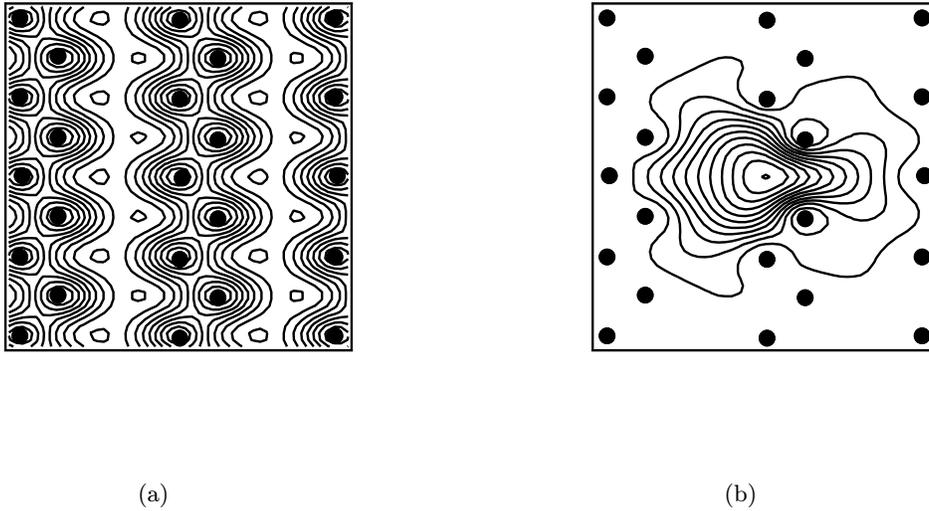


Abb. 3.2: Positronenwellenfunktion in GaAs (a) im Bulk und (b) in einer Galliumleerstelle. Es ist jeweils der Schnitt in der (110)-Ebene dargestellt. Die Atompositionen sind markiert. Berechnet nach [Pus83].

3.4.2 Positroneneinfang

In Defekten mit offenem Volumen ist das Potential, das ein Positron spürt, wegen der fehlenden Abstoßung durch den positiven Atomkern abgesenkt. In guter Näherung kann das Positronenpotential einer Leerstelle mit einem dreidimensionalen Potentialtopf angenähert werden [Pus94]. Das heißt, es gibt Energieeigenwerte für die in dem Defekt lokalisierte Positronenwellenfunktion, die kleiner sind als der Energieeigenwert der delokalisierten Positronenwellenfunktion. Den Übergang vom delokalisierten Zustand in den lokalisierten nennt man Trapping⁵ des Positrons. Bei dem Übergang wird die Energiedifferenz zwischen Ausgangs- und Endzustand an den Kristall abgegeben. Nach der Größe der Energiedifferenz unterscheidet man *tiefe* und *flache* Positronenfallen. Ist die Energiedifferenz von der Größenordnung thermischer Energien, so spricht man von flachen Positronenfallen, ist sie deutlich größer, von tiefen. Das heißt, Positronen können aus flachen Positronenfallen durch thermische Anregung entweichen. Solche flachen Positronenfallen können zum Beispiel Versetzungen oder negativ geladene Ionen sein.

Trapping-Modell

Das kinetische Trapping-Modell [Ber71, See74] beschreibt den Einfang der Positronen in Defekte, deren Entweichen sowie die Annihilation mit einfachen Ratengleichungen der Form

$$\frac{dN_i}{dt} = \sum_{j \neq i} \kappa_{ji} N_j - N_i \left(\sum_{j \neq i} \kappa_{ij} + \lambda_i \right). \quad (3.2)$$

Dabei ist N_i die Zahl der Positronen im Zustand i , κ_{ij} die Übergangsraten zwischen den Zuständen (Einfangraten) und λ_i die für den Zustand charakteristische Annihilationsrate. N ist wieder im Sinne einer Wahrscheinlichkeit zu verstehen (siehe oben). Die Zustände,

⁵ engl. Einfang

in denen sich das Positron aufhält, sind der ungestörte Kristall sowie Defekte, wobei jede Defektart einen Zustand repräsentiert.

Die Gl. 3.2 für alle möglichen Zustände bilden ein System gekoppelter linearer Differentialgleichungen mit den Anfangsbedingungen bei $t = 0$: $N_b = N_0$, $N_{\text{state} \neq \text{bulk}} = 0$. Das heißt, alle N_0 in die Probe gelangenden Positronen befinden sich zunächst im Bulk⁶. Die Wahrscheinlichkeit, daß ein Positron vor der Thermalisation in einen Defekt eingefangen wird (*präthermales Trapping*), ist gering, da dazu ein Prozeß notwendig wäre, der innerhalb der kurzen Zeit, in der sich das schnelle Positron in der Umgebung des Defektes befindet, genau die Energie aufnehmen müßte, die beim Übergang des Positrons in das Defektniveau frei wird.

Die Lösung des Differentialgleichungssystems Gl. 3.2 mit den angegebenen Anfangsbedingungen ergibt eine Summe von Exponentialfunktionen für die Zahl (Wahrscheinlichkeit) der Positronen zur Zeit t :

$$N(t) = \sum_i N_i = N_0 \sum_i I_i \exp(-t/\tau_i). \quad (3.3)$$

Die τ_i sind die apparenten Lebensdauern und die I_i die zugehörigen Intensitäten. Der Index i läuft über alle Zustände, aus denen Annihilationen stattfinden. Jedem Annihilationspfad kann eine apparente Lebensdauer τ und eine Intensität I zugeordnet werden. Können aus einem Zustand *ausschließlich* Annihilationen stattfinden, das heißt, Positronen, die sich in diesem Zustand befinden, gehen in keinen anderen Zustand über, so gibt es im Spektrum Gl. 3.3 eine apparente Lebensdauer, für die $\tau_i = 1/\lambda_{\text{state}}$ gilt. Das heißt, daß die Annihilationsraten tiefer Positronenfallen direkt aus der apparenten Lebensdauer bestimmt werden können. Die apparenten Lebensdauern aus Zuständen, aus denen die Annihilation nicht den einzigen Pfad darstellt, sind gegenüber dem Reziproken der Annihilationsrate aus diesem Zustand verringert. Das ist zum Beispiel für die Positronenlebensdauer der Fall, die Annihilationen aus dem Bulk repräsentiert, da die Positronen aus diesem Zustand nicht nur annihilieren, sondern auch in Defekte übergehen können. Die Reduzierung der Bulklebensdauer folgt aus der Lösung des Differentialgleichungssystems Gl. 3.2. Sie kann damit plausibel gemacht werden, daß Positronen, die sich längere Zeit im Bulk aufhalten, mit größerer Wahrscheinlichkeit in Defekte eingefangen werden, so daß bei den Bulkannihilationen kurzlebige Positronen stärker gewichtet werden.

Das gemessene Positronenlebensdauerspektrum ist die Wahrscheinlichkeit der Annihilation zur Zeit t : $-\frac{dN(t)}{dt}$, überfaltet mit der Auflösungsfunktion $A(t)$ des Spektrometers. Diese als Gaußkurve angenommene Funktion hat bei der hier verwendeten Apparatur eine typische Halbwertsbreite von 250 ps. Die apparenten Lebensdauern und Intensitäten werden durch eine nichtlineare Anpassung einer Modellfunktion an das gemessene Spektrum ermittelt. Die I_i und τ_i werden als *Komponenten* und deren Bestimmung als *Zerlegung* des Spektrums bezeichnet.

Die Bulk-Annihilationsrate λ_b kann aus den apparenten Lebensdauern und Intensitäten berechnet werden:

$$\lambda_b = \sum_i \frac{I_i}{\tau_i}. \quad (3.4)$$

Gl. 3.4 wird verwendet, um die Zerlegung durch Vergleich der berechneten mit der an einer defektfreien Referenzprobe gemessenen Bulk-Lebensdauer zu verifizieren. Die mittlere Positronenlebensdauer τ_{av} kann aus den Komponenten des Lebensdauerspektrums ermittelt werden:

$$\tau_{\text{av}} = \sum_i I_i \tau_i. \quad (3.5)$$

⁶ engl. ungestörter Kristall

Die apparenten Lebensdauern und Intensitäten sind Funktionen der Einfang- und Annihilationsraten. Damit ist es umgekehrt möglich, die Einfang- und Annihilationsraten aus der Anpassung des Spektrums zu berechnen.

Eine Voraussetzung für die Anwendung des Trapping-Modells ist eine homogene Defektverteilung. Im Rahmen des Modells wird angenommen, daß die Einfangrate κ in die Defekte proportional zur Defektdichte c ist:

$$\kappa = \mu_+ c. \quad (3.6)$$

Die Proportionalitätskonstante μ_+ wird als *Trappingkoeffizient* bezeichnet. Gl. 3.6 ist nur erfüllt, wenn die Defekte unabhängig voneinander sind. Bei bekanntem Trappingkoeffizient kann aus der Einfangrate für einen bestimmten Defekttyp dessen Konzentration bestimmt werden.

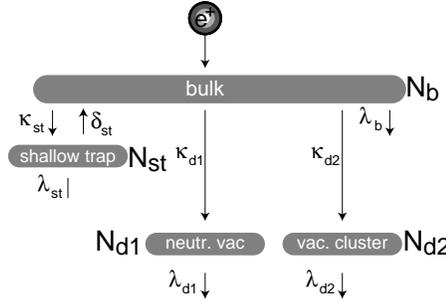


Abb. 3.3: Trappingmodell für zwei tiefe Positronenfallen und eine flache Positronenfalle mit thermischem Entweichen

Abb. 3.3 zeigt eine graphische Veranschaulichung des in dieser Arbeit am häufigsten verwendeten Trappingmodells eines Kristalls, der zwei tiefe Positronenfallen und eine flache Positronenfalle enthält. Das Positronenlebensdauerspektrum ist in diesem Fall vierkomponentig. Für die Lebensdauern erhält man:

$$\tau_1 = \frac{2}{\Theta + \Gamma} \quad \tau_2 = \frac{2}{\Theta - \Gamma} \quad \tau_3 = \frac{1}{\lambda_{d1}} \quad \tau_4 = \frac{1}{\lambda_{d2}}. \quad (3.7)$$

Die zugehörigen Intensitäten betragen:

$$I_1 = 1 - (I_2 + I_3 + I_4) \quad (3.8)$$

$$I_2 = \frac{\delta_{st} + \lambda_{st} - \frac{1}{2}(\Theta - \Gamma)}{\Gamma} \left(1 + \frac{\kappa_{st}}{\delta + \lambda_{d1} - \frac{1}{2}(\Theta - \Gamma)} + \frac{\kappa_{d1}}{\lambda_{d1} - \frac{1}{2}(\Theta - \Gamma)} + \frac{\kappa_{d2}}{\lambda_{d2} - \frac{1}{2}(\Theta - \Gamma)} \right) \quad (3.9)$$

$$I_3 = \frac{\kappa_{d1}(\delta + \lambda_{st} - \lambda_{d1})}{(\lambda_{d1} - \frac{1}{2}(\Theta + \Gamma))(\lambda_{d1} - \frac{1}{2}(\Theta - \Gamma))} \quad (3.10)$$

$$I_4 = \frac{\kappa_{d2}(\delta + \lambda_{st} - \lambda_{d2})}{(\lambda_{d2} - \frac{1}{2}(\Theta + \Gamma))(\lambda_{d2} - \frac{1}{2}(\Theta - \Gamma))}. \quad (3.11)$$

Dabei sind Θ und Γ Abkürzungen für

$$\Theta = \lambda_b + \lambda_{st} + \kappa_{st} + \kappa_{d1} + \kappa_{d2} + \delta_{st} \quad (3.12)$$

$$\Gamma = \sqrt{(\lambda_b - \lambda_{st} + \kappa_{st} + \kappa_{d1} + \kappa_{d2} - \delta)^2 + 4\delta_{st}\kappa_{st}}. \quad (3.13)$$

Unter bestimmten Bedingungen vereinfachen sich die Gln. 3.7 bis 3.13. Wenn die Detrappingrate δ wesentlich größer als die Annihilationsrate in der flachen Positronenfalle λ_{d1} ist, erhält man ein Trappingmodell mit zwei tiefen Positronenfällen, das Positronenlebensdauerpektrum ist dreikomponentig ($I_2=0$). Es ist dann möglich, die Trappingraten in die beiden tiefen Positronenfällen aus den Intensitäten und Annihilationsraten zu berechnen:

$$\kappa_{d1} = \frac{I_3}{I_1} [I_4(\lambda_{d1} - \lambda_{d2}) + (\lambda_b - \lambda_{d1})], \quad (3.14)$$

$$\kappa_{d2} = \frac{I_4}{I_1} [I_3(\lambda_{d2} - \lambda_{d1}) + (\lambda_b - \lambda_{d2})]. \quad (3.15)$$

Ist die Temperatur so niedrig, daß die Detrappingrate δ gegenüber λ_{st} zu vernachlässigen ist, so liegt ein Trappingmodell mit drei tiefen Positronenfällen vor. Man kann in diesem Fall die Einfangrate in die flachen Positronenfällen aus den auf die entsprechende Temperatur extrapolierten Einfang- und Annihilationsraten der anderen Defekte berechnen:

$$\kappa_{st} = \frac{\kappa_{d1}(\tau_{d1} - \tau_{av}) + \kappa_{d2}(\tau_{d2} - \tau_{av}) + 1 - \lambda_b \tau_{av}}{(\tau_{av} - \tau_{st})}. \quad (3.16)$$

Gl. 3.16 ist nur gültig, wenn kein vollständiger Einfang in Defekte vorliegt.

Das Ergebnis der Anpassung des gemessenen Lebensdauerpektrums sind also die Annihilationsraten, die zur *Identifizierung* der Defekte herangezogen werden können, sowie die Einfangraten, die bei bekanntem Trappingkoeffizienten eine *Quantifizierung* der Defekte zulassen.

Der Konzentrationsbereich, innerhalb dessen die Defekte mittels Positronenlebensdauerpektroskopie identifiziert bzw. quantifiziert werden können, wird durch die Bulkannihilationsrate bestimmt. Eine Lebensdauerkomponente kann aus dem Positronenlebensdauerpektrum noch separiert werden, wenn etwa 1% der Positronen aus dem entsprechenden Zustand annihilieren. Damit ergibt sich als Forderung für die Defektkonzentration, daß diese in einem Bereich liegen muß, der eine Einfangrate zwei Größenordnungen kleiner oder größer als die Bulkannihilationsrate gewährleistet. Ist die Konzentration höher, können keine Annihilationen aus dem Bulk mehr registriert werden, so daß eine Berechnung der Einfangrate nicht möglich ist und die Defekte lediglich identifiziert werden können; ist sie viel kleiner, so werden keine Positronen eingefangen und die Defekte sind nicht nachweisbar. Da der Trappingkoeffizient unter Umständen temperaturabhängig ist, kann man durch Variation der Temperatur Defekte in einem größeren Konzentrationsbereich untersuchen.

Trapping-Koeffizient

In der experimentellen Praxis wird der Trappingkoeffizient meist durch eine Vergleichsmessung an einer Referenzprobe mit bekannter Defektdichte bestimmt. Die Ansätze, den Trapping-Koeffizienten theoretisch zu berechnen, resultieren aus dem Bestreben, auf die Messung einer Referenzprobe verzichten zu können und die Temperaturabhängigkeit des Positroneneinfangs zu verstehen. Damit ein Positron von einem Defekt eingefangen werden kann, muß es a) zu diesem Defekt diffundieren und b) vom ungebundenen Zustand in einen gebundenen übergehen. Je nachdem, welcher der beiden Prozesse den Einfang limitiert, spricht man von diffusions- bzw. übergangslimitiertem Einfang. Der Positronendiffusionskoeffizient D_+ hat eine Temperaturabhängigkeit der Form [Pus90a]

$$D_+ \propto T^{-1/2}. \quad (3.17)$$

Durch die Temperaturabhängigkeit des Positronendiffusionskoeffizienten kann für den Einfang in ein und denselben Defekt in einem Temperaturbereich Übergangs-, in einem anderen Diffusionslimitierung vorliegen.

Die Übergangsrate ist von der Dichte der gebundenen Niveaus für das Positron im Defekt abhängig. Bei tiefen Potentialen mit einer geringen Ausdehnung, wie sie Leerstellen oder kleinere Leerstellenagglomerate darstellen, ist die Positronenzustandsdichte im Defekt klein, so daß der Einfang übergangslimitiert ist. In Metallen ist die Elektron-Loch-Paar Anregung der dominierende Prozeß für die Energieübertragung auf das Kristallgitter. Die Übergangsrate ist durch FERMIS Goldene Regel gegeben, die zuerst von HODGES [Hod70] auf das Problem des Positroneneinfangs angewendet wurde und geschrieben werden kann als [Nie79a]:

$$\mu_+ = \frac{2\pi}{\hbar} \sum_{\text{ift}} P_i |M_{\text{ift}}|^2 \delta(\epsilon_i - \epsilon_f - \epsilon_t), \quad (3.18)$$

wobei P_i die Positronenbesetzungswahrscheinlichkeit des Ausgangszustandes ist und M_{ift} ein Matrixelement, das den Ausgangszustand mit dem Endzustand des Elektronensystems und dem eingefangenen Zustand des Positrons verbindet. Die δ -Funktion dient der Energieerhaltung zwischen den Energien des Elektronensystems im Ausgangs- und Endzustand ϵ_i bzw. ϵ_f sowie des Positrons im eingefangenen Zustand ϵ_t . Für neutrale Leerstellen und kleine Leerstellencluster ist der Trapping-Koeffizient unabhängig von der Temperatur [Nie79b].

Positroneneinfang in Halbleitern Betrachtet man den Positroneneinfang in Halbleitern, so sind wesentliche Unterschiede zum Einfang in Metallen zu beachten. Die Exzitonenanregung kann nur dann zur Energieabgabe des Positrons genutzt werden, wenn die Bindungsenergie der Positronenfalle größer als die Bandlücke ist. Andernfalls müssen andere Prozesse, zum Beispiel Phononenanregung, genutzt werden. Der zweite wesentliche Unterschied ist, daß Defekte in Halbleitern elektrisch geladen auftreten können. Das heißt, dem Potential des eigentlichen Defektes ist ein COULOMB-Potential überlagert. Das hat zur Konsequenz, daß der Ausgangszustand des Positrons nicht mehr eine ebene, sondern eine COULOMB-Welle ist, und daß es gebundene Rydberg-Zustände für das Positron gibt. Die geladenen Defekte werden

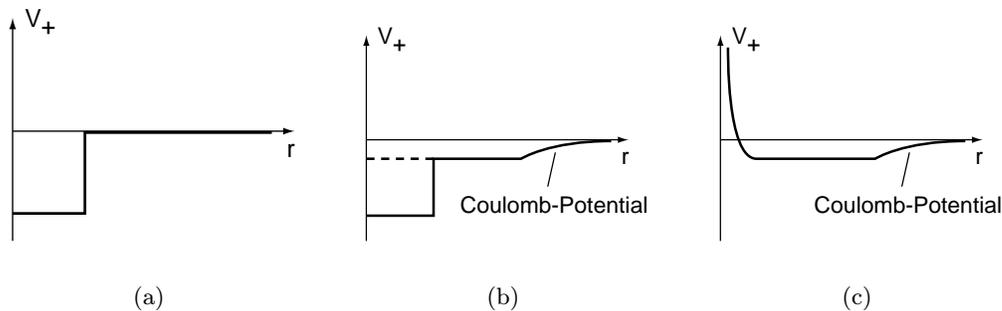


Abb. 3.4: Positronenpotential einer a) neutralen und b) negativ geladenen Leerstelle sowie c) eines negativen Ions (nach [Pus90b]). Der starke Anstieg des Positronenpotentials in c) verdeutlicht die abstoßende Wirkung des positiven Atomkerns des negativen Ions.

dadurch beschrieben, daß zu dem dreidimensionalen Kastenpotential, mit dem das Potential einer Leerstelle angenähert wird, ein COULOMB-Ausläufer $q/\epsilon_d r$ addiert wird (Abb. 3.4(b)) [Pus90a], wobei q die elektrische Ladung des Defektes ist. Dem Umstand Rechnung tragend, daß die Ladung in der Leerstelle nicht stark lokalisiert ist, wird das COULOMB-Potential

bei einem bestimmten Radius abgeschnitten. Das führt zu einer Potentialverschiebung in der Nähe der Leerstelle von $\approx q \times 0.1$ eV [Pus90a]. Berechnet man den Trappingkoeffizienten nach FERMIS Goldener Regel und nimmt als Ausgangszustand für das Positron eine COULOMB-Welle an, so führt dies zu einer Temperaturabhängigkeit des Trappingkoeffizienten $\propto T^{-1/2}$ [Pus90a]. Die Rydberg-Zustände, in denen das Positron mit einer Bindungsenergie von der Größenordnung 0.1 eV gebunden werden kann, sind schwach gebundene Zustände. Das heißt, das Positron kann durch thermische Anregung aus diesen Zuständen entweichen.

Wenn die Besetzungen der schwach gebundenen und freien, das heißt, im Bulk befindlichen Positronen im thermischen Gleichgewicht sind, so ist das Verhältnis der Entweichrate δ_{SL} aus den schwach gebundenen Zuständen zur Einfangrate κ_{SL} in diese gegeben durch [Man81]

$$\frac{\delta_{\text{SL}}}{\kappa_{\text{SL}}} = \frac{1}{C_{\text{SL}}} \left[\frac{m_+ k_{\text{B}} T}{2\pi \hbar^2} \right]^{3/2} \exp\left(-\frac{E_{\text{b}}}{k_{\text{B}} T}\right), \quad (3.19)$$

wobei m_+ die effektive Masse des Positrons und E_{b} die Positronenbindungsenergie des schwach gebundenen Zustands ist. Gl. 3.19 ist unabhängig von der Form des Potentials, das zu den schwach gebundenen Zuständen führt. Sie gilt nicht nur für die Rydberg-Zustände im COULOMB-Potential, sondern für alle gebundenen Zustände mit einer entsprechenden Positronenbindungsenergie E_{b} .

Die $T^{-1/2}$ -Abhängigkeit des Trappingkoeffizienten dominiert bei Temperaturen unter ≈ 50 K, während der exponentielle Term in Gl. 3.19 oberhalb dieser Temperatur bestimmend wird [Mäk92]. Der Einfang in die Rydberg-Zustände stellt eine Vorstufe für den Einfang in das Kastenpotential der Leerstelle dar. Wegen der kleineren Detrappingrate bei tiefen Temperaturen steigt der Positroneneinfang in negativ geladene Leerstellen mit abnehmender Temperatur an.

Gl. 3.19 gilt nur für nulldimensionale flache Energieniveaus. Im Fall eindimensionaler Defekte, zum Beispiel Versetzungen, erhält man [Man81]

$$\frac{\delta_{\text{d}}}{\kappa_{\text{d}}} = \frac{1}{N_{\text{d}}} \frac{m_+ k_{\text{B}} T}{2\hbar^2} \frac{\exp\left(-\frac{E_{\text{b}}}{k_{\text{B}} T}\right)}{\text{erf}\left(\sqrt{E_{\text{b}} k_{\text{B}} T}\right)}. \quad (3.20)$$

Ein negativ geladenes Ion ist dadurch gekennzeichnet, daß der Potentialtopf im Vergleich zur negativ geladenen Leerstelle fehlt (Abb. 3.4(b)). Da sich die Elektronendichte in der Nähe eines solchen Defektes nur unwesentlich von der im Bulk unterscheidet, wird auch die Annihilationsrate eines in den Rydberg-Zuständen des Ions eingefangenen Positrons ähnlich der Bulkannihilationsrate sein. Solche flachen Positronenfallen können durch die Positronenlebensdauerspektroskopie nur in Konkurrenz mit tiefen Positronenfallen nachgewiesen werden. Durch eine Anpassung der experimentell ermittelten mittleren Positronenlebensdauer an eine Modellfunktion $\tau_{\text{av}}(T)$ unter Verwendung des Trappingmodells (Gl. 3.7 bis 3.13) und Gl. 3.19 kann die Bindungsenergie an die flachen Positronenfallen bestimmt werden. Die Einfangrate κ_{SL} und damit die (relative) Konzentration kann aus der mittleren Positronenlebensdauer bei tiefer Temperatur mit Hilfe von Gl. 3.16 bestimmt werden, wenn entsprechende Annahmen über die Temperaturabhängigkeit des Einfangs in die Leerstellen und -cluster gemacht werden.

Positroneneinfang in Leerstellenagglomerate Abhängig von der Temperatur bestimmen unterschiedliche Prozesse den Positroneneinfang in Leerstellenagglomerate [Pus94]. Bei tiefen Temperaturen diffundieren die Positronen sehr weit (Gl. 3.17), so daß der Einfang übergangs-ratenlimitiert ist. Die Einfangrate in einen Leerstellencluster kann dann geschrieben werden

als:

$$\mu_+ = v_+ \sigma_+ = \left(\frac{3k_b T}{m_+} \right) \sigma_+, \quad (3.21)$$

wobei v_+ die thermische Geschwindigkeit und σ_+ der Einfangquerschnitt der Positronen ist. Dieser kann durch

$$\sigma_+ = \pi(r_{cl}^2 + \Lambda_+^2)\xi \quad (3.22)$$

angenähert werden [Tru92]. Der Radius des Leerstellenclusters ist r_{cl} , $\Lambda_+ \equiv 1/k_+$ die thermische Wellenlänge des Positrons und ξ die eigentliche Übergangsrate nach FERMIS Goldener Regel. Die thermische Wellenlänge des Positrons beträgt

$$\Lambda_+ = h/\sqrt{3D_+k_B T}. \quad (3.23)$$

Damit erhalten Trumpy und Bentzon [Tru92] folgende Temperaturabhängigkeit des Trappingkoeffizienten:

$$\mu_+ = \mu_{+0}(1 + \alpha T), \quad (3.24)$$

wobei α eine vom Clusterradius abhängige Konstante ist.

Wird die Temperatur erhöht, steigt die Übergangsrate, bis nahezu jedes Positron, das in die Nähe eines Leerstellenclusters gelangt, auch von diesem eingefangen wird. Der Einfang ist dann nur noch davon abhängig, daß ein Positron den Defekt erreicht; der Einfang ist diffusionslimitiert, der Trappingkoeffizient proportional zu $T^{-1/2}$. Durch die Überlagerung mit der Temperaturabhängigkeit aus Gl. 3.24 erreicht der Trappingkoeffizient nach einem linearen Anstieg ein Maximum, um bei hohen Temperaturen mit $T^{-1/2}$ abzufallen [Pus94].

Bei Diffusionslimitierung kann die Positroneneinfangrate wie folgt abgeschätzt werden [Hau79]:

$$\kappa_{cl} = 4\pi D_+ r_{cl} c_{cl}. \quad (3.25)$$

Für kleine Cluster ($n \leq 5$) gilt annähernd [Nie79a] $\kappa_{cl} = n\mu_+ c_{cl}$.

3.4.3 Technische Details

Die Positronenlebensdauermessungen wurden mit einem schnellen $\gamma - \gamma$ -Koinzidenz-System durchgeführt. Dazu werden das bei der Entstehung des Positrons durch β^+ -Zerfall und das bei der Annihilation emittierte γ -Quant mit einer Sonde, die aus einem Plastszintillator und einer PMT⁷ besteht, detektiert. Die beiden Quanten können wegen der unterschiedlichen Energie (1.27 MeV für den β^+ -Zerfall und 511 keV bei der Annihilation) mittels CF⁸ identifiziert werden. Die Signale der beiden CF starten bzw. stoppen einen TAC⁹, dessen Ausgangssignal eine Spannungsamplitude hat, die der Zeit zwischen Detektion des Start- und des Stopp-Quants entspricht. Diese Signale werden schließlich in einem Vielkanalanalysator zum Lebensdauerpektrum summiert.

Für die PAS-Messungen bei Proben Temperaturen zwischen 12 K und 600 K wurde ein Helium-Kryostat der Firma CryogenicsTM mit geschlossenem Kreislauf verwendet, für den eine spezielle Probenheizung angefertigt wurde. Ein Durchfluß-Kryostat für flüssigen Stickstoff, in den die bei 77 K verformten Proben ohne Erwärmung eingebaut werden können, wurde für die Ausheiluntersuchungen an Aluminium, Kupfer und Silber eingesetzt.

Die verwendete Positronenquelle besteht aus dem Quellsalz $^{22}\text{NaCl}$, das von einer 2 μm dicken Aluminiumfolie umschlossen ist. Diese Quelle liegt zwischen zwei identischen Proben,

⁷ Photo-Multiplier Tube, *engl.* Sekundärelektronenvervielfacher

⁸ Constant Fraction Discriminator, *engl.* Fensterdiskriminator, der einen Norm-Impuls erzeugt, wenn das Eingangssignal einen bestimmten Anteil seiner Amplitude erreicht hat.

⁹ Time to Amplitude Converter, *engl.* Zeit-Impulshöhen-Konverter

weswegen die Quelle-Probe-Anordnung als *Sandwich* bezeichnet wird. Annihilationsereignisse aus dem Salz und aus der Aluminiumfolie sind im Lebensdauerspektrum als Komponenten enthalten und müssen dementsprechend abgezogen werden. Die Intensitäten und apparenten Lebensdauern der Quellkomponenten werden durch Messung einer defektfreien Referenzprobe ermittelt. Es hat sich bei Messungen von defektfreien Proben gezeigt [Sta96], daß drei Positronenlebensdauerkomponenten Annihilationen in der Quelle zuzuordnen sind. Eine von diesen ((365 ± 15) ps) stammt von Annihilationen im Salz und die zweite ((165 ± 3) ps) von Annihilationen in der Folie. Die dritte ((2 ± 0.5) ns) resultiert aus Annihilationen von Orthopositronium, einem gebundenen Zustand eines Positrons mit einem Elektron mit parallelem Spin [Mog95]. Positronium bildet sich sowohl im Salz als auch in den Hohlräumen um die Quelle.

Je Spektrum wurden zwischen 1.5 und 6 Millionen koinzidente Ereignisse registriert. Zur Bestimmung der mittleren Lebensdauer ist die kleinere Zahl ausreichend, für eine einigermaßen sichere Zerlegung dreikomponentiger Spektren sind 6 Millionen Ereignisse notwendig.

Die Anpassung der Spektren erfolgte mit den Computerprogrammen Lifespecfit [Pus78] bzw. Melt [Shu85]. In ersterem muß die Zahl der Lebensdauerkomponenten fest vorgegeben werden, während letzteres die Funktion $I(\tau)$ bestimmt, wodurch die Zahl der Komponenten direkt ermittelt werden kann. In beiden Programmen können die Annihilationen in der Positronenquelle berücksichtigt werden.

Auf ein Problem der Spektrenzerlegung muß hingewiesen werden. Unterscheiden sich zwei Lebensdauerkomponenten im Spektrum um weniger als 30 ps, so vermischen beide. Das heißt, eine Anpassung der gemessenen Positronenlebensdauer mit beiden Komponenten liefert die gleiche Varianz des Fits wie eine Anpassung mit nur einer Komponente, und die Ergebnisse der Anpassung mit beiden Komponenten sind mit einem großen Fehler behaftet. Die ermittelte Positronenlebensdauer liegt dann zwischen den beiden nicht trennbaren Komponenten. Die apparente Positronenlebensdauer einer flachen Positronenfalle wird mit zunehmendem Entweichen der Positronen immer kleiner. Allerdings sinkt dann auch die Intensität dieser Komponente, so daß sie leicht mit der reduzierten Bulklebensdauer vermischt. Andererseits liegen die Annihilationsraten in flachen Positronenfallen bei tiefen Temperaturen, wenn kein Entweichen möglich ist, und in Einfachleerstellen dicht beieinander, so daß auch diese Komponenten meist nicht zu trennen sind. Um eine sichere Trennung zweier Lebensdauerkomponenten zu ermöglichen, müssen zwei Komponenten mindestens 30 ps Differenz aufweisen, und die kleinere Komponente muß mindestens 40% Intensität besitzen [Som96].

3.5 Elektronenspinresonanz-Spektroskopie

Die Elektronenspinresonanz-Spektroskopie macht sich die Absorption von Mikrowellen durch resonante Anregung von paramagnetischen Zentren, die mit einem äußeren Magnetfeld H_0 wechselwirken, zunutze. Bei der Absorption der Mikrowellen werden Elektronen von einem Grund(Spin)zustand in einen energetisch höheren Zustand mit entgegengesetztem Spin angeregt. Dabei sind die entsprechenden Auswahlregeln für die Quantenzahlen zu beachten.

Der Hamiltonian für Elektronen im Festkörper im magnetischen Feld

$$H = \beta\mu_B \vec{S} \tilde{g} \vec{H}_0 + \vec{S} \tilde{D} \vec{S} + \vec{S} \tilde{A} \vec{I} + \sum_i \vec{S} \tilde{A}_i \vec{I}_i \quad (3.26)$$

besteht aus den Termen der Zeeman-, Feinstruktur-, Hyperfeinstruktur- und Superhyperfeinstruktur-Wechselwirkung. Dabei sind \tilde{g} , \tilde{D} , \tilde{A} und \tilde{A}_i die entsprechenden Kopplungstensoren des Elektronenspins \vec{S} mit dem äußeren Magnetfeld, anderen Spins, dem Kernspin

\vec{I} des Zentralatoms und den Kernspins \vec{I}_i der Ligandenatome. β ist die magnetische Feldkonstante und μ_B das Bohrsche Magneton. Die Feinstruktur-Wechselwirkung tritt nur für Spin-Quantenzahlen $> 1/2$ auf, die für die mit konventioneller ESR detektierten Defekte keine Bedeutung haben. Die Energieaufspaltung durch die Zeeman-Wechselwirkung beträgt $\approx 1.4 \times 10^{-24}$ J, durch die Hyperfeinwechselwirkung $\approx 1.8 \times 10^{-24}$ J und durch die Superhyperfeinwechselwirkung $\approx 1.8 \times 10^{-25}$ J [Krü92a].

Die Zeeman-Wechselwirkung im Festkörper unterscheidet sich von der des freien Elektrons durch das Vorhandensein elektrischer Felder im Kristall. Dadurch weicht \tilde{g} geringfügig von dem gyromagnetischen Verhältnis des freien Elektrons ab.

Eine permanente Absorption der eingestrahlten Mikrowellen ist nur möglich, wenn die angeregten Elektronen durch Energieabgabe an das Gitter und nicht an das Mikrowellenfeld wieder in den Grundzustand übergehen (*relaxieren*). Je nachdem, welche Prozesse die Energie bei der Relaxation aufnehmen, ergeben sich bestimmte Abhängigkeiten der Relaxationszeit von der Temperatur. Die Stärke der Absorption und damit die Signalintensität ist proportional zum Besetzungszahlunterschied zwischen Grund- und angeregtem Zustand, der durch die Intensität des Mikrowellenfeldes und die Relaxationszeit bestimmt ist. Durch Untersuchung der Abhängigkeit der Signalintensität von der Mikrowellenleistung und von der Temperatur können Rückschlüsse auf die Relaxationsprozesse gezogen werden.

Bei einem ESR-Experiment werden die Übergangsenergien durch Messung der Mikrowellenabsorption als Funktion der Magnetfeldstärke bestimmt. Daraus können prinzipiell die Kopplungstensoren \tilde{g} , \tilde{A} und \tilde{A}_i ermittelt werden. Durch Messungen bei verschiedenen Probenorientierungen können Erkenntnisse über die Geometrie eines Defektes gewonnen werden. EPR-Spektren bei Variation der Mikrowellenleistung und der Proben temperatur können zur weiteren Charakterisierung eines Defektes bezüglich der Relaxationsprozesse herangezogen werden.

Die ESR-Experimente wurden in der Arbeitsgruppe von Prof. E. WEBER im Department for Material Science der UCB¹⁰ durchgeführt. Dort stand ein modifiziertes X-Band Spektrometer Bruker ER-200 D SRC zur Verfügung, das mit einem Durchfluß-Helium-Kryostaten ausgestattet ist, mit dem Meßtemperaturen bis zu 6 K möglich sind.

3.6 Infrarot-Absorptions-Spektroskopie

Es gibt zwei prinzipiell verschiedene Mechanismen, die zur Absorption der elektromagnetischer Wellen im Infrarotbereich im Kristall führen können. Die Wechselwirkung mit dem Dipolmoment von Molekülen kann untersucht werden, um Aussagen über Rotations- oder Schwingungszustände der Moleküle zu treffen. Durch Anregung von Elektronen kommt es ebenfalls zur Absorption, wodurch Energieniveaus von Störstellen in der Bandlücke von Halbleitern bestimmt werden können.

Für die Infrarot-Absorptionsmessungen wurde ein FTIR¹¹-Spektrometer Bruker IFS 66 verwendet. Der Empfindlichkeitsbereich im NIR¹² mit dem verwendeten InSb-Detektor ist $15000 - 2000 \text{ cm}^{-1}$. Alle Spektren wurden mit einer Auflösung von 1 cm^{-1} aufgenommen. Die Proben können mit einem Helium-Kryostaten mit geschlossenem Kreislauf (Leybold) bis auf eine Temperatur von 20 K gekühlt werden.

¹⁰ University of California at Berkeley, Berkeley, CA, USA

¹¹ Fourier Transform Infra Red

¹² Near Infra Red

4. ERGEBNISSE DER DEFORMATIONSEXPERIMENTE

Die Deformationsexperimente wurden unter zwei wesentlichen Gesichtspunkten durchgeführt. Zum einen sollten definiert deformierte Proben hergestellt werden, die dann mit der Positronenlebensdauerspektroskopie untersucht werden können. Zum anderen hatten die Deformationsexperimente zum Ziel, die zur Charakterisierung der Deformationsmechanismen herangezogenen Größen Spannungsexponent, Aktivierungsvolumen und Aktivierungsenergie der plastischen Deformation zu bestimmen. Die erste Anforderung, die auch angesichts der zu lösenden Fragestellung wesentlich stärkeres Gewicht hat, führt zu gewissen Einschränkungen bei den Deformationsparametern. Diese wurden nach Möglichkeit so gewählt, daß eine Defektdichte induziert wird, die im Empfindlichkeitsbereich der Methode der Positronenannihilation liegt. Außerdem sollte nach Möglichkeit die Deformation eine Versetzungsdichte erzeugen, die unterhalb der Nachweisgrenze der Positronenannihilation liegt, um die Bestimmung der Punktdefektkonzentration nicht unnötig zu verkomplizieren. Die letzte Forderung konnte nicht in in jedem Fall erfüllt werden. Da bei den bisherigen Untersuchungen des Deformationsverhaltens die Versetzungsbewegung und nicht die Punktdefektgeneration im Vordergrund stand, wurde meist eine Einfachgleitorientierung ([213]) für die Verformung gewählt. Punktdefekte können nach den Modellvorstellungen aus Abschn. 2.4.1 nur generiert werden, wenn Versetzungen auf mehr als einer Gleitebene angeregt werden. Aus diesem Grund wurden in dieser Arbeit die meisten Proben in einer Mehrfachgleitorientierung ([110] bzw. [100]) verformt.

Bei den in diesem Abschnitt präsentierten Ergebnissen werden in den meisten Fällen die gemessenen Spannungen und Dehnungen dargestellt, da zur Auswertung meist der Logarithmus dieser Größen herangezogen wird, so daß der Schmidfaktor zu einer additiven Konstante wird. Nur dort, wo zum Beispiel Kurven für in verschiedenen Orientierungen deformierte Proben mit unterschiedlichen Schmid-Faktoren gezeigt werden, ist die Scherspannung und die Abgleitung aufgetragen. Allerdings unterscheiden sich die Schmidfaktoren für die verwendeten Orientierungen nicht drastisch, für [213] erhält man $m_s = 0.466$ im primären Gleitsystem, für [110] und [100] $m_s = 0.408$. Die dargestellte Dehnung ist die totale Dehnung einschließlich elastischem Anteil, da dieser gegenüber dem plastischen Anteil für die hier verwendeten Spannungen und Dehnungen zu vernachlässigen ist.

Die in dieser Arbeit untersuchten Metallproben sind polykristallin und wurden in einer Geometrie verformt¹, die eine Auswertung der Spannungs-Dehnungs-Kurven wenig sinnvoll macht. Das wesentliche Ziel der Deformation der Metalle war, die Punktdefekte bereits während der Deformation einzufrieren, um anschließend deren Ausheilverhalten zu studieren. Aus diesem Grund werden die Deformationsexperimente an den Metallen hier nicht dargestellt.

¹ Da die Proben flache Scheiben sind (siehe Abschn. 3.1), können die Versetzungen nur über sehr kurze Wege gleiten.

4.1 Undotiertes Galliumarsenid

4.1.1 Dynamische Deformation

Die Spannungs-Dehnungs-Kurven für Deformation in einer $[110]$ -Deformationsrichtung bei 500°C bis zu einer Dehnung von 3% zeigt Abb. 4.1(a). Eine obere und untere Streckgrenze ist nur bei der Kurve der bei der niedrigsten Dehnungsraten deformierten Probe zu erkennen. Die geringfügigen Abweichungen der Kurven voneinander im elastischen Bereich können durch nicht optimale Planparallelität der Endflächen erklärt werden. Nach Durchlaufen des Fließbereiches nehmen die Kurven der Proben mit Dehnungsraten zwischen $2.88 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ und $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ einen linearen Verlauf mit einem Verfestigungskoeffizienten von $(310 \pm 10) \text{ MPa}$. Der auf das Gleitsystem bezogene Verfestigungskoeffizient beträgt $(50 \pm 2) \text{ MPa}$, das entspricht $10^{-3} \mu$. In Ge wird in Übereinstimmung mit Cu und Ni für den Verfestigungskoeffizienten in Stufe I $\Theta_I = 3 \times 10^{-4}$ gefunden [Ber65]. Die Schwierigkeit, die Parameter der Stufe I (Länge und Verfestigungskoeffizient) der Spannungs-Dehnungs-Kurve zu reproduzieren, wird schon von ALEXANDER und HAASEN [Ale68a] bemerkt.

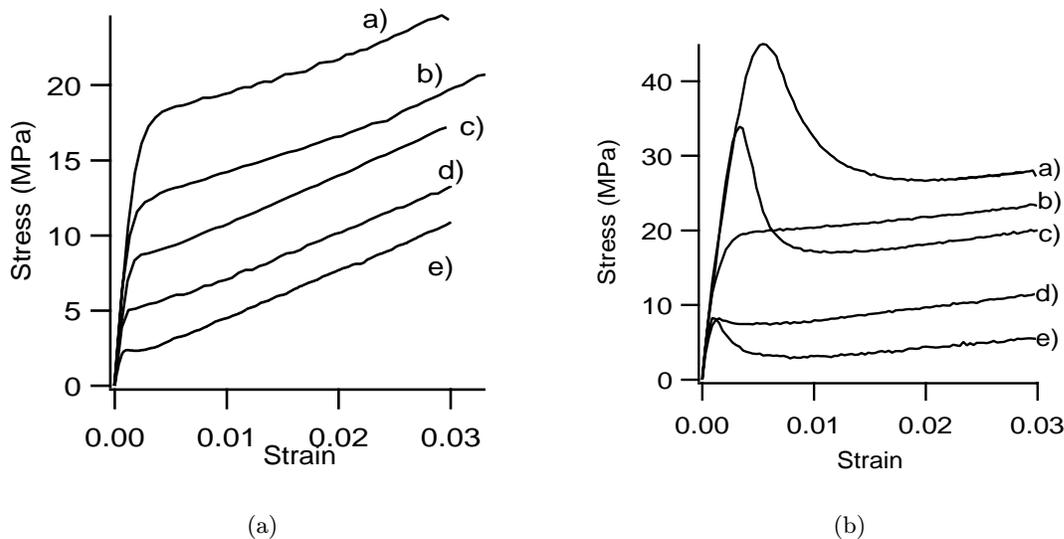


Abb. 4.1: Spannungs-Dehnungs-Kurven für Deformation von undotiertem GaAs bei 500°C in (a) $[110]$ -Richtung mit den Dehnungsraten a) $3.26 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, b) $1.5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, c) $3.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, d) $7.4 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, e) $2.88 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. (b) $[213]$ -Richtung mit den Dehnungsraten a) $5.5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, b) $6.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, c) $1.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, d) $6.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, e) $2.5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

Offensichtlich verläuft die Deformation (Abb. 4.1(a)) über den gesamten Bereich der Dehnung in der Stufe I, dem Bereich des Easy Glide. Die beiden Kurven der Proben mit den höchsten Dehnungsraten weichen von dieser Form ab. Diese Kurven haben eine konvexe Krümmung, der Verfestigungskoeffizient steigt. Eine mögliche Erklärung dafür wäre, daß wegen der hohen Spannung in diesen beiden Proben bereits frühzeitig Quergleitprozesse einsetzen, die zunächst die Konzentration beweglicher Versetzungen erhöhen, also zu einer geringeren Verfestigung führen. Die Waldversetzungsdichte wird infolge des Quergleitens jedoch ebenfalls erhöht, wodurch bei weiterem Gleiten der Versetzungen diese in ihrer Beweglichkeit eingeschränkt werden.

Bei Deformation unter den gleichen Bedingungen, jedoch mit einer $[213]$ -Probenachse, wird ein ähnliches Deformationsverhalten gefunden. Allerdings ist bei einigen von diesen Pro-

ben, die von einem anderen Kristall stammen, eine ausgeprägte obere und untere Streckgrenze zu erkennen. Daß nicht alle Proben ein solches Verhalten aufweisen, belegt, daß die Versetzungsdichte innerhalb eines Kristalls nach der Zucht erheblichen Schwankungen unterliegt. Nach dem Passieren des Fließbereiches ist wiederum ein linearer Anstieg der Spannungs-Dehnungs-Kurve zu beobachten, der typisch für den Easy Glide-Bereich ist.

Aus der doppeltlogarithmischen Auftragung der unteren Fließspannung τ_y gegen die Dehnungsrate $\dot{\epsilon}$ (Abb. 4.2(a)) erhält man gemäß der Beziehung [Ale68b]

$$\tau_y = C\dot{\epsilon}^{1/(2+m)} \exp \left[\frac{U}{(2+m)k_B T} \right], \quad (4.1)$$

die aus Gl. 2.14 abgeleitet ist und in der m der Spannungsexponent der Versetzungsgeschwindigkeit ist, bei 500°C und [110] Deformationsachse einen Wert von $2 + m = 3.0 \pm 0.4$, bei einer [213] Deformationsrichtung $2 + m = 3.2 \pm .3$. SIETHOFF [Sie90a] fand $2 + m = 3.6$ in semiisolierendem GaAs. Bei Deformation mit [110]-Achse bei 400°C wird $2 + m = 4.5 \pm 0.6$ gefunden, bei 600°C $2 + m = 3.7 \pm 0.3$ und bei 800°C $2 + m = 3.9 \pm 0.3$ (Abb. 4.2(a), auf diese Proben wird noch näher eingegangen). Es ist keine Tendenz zu erkennen, daß $2 + m$ eine systematische Abhängigkeit von der Temperatur besitzt. Auffällig ist, daß die Spannungen für die bei 500°C (\square , ∇ in Abb. 4.2(a)) verformten Proben, die von einem anderen Kristall stammen, nicht in die nach Gl. 4.1 erwartete Temperaturabhängigkeit der unteren Fließspannung passen.

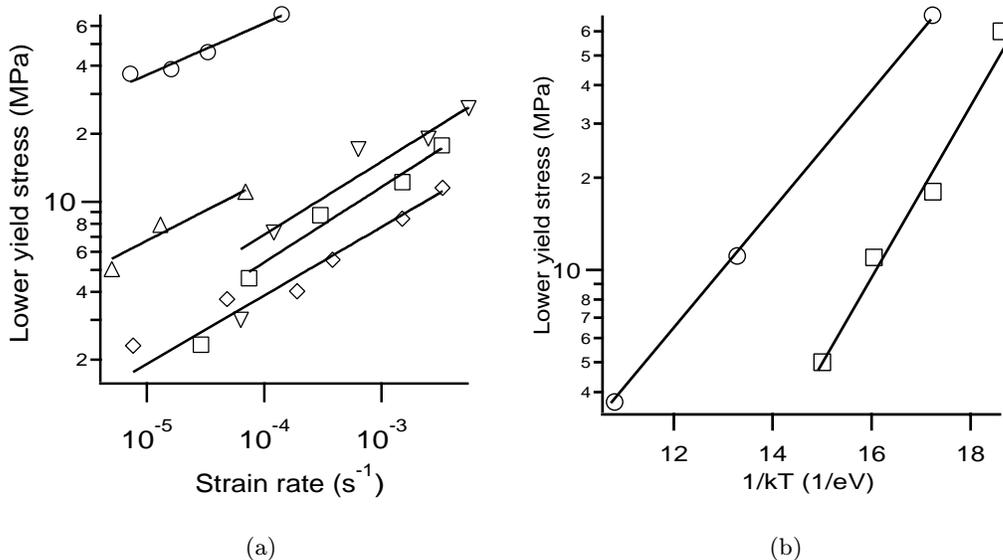


Abb. 4.2: (a) Doppeltlogarithmische Auftragung der unteren Fließspannung für undotiertes GaAs gegen die Dehnungsrate bei 400°C (○) 500°C (□) 600°C (△) 800°C (◇) 500°C [213](▽). (b) ARRHENIUS-Plot der unteren Fließspannung, (○) Dehnungsrate $8 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, [110]-Probenachse, (□) Dehnungsrate $2.5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, [213]-Probenachse.

Aus der ARRHENIUS-Auftragung der unteren Fließspannung (Abb. 4.2(b)) kann die Aktivierungsenergie der plastischen Deformation nach Gl. 4.1 bestimmt werden. Für das [110]-orientierte undotierte GaAs wird eine Aktivierungsenergie von $U = (1.6 \pm 0.2) \text{ eV}$ ermittelt. SIETHOFF gibt einen Wert von 1.37 eV für undotiertes GaAs an [Sie90a]. Für eine [110]-Orientierung finden HOBGOOD *et al.* einen Wert für $U/(2 + m)$ von 0.37 eV [Hob86].

Der ARRHENIUS-Plot (Abb. 4.2(b)) ergibt $U/(2 + m) = 0.44$ eV, einen Wert, der dem von YONENAGA *et al.* [Yon87] bei Deformation mit [123]-Achse gefundenen (0.45 eV) am nächsten kommt. Die untere Fließspannung der 500°C-Probe wurde, da diese von einem anderen Kristall stammt, in Abb. 4.2(b) weggelassen. Bei Deformation mit [213]-Probenachse wird $U/(2 + m) = (0.66 \pm 0.04)$ eV gefunden. Das entspricht einer Aktivierungsenergie von $U = (2.1 \pm 0.1)$ eV. Die großen Differenzen in den bestimmten Aktivierungsenergien in der Literatur kann man vor dem Hintergrund der vorliegenden Ergebnisse am wahrscheinlichsten den Unterschieden in den verwendeten Kristallen zuschreiben. Die Unterschiede betreffen sowohl die eingewachsene Versetzungsdichte als auch die Stöchiometrie der Kristalle.

Da die Punktdefektgeneration nicht nur in Stufe I (Easy Glide), sondern auch in anderen Bereichen der Spannungs-Dehnungs-Kurve untersucht werden sollte, wurden weitere Probenreihen bei 400°C, 600°C und 800°C bis zu einer Dehnung von 10% verformt.

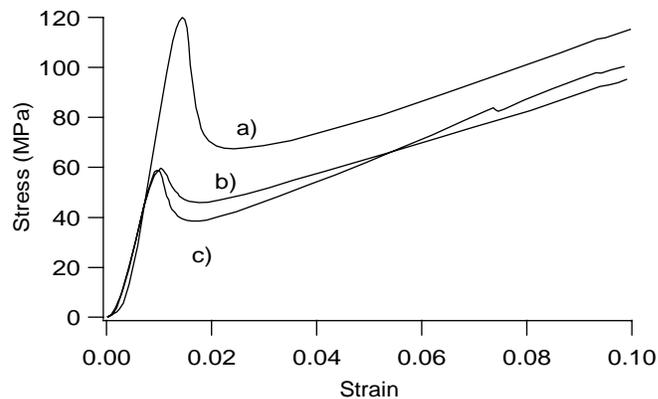


Abb. 4.3: Spannungs-Dehnungs-Kurven für Deformation von undotiertem GaAs in [110]-Richtung bei 400°C mit den Dehnungsraten a) $1.6 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, b) $3.3 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$, c) $1.6 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$.

Die Spannungs-Dehnungs-Kurven bei Deformation bei 400°C in [110]-Richtung (Abb. 4.3) zeigen eine deutliche obere und untere Streckgrenze. Nach Durchlaufen der unteren Streckgrenze verlaufen die Kurven bis zur Gesamtdehnung von 10% linear mit einem Verfestigungskoeffizienten zwischen 620 MPa und 840 MPa, wobei keine systematische Abhängigkeit des Verfestigungskoeffizienten von der Dehnungsrate zu erkennen ist. Bei 400°C erstreckt sich der Easy-Glide-Bereich offensichtlich bis mindestens 10% Dehnung. Die starken Schwankungen des Verfestigungskoeffizienten zwischen den Proben im Easy-Glide zeigen, daß dieser von schwer zu kontrollierenden Parametern, wie räumliche Verteilung der Versetzungen vor der Deformation oder exakte Planparallelität der Probenendflächen, abhängt. Die unteren Fließspannungen sind in Abb. 4.2(a) enthalten und wurden dort bereits diskutiert.

Im Gegensatz zur Deformation bei 400°C wird bei 600°C in [110]-Richtung bei 10% Deformation Stufe II der Spannungs-Dehnungs-Kurve (Abb. 4.4) erreicht. Die Spannung, bei der Stufe II erreicht wird, ist für die niedrigeren Dehnungsraten wesentlich niedriger, was auf eine thermisch aktivierte kinetische Limitierung für die Prozesse, die Stufe II zugrunde liegen, hindeutet. Bei den beiden Proben mit geringer Dehnungsrate wird bereits die Stufe der dynamischen Erholung, Stufe III, erreicht. Es ist wiederum eine obere und untere Streckgrenze zu erkennen, wobei vor allem die oberen, aber auch die unteren Fließspannungen deutlich geringer als bei Deformation bei 400°C sind. Die unteren Fließspannungen als Funktion der Dehnungsrate sind in Abb. 4.2(a) dargestellt.

Bei Deformation bei 800°C in [110]-Richtung wird die Stufe der dynamischen Erholung, Stufe III der Spannungs-Dehnungs-Kurve, von allen Proben erreicht. In Abb. 4.5 sind Grup-

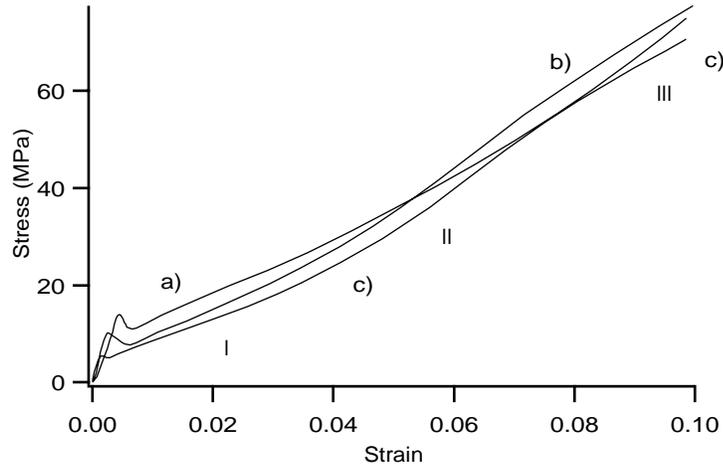


Abb. 4.4: Spannungs-Dehnungs-Kurven für Deformation von undotiertem GaAs in [110]-Richtung bei 600°C mit den Dehnungsraten a) $6.9 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$, b) $1.2 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$, c) $5.5 \times 10^{-6} \text{s}^{-1}$. Die Stufen III bis V sind bei Kurve c) eingezeichnet.

pen ähnlicher Kurven zu erkennen. So sind die Kurven a und b der am schnellsten deformierten Proben durch einen durchgängig hohen, nur wenig variierenden Verfestigungskoeffizienten gekennzeichnet. Die Spannungen der durch die Kurven c und d repräsentierten Proben sind unerwartet klein. Die Kurven e, f und g weisen eine starke Krümmung auf, so daß der Verfestigungskoeffizient am Ende der Deformation deutlich niedriger ist als bei den anderen Proben. Die dynamische Erholung ist bei diesen Proben sehr ausgeprägt. Die stark unterschiedlichen Kurvenverläufe dieser drei Gruppen lassen vermuten, daß sich die jeweiligen Deformationsmechanismen voneinander unterscheiden. Die unteren Fließspannungen als Funktion der Dehnungsrate sind in Abb. 4.2(a) enthalten.

Bei Deformation in [110]-Richtung ist die Quergleitebene gleichberechtigt zur Hauptgleitebene angeregt. Es sollten also im Gegensatz zur Deformation in [213]-Richtung deutlich mehr Quergleit- und Versetzungsschneidprozesse auftreten. Eine noch höhere Zahl von Quergleit- und Versetzungsschneidprozessen ist bei Deformation in [100]-Richtung zu erwarten. Da damit eine größere Jogdichte und eine stärkere Generation von Punktdefekten verbunden sein sollte, wurden auch Proben mit dieser, sonst für Deformationsexperimente unüblichen Orientierung verformt.

Die Form der Spannungs-Dehnungs-Kurven (Abb. 4.6) unterscheidet sich bei [100]-Deformation wesentlich von der der beiden anderen Deformationsrichtungen. Nach einem sehr schwach ausgeprägten Fließbereich haben die Kurven parabolische Form, was typisch für Deformation mit multiplen Gleitsystemen ist. Lediglich die Probe mit der niedrigsten Dehnungsrate hat eine mehr den anderen Orientierungen ähnelnde Kurvenform. Insgesamt liegen die Spannungen bei gleicher Dehnungsrate bei [100]-Deformation deutlich höher als bei [213]- und [110]-Deformation. Der Grund dafür ist die wesentlich größere Waldversetzungsdichte, da mehr Gleitsysteme angeregt werden. Auffällig ist außerdem, daß die Fließspannung erst ab etwa 3% Deformation von der Dehnungsrate abhängig wird. Bis dahin unterscheidet sich die Fließspannung der durch die Kurven a, b und c repräsentierten Proben, deren Dehnungsrate über eine halbe Größenordnung variiert, nicht.

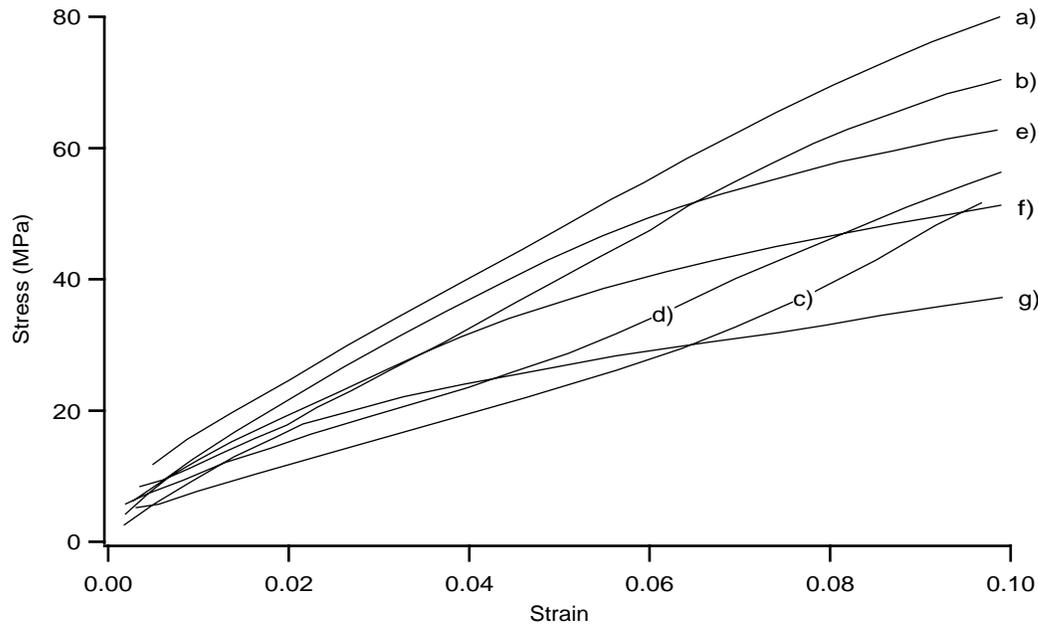


Abb. 4.5: Spannungs-Dehnungs-Kurven für Deformation von undotiertem GaAs in [110]-Richtung bei 800°C mit den Dehnungsraten a) $3.3 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$, b) $1.5 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$, c) $7.6 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, d) $3.8 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, e) $1.9 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, f) $4.8 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$, g) $7.6 \times 10^{-6} \text{s}^{-1}$. Der Fließbereich wurde der Übersichtlichkeit wegen ausgelassen.

4.1.2 Dehnungsratenwechselversuche

Zur Bestimmung des Aktivierungsvolumens der Versetzungsbewegung gemäß Gl. 2.13 und Gl. 2.11 wurden Dehnungsratenwechselversuche an undotiertem GaAs bei verschiedenen Probenorientierungen durchgeführt.

Abb. 4.7 zeigt die Spannungs-Dehnungs-Kurven der Ratenwechselversuche von drei unterschiedlich orientierten Proben. Es zeigt sich ein schwacher Streckgrenzen-Effekt beim Sprung auf die höhere Dehnungsrate. Die beiden Spannungs-Dehnungs-Kurven für [110]- und [213]-Deformation zeigen nach dem Fließbereich wiederum ein lineares Easy-Glide-Verhalten, während bei [100]-Deformation die Kurve eine parabolische Form aufweist.

Da zur Bestimmung der Dehnungsratenempfindlichkeit nach Gl. 2.15 konstante Versetzungsdichte vorausgesetzt ist, wird die Differenz der Fließspannungmaxima zur Berech-

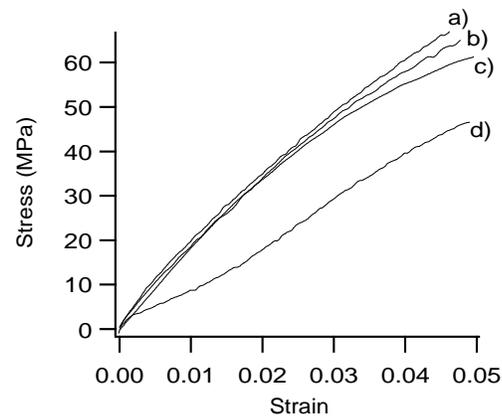


Abb. 4.6: Spannungs-Dehnungs-Kurven für Deformation von undotiertem GaAs in [100]-Richtung bei 500°C mit den Dehnungsraten a) $3.1 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$, b) $1.6 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$, c) $8.3 \times 10^{-6} \text{s}^{-1}$, d) $3.4 \times 10^{-6} \text{s}^{-1}$.

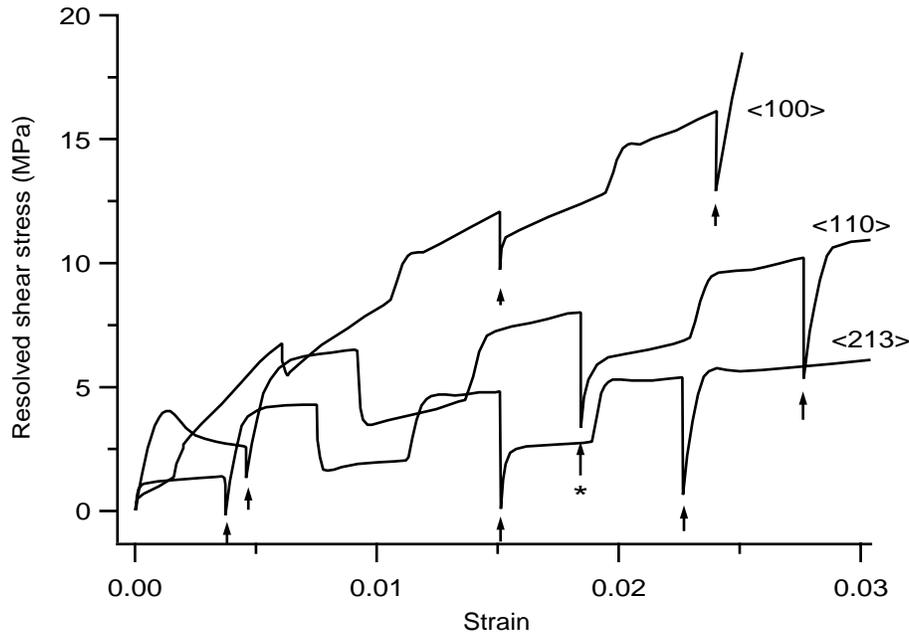


Abb. 4.7: Spannungs-Dehnungs-Kurven von Dehnungsratenwechselversuchen von undotiertem GaAs mit verschiedenen Deformationsrichtungen, kombiniert mit Spannungsrelaxationen. Die Pfeile kennzeichnen die Dehnungen, bei denen relaxiert wurde. Die mit dem Sternchen gekennzeichnete Relaxation ist in Abb. 4.8 dargestellt. Die Deformationstemperatur beträgt 500°C . Die Grunddehnungsrate ist $7.5 \times 10^{-6}\text{s}^{-1}$ für die $[100]$ -Deformation und $3.1 \times 10^{-5}\text{s}^{-1}$ für die beiden anderen Deformationsrichtungen. Das Verhältnis der Dehnungsraten ist 1:10.

nung verwendet. Bei Deformation in $[110]$ - und $[213]$ -Richtung wird eine Dehnungsratenempfindlichkeit von $I = (1 \pm 0.05)$ MPa ermittelt. Das entspricht einem Aktivierungsvolumen $V_A = (166 \pm 15)b^3$. ASTIÉ [Ast86] findet für undotiertes GaAs bei $[213]$ -Deformation ein Aktivierungsvolumen von $240b^3$. Eine mögliche Erklärung für diese Differenz wäre, daß in [Ast86] die Proben vordeformiert wurden, was eine höhere Versetzungsdichte zu Beginn der eigentlichen Deformation zum Ergebnis hat. Das Aktivierungsvolumen in [Ast86] wurde aus Spannungsrelaxationsexperimenten bestimmt. Auf die für diese Arbeit durchgeführten Spannungsrelaxationsexperimente wird in Abschn. 4.1.3 näher eingegangen. Schließlich kommt als Ursache für die Differenz der Aktivierungsvolumina das verwendete unterschiedliche Probenmaterial in Betracht.

Das Aktivierungsvolumen bei Deformation in $[100]$ -Richtung ist etwa doppelt so groß wie das bei den anderen beiden Deformationsrichtungen: $V_A = (308 \pm 35)b^3$. Da das Aktivierungsvolumen mit zunehmender Fließspannung kleiner wird [Ast86], kann diese Erhöhung nicht mit der größeren Fließspannung erklärt werden. Vielmehr ist das größere Aktivierungsvolumen ein deutliches Indiz für eine Variation des Deformationsmechanismus.

Für die $[213]$ -Deformationsrichtung wurde eine zweiter Dehnungsratenwechselversuch in der Stufe II der Spannungs-Dehnungs-Kurve durchgeführt. Das dabei gefundene Aktivierungsvolumen zeigt die erwartete Abhängigkeit von der Fließspannung, es ist mit $(85 \pm 5)b^3$ wesentlich kleiner als im Easy-Glide. Die Erklärung dafür könnte eine höhere Waldversetzungsdichte sein, die einen kleineren Abstand zwischen den Gleithindernissen zur Folge hat.

4.1.3 Relaxationsversuche

Neben Dehnungsratenwechselversuchen können auch Spannungsrelaxationsversuche zur Bestimmung des Aktivierungsvolumens eingesetzt werden. Dazu wird die dynamische Deformation bei einer bestimmten Fließspannung gestoppt, so daß in der zeitlichen Ableitung von Gl. 2.2 die totale Dehnungsrate verschwindet und die plastische Dehnungsrate gleich der elastischen wird: $\dot{\epsilon}_{\text{plast}} = -\dot{\epsilon}_{\text{elast}}$. Nach GUIU und PRATT [Gui64] ist die Dehnungsratenempfindlichkeit gleich dem Anstieg der Geraden, die bei der Auftragung der Fließspannung gegen den Logarithmus der Relaxationszeit erhalten wird.

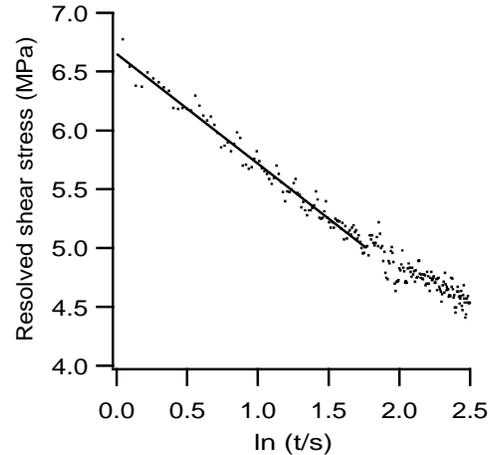


Abb. 4.8: Relaxationskurve einer bei 500°C in [110]-Richtung verformten Probe (undotiertes GaAs). Die Relaxation ist in Abb. 4.7 mit einem Sternchen gekennzeichnet.

Als Beispiel ist in Abb. 4.8 eine solche Relaxationskurve für die [110]-Deformation dargestellt. Das daraus ermittelte Aktivierungsvolumen beträgt $(179 \pm 2)b^3$, stimmt also im Rahmen des Fehlers mit dem aus den Dehnungsratenwechselversuchen bestimmten Wert überein. Für die Deformation in [213]-Richtung ergeben die Relaxationsexperimente ein Aktivierungsvolumen von $(173 \pm 2)b^3$, für die [100]-Deformation $(295 \pm 10)b^3$ und für die Relaxation in der Stufe II der Spannungs-Dehnungs-Kurve bei Deformation in [213]-Richtung $(86 \pm 2)b^3$. Es ist eine sehr gute Übereinstimmung mit den Ergebnissen der Dehnungsratenwechselversuche festzustellen.

4.1.4 Temperaturwechselversuche

Aus dem Spannungssprung $\Delta\sigma$ bei einem Temperaturwechsel ΔT kann die Aktivierungsenergie U zur Überwindung von Gleithindernissen ermittelt werden [Bau97]:

$$U = \frac{k_{\text{B}}T^2}{I} \left(\frac{\Delta\sigma}{\Delta T} \right). \quad (4.2)$$

Abb. 4.9 zeigt die Spannungs-Dehnungs-Kurve eines Temperaturwechselversuches in [213]-Deformationsrichtung. Während des Wechsels der Temperatur wurde die Probe entlastet. Der Verfestigungskoeffizient ist bei allen Temperaturen gleich. Bei jeder Verringerung der Temperatur ist ein erneutes Streckgrenzen-Verhalten zu beobachten. Beim letzten Schritt, in dem die Temperatur auf die Ausgangstemperatur angehoben wird, fehlt die obere Streckgrenze. Bemerkenswert ist, daß die Verlängerung der ersten Kurve bei 575°C genau auf die letzte Kurve bei der gleichen Temperatur führt. Im Kristall stellt sich also ein Gleichgewicht ein, das unabhängig von der Vorgeschichte (den verschiedenen Temperaturwechseln) ist.

Für den Temperatursprung von 525°C auf 500°C wurde nach Gl. 4.2 die Aktivierungsenergie zu (2.8 ± 0.3) eV bestimmt. Wegen des begrenzt zur Verfügung stehenden Probenma-

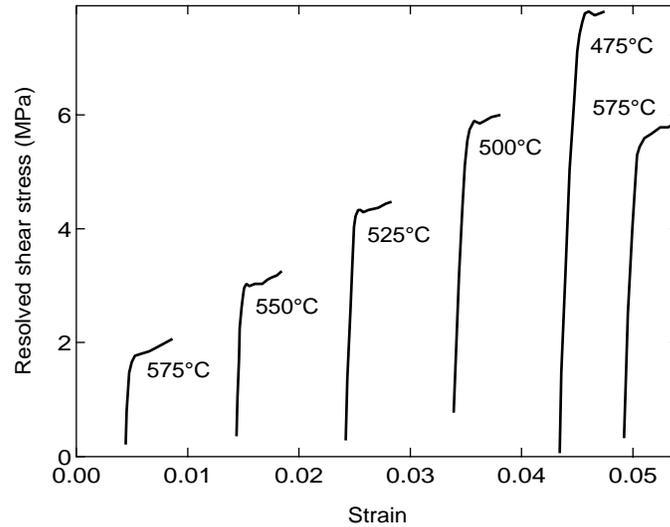


Abb. 4.9: Spannungs-Dehnungs-Kurve beim Temperaturwechselfersuch in undotiertem GaAs. Die Deformation wurde in $[213]$ -Richtung mit einer Dehnungsrate von $8.3 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$ durchgeführt.

terials wurde I nur bei 500°C bestimmt, so daß die anderen Temperatursprünge nicht nach Gl. 4.2 ausgewertet werden konnten. Aus einem ARRHENIUS-Plot der Fließspannung bei einer bestimmten Dehnung erhalten ASTIÉ *et al.* [Ast86] eine Aktivierungsenergie von 2.2 eV. In [Ast86] wird allerdings der Spannungsexponent der unteren Fließspannung zur Berechnung der Aktivierungsenergie herangezogen, was bei Verwendung einer Spannung im Bereich des Easy-Glide zweifelhaft ist. Die hier verwendete Methode ist insofern korrekter, als nur das SCHOECK-Modell Gl. 2.13 für die Versetzungsgeschwindigkeit verwendet wurde.

4.2 Dotiertes GaAs

4.2.1 GaAs:Zn

Bei der Deformation von GaAs:Zn bei 400°C in $[110]$ -Richtung ist deutlich ein Streckgrenzen-Verhalten zu beobachten (Abb. 4.10). Nach dem Passieren der unteren Streckgrenze steigen die Spannungs-Dehnungs-Kurven mit einem konstanten Verfestigungskoeffizienten von (927 ± 20) MPa linear an. Die Probe mit der niedrigsten Dehnungsrate weist mit (565 ± 6) MPa einen deutlich niedrigeren Verfestigungskoeffizienten auf. Die Deformationsbedingungen wurden so gewählt, daß ein Vergleich mit dem undotierten GaAs möglich ist (Abb. 4.3). Es kann festgestellt werden, daß die unteren Fließspannungen im GaAs:Zn insgesamt niedriger sind als im undotierten Material. Der Verfestigungskoeffizient dagegen ist wesentlich größer. Der Spannungskoeffizient der unteren Fließspannung ist ebenfalls drastisch reduziert (Abb. 4.10(b)), er beträgt nur $2 + m = 1.8 \pm 0.2$. Ein ähnlich niedriger Wert ($2 + m = 2.4 \pm 0.2$) wurde in GaAs:In [Sie93b] bei vergleichbaren Dehnungsraten, aber in $[213]$ -Deformation gefunden. Indium ist jedoch im Gegensatz zu Zink in GaAs als Dotand nicht elektrisch aktiv.

SIETHOFF *et al.* finden in GaAs:Zn einen Spannungsexponenten von $m = 5.5 \pm 2$ [Sie87]. Als Ursache für die erhebliche Differenz zu den hier ermittelten Werten kommen die verschiedenen Dotierungskonzentrationen (10^{17}cm^{-3} in [Sie87] gegenüber $2.5 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$ in dieser Arbeit) oder unterschiedliche Stöchiometrien, zu denen man meist keine Angaben vom Hersteller der Kristalle erhält, in Betracht. Von LAISTER und JENKINS wird für den Spannungsexponenten in niedriger dotiertem GaAs:Zn $2 + m = 2.4$ angegeben [Lai73].

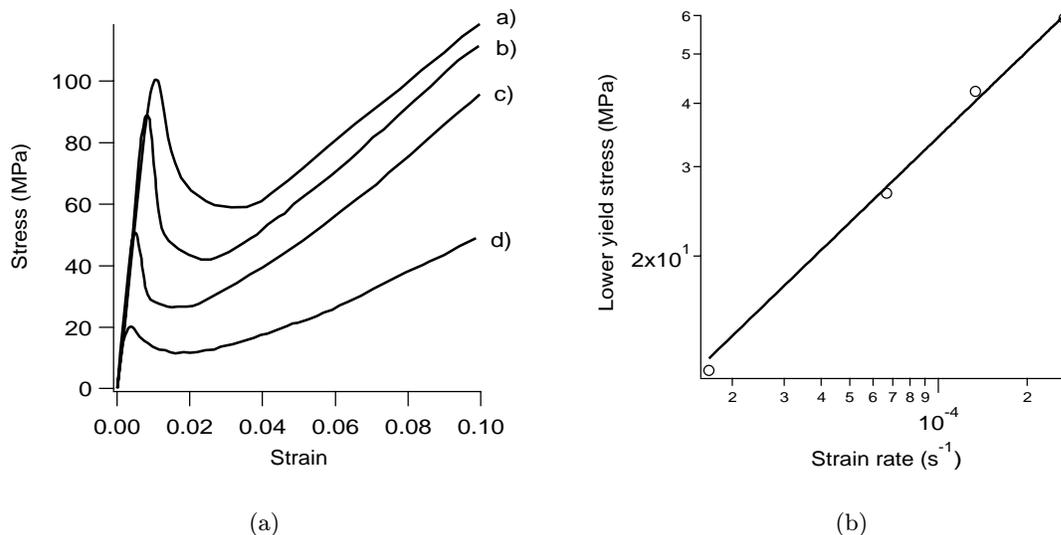


Abb. 4.10: (a) Spannungs-Dehnungs-Kurven von GaAs:Zn, deformiert in [110]-Richtung bei 400°C mit den Dehnungsraten a) $2.7 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, b) $1.3 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, c) $6.7 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$, d) $1.7 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$. (b) Doppeltlogarithmische Auftragung der unteren Fließspannung gegen die Dehnungsrate.

Im Temperaturbereich zwischen 375°C und 500°C wurden Proben bei einer Dehnungsrate von $1.7 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$ verformt. Der ARRHENIUS-Plot (Abb. 4.11) der unteren Fließspannung

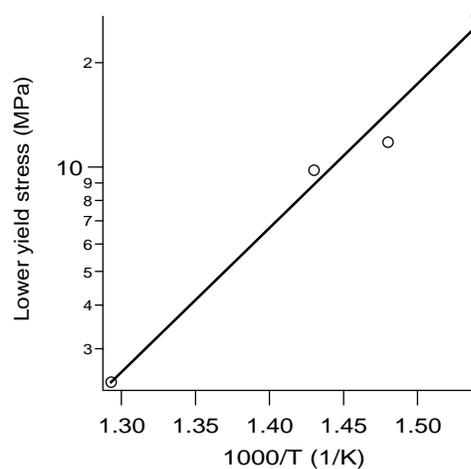


Abb. 4.11: ARRHENIUS-Plot der unteren Fließspannung für GaAs:Zn, Dehnungsrate $1.7 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$, [110] Deformationsrichtung.

ergibt eine Gerade, deren Anstieg $U/(2 + m) = (0.82 \pm 0.06) \text{ eV}$ liefert. Mit dem bestimmten Spannungsexponenten ergibt das eine Aktivierungsenergie der plastischen Deformation an der unteren Streckgrenze von $U = (1.9 \pm 0.3) \text{ eV}$. Dieser Wert ist vergleichbar mit den bei undotiertem GaAs bestimmten. In GaAs:In wird ein wesentlich niedrigerer Wert bestimmt, $U = (0.93 \pm 0.1) \text{ eV}$, jedoch bei einer höheren Dehnungsrate ($> 10^{-3} \text{s}^{-1}$) [Sie93b]. Messungen der Versetzungsgeschwindigkeit in GaAs:Zn ergaben eine Aktivierungsenergie der Versetzungsbewegung von $U = 1.4 \text{ eV}$ für α -, $U = 1.15 \text{ eV}$ für β - und $U = 1.6 \text{ eV}$ für Schraubenversetzungen, wobei die Aktivierungsenergie gegenüber dem undotierten Material für α - und Schraubenversetzungen erhöht, für β -Versetzungen dagegen verringert wurde [Yon89].

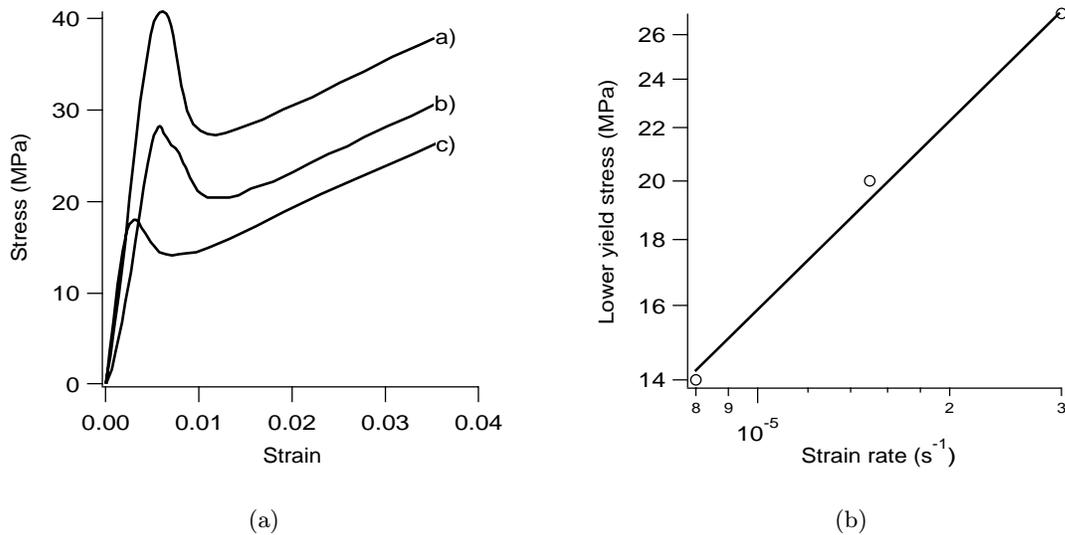


Abb. 4.12: (a) Spannungs-Dehnungs-Kurven von GaAs:Te, deformiert in [110]-Richtung bei 500°C mit den Dehnungsraten a) $3 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$, b) $1.5 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$, c) $8 \times 10^{-6} \text{s}^{-1}$. (b) Doppeltlogarithmische Auftragung der unteren Fließspannung gegen die Dehnungsrate.

4.2.2 GaAs:Te

Wie bei GaAs:Zn ist auch in GaAs:Te, deformiert bei 500°C in [110]-Richtung, ein ausgeprägtes Streckgrenzen-Verhalten zu erkennen (Abb. 4.12(a)). Die Spannungen liegen hier jedoch deutlich über den im undotierten GaAs (Abb. 4.1(a)) gefundenen. Der Verfestigungskoeffizient im Easy-Glide liegt mit 480 MPa ebenfalls über dem des undotierten Materials. Die Spannungs-Dehnungs-Kurven verlaufen nach dem Streckgrenzenbereich parallel. Das heißt, daß wahrscheinlich für alle drei Proben der Mechanismus der Versetzungsbewegung derselbe ist. Die doppeltlogarithmische Auftragung der unteren Fließspannung gegen die Dehnungsrate (Abb. 4.12(b)) ergibt eine Gerade, aus deren Anstieg der Spannungsexponent der unteren Fließspannung zu $2 + m = 2$ bestimmt werden kann. Dieser Wert ist mit dem in GaAs:Zn gefundenen vergleichbar. Von LAISTER und JENKINS wird in GaAs:Te, das ähnlich hoch dotiert ist, $2 + m = 5.7$, nach einer Erwärmung auf 1030°C für 17 h $2 + m = 2.4$ ermittelt [Lai73].

Aus der ARRHENIUS-Auftragung der unteren Fließspannung erhält man $U/(2 + m) = (0.31 \pm 0.02) \text{ eV}$, woraus unter Verwendung des bestimmten Spannungsexponenten eine Aktivierungsenergie der Versetzungsbewegung von $U = (0.62 \pm 0.08) \text{ eV}$ folgt. Dieser Wert ist deutlich kleiner als der im undotierten und im zinkdotierten GaAs, er liegt näher bei dem in GaAs:In bestimmten Wert von $U = (0.93 \pm 0.1) \text{ eV}$ [Sie93b]. YONENAGA und SUMINO finden für α -Versetzungen eine Absenkung der Aktivierungsenergie der Versetzungsbewegung bei Tellurdotierung von GaAs [Yon89].

4.2.3 Diskussion der Ergebnisse im dotierten GaAs

Die physikalische Bedeutung des Spannungsexponenten m ist noch nicht vollständig aufgeklärt. Für die Bewegung von Versetzungen in Kinken-Modus wird ein Wert zwischen 1 und 1.5 erwartet, wobei m von der Annahme bezüglich der Vibrationsfrequenz eines Versetzungssegmentes abhängt [Ale68a]. Hier wird jedoch sowohl bei Zink- als auch bei Tellurdotierung $2 + m \approx 2$ gefunden.

Eine Voraussetzung für die Herleitung von Gl. 4.1 ist die Gültigkeit des Zusammenhanges $N_{\text{dm}} \propto \tau^2$. Aus der Tatsache, daß bei hoch dotiertem GaAs $2 + m \approx 2$ ermittelt wird, folgt, daß entweder Gl. 4.1 den Zusammenhang zwischen unterer Fließspannung und Dehnungsrate nicht richtig wiedergibt, oder, daß für den Spannungsexponenten $m \approx 0$ gilt, die Versetzungsgeschwindigkeit also nicht von der Fließspannung abhängt.

Messungen der Versetzungsgeschwindigkeit mittels der Ätzgrubentechnik in verschiedenen dotiertem GaAs haben gezeigt, daß die Versetzungsgeschwindigkeiten der verschiedenen Versetzungstypen (α -, β - und Schraubenversetzungen) durch Gl. 2.14 beschrieben werden können [Yon89]. Das heißt, daß von den beiden Möglichkeiten, die gefundenen niedrigen Werte für $2 + m$ zu erklären, die zweite ($m = 0$) ausscheidet. Daraus kann geschlußfolgert werden, daß die untere Fließspannung im hier untersuchten dotierten GaAs nicht durch Gl. 4.1 beschrieben werden kann.

Die Tatsache, daß Zink-Dotierung die Fließspannung senkt, das Material also weicher macht, während Tellur-Dotierung zu einer Härtung führt, kann auf den PATEL-Effekt zurückgeführt werden, der die Abhängigkeit der Versetzungsbeweglichkeit vom FERMI-Niveau in III-V-Verbindungshalbleitern beschreibt [Pat66]. MAEDA erklärt diese Abhängigkeit mit dem Einfluß des FERMI-Niveaus auf die Kinkenbildungsenergie [Mae85].

Es ist jedoch auch eine Wechselwirkung der Dotieratome mit dem Versetzungskern des jeweiligen Versetzungstyps (α oder β , da die Dotanden in verschiedenen Untergittern eingebaut werden) möglich, wie sie von SIETHOFF *et al.* für Indium-dotiertes GaAs vorgeschlagen wird [Sie93b].

Die Untersuchungen der Versetzungsbewegung in dotiertem GaAs von YONENAGA und SUMINO haben gezeigt, daß die Dotierung sowohl Einfluß auf die kritische Spannung, die zur Versetzungsbewegung notwendig ist, als auch auf die Versetzungsgeschwindigkeit hat [Yon89]. Dabei ist der Einfluß der Dotierung auf die verschiedenen Versetzungstypen unterschiedlich, das heißt, Aktivierungsenergie bzw. der Spannungsexponent der Versetzungsbewegung können durch die Dotierung für einen Versetzungstyp erhöht, für den anderen dagegen gesenkt werden. In der Literatur sind keine gesicherten Angaben über die Dichteverhältnisse der verschiedenen Versetzungstypen zu finden, so daß nicht abgeschätzt werden kann, welcher Typ von Versetzungen den dominierenden Beitrag zur Deformation liefert.

4.3 Silizium

Bei der Deformation von Phosphor-dotiertem FZ²-Silizium bei 850°C in [213]-Richtung ist ein deutliches Streckgrenzen-Verhalten zu beobachten (Abb. 4.13(a)). Danach verläuft die Deformation bis zur Gesamtdehnung von 4% im Easy-Glide. Der Verfestigungskoeffizient ist dabei bei den drei mit höherer Dehnungsrate verformten Proben größer als bei den mit niedriger Dehnungsrate. Die relativ großen Abweichungen der Kurven voneinander im elastischen Bereich sind durch die bei den Siliziumproben schlechtere Planparallelität der Probeendflächen bedingt. In der doppeltlogarithmischen Auftragung der unteren Fließspannung gegen die Dehnungsrate (Abb. 4.13(b)) ist ein starkes Abweichen von der Linearität bei niedrigen Dehnungsraten zu beobachten. Als Spannungsexponent bei Dehnungsraten zwischen $2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ und $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ wird $2 + m = 2.3 \pm 0.2$ ermittelt. In undotiertem Si wurde $2 + m = 2.9$ gefunden [Sch83]. Wiederum scheint die Dotierung eine Absenkung des Spannungsexponenten der Versetzungsbewegung zu bewirken. Die Aktivierungsenergie der plastischen Deformation, die aus Deformationen zwischen 775°C und 850°C bestimmt wur-

² Floating zone, *engl.* Fließzonen

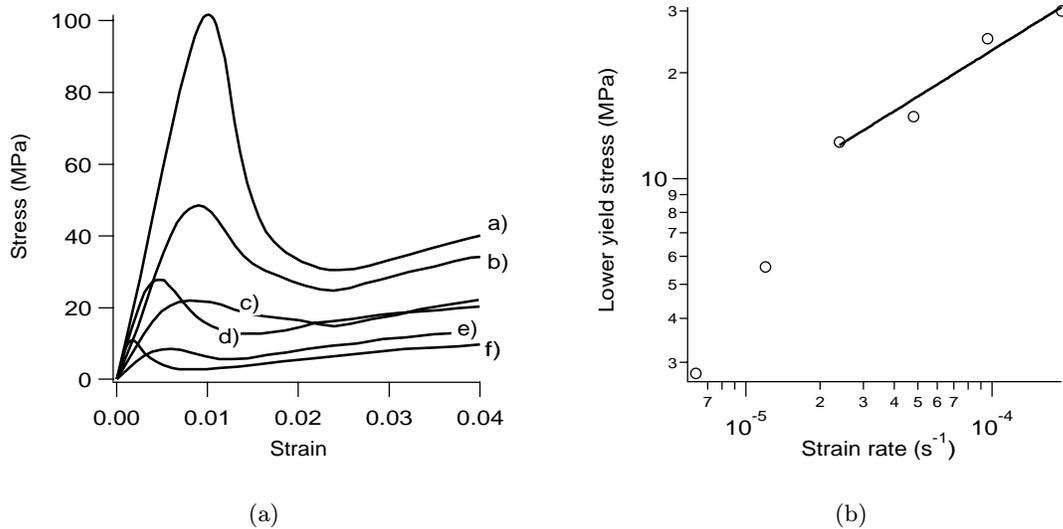


Abb. 4.13: (a) Spannungs-Dehnungs-Kurven von FZ Si:P, deformiert in [213]-Richtung bei 850°C mit den Dehnungsraten a) $1.9 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, b) $9.6 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$, c) $4.8 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$, d) $2.4 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$, e) $1.2 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$, f) $6.3 \times 10^{-6} \text{s}^{-1}$. (b) Doppeltlogarithmische Auftragung der unteren Fließspannung gegen die Dehnungsrate.

de, beträgt $U = (2.3 \pm 0.3) \text{ eV}$. Dieser Wert stimmt mit der in undotiertem Si ermittelten Aktivierungsenergie überein [Sch83].

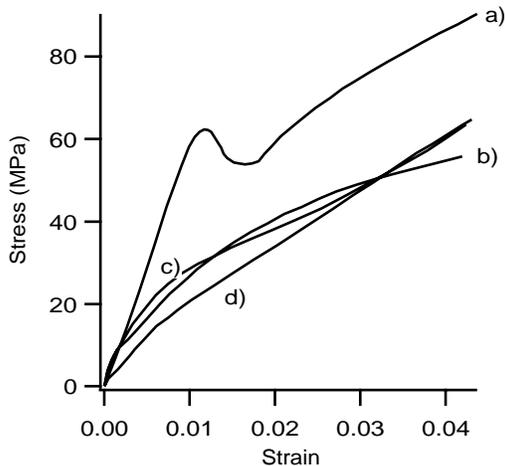


Abb. 4.14: Spannungs-Dehnungs-Kurven für Cz-Si:P, das bei 775°C (a), 850°C (b), 925°C (c) bzw. 1000°C (d) in [110]-Richtung verformt wurde.

In Cz-Silizium, das in [110]-Richtung verformt wird, ist nur bei einer Deformationstemperatur unter 800°C ein deutliches Streckgrenzen-Verhalten zu beobachten (Abb. 4.14). Bei höheren Deformationstemperaturen beginnt die plastische Deformation bereits bei sehr kleinen Spannungen. Der Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurven variiert unsystematisch bei den höheren Deformationstemperaturen. Die Fließspannung der bei 775°C deformierten Probe ist wesentlich höher als die bei höheren Deformationstemperaturen.

Die Sauerstoffkonzentration in Cz-Si ist mit $8 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ wesentlich höher als in FZ-Si, in dem Sauerstoff in einer Konzentration von $0.2 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ enthalten ist. Von YONENAGA *et al.* wurden systematische Untersuchungen zum Einfluß von Sauerstoff auf das Verformungs-

verhalten von Silizium durchgeführt [Yon83a, Yon83b]. Dabei wurde festgestellt, daß in den gewachsenen Kristallen eine höhere Sauerstoffkonzentration zu einer Verstärkung des Streckgrenzeneffektes führte. Nach einer Temperung bei 1050°C kehrte sich der Effekt um: die Bildung von Sauerstoffausscheidungen führte dazu, daß der Streckgrenzeneffekt kleiner wurde, jedoch nicht vollständig verschwand. Das hier verwendeten Silizium-Kristalle wurden nach der Zucht nicht getempert, so daß die Bildung von Sauerstoffausscheidungen durch die Temperung als Ursache für das Fehlen des Streckgrenzeneffektes bei Deformationstemperaturen über 800°C nicht in Betracht kommt. Die Proben bei den Experimenten in [Yon83a, Yon83b] wurden in [213]-Richtung verformt, während das in dieser Arbeit untersuchte Cz-Si in [110]-Richtung deformiert wurde. Als mögliche Ursache für das Ausbleiben des Streckgrenzeneffektes bei höheren Deformationstemperaturen könnte eine starke Versetzungsmultiplikation bei vergleichsweise kleinen Schubspannungen aufgrund von Quergleitprozessen angenommen werden, da bei [110]-Orientierung vier Gleitsysteme in zwei Gleitebenen angeregt werden.

Die mehr oder weniger strukturlose, parabolische Form der Spannungs-Dehnungs-Kurve für symmetrische Deformationsrichtungen, zu denen die [110]-Richtung zählt, ist eine bekannte Tatsache [Sie92]. Ein deutliche Änderung der Form der Spannungs-Dehnungs-Kurve, wie sie hier zu verzeichnen ist, ist aus der Literatur nicht bekannt.

Das Verhalten des Cz-Si unterscheidet sich deutlich von dem des undotierten GaAs (siehe Abschn. 4.1), bei dem auch bei Deformation in [110]-Richtung ein Streckgrenzeneffekt und ein linearer Bereich der Spannungs-Dehnungs-Kurve beobachtet werden.

Tab. 4.1: Aktivierungsparameter der Versetzungsbewegung in den Halbleiterproben.

Material	Dot.	Orient.	$2 + m$	$\frac{U}{2+m}$ (eV)	U (eV)	$V_A(500^\circ\text{C})$ (b^3)	Quelle
GaAs	-	[213]	3.2	0.66	2.1	179	diese Arbeit
		[110]	3.8	0.44	1.6	173	diese Arbeit
		[100]	-	-	-	295	diese Arbeit
		[213]	3.6	0.38	1.4	-	[Sie90a]
		[213]	3.1	0.45	1.4	-	[Yon87]
		[213]	-	-	-	200	[Ast86]
	Zn	[110]	1.8	0.82	(1.9)	-	diese Arbeit
		[213]	5.5	-	-	-	[Sie87]
		[110]	2.4	1.08	-	-	[Lai73]
	Te	[110]	2.0	0.31	(0.6)	-	diese Arbeit
		[110]	5.7	0.73	-	-	[Lai73]
	Si	P	[213]	2.3	1.0	2.3	-
-		[213]	2.9	-	2.3	-	[Sch83]

4.4 Zusammenfassung der Deformationsergebnisse

Die ermittelten Werte für $2 + m$, die Aktivierungsenergie U und das Aktivierungsvolumen V_A der Versetzungsbewegung sind in Tab. 4.1 zusammengefaßt. Im wesentlichen wurden die

Ergebnisse der Literatur bestätigt. Deutliche Abweichungen von den Literaturwerten sind nur im dotierten GaAs zu verzeichnen. Die bisherigen Untersuchungen des Deformationsverhaltens in dotiertem GaAs wurden zu einer Zeit durchgeführt, als die Herstellung von GaAs-Kristallen noch nicht großtechnisch umgesetzt war. Es ist zu vermuten, daß sich die untersuchten Kristalle bezüglich Stöchiometrie, Konzentration eventuell vorhandener Ausscheidungen und eingewachsener Versetzungsdichte zum Teil erheblich unterscheiden. Diese Differenzen sind mit großer Wahrscheinlichkeit die Ursache dafür, daß die Literaturergebnisse bei GaAs stärker streuen als bei den Elementhalbleitern Ge und Si.

Daß eine Vordeformation eine Erhöhung der experimentell ermittelten Aktivierungsenergie verursacht, wurde bereits von SIETHOFF angemerkt [Sie92].

Von RABIER und GEORGE wird kritisiert, daß aus der Analyse der Deformationsergebnisse in Halbleitern nach dem Modell von SCHOECK die Spannungsabhängigkeit der Versetzungsgeschwindigkeit von der Spannungsabhängigkeit der Aktivierungsenergie stammt, was nicht mit dem experimentell beobachteten Spannungsexponenten im Vorfaktor der Versetzungsgeschwindigkeit übereinstimmt [Rab87].

Unbefriedigend ist, daß – wie in der Literatur – keine konkreten Aussagen über die Mechanismen der Versetzungsbewegung aus den ermittelten Aktivierungsparametern der Versetzungsbewegung abgeleitet werden können. Die Beschreibung des Zusammenhanges zwischen Fließspannung und Dehnungsrate nach dem Modell von ALEXANDER und HAASEN ist insofern sinnvoller als nach dem SCHOECK-Modell, als zwei Konstanten, m und U , ermittelt werden können. Die Analyse nach dem SCHOECK-Modell führt zu einem spannungsabhängigen Aktivierungsvolumen, das sich schwer physikalisch interpretieren läßt. Allerdings ist auch die physikalische Bedeutung von m nicht geklärt.

Im allgemeinen wird angenommen [Ale86], daß der geschwindigkeitsbestimmende Prozeß der Versetzungsbewegung in Halbleitern die Kinkenentstehung und -migration ist. Die Abweichungen des dotierten GaAs vom erwarteten Verhalten deuten jedoch darauf hin, daß dort möglicherweise andere Prozesse die Versetzungsbewegung kontrollieren, etwa der Einfluß der Ansammlung von Fremdatomen im Spannungsfeld der Versetzungen. Der Frage, welchen Einfluß Punktdefekte auf die Versetzungsbewegung haben können, wird im nächsten Kapitel nachgegangen.

5. DEFECTCHARAKTERISIERUNG MITTELS POSITRONENLEBENSDAUERSPEKTROSKOPIE

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der Positronenlebensdauermessungen vorgestellt, die zur Charakterisierung der Defekte herangezogen werden. Obgleich mit der eigentlichen Fragestellung dieser Arbeit nur in mittelbarem Zusammenhang stehend, wird der Defektcharakterisierung mittels Positronenlebensdauerspektroskopie relativ viel Platz eingeräumt. Ein Grund dafür ist, daß sich während der Messungen das Bild der bei der Deformation erzeugten und mit PAS detektierten Defekte als wesentlich differenzierter herausstellte als vorher angenommen. Aus der Art der generierten Punktdefekte lassen sich auch Schlüsse über die Generationsmechanismen ziehen. Ein weiterer wichtiger Grund ist, daß eine möglichst sichere Charakterisierung der Defekte die Voraussetzung dafür ist, daß Defektkonzentrationen ermittelt und diskutiert werden können.

Der Begriff (*Positronen*)*lebensdauer* ist in diesem Kapitel in der Regel als *apparente Positronenlebensdauer* zu verstehen, die für tiefe Positronenfallen dem Reziproken der Positronenannihilationsrate (Abschnitt 3.4.2) entspricht.

Aus Gründen der Übersichtlichkeit sind nicht für alle Werte Fehlerintervalle in den Graphiken eingezeichnet. Der Fehler der mittleren Positronenlebensdauer beträgt etwa 0.5 ps und ist damit kleiner als die Symbolgröße. Bei zweikomponentiger Anpassung der Positronenlebensdauerspektren ist der Fehler der Lebensdauerkomponenten ebenfalls sehr klein. Bei dreikomponentiger Anpassung wird die Unsicherheit deutlich größer, was auch an der stärkeren Streuung der Einzelwerte abgelesen werden kann. Der Fehler bei der Bestimmung der apparenten Positronenlebensdauern und Intensitäten setzt sich zusammen aus dem Fehler bei der numerischen Anpassung des Lebensdauerspektrums und dem durch die Unsicherheit der Quellkorrektur hervorgerufenen Fehler. Letzterer ist insofern ein systematischer Fehler, als er für ein und dieselbe Positronenquelle stets in gleicher Weise auftritt. Wegen der im Vergleich zu anderen PAS-Studien großen Zahl von Messungen in dieser Arbeit konnte es nicht vermieden werden, daß die sehr sensiblen Positronenquellen nicht für alle Proben verwendet werden konnten. Die systematischen Abweichungen der Positronenlebensdauern für einen bestimmten Defekt sind Ergebnis der Verschiedenheit der verwendeten Positronenquellen. Es wurde jedoch darauf geachtet, daß innerhalb einer Probenserie stets ein und dieselbe Quelle verwendet wurde.

5.1 Undotiertes GaAs

Dieser Abschnitt ist nach den verschiedenen Deformationsbedingungen untergliedert. Er ist jedoch nur im Zusammenhang zu verstehen, da Ergebnisse bzw. Interpretationen, die allen Proben gemeinsam sind, nicht in jedem Unterabschnitt wiederholt, sondern lediglich die Unterschiede zu den vorangegangenen Probenserien herausgearbeitet werden.

5.1.1 Temperaturabhängige Messungen

Referenzmaterial

Das Lebensdauerspektrum des undeformierten Referenzmaterials ist im gesamten Temperaturbereich einkomponentig, woraus geschlußfolgert werden kann, daß die Konzentration von neutralen oder negativ geladenen Leerstellen in der Referenzprobe unter der Nachweisgrenze für die Positronenlebensdauerspektroskopie liegt. Der Trapping-Koeffizient für Leerstellen ist von der Größenordnung 10^{15} s^{-1} [Mäk89], und die atomare Dichte von GaAs beträgt $4.4 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$. Damit ergibt sich als untere Nachweisgrenze für Leerstellen eine Konzentration von $2 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$. Die Positronenlebensdauer ist über den gesamten Temperaturbereich nahezu konstant und beträgt bei Raumtemperatur 230 ps. Dieser Wert wird mit der Lebensdauer im ungestörten Kristall identifiziert und im weiteren als Bulklebensdauer bezeichnet.

Deformation bei 800°C mit niedriger Dehnungsrate

Mittlere Positronenlebensdauer und Spektrenzerlegung Die mittlere Positronenlebensdauer bei 300 K in den bei 800°C verformten, undotierten GaAs-Proben beträgt zwischen 277 ps und 323 ps, das heißt, sie ist gegenüber dem Bulkwert in allen Proben deutlich erhöht. Der Anstieg der mittleren Lebensdauer in den deformierten Proben ist ein eindeutiges Zeichen dafür, daß durch die Deformation Defekte mit offenem Volumen erzeugt wurden.

Abb. 5.1 zeigt am Beispiel einer ausgewählten Probe die Zerlegung der Lebensdauerspektren, die bei verschiedenen Probertemperaturen aufgenommen wurden. Die mittlere Positronenlebensdauer hat ihr Maximum bei einer Temperatur, die etwas über 200 K liegt. Zu höheren Temperaturen fällt sie leicht ab. Unterhalb von 200 K ist ein starker Abfall der mittleren Positronenlebensdauer zu tieferen Temperaturen zu beobachten, wobei sie unter 50 K in einen Sättigungswert von 290 ps einläuft.

Bei Probertemperaturen oberhalb von 200 K ist eine dreikomponentige Zerlegung der Spektren notwendig. Die Komponente mit der niedrigsten Positronenlebensdauer liegt unter dem Bulkwert und kann Annihilationen im Bulk zugeordnet werden. Sie wurde in Abb. 5.1 weggelassen, da aus ihr keine Aussagen zu Defekten abgeleitet werden können. Die mittlere Komponente τ_2 des Spektrums (unteres Feld in Abb. 5.1) ist von der Probertemperatur abhängig. Die größte Lebensdauerkomponente τ_3 (zweites Feld von unten in Abb. 5.1) ist dagegen über den gesamten Temperaturbereich nahezu konstant. Die beiden defektbezogenen Lebensdauerkomponenten τ_2 und τ_3 werden noch ausführlich diskutiert.

Die nach Gl. 3.4 berechnete theoretische Bulklebensdauer stimmt bei Probertemperaturen über 200 K im Rahmen des Fehlers mit dem gemessenen Wert überein, so daß die Spektrenzerlegung dort dem Trapping-Modell entspricht.

Unterhalb von 115 K ist eine dreikomponentige Zerlegung der Spektren nicht mehr möglich. Die Komponente der reduzierten Bulklebensdauer verschwindet, woraus auf vollständigen Einfang der Positronen in Defekte geschlossen werden kann.

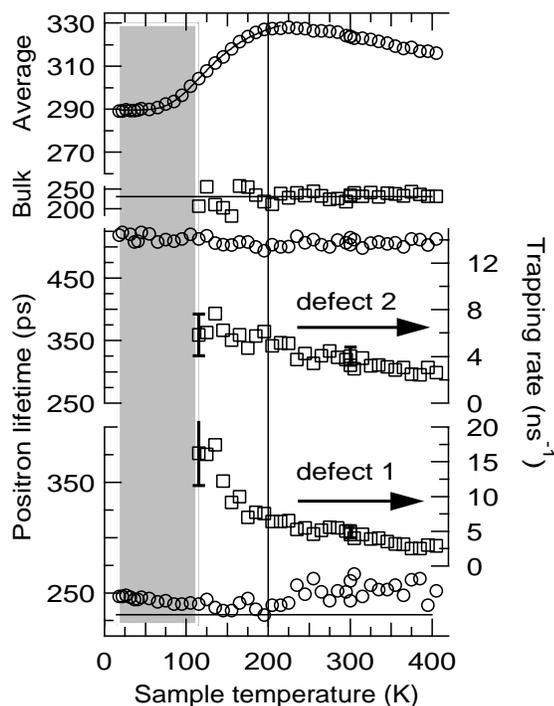
Lebensdauerkomponente τ_2 Die zweite Lebensdauerkomponente hat bei Probertemperaturen oberhalb von 200 K einen Wert von (255 ± 7) ps. Im Temperaturbereich der zweikomponentigen Spektrenauswertung, also zwischen 15 K und 115 K, sinkt sie von 247 ps auf 240 ps. Die größere Streuung oberhalb von 200 K resultiert aus der größeren Unsicherheit der dreikomponentigen Zerlegung.

Bei höheren Temperaturen resultiert die gemessene Lebensdauerkomponente von (255 ± 7) ps aus Annihilationen, die in Defekten mit kleinem offenem Volumen stattfinden. Der Wert von 255 ps liegt im Intervall der bisher in GaAs für Einfachleerstellen bzw. Komplexe, die

eine Einfachleerstelle enthalten, gefundenen Lebensdauern, die zwischen 255 ps [KR94] und 297 ps [Cor90] liegen. Die Einfangrate steigt mit abnehmender Temperatur. Ein solches Verhalten wird in Halbleitern mit einer negativen Ladung einer Leerstelle in Verbindung gebracht [Pus94]. Für Leerstellen, die mit Versetzungen assoziiert sind, bzw. Jogs auf Versetzungen, sind in der Literatur keine Rechnungen zur Temperaturabhängigkeit des Einfangs zu finden.

Die zweite Positronenlebensdauerkomponente liegt bei tiefen Temperaturen (im Bereich des vollständigen Einfangs in Defekte) knapp über Bulklebensdauer, ist jedoch kleiner als bei höheren Temperaturen. Eine Änderung der Positronenlebensdauer mit der Temperatur wird im Zusammenhang mit der thermischen Ausdehnung des Gitters gefunden [LB95], ist jedoch wesentlich kleiner als der hier beobachtete Effekt. Für Leerstellen in Halbleitern wird die Änderung der Positronenlebensdauer im Zusammenhang mit einer Umladung [Saa91], die zu einer Relaxation der Leerstelle führt, diskutiert. In den untersuchten hochkompensierten Proben ist eine Umladung unwahrscheinlich, da das FERMI-Niveau in der Bandmitte festgehalten wird. Nach neueren Berechnungen [Seo95] hat keine der beiden Leerstellen in GaAs ein Umladungsniveau in der Nähe der Bandmitte. Wahrscheinlicher ist, daß in diesem Temperaturbereich ein weiterer Defekt mit einer Positronenlebensdauer, die kleiner als der Leerstellenwert ist, als Positronenfalle wirksam wird. Die gefundene Lebensdauerkomponente ist sowohl Annihilationen in die einfachleerstellenartigen Defekte, die auch bei hohen Temperaturen Positronen einfangen, als auch in den erst bei tiefen Temperaturen wirksamen Defekt zuzuordnen. Das heißt, bei tiefen Temperaturen ist τ_2 eine Mischkomponente aus zwei defektspezifischen Komponenten, die wegen der geringen Differenz der Positronenlebensdauern bei der Anpassung der Spektren nicht getrennt werden können. Die Positronenlebensdauer in den bei tiefen Temperaturen wirksamen Defekt muß unter dem Wert von 247 ps liegen, den die Mischkomponente τ_2 bei tiefen Temperaturen annimmt. Eine Positronenhaftstelle, die erst bei tiefen Temperaturen wirksam wird und sich durch eine nahe der Bulklebensdauer liegende Positronenlebensdauer auszeichnet, ist eine flache Positronenfalle. Deren Natur wird unten ausführlich diskutiert.

Abb. 5.1: Positronenlebensdauern und Einfangraten in deformiertem undotiertem GaAs als Funktion der Proben temperatur. Im hinterlegten Bereich zweikomponentige Anpassung der Spektren. Das oberste Feld zeigt die mittlere Positronenlebensdauer. Die durchgezogene Linie entspricht einer Anpassung nach dem Trapping-Modell und Gl. 3.19. Im zweiten Feld ist die nach dem Trappingmodell berechnete Bulklebensdauer dargestellt, wobei die waagerechte Linie den in der Referenzprobe gemessenen Wert von 230 ps repräsentiert. Die beiden unteren Felder zeigen jeweils die Positronenlebensdauerkomponente (\circ) und die Einfangrate (\square), wenn die Lebensdauerkomponente einem Defekt zugeordnet werden kann. Die senkrechte Linie bei 200 K deutet die Grenze der Wirksamkeit der flachen Positronenfallen an. Die Probe wurde bei 800°C in [110]-Richtung mit einer Dehnungsrate von $4.8 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ bis 10% Dehnung deformiert.



Der Einfang in die flachen Positronenfallen bei 15 K muß von der gleichen Größenordnung wie der der leerstellenartigen Defekte bei dieser Temperatur sein, da die Mischkomponente einen Positronenlebensdauerwert hat, der zwischen dem des leerstellenartigen Defektes und dem Bulkwert liegt. Der Einfluß der flachen Positronenfallen zeigt sich aber schon in dem Temperaturbereich zwischen 115 K und 200 K in dem steileren Anstieg der Einfangrate mit abnehmender Temperatur. Die Abnahme der Lebensdauerkomponente τ_2 ist ein Zeichen dafür, daß zwischen 115 K und 200 K diese Komponente bereits eine Mischkomponente aus einfachleerstellenartigen Defekten und flachen Positronenfallen ist.

Man kann anhand der vorangegangenen Diskussion drei Temperaturbereiche unterscheiden, in denen sich die Positronenlebensdauerspektren qualitativ unterscheiden: Zwischen 15 K und 115 K liegt vollständiger Positroneneinfang vor, τ_2 ist eine Mischung aus Annihilationen in einfachleerstellenartigen Defekten und flachen Positronenfallen. Zwischen 115 K und 200 K ist τ_2 immer noch eine Mischkomponente, wegen des thermischen Entweichens der Positronen aus den flachen Positronenfallen annihiliert jedoch ein meßbarer Anteil der Positronen im Bulk. Bei einer Probertemperatur oberhalb von 200 K entweichen alle in die flachen Positronenfallen eingefangenen Positronen, so daß τ_2 ausschließlich Annihilationen aus einfachleerstellenartigen Defekten zugeordnet werden kann.

Zu klären ist die Frage, ob τ_2 isolierten Leerstellen oder Leerstellen auf der Versetzungslinie bzw. in deren unmittelbarer Umgebung zuzuordnen ist. Geht man von einem Trappingkoeffizienten von 10^{15}s^{-1} für Leerstellen aus, so erhält man für die leerstellenartigen Defekte eine Konzentration von $2 \times 10^{17}\text{cm}^{-3}$. Die nach Gl. 2.9 mit $\alpha = 1/3$ [Ger86], $\mu = 59.1\text{ GPa}$ [Cot73] und $b = \sqrt{1/2}a$ mit $a = 5.653\text{ \AA}$ [J. 75] abgeschätzte Versetzungsdichte beträgt $(2.5 \pm 0.5) \times 10^9\text{ cm}^{-2}$ für die in Abb. 5.1 untersuchte Probe. Damit kann man unter der Annahme, daß die leerstellenartigen Defekte auf der Versetzungslinie liegen, den typischen Abstand zwischen diesen Defekten auf der Versetzungslinie berechnen. Er beträgt unter Verwendung der genannten Werte etwa 1 \AA . Dieser Abstand ist natürlich viel zu klein, um physikalisch sinnvoll zu sein. Entweder liegen also die leerstellenartigen Defekte nicht unmittelbar auf der Versetzungslinie, oder der Einfangquerschnitt und damit der Trappingkoeffizient ist für die Defekte auf der Versetzungslinie erhöht. Im zweiten Fall könnte die Versetzungslinie die erste Stufe des Einfangs darstellen, aus der die Positronen in den Defekt mit dem offenen Volumen übergehen, wie es von SMEDSKJAER *et al.* [Sme80] vorgeschlagen wurde. Der mittlere Abstand zwischen Versetzungen mit der abgeschätzten Versetzungsdichte von $(2.5 \pm 0.5) \times 10^9\text{ cm}^{-2}$ beträgt $\approx 200\text{ nm}$, ist also von der Größenordnung der Positronendiffusionsweglänge im ungestörten Volumen. Durch die Gegenwart anderer Positronenfallen wird die Diffusionsweglänge der Positronen jedoch reduziert [Hüb95], so daß möglicherweise keine ausreichende Zahl von Positronen die Versetzungen erreichen kann. Ausheiluntersuchungen, auf die in Abschn. 5.1.2 eingegangen wird, lassen die Schlußfolgerung zu, daß τ_2 nicht isolierten Einfachleerstellen, sondern mit Versetzungen assoziierten Leerstellen zuzuordnen ist.

In undotiertem GaAs wurden [Dan91] für die zweite Positronenlebensdauerkomponente Werte zwischen 260 ps und 320 ps gefunden. Dieses Ergebnis ist jedoch anzuzweifeln, da in der Spektrenzerlegung extrem kleine reduzierte Bulklebensdauern gefunden werden und auch die theoretische Bulklebensdauer zum Teil weit über 230 ps liegt. Die Spektren in [Dan91] wurden über den gesamten Temperaturbereich dreikomponentig zerlegt. Die gefundenen Lebensdauern bei tiefen Temperaturen in [Dan91] legen jedoch die Vermutung nahe, daß dort ebenfalls vollständiger Einfang in Defekte vorliegt.

Lange Lebensdauerkomponente τ_3 Die Positronenlebensdauer der dritten Komponente beträgt (505 ± 10) ps. Dieser Wert ist deutlich größer als der einer Einfachleerstelle, so daß er Anihilationen in einem Leerstellenagglomerat zugeordnet werden kann. Um eine Abschätzung der Größe dieser Agglomerate vornehmen zu können, wurde die Positronenlebensdauer in Abhängigkeit von der Zahl agglomerierter Leerstellen nach der LDA¹-Methode [Pus83] berechnet. Dabei wurden Leerstellencluster mit annähernd sphärischer Form gebildet. Die Ergebnisse dieser Rechnungen sind in Abb. 5.2 graphisch dargestellt. Man erkennt, daß die Positronenlebensdauer einem Sättigungswert zustrebt, der bei etwa 500 ps liegt. Wegen der durch die Rechenleistung beschränkten möglichen Größe der für die Berechnungen verwendeten Superzelle ($3 \times 3 \times 3$ Elementarzellen) ist die Berechnung eines noch größeren Clusters nicht sinnvoll. Man kann jedoch aus der Abb. 5.2 abschätzen, daß der Sättigungswert der Positronenlebensdauer bei 20–30 agglomerierten Leerstellen erreicht wird. Ein solches Agglomerat hat eine mittlere Ausdehnung von etwa 10 Å.

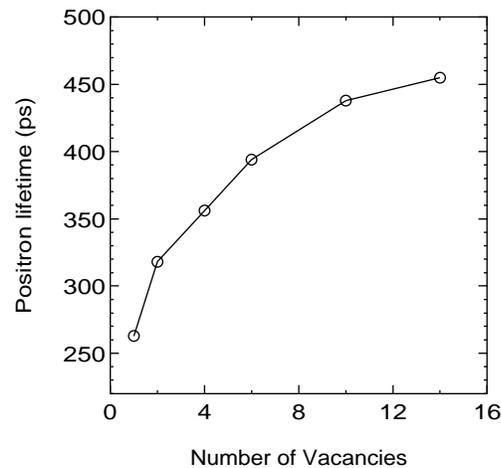


Abb. 5.2: Berechnete Positronenlebensdauern in GaAs in Leerstellenagglomeraten als Funktion der Zahl agglomerierter Leerstellen [Sta].

In undotiertem deformiertem GaAs wurde vorher eine dritte Lebensdauerkomponente von (519 ± 20) ps [Dan91] gefunden, in GaAs:Si bzw. GaAs:Se 480 ps bis 500 ps [Saa90] und in GaAs:Te 460 ps [KR94]. Die Differenzen zwischen diesen Werten sind sehr wahrscheinlich meßtechnisch bedingt und nicht physikalischer Natur, da die Lebensdauern bei dreikomponentiger Zerlegung sehr empfindlich auf die Quellkorrektur sind. In plastisch deformiertem Silizium und Germanium wurden ähnlich große Lebensdauerkomponenten gefunden [KR93a, Kaw95b], ebenso in plastisch deformiertem InP [Hor92]. In mit Protonen mit hoher Stromdichte bestrahltem Si:P und GaAs:Te wurden ebenfalls Positronenlebensdauern zwischen 500 ps und 600 ps beobachtet. [Pog84].

Die gefundene dritte Lebensdauerkomponente wird der Annihilation in Leerstellenagglomeraten zugeordnet. Da die gemessene Positronenlebensdauer dem Sättigungswert entspricht, kann lediglich eine untere Grenze für die Größe der Leerstellenagglomerate angegeben werden. Es kann auch nicht entschieden werden, ob die Agglomerate eine konstante Größe besitzen.

Die Einfangrate in die Leerstellenagglomerate sinkt in dem Temperaturbereich, in dem kein vollständiger Positroneneinfang beobachtet wird, mit steigender Temperatur. Das ist ein Hinweis darauf, daß in diesem Temperaturbereich der Positroneneinfang diffusionslimitiert ist. In diesem Fall kann der Trappingkoeffizient mit Gl. 3.25 und damit die Defektkonzentration berechnet werden, falls der Clusterradius bekannt ist. Die exakte Funktion $D_+(T)$ ist nicht bekannt, so daß aus der Temperaturabhängigkeit der Clusterradius nicht durch Anpassung

¹ Local Density Approximation

an eine Modellfunktion bestimmt werden kann. Für die Dichte der Leerstellencluster kann nur eine obere Grenze angegeben werden. Damit ist es ohne zusätzliche Information über die Clustergröße nicht möglich, die totale Anzahl der in Clustern agglomerierten Leerstellen zu bestimmen.

Nimmt man versuchsweise einen Radius der Leerstellencluster von 10 \AA an, erhält man aus Gl. 3.25 unter Verwendung des Positronendiffusionskoeffizienten in GaAs $D_+ = 1.3 \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$ [Saa89] eine Dichte der Leerstellencluster von $(1.8 \pm 0.3) \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$. Ein Cluster mit diesem Radius enthält ungefähr 30 Leerstellen. Damit kann man die Clusterkonzentration in eine Leerstellenkonzentration umrechnen, wenn man hypothetisch davon ausgeht, daß die in den Clustern enthaltenen Leerstellen isoliert vorliegen. Die Clusterkonzentration entspricht einer Leerstellenkonzentration von $(6 \pm 1) \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$. Da für die Clustergröße nur eine untere Grenze angegeben werden kann, kann die tatsächliche Konzentration generierter Leerstellen größer sein.

Flache Positronenfallen Während der Abfall der mittleren Positronenlebensdauer oberhalb von 200 K durch die Temperaturabhängigkeit der Einfangraten in den leerstellenartigen Defekt und in Leerstellencluster bestimmt wird, ist die Ursache für den steilen Abfall der mittleren Positronenlebensdauer unterhalb von 200 K der Einfang in flache Positronenfallen. Im Bereich zwischen 115 K und 200 K (Abb. 5.1) müßten die Spektren eigentlich mit 4 Lebensdauerkomponenten angepaßt werden. Eine solche Anpassung ist jedoch aus numerischen Gründen nicht sinnvoll.

Defekte, die in GaAs als flache Positronenfallen wirken können, sind negative Ionen und Versetzungen. Als negative Ionen kommen Verunreinigungsatome, Antistrukturdefekte und Zwischengitteratome in Betracht.

In dem LEC-gezogenen GaAs ist Bor in einer Konzentration von 10^{17} cm^{-3} als Verunreinigung enthalten. Die Konzentration der anderer Verunreinigungen ist im Ausgangsmaterial mindestens eine Größenordnung kleiner. Gegen die mögliche Annahme, daß während der Deformation Verunreinigungsatome in die Probe diffundieren, spricht die Tatsache, daß mit zunehmender Dehnungsrate, also kürzerer Verweilzeit der Probe bei hoher Temperatur, die Konzentration der flachen Positronenfallen zunimmt. Aus demselben Grund scheint eine Identifikation der flachen Positronenfallen mit Bor, das, wenn es auf einem Arsenplatz eingebaut wird, negativ geladen ist, nicht sinnvoll. Bei IR-Untersuchungen von deformiertem undotiertem GaAs wurden die für B_{As} typischen Absorptionslinien nicht gefunden.

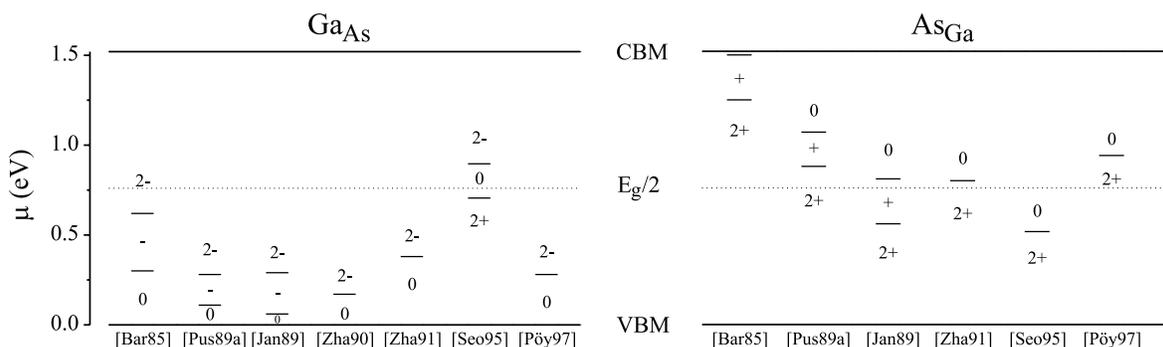


Abb. 5.3: Berechnete Ionisationsniveaus der Antistrukturdefekte in GaAs von verschiedenen Autoren [Bar85, Pus89, Jan89, Zha90, Zha91, Seo95, Pöy97]. Die Valenz(VBM)- und Leitungsband(CBM)-Kante sowie die Mitte der Energielücke sind eingezeichnet.

Von den beiden Antistrukturdefekten kann nach den meisten Berechnungen (siehe

Abb. 5.3) nur der Gallium-Antistrukturdefekt mit negativer Ladung existieren. Liegt das FERMI-Niveau in der Bandmitte, wie es in semiisolierendem GaAs der Fall ist, so ist der Gallium-Antistrukturdefekt zweifach negativ geladen. Durch die Deformation kann es, zumindest lokal, zu einer Absenkung der FERMI-Energie kommen [Krü92a]. Mittels ESR [Krü92b] (siehe auch Abschn. 6.1) wurde der einfach negativ geladene Ga_{As}^- in plastisch verformtem semiisolierendem GaAs nachgewiesen. Das Umladungsniveau dieses Akzeptors wurde mit DLTS² bei $E_V + 0.4$ eV gefunden [Ish80]. Hall-Effekt-Messungen [Ger86] an plastisch deformiertem GaAs schreiben hingegen Versetzungen ein Umladungsniveau bei 0.38 eV zu.

SAARINEN *et al.* [Saa90] und KRAUSE-REHBERG *et al.* [KR94] identifizieren die in deformiertem GaAs:Si und GaAs:Se bzw. GaAs:Te gefundenen flachen Positronenfallen mit Ga_{As}^- . DANNEFAER *et al.* [Dan91] schlagen hingegen die Versetzungslinie als flache Positronenfalle vor.

Berechnungen der Positronenlebensdauer von Sprüngen bzw. Leerstellen auf Stufenversetzungen in Eisen [Kam95] haben ergeben, daß die Positronenlebensdauer einer Leerstelle auf der Versetzungslinie zwischen der Lebensdauer in isolierten Leerstellen und im Bulk liegt. Damit könnte der bei tiefen Temperaturen gefundene Wert für τ_2 ebenfalls erklärt werden.

In elektronenbestrahltem undotiertem GaAs, in dem eine ähnliche Dichte von tiefen Einfangzentren wie in dem hier untersuchten deformiertem GaAs ermittelt wurde, wurden ebenfalls flache Positronenfallen gefunden [Cor92, Pol97b]. Da Versetzungen bei Elektronenbestrahlung nicht in dem Maße induziert werden sollten (außer durch Bildung von prismatischen Versetzungsringen aus Punktdefekttagglomeraten), werden sie dort mit Ga_{As}^- [Cor92] in Verbindung gebracht.

Im Temperaturbereich, in dem die flachen Fallen wirksam sind, wurde eine Anpassung der mittleren Positronenlebensdauer an eine Modellfunktion, die aus dem Trapping-Modell und Gl. 3.19 bzw. Gl. 3.20 resultiert, vorgenommen. Aus dieser Anpassung lassen sich prinzipiell die Konzentration, die Einfangrate und die Positronenbindungsenergie der flachen Positronenfallen bestimmen. Praktisch sind die bei der Anpassung ermittelte Konzentration und Einfangrate mit so großen Fehlern behaftet, daß eine Interpretation nicht sinnvoll ist. Die Positronenbindungsenergie wird jedoch gut angepaßt. Die Anpassung des Trapping-Modells unter Einbeziehung von Gl. 3.19 an die gemessene mittlere Positronenlebensdauer aus Abb. 5.1 liefert eine Positronenbindungsenergie von $E_b = (40 \pm 3)$ meV. Nahezu derselbe Wert wird erhalten, wenn die Anpassung mit Gl. 3.20 für den Einfang in linienhafte flache Fallen durchgeführt wird. In deformiertem undotiertem GaAs wurde $E_b = 40$ meV [Dan91], in GaAs:Si $E_b = (63 \pm 10)$ meV [Saa90] und in GaAs:Te $E_b = 43$ meV [KR94] gefunden. In elektronenbestrahltem undotiertem GaAs wird eine Positronenbindungsenergie für flache Positronenfallen, für deren Identifikation der Antistrukturdefekt Ga_{As}^- vorgeschlagen wird, zwischen 38 eV und 45 eV gefunden [Cor92].

Rechnungen ergeben für die Positronenbindungsenergie an Versetzungen in Aluminium 40 meV [Mak90]. Für Versetzungen in GaAs gibt es keine Berechnungen der Positronenbindungsenergie. Bei den Messungen in dieser Arbeit zeigte sich, daß die Positronenbindungsenergie recht empfindlich auf Verschiebungen der mittleren Positronenlebensdauer, die durch Variation der Quellkorrektur hervorgerufen werden, reagiert. Die in der Literatur angegebenen Fehler für die Positronenbindungsenergie sind wahrscheinlich die Fehler der Anpassung nach Gl. 3.19, berücksichtigen unter Umständen jedoch nicht den Einfluß der Quellkorrektur auf die eigentlichen Positronenlebensdauermessungen. Das heißt, daß die Unterschiede in den gefundenen Positronenbindungsenergien in der Literatur wahrscheinlich

² Deep Level Transient Spectroscopy

meßtechnisch bedingt und nicht physikalischer Natur sind.

Es muß darauf hingewiesen werden, daß eine Anpassung der mittleren Positronenlebensdauer auch möglich ist, wenn man annimmt, daß keine Positronen in den flachen Positronenfallen annihilieren, sondern die flachen Energieniveaus nur eine Vorstufe zum Einfang in die leerstellenartigen Defekte sind. Die Argumentation für das Vorhandensein der flachen Fallen stützt sich in dieser Arbeit nicht, wie in den früheren Arbeiten [Saa90, Dan91, KR94], auf die Temperaturabhängigkeit der mittleren Positronenlebensdauer, die allein die Annihilation von Positronen in flachen Positronenfallen nicht beweist, sondern auf die Zerlegung der Spektren. Diese ist im Bereich des vollständigen Einfangs sehr genau, im Bereich der dreikomponentigen Zerlegung jedoch mit einer gewissen Unsicherheit behaftet. Aus diesem Grund wurde jeweils ein Spektrum bei 300 K mit einer hohen Statistik (6 Millionen Ereignisse) aufgenommen. Für dieses Spektrum erhält man für die zweite Lebensdauerkomponente einen Wert von (261 ± 3) ps, der deutlich von dem bei vollständigem Einfang gefundenen Wert von 247 ps abweicht.

Für die Einfangrate in einen Zustand einer Mischkomponente gilt:

$$\kappa_{m_1} = \frac{\tau_{m_2} - \tau_m}{\tau_m - \tau_{m_1}} \kappa_{m_2}. \quad (5.1)$$

Dabei stehen die Indizes m_1 und m_2 für die einzelnen Komponenten bzw. m für die Mischkomponente. Für den hier betrachteten Fall wäre für $\tau_{m_1} = \tau_b$, für $\tau_{m_2} = 261$ ps und für $\tau_m = 247$ ps einzusetzen. Damit kann, wenn man die Temperaturabhängigkeit der Einfangrate der leerstellenartigen Defekte zu tiefen Temperaturen extrapoliert, die Einfangrate und damit zumindest die relative Konzentration der flachen Positronenfallen bestimmt werden.

Bei vollständigem Einfang verhalten sich die Intensitäten wie die Einfangraten in die jeweiligen Zustände:

$$\frac{I_1}{I_2} = \frac{\kappa_1}{\kappa_2}. \quad (5.2)$$

Im vorliegenden Fall ist κ_1 die Summe der Einfangraten in die leerstellenartigen Defekte und in die flachen Positronenfallen. Extrapoliert man die Temperaturabhängigkeit des Einfangs in die Leerstellencluster zu tiefen Temperaturen, so erhält man eine weitere Bestimmungsgleichung für die Einfangrate in die flachen Positronenfallen. Damit hat man zwei Bestimmungsgleichungen für die Einfangraten in die drei bei 15 K wirksamen Positronenfallen. Man muß also zu wenigstens einer von diesen eine Annahme zur Temperaturabhängigkeit machen. Die schwächste Abhängigkeit von der Temperatur zeigt der Einfang in die Leerstellenagglomerate. Für die Berechnung der Einfangraten wurde der Einfachheit wegen eine temperaturunabhängiger Trappingkoeffizient für diese angenommen. Damit macht man einen Fehler für die absolute Einfangrate der anderen Defekte bei den tiefen Temperaturen. Für eine Abschätzung der Einfangrate kann man diese Vereinfachung jedoch treffen, und die relativen Einfangraten und damit die relativen Defektdichten werden richtig ermittelt. Die Einfangrate in die flachen Positronenfallen κ_{st} ist dann durch

$$\kappa_{st} = \frac{I_1(15K)}{I_2(15K)} \kappa_{cl}(300K) \frac{F}{F+1} \quad \text{mit} \quad F = \frac{\tau_{m_2} - \tau_m}{\tau_m - \tau_{m_1}} \quad (5.3)$$

gegeben.

Unter den genannten Voraussetzungen erhält man für die Einfangraten bei 15 K in die flachen Positronenfallen und in die leerstellenartigen Defekte jeweils (10 ± 2) ns⁻¹. Nimmt man einen Trappingkoeffizienten von 5×10^{16} s⁻¹ für die flachen Positronenfallen an [Saa95], so erhält man eine Konzentration der flachen Positronenfallen von $(1 \pm 0.2) \times 10^{16}$ cm⁻³.

Zusammenfassung Durch Positronenlebensdauerermessungen bei variierender Proben­temperatur konnten drei Defekttypen identifiziert werden:

- i) Leerstellenartige Defekte, die möglicherweise mit Versetzungen assoziiert sind.
- ii) Leerstellenagglomerate, in denen mindestens 10 Leerstellen enthalten sind.
- iii) Flache Positronenfallen, deren Natur nicht eindeutig geklärt werden kann. Die in Frage kommenden Defekte sind Versetzungen, deren Dichte jedoch wahrscheinlich zu gering ist, und negativ geladene Gallium-Antistrukturdefekte Ga_{As}^- . Für letzteren Defekt spricht die Positronenbindungsenergie an die flachen Positronenfallen, die (40 ± 3) meV beträgt. Dieser Wert entspricht im Rahmen des Fehlers der in elektronenbestrahltem undotiertem GaAs gefundenen Positronenbindungsenergie an flache Positronenfallen, die mit Ga_{As}^- identifiziert werden [Cor92].

Für die drei Defekttypen ist eine Bestimmung beziehungsweise Abschätzung der Positroneneinfangrate möglich, wodurch deren relative Konzentrationen bestimmt werden können.

Deformation bei 800°C mit hoher Dehnungsrate

Der Verlauf der mittleren Positronenlebensdauer sowie die Zerlegung der Spektren bei einer Probe, deren Dehnungsrate im Vergleich zum vorhergehenden Abschnitt zwei Größenordnungen größer ist, ist in Abb. 5.4 dargestellt. Der Temperaturverlauf der mittleren Positronenlebensdauer ist dem in Abb. 5.1 ähnlich. Es sind jedoch sofort wesentliche Unterschiede zu erkennen. Ab etwa 200 K bleibt die mittlere Positronenlebensdauer konstant, und bei tiefen Proben­temperaturen ist kein Einlaufen auf einen konstanten Wert zu beobachten. Im Temperaturbereich zwischen 15 K und 200 K ist die Kurve durch einen reproduzierbaren Knick bei etwa 80 K gekennzeichnet, der in Abb. 5.1 nicht zu erkennen ist.

Keine Unterschiede gibt es bezüglich der Zerlegung der Spektren. Es werden bei Raumtemperatur wieder drei Lebensdauer­komponenten gefunden, wobei die beiden defektspezifischen Lebensdauern (264 ± 6) ps und (509 ± 5) ps betragen. In dieser Probe sind also ebenfalls leerstellenartige Defekte und Leerstellenagglomerate zu detektieren. Bei 15 K wird ein Wert von (252 ± 1) ps für die erste Lebensdauer­komponente gefunden, die eine Mischung aus der Lebensdauer­komponente des leerstellenartigen Defektes und einer Komponente von Annihilationen in flachen Positronenfallen ist.

Die Anpassung der mittleren Positronenlebensdauer nach dem Trapping-Modell und Gl. 3.19 gibt den tatsächlichen Kurvenverlauf nur eingeschränkt wieder. Es liegt die Vermutung nahe, daß neben den bei Deformation mit niedriger Dehnungsrate gefundenen Defekten weitere als Positronenfallen wirksam werden. Die mittels Gl. 2.9 bestimmte Versetzungsdichte in dieser Probe ist mit $(1 \pm 0.2) \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ fast eine Größenordnung höher als bei der niedrigeren Dehnungsrate. Möglicherweise ist der Positroneneinfang in Versetzungen für das geänderte Verhalten der mittleren Positronenlebensdauer bei tiefen Temperaturen verantwortlich. Der Anstieg der mittleren Positronenlebensdauer bereits bei sehr niedrigen Temperaturen deutet auf eine niedrigere Aktivierungsenergie der flachen Positronenfallen hin. In der Tat liefert die Anpassung der mittleren Positronenlebensdauer als Funktion der Proben­temperatur eine Bindungsenergie an die flachen Positronenfallen von $E_b = (10 \pm 3)$ meV. In Silizium wurde als Positronenbindungsenergie für die Versetzungslinie 11 meV bestimmt [Kaw95a].

Es ist nicht möglich, die verschiedenen Defekte, die zu der beobachteten Temperaturabhängigkeit der mittleren Positronenlebensdauer unter 200 K führen, aufgrund verschiedener Annihilationsraten zu identifizieren. Die Positronenannihilationsrate der in diesem Temperaturbereich wirksamen Defekte muß zwischen dem Bulkwert und dem Wert der Einfach-

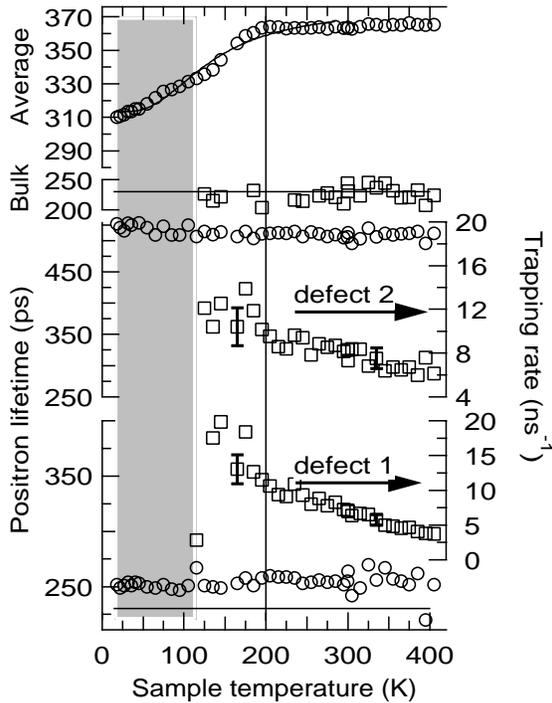


Abb. 5.4: Mittlere Positronenlebensdauer sowie Zerlegung der Lebensdauerspektren für deformiertes undotiertes GaAs als Funktion der Proben­temperatur. Die Darstellung ist analog zu Abb. 5.1. Die Probe wurde ebenfalls bei 800°C in [110]-Richtung, aber mit einer Dehnungsrate von $3.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ bis 10% Dehnung deformiert.

leerstelle liegen. Die beobachtete Temperaturabhängigkeit kann also entweder leerstellenartigen Defekten oder flachen Positronenfallen zugeschrieben werden. Geht man davon aus, daß nur die *Dichte*, jedoch nicht die *Natur* der erzeugten Defekte durch die höhere Dehnungsrate verändert ist, können die Versetzungen für die Änderung des Temperaturverlaufs der mittleren Positronenlebensdauer gegenüber Deformation bei niedrigeren Dehnungsraten verantwortlich gemacht werden. Diese Argumentation ist nicht zwingend, da nicht auszuschließen ist, daß durch die höhere Dehnungsrate andere Punktdefekte bzw. -komplexe gebildet werden, die ein entsprechendes offenes Volumen und eine andere Positronenbindungsenergie aufweisen. Daneben ist es möglich, daß durch die hohe Versetzungsdichte in diesen Proben das FERMI-Niveau lokal verschoben ist, so daß andere Ladungszustände der Defekte auftreten.

Bisher wurde ein derartig kompliziertes Temperaturverhalten der mittleren Positronenlebensdauer nicht beobachtet bzw. nicht diskutiert. In allen vorangegangenen Positronenlebensdauer-Studien von deformiertem GaAs [Saa90, Dan91, KR94] wurde zum einen nicht so genau gemessen, das heißt, die Temperaturschritte bei den temperaturabhängigen Positronenlebensdauer­messungen waren wesentlich größer. Zum anderen wurden die Deformationsparameter nicht so systematisch variiert.

Zusammenfassung In den bei 800°C und hohen Dehnungsraten in [110]-Richtung deformierten Proben können drei Gruppen von Defekten identifiziert werden:

- i) Leerstellenagglomerate, die mindestens 10 Leerstellen enthalten.
- ii) Leerstellenartige Defekte, die möglicherweise nicht einheitlicher Natur sind (isoliert im Bulk und/oder mit Versetzungen assoziiert).
- iii) Flache Positronenfallen möglicherweise unterschiedlicher Natur (negative Ionen und/oder Versetzungen).

Deformation bei 600°C

Der Verlauf der mittleren Positronenlebensdauer als Funktion der Proben temperatur unterscheidet sich bei Proben, die bei 600°C deformiert wurden, deutlich von den bei 800°C verformten (Abb. 5.4 und 5.1). Es ist ein Anstieg bis zu einer Temperatur von 500 K zu beobachten. Wie in den Proben, die bei 800°C mit hohen Dehnungsraten verformt wurden (Abb. 5.4), wird zu tiefen Temperaturen kein Sättigungswert erreicht.

Die Zerlegung der Spektren in drei Komponenten ist erst ab einer Temperatur von etwa 255 K möglich, bei tieferen Temperaturen liegt vollständiger Einfang der Positronen in Defekte vor. Im Temperaturbereich des vollständigen Einfangs in Defekte sind die zwei aufzulösenden Lebensdauerkomponenten abhängig von der Proben temperatur.

Bei 15 K wird die kleinere Lebensdauerkomponente bei 260 ps gefunden. Dieser Wert entspricht dem für Einfachleerstellen berechneten [Gil94]. Das bedeutet, daß entweder keine flachen Positronenfallen vorhanden sind oder der Einfang in die leerstellenartigen Defekte gegenüber dem Einfang in flache Positronenfallen dominiert.

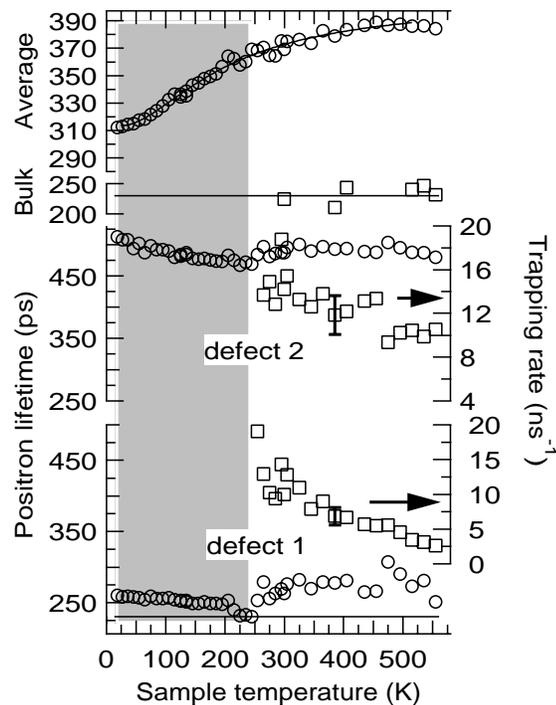


Abb. 5.5: Ergebnis der temperaturabhängigen PAS-Messungen an deformiertem undotiertem GaAs. Die Darstellung entspricht Abb. 5.1. Die Werte der theoretisch berechneten Positronenlebensdauer im defektfreien Volumen schwanken stark, so daß einige Werte nicht dargestellt sind. Die Probe wurde jedoch bei 600°C in [110]-Richtung mit einer Dehnungsrate von $6.9 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ bis 10% Dehnung deformiert.

Die zweite Lebensdauerkomponente hat bei 15 K einen Wert von 510 ps in Übereinstimmung mit den Werten, die in bei 800°C verformten Proben gefunden werden. Sie nimmt mit zunehmender Temperatur ab. Bisher ist eine Temperaturabhängigkeit der Positronenlebensdauer in Leerstellenagglomeraten nicht gefunden worden. Es ist wahrscheinlicher, daß die Abnahme durch eine zunehmende Mischung mit einer niedrigeren Lebensdauerkomponente verursacht wird. Das heißt, daß im Bereich des vollständigen Positroneneinfangs drei Lebensdauerkomponenten vorhanden sein müssen, von denen jedoch nur zwei aufgelöst werden können. Die Annahme des Vorhandenseins von leerstellenartigen Defekten und flachen Positronenfallen würde das beobachtete Temperaturverhalten der dritten Lebensdauerkomponente erklären.

Im Temperaturbereich über 255 K, in dem die Spektren dreikomponentig angepaßt werden können, streuen die gefundenen Lebensdauern stark um die bei 15 K gefundenen Werte. Der Lebensdauerwert des leerstellenartigen Defektes liegt mit 273 ps höher als die bei 15 K

gefundenen 260 ps, ist jedoch mit einem großen Fehler (13 ps) behaftet. Die Differenz der Lebensdauern deutet auf die Existenz flacher Positronenfallen hin.

Daß die dreikomponentige Spektrenzerlegung über 255 K noch relativ unsicher ist, zeigt die starke Streuung der nach dem Trappingmodell berechneten theoretischen Bulklebensdauer an. Die Intensität der Lebensdauerkomponente, die von Annihilationen im Bulk stammt, liegt unter 10%, das heißt, die Mehrheit der Positronen wird in Defekte eingefangen.

Die Anpassung der mittleren Positronenlebensdauer nach dem Trapping-Modell und Gl. 3.19 liefert eine Bindungsenergie der Positronen an die flachen Energieniveaus von (11 ± 4) meV. Dieser Wert ist deutlich kleiner als der bei 800°C-Deformation mit niedriger Dehnungsrate gefundene. Daraus kann geschlossen werden, daß die flachen Energieniveaus anderer Natur sind. Es liegt die Vermutung nahe, daß bei Deformation bei 600°C die Versetzungen den Positroneneinfang bei tiefen Temperaturen dominieren.

Zusammenfassung Bei Deformation bei 600°C werden Leerstellenagglomerate und Defekte mit einem offenen Volumen gebildet, das dem einer Einfachleerstelle entspricht. Es gibt Hinweise für das Vorhandensein flacher Positronenfallen, die eine Positronenbindungsenergie von (11 ± 4) meV aufweisen.

Deformation bei 400°C

Der Kurvenverlauf der mittleren Positronenlebensdauer als Funktion der Proben temperatur ähnelt dem der Proben mit 600°C Deformationstemperatur. Es wird bis zu 500 K kein Sättigungswert erreicht, die mittlere Positronenlebensdauer steigt über den gesamten Temperaturbereich an.

Die Spektren sind bis zu einer Proben temperatur von 380 K mit nur zwei Lebensdauerkomponenten anzupassen, es liegt vollständiger Positroneneinfang vor. Erst über dieser Temperatur können drei Lebensdauerkomponenten, darunter eine, die Annihilationen aus dem Bulk zugeordnet werden kann, aufgelöst werden.

Bei 15 K Proben temperatur wird die erste Lebensdauerkomponente mit 260 ps aufgelöst. Sie kann Annihilationen aus einem Defekt zugeordnet werden, der ein offenes Volumen von der Größe einer Einfachleerstelle besitzt. Im Bereich der dreikomponentigen Spektrenauswertung scheint die diesem Defekt zugeordnete Lebensdauerkomponente wiederum einen etwas höheren Wert anzunehmen, jedoch ist der Fehler dort zu groß, um ein wirkliches Ansteigen anzuzeigen.

Die zweite Lebensdauerkomponente hat bei 15 K einen Wert von 477 ps. Sie bleibt über den gesamten Temperaturbereich nahezu konstant, und im Bereich der dreikomponentigen Anpassung wird der bei 15 K gefundene Wert ebenfalls reproduziert. Er ist kleiner als die bei 600°C und 800°C Deformationstemperatur gefundenen Werte. Dieser Unterschied konnte durch mehrfaches abwechselndes Messen, um Einflüsse der Quellkorrektur oder Drifteffekte der Meßelektronik auszuschließen, reproduziert werden. Daraus kann geschlossen werden, daß die Clustergröße bei 400°C-Deformation gerade noch unter der Größe liegt, bei der die Positronenlebensdauer einen Sättigungswert erreicht. Damit ist es möglich, nicht nur eine untere Grenze für die Clustergröße, sondern eine Abschätzung ihrer Größe anzugeben. Mit Gl. 3.25 kann die absolute Clusterkonzentration und damit die Dichte der bei der Deformation generierten Leerstellen bestimmt werden. 30 agglomerierte Leerstellen entsprechen einem Clusterradius von 10 Å, so daß man eine Clusterdichte von $1.8 \times 10^{16} \text{cm}^{-3}$ erhält, die einer Leerstellenkonzentration vor der Clusterung von $6 \times 10^{17} \text{cm}^{-3}$ entspricht.

Aus der Anpassung der mittleren Positronenlebensdauer an die aus dem Trapping-Modell und Gl. 3.19 resultierende wird eine Positronenbindungsenergie an die flachen Positronenfal-

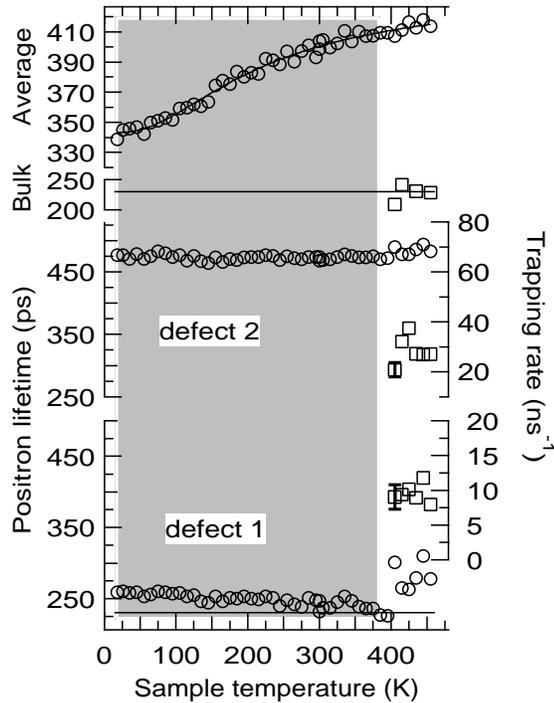


Abb. 5.6: Positronenlebensdauern und -einfangraten in deformiertem undotiertem GaAs. Der Temperaturbereich des vollständigen Einfangs in Defekte erstreckt sich bis 380 K. Die Probe wurde bei 400°C in [110]-Richtung mit einer Dehnungsrate von $1.6 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ bis 10% Dehnung deformiert.

len von 9 meV ermittelt. Dieser Wert ist wiederum deutlich kleiner als der Ga_{As}^- [Saa89] zugeschriebene. Eine mögliche Interpretation dieser Tatsache wäre, daß Versetzungen solche flache Energieniveaus besitzen.

Zusammenfassung Auch in den bei 400°C verformten Proben werden Defekte mit einem offenen Volumen, das dem einer Einfachleerstelle entspricht, sowie Leerstellenagglomerate gefunden. Die Leerstellenagglomerate sind jedoch kleiner, in ihnen sind wahrscheinlich etwa 30 Leerstellen agglomeriert. Es wird Positroneneinfang in flache Energieniveaus mit einer Bindungsenergie von 9 meV gefunden, die möglicherweise mit Versetzungen identifiziert werden können.

Deformation zwischen 500°C und 600°C, große Spannung

Eine sehr interessante Eigenschaft zeigen Proben, die bei Temperaturen zwischen 500°C und 600°C so verformt wurden, daß bei Deformationsende eine große Spannung erreicht wurde. Das heißt, diese Proben wurden entweder mit hohen Dehnungsraten oder bis zu einer großen Gesamtdehnung verformt. Die mittlere Positronenlebensdauer (Abb. 5.7) zeigt zwischen 95 K und 120 K einen Sprung um fast 10 ps. Dieser Sprung konnte an allen ähnlich verformten Proben reproduziert werden, ebenso bei Messung auf einem anderen Meßplatz. Der Sprung tritt nur auf, wenn die Probentemperatur steigt, aber nicht, wenn die Probe abgekühlt wird. Die Lebensdauerkurven sind dabei mehrfach reproduziert worden, das heißt, es kann sich bei dem beobachteten Phänomen nicht um eine Defektausheilung handeln.

Wird die Probe abgekühlt und bei konstanter Temperatur gelagert, steigt die mittlere Positronenlebensdauer an, bis sie einen Sättigungswert erreicht (Abb. 5.8). Dabei wird der Sättigungswert bei 95 K schneller erreicht als bei 20 K.

Im Temperaturbereich zwischen 15 K und 130 K müßten die Spektren mit drei bzw. vier Lebensdauerkomponenten angepaßt werden. Jedoch ist die dreikomponentige Anpassung wegen dicht beieinander liegender Lebensdauerkomponenten sehr unsicher. Zwischen 15 K und

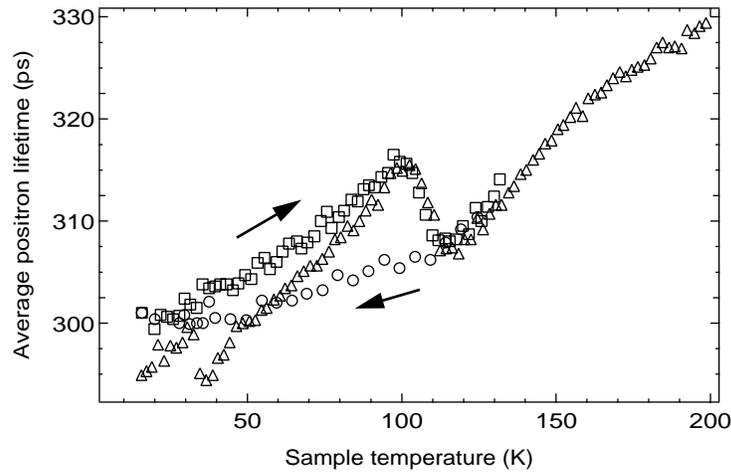


Abb. 5.7: Mittlere Positronenlebensdauer von deformiertem undotiertem GaAs als Funktion der Proben­temperatur. Die mittlere Positronenlebensdauer wurde beim Abkühlen (\circ) sowie beim Erwärmen der Probe nach der Messung bei Abkühlung (\square) bzw. nach schneller Abkühlung (\triangle) ermittelt. Deformation in $[100]$ -Richtung bei 600°C mit einer Dehnungsrate von $1.6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ bis 12% Dehnung.

120 K ändern sich sowohl die apparenten Lebensdauern als auch die Intensitäten bei zwei- und dreikomponentiger Auswertung. Aus der Spektrenanpassung können aus diesem Grund keine Schlüsse gezogen werden, welche Ursache der beobachtete Sprung hat. Das heißt, es kann keine Lebensdauer­komponente aufgelöst werden, die mit dem temperaturabhängigen Verhalten in Verbindung gebracht werden könnte.

Ein Effekt temperaturabhängigen Positroneneinfangs kann aufgrund des unterschiedlichen Verhaltens beim Erwärmen bzw. Abkühlen der Probe ausgeschlossen werden, ebenso ein Umladungseffekt, da weder Positronen noch Elektronen über eine so lange Zeit gespeichert werden können. Wäre die Ursache ein Positronen- bzw. Elektroneneffekt, so müßten die Positronen bzw. Elektronen ein “Gedächtnis” über mehrere Stunden haben, sich “merken” bei welcher Temperatur die Probe vorher war. Ein Mechanismus, der ein solches “Gedächtnis” realisieren könnte, ist nicht bekannt.

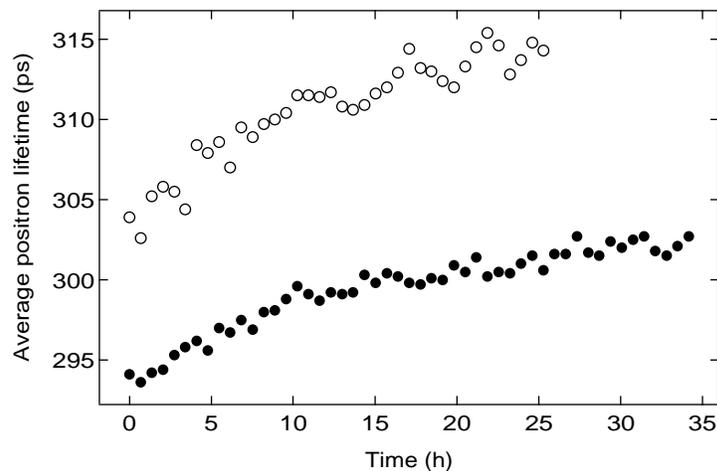


Abb. 5.8: Mittlere Positronenlebensdauer als Funktion der Lagerungszeit bei einer Lagerungstemperatur von 20 K (\bullet) bzw. 95 K (\circ). Die Meßtemperatur ist gleich der Lagerungstemperatur. Die Verformungsbedingungen entsprechen Abb. 5.7.

Das gefundene Verhalten kann nur mit einem Defekt erklärt werden, der zwischen zwei verschiedenen Konfigurationen wechselt, die sich im Trappingkoeffizienten und/oder in der Annihilationsrate unterscheiden. Vorstellbar wäre ein bistabiler Defekt, der in einer Konfiguration ein anderes offenes Volumen aufweist als in der anderen Konfiguration, ähnlich dem metastabilen Zustand des EL2-Defektes [Kra90, LB94] oder des DX-Zentrums [KR93b, Mäk93, Lai96].

Der EL2-Defekt wird jedoch durch Lichteinstrahlung in den metastabilen Zustand überführt, während der hier beobachtete Effekt in Dunkelheit auftritt. Es ist denkbar, daß die starken inneren Spannungen zu der Bistabilität führen. Eine Änderung der Eigenschaften von EL2 unter dem Einfluß von hydrostatischem Druck wurde von DRESZER und BAJ [Dre91] gefunden. Ein Übergang in den metastabilen Zustand ohne Beleuchtung wurde bisher nicht beobachtet.

Leider können keine Konzentrationsabschätzungen für den hypothetischen Defekt vorgenommen werden, so daß eine Identifizierung über die Konzentration nicht möglich ist. Da er jedoch in Proben, die mit hohen Dehnungsraten, also kurze Zeit, und bei niedrigen Temperaturen verformt wurden, auftritt, können Fremdatome mit einiger Sicherheit ausgeschlossen werden. Es sollte sich demzufolge um einen intrinsischen Defekt handeln. Ein weiterer Defekt in undotiertem GaAs, für den ein metastabiler Zustand diskutiert wird, ist das Antistrukturdefekt-Paar $As_{Ga} - Ga_{As}$ [Pöy97]. Eine Identifizierung des Defektes allein mit der Positronenlebensdauerspektroskopie ist nicht möglich. Da die Defektcharakterisierung bei dieser Arbeit nicht im Vordergrund steht, kann der Frage nach der Natur des Defektes, der für den Sprung in der Kurve der mittleren Lebensdauer verantwortlich ist, nicht intensiv nachgegangen werden. Um zu überprüfen, ob die Defektumwandlung nicht durch die Positronen bzw. γ -Quanten induziert wird, wurden IR-spektroskopische Messungen (siehe Abschn. 6.2) unter vergleichbaren Bedingungen durchgeführt. Dabei wurde nach einer Verweilzeit von 12 h bei 20 K eine breite Absorptionsbande gefunden, so daß geschlossen werden kann, daß der Wechsel zwischen den bistabilen Zuständen nicht durch die Positronen bzw. γ -Quanten hervorgerufen wird.

5.1.2 Ausheiluntersuchungen

Raumtemperaturmessungen

Alle untersuchten deformierten Proben zeigen im isochronen Ausheilexperiment mit Temperaturen von jeweils 30 min Dauer in der mittleren Positronenlebensdauer eine breite Ausheilstufe zwischen 500°C und 700°C (Abb. 5.9). Die Tatsache, daß in der bei 800°C deformierten Probe nach einer Ausheilung bei 800°C nahezu alle Defekte verschwunden sind, ist ein eindeutiger Beweis dafür, daß Generation und Annihilation von Defekten dynamisch parallel vonstatten gehen, und daß die Defekte durch das schnelle Abkühlen unter Last eingefroren werden. Entgegen den Erwartungen scheint die Ausheilung der bei der höchsten Temperatur verformten Probe bei einer etwas niedrigeren Ausheiltemperatur einzusetzen. Es könnte sein, daß die Defekte in den bei tieferen Temperaturen deformierten Proben durch höhere innere Spannungen stabilisiert werden.

DANNEFAER *et al.* finden in undotiertem GaAs nach Deformation bei 450°C eine Ausheilstufe, die bei 450°C beginnt [Dan91]. Dieses Ergebnis muß jedoch angezweifelt werden, da in der Spektrenzerlegung von nicht vollständigem Positroneneinfang ausgegangen wird. Bei 40% Deformation bei 450°C liegt nach den in dieser Arbeit gefundenen Ergebnissen jedoch mit großer Sicherheit vollständiger Positroneneinfang vor. In [Dan91] werden keine Aussagen bezüglich der Abkühlung der Proben nach der Deformation getroffen. Unter Umständen sind die Differenzen im Ausheilverhalten in dieser Arbeit und in [Dan91] auf unterschied-

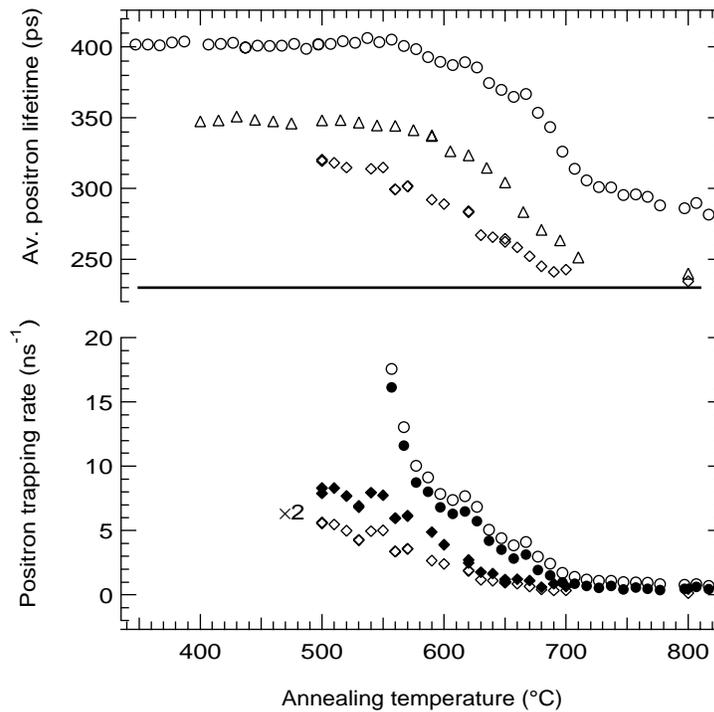


Abb. 5.9: Mittlere Positronenlebensdauer (oberes Feld) und Einfangraten (unteres Feld) in einfach-leerstellenartige Defekte (\bullet , \blacklozenge) und Leerstellenagglomerate (\circ , \diamond) als Funktion der Ausheiltemperatur, gemessen bei Raumtemperatur. Die undotierten GaAs-Proben wurden bei 400°C 10% (\circ , \bullet), 500°C 3% (\triangle) bzw. 800°C 10% (\diamond , \blacklozenge) jeweils in [110]-Richtung deformiert. Die Einfangraten in die Defekte der bei 800° verformten Probe sind zur Verbesserung der Darstellung verdoppelt worden.

liche Abkühlprozeduren nach der Deformation zurückzuführen. DANNEFAER *et al.* brechen die Ausheiluntersuchungen bei einer Ausheiltemperatur von 600°C ab. Das ist unverständlich, da die mittlere Positronenlebensdauer bei dieser Ausheiltemperatur noch weit über dem Bulkwert liegt.

In GaAs:Te wird der Beginn der Ausheilung bei 550°C beobachtet [KR94]. Die Ausheilstufe endet bei etwa 750°C, wobei die mittlere Positronenlebensdauer bei Raumtemperatur bei einer schwach deformierten Probe dem Wert der Referenzprobe entspricht, während sie bei einer stärker deformierten Probe deutlich darüber bleibt. Stärker bzw. schwächer deformiert bedeutet, daß die Spannung am Deformationsende und damit die Versetzungsdichte höher ($51 \times 10^{-7} \text{ cm}^{-2}$) bzw. niedriger ($6 \times 10^{-7} \text{ cm}^{-2}$) war. Diese Resultate decken sich mit den hier vorgestellten. Die mittlere Positronenlebensdauer der beiden schwächer verformten Proben nach Ausheilung bei 800°C entspricht fast der Bulklebensdauer.

Die Einfangraten wurden unter Fixierung der in den temperaturabhängigen Messungen gefundenen Defektlebensdauerkomponenten für einfachleerstellenartige Defekte und Leerstellencluster ermittelt. Die Einfangraten als Funktion der Ausheiltemperatur (Abb. 5.9) zeigen, daß beide Defektarten nahezu parallel ausheilen. Dafür gibt es zwei mögliche Erklärungen:

- i) Die Ausheilung wird durch das Beweglichwerden einer bestimmten Spezies, die mit beiden gefundenen Defektarten reagiert, realisiert.
- ii) Die beiden Defektarten sind miteinander assoziiert, zum Beispiel in der Art, daß beide an Versetzungen gekoppelt sind.

Zwischen diesen beiden Möglichkeiten kann anhand der vorliegenden Ergebnisse nicht unter-

schieden werden. Für eine Assoziation des einfachleerstellenartigen Defektes mit Versetzungen spricht der Vergleich mit der Elektronenbestrahlung. In elektronenbestrahltem undotiertem GaAs heilen Einfachleerstellen bereits bei 400 K aus [Pol97b], also bei deutlich niedrigeren als den hier gefundenen Temperaturen. Eine Lokalisierung der einfachleerstellenartigen Defekte im Bulk ist demzufolge unwahrscheinlich.

Die Ausheilung des einfachleerstellenartigen Defektes über einen sehr weiten Temperaturbereich kann am wahrscheinlichsten mit einer Umordnung der Versetzungsstruktur und damit verbundenen Verringerung des offenen Volumens in der Versetzungslinie erklärt werden. Möglicherweise ist auch die Ausheilung der Leerstellenagglomerate an eine Bewegung von Versetzungen gebunden.

Die nach Ausheilung bei 800°C immer noch stark gegenüber dem Bulkwert erhöhte mittlere Positronenlebensdauer der bei 400°C deformierten Probe zeigt, daß in dieser Probe thermisch äußerst stabile Defekte enthalten sind. Eine Zerlegung der Spektren zeigt, daß nach Ausheilung bei 800°C als einzige defektbezogene Lebensdauerkomponente die der Leerstellenagglomerate zu finden ist. Möglicherweise werden diese Leerstellenagglomerate in der bei 400°C deformierten Probe durch die hohe Versetzungsdichte stabilisiert, da Versetzungen als einzige Defektart eine so hohe thermische Stabilität aufweisen.

Temperaturabhängige Messungen

Zum genaueren Studium des Ausheilprozesses wurden nach einigen Ausheilschritten Positronenlebensdauerspektren als Funktion der Proben temperatur aufgenommen. Die Kurvenform der mittleren Positronenlebensdauer (Abb. 5.10) ändert sich dabei teilweise drastisch. Offensichtlich überlagert sich in den deformierten undotierten GaAs-Proben eine Vielzahl von Temperaturabhängigkeiten. Einige davon sind zu komplex, um sie im Einzelnen zu interpretieren. Es muß darauf hingewiesen werden, daß der Ausheilprozeß deformationsinduzierter Defekte in undotiertem GaAs bisher noch nicht so detailliert studiert wurde. In plastisch verformtem GaAs:Te wurden ebenfalls temperaturabhängige Positronen-Lebensdauer-Messungen nach verschiedenen Ausheilstufen durchgeführt [KR94]. Dort wird eine stetige Abflachung und Verschiebung zu niedrigeren Lebensdauerwerten der Kurve der mittleren Positronenlebensdauer als Funktion der Proben temperatur mit zunehmender Ausheiltemperatur gefunden. Allerdings waren die Temperaturschritte in den temperaturabhängigen Messungen wesentlich größer, so daß man sich kein so detailliertes Bild des Ausheilprozesses machen konnte.

Deutlich ist der Unterschied im Ausheilverhalten zwischen Deformation bei 500°C (Abb. 5.10(a)) und 800°C (Abb. 5.10(b)). Bei der ersten Probe wurde die Deformation im Easy-Glide abgebrochen, während die zweite Probe bis Stufe III der Spannungs-Dehnungs-Kurve deformiert wurde. Bei der Deformation bei 800°C findet parallel zur Generation der Punktdefekte bzw. -agglomerate deren Ausheilung statt. Das heißt, diese Probe ist während der Deformation von einer starken Dynamik geprägt.

Der auffälligste Unterschied ist, daß bei der bei 800°C verformten Probe die starke Temperaturabhängigkeit der mittleren Positronenlebensdauer bei wesentlich niedrigeren Ausheiltemperaturen verschwindet. Insgesamt ist der größere Anteil an der Ausheilung bei der bei 500°C verformten Probe zu höheren Temperaturen verschoben.

Deformation bei 500°C Bei der bei 500°C verformten Probe ist gut zu erkennen, daß der Sprung (siehe Abschn. 5.1.1) in der mittleren Positronenlebensdauer zwischen 620°C und 650°C verschwindet (Abb. 5.10(a)). Daraus kann jedoch nicht zwingend geschlußfolgert werden, daß der Defekt, der für den Sprung verantwortlich ist, bei dieser Temperatur ausheilt. Es ist möglich, daß die inneren Spannungen durch die Wärmebehandlung so weit abgebaut

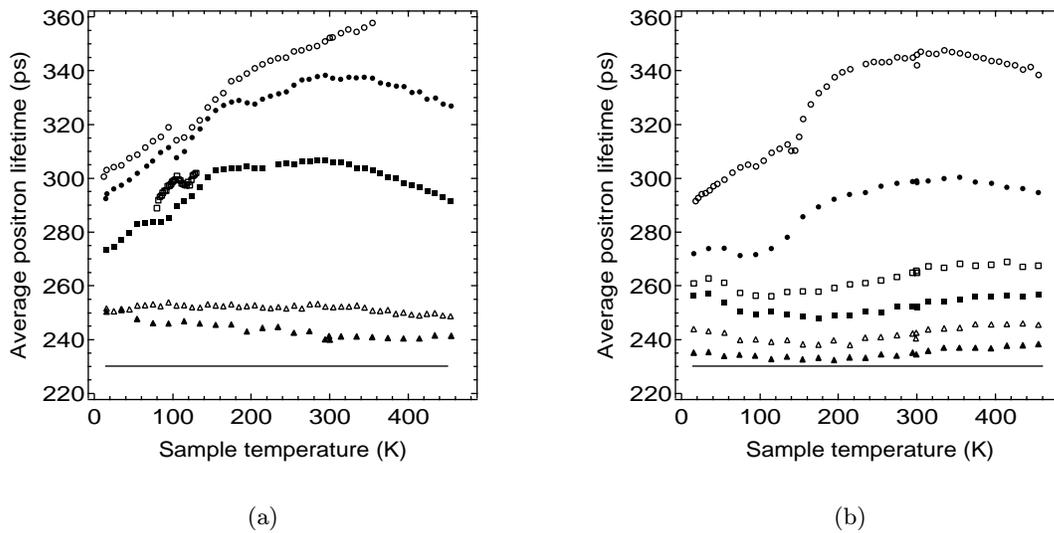


Abb. 5.10: Mittlere Positronenlebensdauer für undotiertes GaAs als Funktion der Probestemperatur vor Ausheilung (○) sowie nach Ausheilung bei 590°C (●), 620°C (□), 650°C (■), 710°C (△) und 800°C (▲). Die waagerechte Linie kennzeichnet die Bulklebensdauer. Deformation in [110]-Richtung (a) bei 500°C mit einer Dehnungsrate von $3.26 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ bis 3% Dehnung und (b) bei 800°C, Dehnungsrate $1.6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, 10% Dehnung.

sind, daß ein Übergang in den metastabilen Zustand nicht mehr möglich ist.

Nach Ausheilung bei 650° sind bei tiefen Temperaturen zwei Stufen des Anstiegs der mittleren Positronenlebensdauer mit zunehmender Probestemperatur zu beobachten. Es liegt die Vermutung nahe, daß zwei flache Positronenfallen mit unterschiedlicher Positronenbindungsenergie vorliegen, aus denen die Positronen in verschiedenen Temperaturbereichen entweichen. Eine Anpassung der mittleren Positronenlebensdauer nach dem Trappingmodell und Gl. 3.19 liefert für die erste Stufe eine Positronenbindungsenergie von $(10 \pm 3) \text{ meV}$, für die zweite $E_b = (42 \pm 3) \text{ meV}$. Eine Zuordnung der beiden flachen Positronenfallen zu Versetzungen bzw. Ga_{As}^- scheint sinnvoll.

Bei einer Ausheiltemperatur von 710°C ist die mittlere Positronenlebensdauer über den gesamten Temperaturbereich nahezu konstant. Bei dieser Ausheiltemperatur sind die Leerstellenagglomerate die dominierenden Einfangzentren, die Spektren sind zweikomponentig zu zerlegen. Daraus kann geschlußfolgert werden, daß die Temperaturabhängigkeit des Einfangkoeffizienten in die Leerstellenagglomerate schwach ist, was ja schon bei der Diskussion der temperaturabhängigen Messungen im deformierten Zustand vermutet wurde. Die flachen Positronenfallen sind bei 710°C Ausheiltemperatur nicht zu detektieren. In GaAs:Te heilen die flachen Positronenfallen, die Ga_{As}^- zugeordnet werden, zwischen 650°C und 700°C aus [KR94].

Nach Ausheilung bei 800°C steigt die mittlere Positronenlebensdauer zu tiefen Temperaturen an. Verstärkter Positroneneinfang in einen bestimmten Defekt verschiebt die mittlere Positronenlebensdauer in Richtung defektspezifischer Positronenlebensdauer.³ Das heißt, bei tiefen Temperaturen wird ein Defekt wirksam, dessen Positronenlebensdauer über 250 ps liegt.

³ Diese Aussage kann man sich leicht veranschaulichen, wenn man die Extremwerte des Einfangs, also kein Einfang bzw. vollständiger Einfang in den Defekt, betrachtet.

Ein Anstieg der mittleren Positronenlebensdauer zu tiefen Temperaturen wurde in Aluminium, das plastisch deformiert und anschließend getempert wurde, beobachtet [Pet96]. Er wird dort mit dem bei tiefen Temperaturen zunehmenden Einfang in Versetzungen erklärt.

Negativ geladene Leerstellen würden ebenfalls zu einem Anstieg der mittleren Positronenlebensdauer bei tiefen Temperaturen führen. Es ist aber unwahrscheinlich, daß Leerstellen bei so hohen Ausheiltemperaturen stabil sind. Versetzungen dagegen sind in Halbleitern wegen der hohen PEIERLS-Barriere thermisch sehr stabil.

Es kann geschlußfolgert werden, daß mehrere Indizien auf die Wirkung der Versetzungslinien als flache Positronenfallen hinweisen, wobei die Annihilation der Positronen in einem offenen Volumen stattfindet, das in etwa dem einer Einfachleerstelle entspricht. Mit zunehmender Ausheilung wird die Konzentration dieses offenen Volumens immer kleiner, so daß keine entsprechende Lebensdauerkomponente mehr aufgelöst werden kann. Diese Tatsache könnte mit einer Relaxation der Versetzungslinien erklärt werden.

Deformation bei 800°C Der starke Abfall der mittleren Positronenlebensdauer zu tiefen Probertemperaturen ist bereits nach Ausheilung bei 620°C nicht mehr zu beobachten. Daraus kann jedoch nicht geschlußfolgert werden, daß die flachen Positronenfallen bei dieser Temperatur bereits ausgeheilt sind. Da die mittlere Positronenlebensdauer nach Ausheilung bei 620°C bei Probertemperaturen über 300 K bis auf etwa 265 ps gesunken ist, wird sie durch den zusätzlichen Einfang in flache Positronenfallen bei tiefen Temperaturen nicht mehr so deutlich verringert.

Die Kurven zwischen 590°C und 650°C Ausheiltemperatur zeigen ein kompliziertes Temperaturverhalten der mittleren Positronenlebensdauer unterhalb von 100 K. Dieses Verhalten könnte mit dem konkurrierenden Einfang in verschiedene flache Positronenfallen, die eine unterschiedliche Positronenbindungsenergie und -lebensdauer aufweisen, erklärt werden. Ein Versuch, aus den vorliegenden Positronenlebensdauerermessungen auf deren Natur zu schließen, wäre sehr spekulativ. In Frage kommen wiederum Antistrukturdefekte und Versetzungen. Negativ geladene Leerstellen könnten ebenfalls den Temperaturverlauf der mittleren Positronenlebensdauer in diesem Temperaturbereich beeinflussen, wobei sich erneut die Frage stellt, ob diese bei so hohen Ausheiltemperaturen stabil sind. In elektronenbestrahltem undotiertem GaAs werden nach Ausheilung bei 300°C keine Leerstellen mehr detektiert [Pol97b].

Im Gegensatz zu der bei 500°C verformten Probe steigt nach allen Ausheilschritten über 620°C die mittlere Positronenlebensdauer mit zunehmender Meßtemperatur oberhalb von 200 K leicht an. Das ist ein Hinweis darauf, daß die Ga_{As}^- -Defekte in dieser Probe nicht vollständig ausheilen.

5.2 GaAs:Zn

5.2.1 Referenzmaterial

In der undeformierten Referenzprobe, GaAs:Zn mit einer Zinkkonzentration von $2.5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$, wird eine schwache Temperaturabhängigkeit der mittleren Positronenlebensdauer beobachtet (Abb. 5.11). In einem Temperaturbereich zwischen 100 K und 350 K beträgt die mittlere Positronenlebensdauer 228 ps und liegt damit unter der in undotiertem GaAs (Abschn. 5.1). Das Positronenlebensdauerspektrum ist im gesamten Temperaturbereich einkomponentig. Das gefundene Verhalten könnte mit dem Einfang in flache Positronenfallen, deren Annihilationsrate knapp über der im Bulk liegt, erklärt werden. LE BERRE *et al.* finden eine vergleichbare Temperaturabhängigkeit der mittleren Positronenlebensdauer in vergleichbar dotiertem GaAs:Zn, die sie der thermischen Ausdehnung bzw. der Positron-Phonon-

Kopplung zuschreiben [LB95]. Durch die thermischen Vibrationen wird das Gitter zeitweise stärker ausgedehnt, als es im Mittel der Fall ist. Die Zeitdauer dieser Ausdehnung ist größer als die Lebensdauer des Positrons, so daß die Positronen eine kleinere Elektronendichte als durch die andauernde Ausdehnung des Gitters hervorgerufene sehen [Sto78]. LE BERRE *et al.* geben jedoch keine Abschätzung der Größenordnung dieses Effektes an. In undotiertem GaAs wird keine vergleichbare Erhöhung der mittleren Positronenlebensdauer gefunden. Ist der Anstieg auf thermische Ausdehnung bzw. Positron-Phonon-Kopplung zurückzuführen, so müßte er auch in undotiertem GaAs zu finden sein. Betrachtet man weiterhin die Ergebnisse im deformierten GaAs:Zn im nächsten Abschnitt, so ist die Wirkung von Zinkatomen als flache Positronenfallen die wahrscheinlichere Ursache für den Temperaturverlauf der mittleren Positronenlebensdauer im Referenzmaterial.

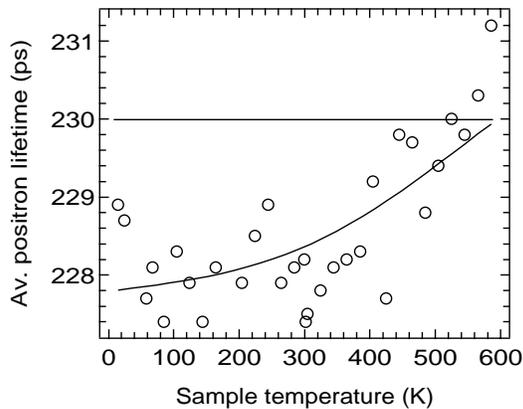


Abb. 5.11: Mittlere Positronenlebensdauer der GaAs:Zn-Referenzprobe. Die durchgezogene Kurve ist eine Glättung mit einer Standardabweichung von 1 ps, die waagerechte Linie repräsentiert die Bulk-Lebensdauer in undotiertem GaAs.

5.2.2 Deformierte Proben

Die mittlere Positronenlebensdauer für bei 400°C bis 10% Dehnung deformiertes GaAs:Zn (Abb. 5.12) beträgt bei tiefen Probertemperaturen (zwischen 50 K und 200 K) 231 ps, liegt also knapp über dem bei diesen Temperaturen im Referenzmaterial gefundenen Wert von 228 ps. Zu höheren Temperaturen steigt sie bis zur maximal möglichen Meßtemperatur von 630 K kontinuierlich konvex gekrümmt an. Unterhalb von 50 K ist ein sehr schwacher Anstieg der mittleren Positronenlebensdauer mit sinkender Temperatur zu beobachten.

Das Spektrum ist bis 200 K einkomponentig, bei höheren Temperaturen kann es zweikomponentig angepaßt werden. Bei oberflächlicher Betrachtung könnte man annehmen, daß bei tiefen Temperaturen kein Einfang in Defekte erfolgt und mit zunehmender Temperatur Positronen in Defekte eingefangen werden. Betrachtet man jedoch die nach dem Trapping-Modell berechnete Bulklebensdauer (zweites Feld von Abb. 5.12) im Temperaturbereich der zweikomponentigen Anpassung, so erkennt man, daß die Annahme nur eines Defektes falsch ist. Da nur zwei Lebensdauerkomponenten gefunden werden, ist die zweite (kleinere) Lebensdauerkomponente ebenfalls defektbezogen und nicht Annihilationen aus dem Bulk zuzuordnen. Das heißt, es liegt vollständiger Positroneneinfang vor.

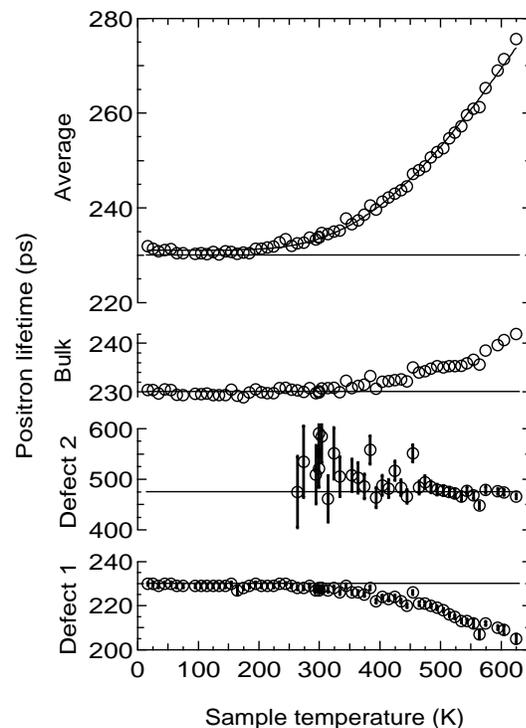
Die größere Positronenlebensdauerkomponente wird bei (473 ± 10) ps in Übereinstimmung mit einer unter gleichen Bedingungen deformierten undotierten GaAs-Probe (Abschn. 5.1) gefunden. Sie kann mit Leerstellenagglomeraten, in denen etwa 10 Leerstellen agglomeriert sind, identifiziert werden. Da vollständiger Positroneneinfang vorliegt, kann keine Einfangrate in diesen Defekt berechnet werden.

Die beobachtete Temperaturabhängigkeit der mittleren Positronenlebensdauer kann

entweder durch die Temperaturabhängigkeit des Einfangs in die Leerstellencluster oder in den anderen noch unbekanntem Defekt verursacht werden. Die Änderung der apparenten Positronenlebensdauer des unbekanntem Defektes ist ein Zeichen für das Entweichen der Positronen aus diesem Defekt bei höheren Temperaturen. Dieses Entweichen ist aber gerade das Charakteristikum einer flachen Positronenfalle, ebenso die Lebensdauer, die nahe beim Bulkwert liegt. Bei tiefen Temperaturen ist die Einfangrate in diese flachen Positronenfällen so groß, daß nahezu alle Positronen eingefangen werden. Mit zunehmendem thermisch aktiviertem Entweichen sinkt die apparente Positronenlebensdauer der diesem Defekt zuzuordnenden Komponente, und gleichzeitig können mehr Positronen in die Leerstellencluster eingefangen werden.

Durch eine Anpassung der mittleren Lebensdauer nach dem Trappingmodell mit Gl. 3.19 kann die Positronenbindungsenergie für die flachen Fallen ermittelt werden. Die Anpassung ergibt $E_b = (97.8 \pm 3.2)$ meV. Dieser Wert stimmt im Rahmen des Fehlers mit dem in elektronenbestrahltem GaAs:Zn gefundenen überein [Pol97b]. Er unterscheidet sich signifikant von dem in undotiertem GaAs gefundenen Wert von 40 meV, so daß auf eine andere Natur der flachen Positronenfällen geschlossen werden kann. Das FERMI-Niveau in GaAs:Zn liegt in jedem Fall tiefer als in undotiertem GaAs. Das bedeutet, daß intrinsische Punktdefekte nicht eine höhere negative Ladung als in undotiertem GaAs tragen können. Daraus kann geschlossen werden, daß als negativ geladene Ionen in GaAs:Zn wahrscheinlich die Zink-Akzeptoren wirken. In dieser Arbeit wurde erstmals deformiertes GaAs:Zn untersucht, so daß kein Vergleich mit Literaturdaten möglich ist.

Abb. 5.12: Mittlere Positronenlebensdauer (oberes Feld), Bulklebensdauer nach dem Trappingmodell (zweites Feld) und Defektlebensdauern (untere Felder) für deformiertes GaAs:Zn als Funktion der Probestemperatur. Die durchgezogene Kurve im oberen Feld entspricht einer Anpassung nach dem Trapping-Modell und Gl. 3.19. Die waagerechten Linien kennzeichnen die Bulk- bzw. gemittelte Defektlebensdauer. Die Probe wurde bei 400°C in $[110]$ mit einer Dehnungsrate von $1.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ bis 10% Dehnung deformiert.



Wegen der Wirkung der flachen Positronenfällen über den gesamten Temperaturbereich kann die Einfangrate in die Leerstellenagglomerate nicht direkt mit Hilfe des Trapping-Modells ausgerechnet werden. Es ist jedoch möglich, diese aus der Anpassung der mittleren Positronenlebensdauer als Funktion der Probestemperatur über Gl. 3.19 zu ermitteln. Geht man davon aus, daß tatsächlich die Zink-Akzeptoren die flachen Positronenfällen darstellen, so kann man die Positronenbindungsenergie und die Konzentration der flachen Positronenfällen

bei der Anpassung fixieren. Auf diese Weise ist eine ausreichend genaue Ermittlung der Einfangrate in die Leerstellencluster möglich. Man erhält eine Einfangrate von 10 ns^{-1} , woraus unter der Annahme einer Clustergröße von 10 \AA eine der Clusterkonzentration entsprechende Leerstellendichte von $2 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ resultiert. Dieser Wert ist von der Größenordnung der in undotiertem GaAs gefundenen Leerstellendichte (Abschn. 5.1.1).

5.3 GaAs:Te

5.3.1 Referenzmaterial

Das Probenmaterial, LEC-gezogenes GaAs:Te mit einer Ladungsträgerkonzentration von $2.5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ und einer Ladungsträgerbeweglichkeit von 2100 Vsm^{-1} , ist identisch mit dem in [KR94] verwendeten. Die dort gefundenen Ergebnisse konnten bestätigt werden. Im Referenzmaterial sind flache Positronenfallen, die Ga_{As}^- zugeordnet werden, sowie einfachleerstellenartige Defekte, für deren Struktur $\text{Te}_{\text{As}}\text{V}_{\text{Ga}}^-$ vorgeschlagen wird [KR94], vorhanden.

5.3.2 Deformierte Proben

Der Temperaturverlauf der mittleren Positronenlebensdauer und die Spektrenzerlegung für bei 500°C in $[110]$ -Richtung deformiertes GaAs:Te ähnelt der in undotiertem GaAs (Abb. 5.1). Bei tiefen Temperaturen (unter 200 K) liegt vollständiger Positroneneinfang vor, die Spektren sind zweikomponentig. Bei höheren Temperaturen ist eine dreikomponentige Zerlegung der Spektren möglich.

Die größte Lebensdauerkomponente beträgt $(486 \pm 10) \text{ ps}$ und kann dem Einfang in Leerstellencluster zugeordnet werden.

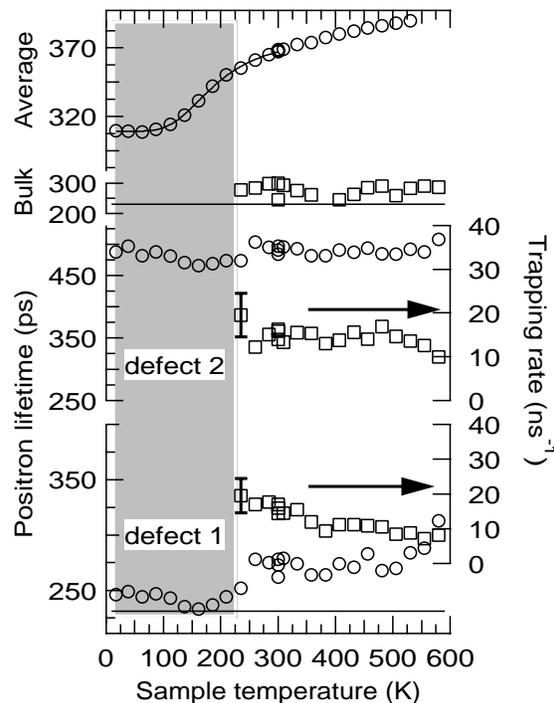


Abb. 5.13: Positronenlebensdauern und Einfangraten in deformiertem GaAs:Te als Funktion der Proben temperatur. Im hinterlegten Bereich zweikomponentige Anpassung. Das oberste Feld zeigt die mittlere Positronenlebensdauer. Die Linie entspricht einer Anpassung nach dem Trapping-Modell und Gl. 3.19. Im zweiten Feld ist die nach dem Trappingmodell berechnete Bulklebensdauer dargestellt, wobei der waagerechte Strich die gemessene Bulklebensdauer in undotiertem GaAs von 230 ps repräsentiert. Die beiden unteren Felder zeigen jeweils die Positronenlebensdauerkomponente des entsprechenden Defektes (\circ) und die Einfangrate (\square) in den Defekt. Die Probe wurde bei 500°C in $[110]$ mit einer Dehnungsrate von $2.5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ bis 8% Dehnung deformiert.

Die zweite Lebensdauerkomponente steigt von 250 ps bei tiefen Proben temperaturen auf $(270 \pm 10) \text{ ps}$ im Bereich der dreikomponentigen Zerlegung. Dieses Verhalten ist durch das Vorhandensein flacher Positronenfallen zu erklären.

Bei bisherigen Untersuchungen von deformiertem GaAs:Te wurden ebenfalls drei Lebensdauerkomponenten detektiert. Bei KRAUSE-REHBERG *et al.* [KR94] wird als zweite Lebensdauerkomponente in deformiertem GaAs:Te 255 ps gefunden. Eine solche Komponente wird jedoch schon im undeformierten Material gefunden, und der Einfang erhöht sich nur unmerklich durch die Deformation. Daraus wird geschlußfolgert, daß die Lebensdauerkomponente mit 255 ps mit Leerstellen-Dotieratom-Komplexen in Verbindung gebracht werden kann. Der hier ermittelte Wert von 270 ps für τ_2 liegt höher als der früher in deformiertem GaAs:Te gefundene Wert von 255 ps [KR94]. Die Ursache für diese Abweichung ist wahrscheinlich die Unsicherheit der dreikomponentigen Zerlegung bzw. die gegenüber [KR94] geänderte Quellkorrektur. Eine Positronenlebensdauer von 270 ps kann Defekten mit einem offenen Volumen, das einer Einfachleerstelle entspricht, zugeordnet werden.

Bei Deformation von GaAs:Se und GaAs:Si erhöht sich der Einfang für den leerstellenartigen Defekt durch die Deformation, dessen Lebensdauer mit 260 ps angegeben wird, und der bereits in den undotierten Referenzproben zu detektieren ist [Saa90]. SAARINEN *et al.* identifizieren die Lebensdauer von 260 ps mit Einfachleerstellen bzw. Defektkomplexen, die eine Einfachleerstelle enthalten, und schlußfolgern, daß die Konzentration der Einfachleerstellen durch die Deformation erhöht wird [Saa90]. Die in [Saa90] untersuchten Proben wurden jedoch bis zu 8% Dehnung bei 300°C bzw. 500°C deformiert, so daß zu vermuten ist, daß die Versetzungsdichte groß genug ist, um zu merklichem Positroneneinfang zu führen. Die von SAARINEN *et al.* gefundene zweite Lebensdauerkomponente resultiert wahrscheinlich aus einer Mischung aus den Komponenten der durch die Deformation eingebrachten Versetzungen und schon vor der Deformation vorhandenen Leerstellen. Vergleicht man die Ergebnisse von KRAUSE-REHBERG *et al.* [KR94] und SAARINEN *et al.* an deformiertem dotiertem GaAs, so wird deutlich, daß die Bildung isolierter Punktdefekte durch die Deformation unwahrscheinlich ist. Der Einfang in die einfachleerstellenartigen Defekte in [KR94] erhöhte sich durch die Deformation nur unwesentlich, obwohl die große Zahl erzeugter Leerstellencluster die Generation von Leerstellen belegt. Der entscheidende Unterschied zwischen den Proben, die in [Saa90] bzw. [KR94] untersucht wurden, ist wahrscheinlich die Versetzungsdichte.

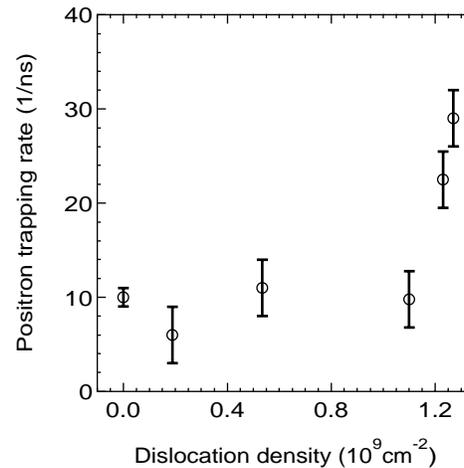


Abb. 5.14: Positroneneinfangrate in den einfachleerstellenartigen Defekt ($\tau_2 = 270$ ps) in GaAs:Te als Funktion der Versetzungsdichte.

Abb. 5.14 zeigt die Positroneneinfangrate für den einfachleerstellenartigen Defekt als Funktion der Versetzungsdichte, die mittels Gl. 2.9 abgeschätzt wurde, für Proben, die zu verschiedenen Dehnungen verformt wurden. Es zeigt sich deutlich, daß erst ab einer bestimmten Versetzungsdichte der Positroneneinfang in die leerstellenartigen Defekte ansteigt. Damit ist ein wichtiger Hinweis gegeben, daß tatsächlich die Versetzungen als Positronenfallen wirken, und daß auf der Versetzungslinie bzw. in deren unmittelbarer

Umgebung offene Volumina von der Größe einer Leerstelle existieren. Die Tatsache, daß die Positronen im Vergleich zum undotierten GaAs erst bei höheren Versetzungsdichten die Versetzungen erreichen, ist mit der durch den Einfang in die $\text{Te}_{\text{As}}\text{V}_{\text{Ga}}^-$ -Komplexe reduzierten Diffusionsweglänge zu erklären.

Der starke Abfall der mittleren Positronenlebensdauer zu tiefen Temperaturen kann mit dem Einfang in flache Positronenfallen erklärt werden. Eine Anpassung mit Hilfe des Trapping-Modells und Gl. 3.19 ergibt in Übereinstimmung mit früheren Ergebnissen [KR94] eine Positronenbindungsenergie von (40 ± 3) meV. Die Übereinstimmung mit dem Wert in undotiertem GaAs läßt schließen, daß die flachen Positronenfallen von identischer Natur sind. In GaAs:Te wird, im Gegensatz zu undotiertem GaAs, für alle Proben eine übereinstimmende Positronenbindungsenergie gefunden. Das FERMI-Niveau in GaAs:Te liegt über dem in undotiertem GaAs, wird allerdings durch die bei der Deformation eingebrachten tiefen Niveaus [Ger86, Krü92a] in Richtung Valenzbandkante verschoben. Der Gallium-Antistrukturdefekt sollte also wie in undotiertem GaAs negativ oder doppelt negativ geladen sein, so daß er als flache Positronenfälle wirken kann. Versetzungen sind entweder nicht in ausreichender Dichte vorhanden, oder die abweichende Lage des FERMI-Niveaus führt zu einer anderen Ladung der Versetzungslinien, so daß diese nicht, wie im undotierten GaAs vermutet, als flache Positronenfallen wirken können.

5.4 Silizium

Die Positronenlebensdauerspektren der Siliziumproben wurden sowohl bei Raumtemperatur als auch als Funktion der Proben temperatur zwischen 15 K und 475 K aufgenommen. Hier sollen jedoch nur die Raumtemperaturmessungen vorgestellt werden, da die Bestimmung der Konzentration der bei der Deformation erzeugten Punktdefekte im Vordergrund steht. Bei der Deformation werden primär Leerstellen und Zwischengitteratome generiert. Durch temperaturabhängige Messungen wäre es unter Umständen möglich, die Zwischengitteratome als flache Positronenfallen nachzuweisen, wenn diese eine negative Ladung tragen. Zwischengitteratome sind jedoch bei Raumtemperatur ausgeheilt [Bou89], so daß Leerstellen bzw. deren Agglomerate in Si im Gegensatz zu GaAs die einzigen deformationsinduzierten Punktdefekte darstellen, die der Untersuchung mit PAS zugänglich sind. Defekte mit offenem Volumen sind, wenn in ausreichender Konzentration vorhanden, auch bei Raumtemperatur mit Hilfe der PAS nachzuweisen. Es ist eine Temperaturabhängigkeit der Einfangrate in Einfach- und Doppelleerstellen in Silizium zu erwarten [Pol97a]. Zur Bestimmung der relativen Defektdichte reicht jedoch die Messung bei einer bestimmten Temperatur aus, da der Trappingkoeffizient einen festen Wert für eine Temperatur annimmt.

5.4.1 FZ-Silizium

In allen verformten Proben wird eine gegenüber dem Bulkwert von 218 ps [KR93a] erhöhte mittlere Positronenlebensdauer festgestellt, so daß auf die Generation von Defekten mit offenem Volumen durch die Deformation geschlossen werden kann.

Die Zerlegung der Positronenlebensdauerspektren unterscheidet sich für Proben, die mit niedrigen Dehnungsraten verformt wurden ($\leq 1.2 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$), von denen mit hoher Dehnungsrate ($\geq 4.8 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$). In den mit niedrigen Dehnungsraten deformierten Proben können die Spektrum mit zwei Positronenlebensdauerkomponenten angepaßt werden. Für die defektbezogene Lebensdauerkomponente wird $\tau_3 = (470 \pm 15)$ ps ermittelt.

Die Positronenlebensdauerspektren in den mit hohen Dehnungsraten verformten Proben

liefern nur bei Anpassung mit drei Lebensdauerkomponenten eine befriedigende Varianz. Als defektspezifische Lebensdauerkomponenten werden $\tau_2 = (300 \pm 20)$ ps und $\tau_3 = (600 \pm 50)$ ps erhalten.

Die Zerlegung der Spektren der bei hohen Dehnungsraten verformten Proben stimmt im Rahmen des Fehlers mit den in bei 390°C deformiertem FZ-Si:P [KR93a] gefundenen Lebensdauerkomponenten überein. Die Positronenlebensdauerkomponente τ_3 von 600 ps kann Leerstellenagglomeraten zugeordnet werden. Im Gegensatz zu GaAs wird in Silizium keine systematische Abhängigkeit der Positronenlebensdauer in den Leerstellenagglomeraten von der Deformationstemperatur beobachtet, so daß nicht entschieden werden kann, ob die Positronenlebensdauer von 600 ps dem Sättigungswert entspricht, wodurch keine obere Grenze für die Größe der Leerstellenagglomerate angegeben werden kann. Theoretischen Berechnungen der Positronenlebensdauer in Leerstellenagglomeraten in Silizium ergeben als größten Wert ≈ 400 ps [Pus88, Sai96, Hak98]. DANNEFAER *et al.* geben für die Fünffachleerstelle in Silizium eine Positronenlebensdauer von (505 ± 20) ps an [Dan83b], während KRAUSE-REHBERG *et al.* annehmen, daß die nach Deformation in FZ-Si gefundenen Leerstellencluster aus mindestens 10 Leerstellen bestehen [KR93a]. DANNEFAER *et al.* finden bei der Untersuchung von deformiertem FZ-Si:B (p-Typ) eine Lebensdauerkomponente von 520 ps, die sie Sechsfachleerstellen zuordnen [Dan83a]. Dieselbe Zuordnung trifft POGREBNIYAK, der in Si, das mit Protonen hoher Stromdichte bestrahlt wurde, $\tau_3 = (515 \pm 15)$ ps findet [Pog84].

Mit der Methode der ESR wurde in FZ-Silizium, das bei 390°C nach Vordeformation bei 750°C verformt wurde, ein Spektrum gefunden, das mit einer Fünffachleerstelle identifiziert wird [Bro87]. Das Signal verschwindet jedoch bereits bei einer Ausheiltemperatur von 450°C . Dies ist gerade die Temperatur, bei der der Positroneneinfang in die mit PAS gefundenen Leerstellenagglomerate zunimmt [KR93a] (Abb. 5.15). Eine mögliche Interpretation dieser Tatsache wäre, daß die Abnahme der ESR-Intensität bei über 400°C nicht durch eine Auflösung der Fünffachleerstellen, sondern durch eine Veränderung der Konfiguration oder durch Bildung größerer Agglomerate verursacht wird. Dabei nimmt allerdings der Positronentrappingkoeffizient in etwa in dem Maß zu, wie die Konzentration der Agglomerate abnimmt, so daß der in [KR93a] beobachtete starke Anstieg der Trappingrate nicht erklärt werden kann. KRAUSE-REHBERG *et al.* vermuten, daß die nach der Deformation in der Probe vorhandenen inneren Spannungen dazu führen, daß die Versetzungen bei einer bestimmten Temperatur beweglich werden [KR93a]. Bei ihrer Bewegung durch die inneren Spannungen erzeugen die Versetzungen wie bei der eigentlichen Deformation weitere Punktdefekttagglomerate.

Der Wert von 300 ps für die zweite Lebensdauerkomponente deutet auf einen Defekt hin, dessen offenes Volumen mit dem einer Einfachleerstelle zu vergleichen ist. Zur genaueren Identifikation dieses Defektes wurde an einer Probe ein isochrones Ausheilexperiment durchgeführt (Abb. 5.15). Es zeigt sich ein Verhalten, das dem in deformiertem GaAs gefundenen ähnelt (Abb. 5.9). Die Leerstellenagglomerate und die einfachleerstellenartigen Defekte heilen nahezu parallel aus. Dasselbe Verhalten wurde schon vorher in plastisch deformiertem FZ-Si:P gefunden [KR93a]. Der Anstieg der mittleren Positronenlebensdauer bei Ausheiltemperaturen zwischen 450°C und 600°C ist nicht so ausgeprägt wie in [KR93a]. Als Ursache für den Anstieg wird eine Versetzungsbewegung und daraus folgende Punktdefektgeneration aufgrund innerer Spannungen nach der Deformation vermutet [KR93a]. Die Deformation in [KR93a] wurde statisch bei einer Spannung von 200 MPa durchgeführt, während die Endspannung der in Abb. 5.15 untersuchten Probe lediglich 35 MPa betrug, womit der geringere Anstieg der mittleren Positronenlebensdauer beim Erwärmen der Probe erklärt werden kann. Aufgrund

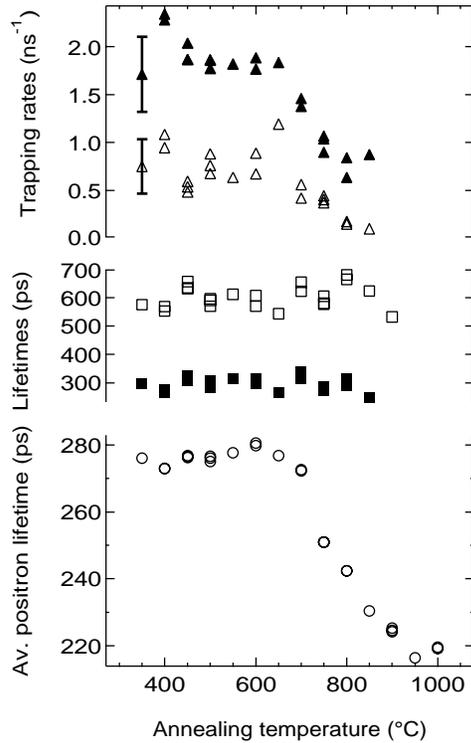


Abb. 5.15: Mittlere Positronenlebensdauer (unteres Feld), defektbezogene Positronenlebensdauerkomponenten (mittleres Feld) und Einfangraten in die jeweiligen Defekte (oberes Feld) als Funktion der Ausheiltemperatur in deformiertem FZ-Si:P (Deformationstemperatur 850°C, 4% Dehnung, Dehnungsrate $9.5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, Orientierung [213]). Offene bzw. geschlossene Symbole der Einfangrate korrespondieren mit den entsprechenden offenen bzw. geschlossenen Symbolen der Lebensdauerkomponenten. Isochrone Ausheilung mit einer Temperaturzeit von 30 min.

des Ausheilverhaltens wird die Positronenlebensdauerkomponente in τ_2 dem Einfang in Versetzungen bzw. mit den Versetzungen assoziierte Leerstellen zugeordnet. KRAUSE-REHBERG *et al.* identifizieren die Positronenlebensdauerkomponente $\tau_2 = 300 \text{ ps}$ mit Annihilationen in Versetzungen [KR93a].

Das Fehlen von τ_2 bei niedrigen Deformationsraten kann mit der geringeren Versetzungsdichte in diesen Proben erklärt werden. Die Versetzungsdichte in den bei niedrigen Dehnungsraten verformten Proben beträgt nach Gl. 2.9 mit $\mu = 79.62 \text{ GPa}$ [H. 64] und $b = \sqrt{1/2}a$ mit $a = 5.43 \text{ \AA}$ [God74] $(1 \pm 0.2) \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$. Der mittlere Abstand zwischen den Versetzungen beträgt dann $\approx 1 \mu\text{m}$, so daß nur ein sehr kleiner, nicht mehr zu detektierender Anteil der Positronen die Versetzungen auf ihrem Diffusionsweg erreichen können.

5.4.2 Cz-Silizium

Die mittlere Positronenlebensdauer ist in allen deformierten Proben gegenüber dem Bulkwert von 218 ps [KR93a] deutlich erhöht, Positroneneinfang in Defekte mit offenem Volumen anzeigend. Bei der Zerlegung der Positronenlebensdauerspektren können die Proben nach der Deformationstemperatur in zwei Gruppen eingeteilt werden: Bei Deformationstemperaturen unter 800°C liefert nur die Anpassung mit drei Lebensdauerkomponenten eine befriedigende Varianz. Es werden zwei defektspezifische Lebensdauerkomponenten $\tau_2 = (285 \pm 20) \text{ ps}$ und $\tau_3 = (485 \pm 30) \text{ ps}$ gefunden (Abb. 5.16(a)).

Bei Deformationstemperaturen über 800°C unterscheidet sich die Varianz der Anpassung sowohl bei drei als auch bei zwei Lebensdauerkomponenten nur unwesentlich. Eine freie dreikomponentige Anpassung liefert keine physikalisch sinnvollen Ergebnisse. Fixiert man jedoch die bei tieferen Temperaturen gefundenen 285 ps, so wird eine zweite Lebensdauerkomponente zwischen 400 ps und 470 ps mit geringer Intensität aufgelöst. Bei

zweikomponentiger Anpassung beträgt die defektspezifische Positronenlebensdauerkomponente 320 – 360 ps (Abb. 5.16(a)).

Die zweite defektspezifische Lebensdauerkomponente kann bei Deformation unter

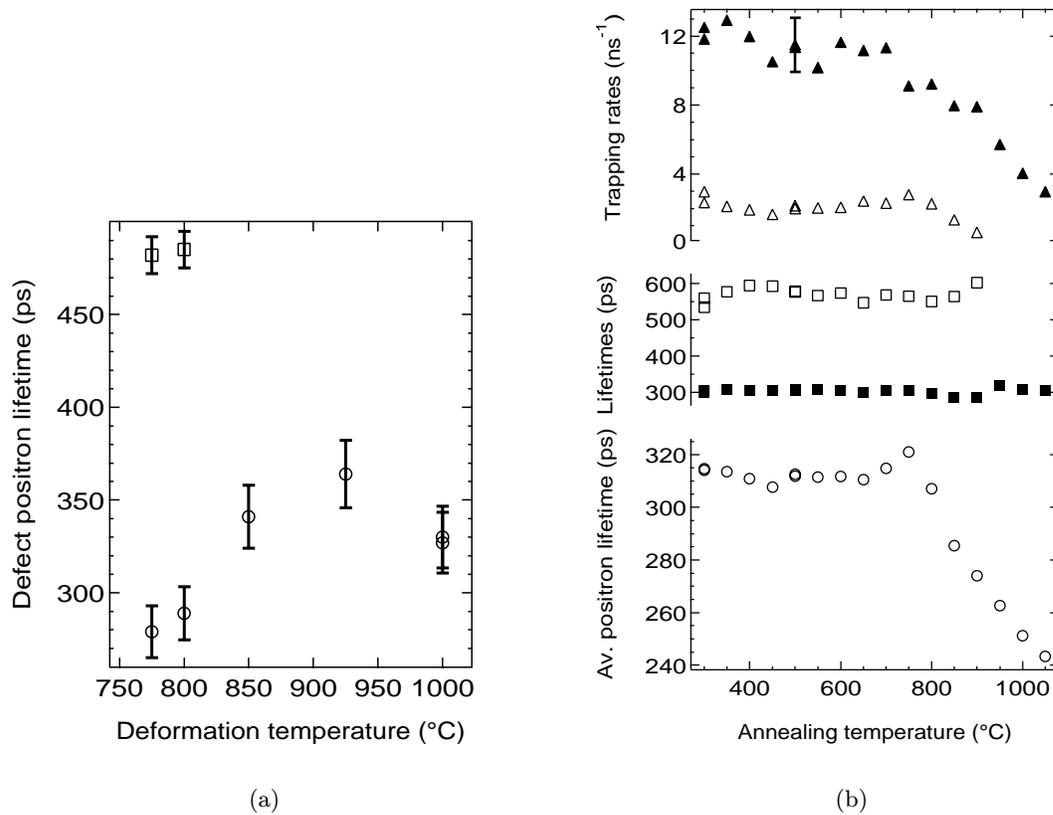


Abb. 5.16: a) Defektspezifische Positronenlebensdauern τ_1 (\circ) und τ_2 (\square) als Funktion der Deformationstemperatur in deformiertem Cz-Si:P. Die Proben wurden in [110]-Richtung bis 3.5% Dehnung verformt. b) Mittlere Positronenlebensdauer (unteres Feld), defektbezogene Lebensdauerkomponenten (mittleres Feld) und Positroneneinfangraten (oberes Feld) in die entsprechenden Defekte als Funktion der Ausheiltemperatur für die bei 800°C deformierte Probe aus (a). Offene und geschlossene Symbole gehören jeweils zueinander. Die Temperzeit betrug jeweils 30 min.

800°C eindeutig mit Annihilationen in einem Defekt, dessen offenes Volumen dem einer Einfachleerstelle entspricht, identifiziert werden. Der Wert von 285 ps befindet sich in sehr guter Übereinstimmung mit dem in elektronenbestrahltem Cz-Silizium [Pol97a] gefundenen. Die isolierten Einfachleerstellen in elektronenbestrahltem Cz-Si heilen jedoch bereits unter 300 K aus bzw. bilden Doppelleerstellen, die wiederum unter 700 K Ausheiltemperatur verschwinden [Pol97a]. Demzufolge kann mit großer Wahrscheinlichkeit die Lebensdauerkomponente $\tau_2 = (285 \pm 20)$ ps Versetzungen zugeordnet werden. Diese Interpretation wird durch die durchgeführten Ausheiluntersuchungen bestätigt (Abb. 5.16(b)). Der Positroneneinfang in den einfachleerstellenartigen Defekt nimmt über einen sehr breiten Temperaturbereich kontinuierlich ab. Daraus kann geschlossen werden, daß es nicht *eine* Aktivierungsenergie zur Ausheilung wie im Fall von Punktdefekten, sondern einen Bereich von Aktivierungsenergien gibt. Ein solcher Bereich könnte gut mit dem lokalen Spannungsfeld durch die Versetzungen erklärt werden, das die Aktivierungsenergie senkt oder erhöht. Selbst bei der

größtmöglichen Ausheiltemperatur von 1050°C ist der einfachleerstellenartige Defekt nicht vollständig ausgeheilt.

Der bei zweikomponentiger Auswertung der Spektren für über 800°C deformierte Proben gefundene Lebensdauerwert von $320 - 360$ ps entspricht berechneten Positronenlebensdauern in Leerstellenagglomeraten aus 3 bis 5 Leerstellen [Hak98]. Es ist jedoch auch möglich, daß eine Mischung einer Komponente mit 285 ps und einer Komponente mit 480 ps und kleiner Intensität zu der gefundenen Positronenlebensdauer führt. Mit Sicherheit kann nur die Aussage getroffen werden, daß sehr wenige größere Leerstellenagglomerate in den bei über 800°C verformten Proben enthalten sind.

Wie Abb. 5.16(b) zeigt, findet im Temperaturbereich zwischen 800°C und 900°C gerade die Ausheilung der Leerstellenagglomerate statt. Damit kann das Fehlen der Leerstellenagglomerate bei höheren Deformationstemperaturen erklärt werden. Offensichtlich zerfallen die Leerstellencluster bei Deformationstemperaturen ab 850°C schneller, als sie bei der Dehnungsrate von $1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ gebildet werden.

Um zu überprüfen, ob die Lebensdauerkomponente τ_3 auf die Bildung von Positronium zurückzuführen ist, wurden Positronenlebensdauermessungen im Magnetfeld am IRES Srasbourg durchgeführt. Positronium ist ein gebundener Zustand aus einem Positron und einem Elektron. Das Orthopositronium ist durch einen parallelen, das Parapositronium durch einen antiparallelen Spin der beiden Teilchen gekennzeichnet. Die mittlere Lebensdauer von Orthopositronium beträgt im Vakuum 142 ns, während das Parapositronium eine Lebensdauer von 124 ps hat [Mog95]. Im Festkörper annihiliert das Orthopositronium hauptsächlich mit einem Elektron seiner Umgebung (*Pick-off-Annihilation* mit einer mittleren Lebensdauer von 1 ns bis 5 ns [Mog95]). Im magnetischen Feld werden neue Eigenzustände aus den Zuständen des Ortho- und Parapositroniums gebildet [Hyo95]. Dieser Effekt kann genutzt werden, um Positroniumbildung nachzuweisen. Bei den Positronenlebensdauermessungen der deformierten Siliziumproben im Magnetfeld blieb jedoch die Lebensdauerkomponente τ_3 unverändert, so daß eine Positroniumbildung ausgeschlossen werden kann. In neutronenbestrahltem Si wurde eine Positronenlebensdauerkomponente von (515 ± 15) ps gefunden [Pog84]. Aus ACAR⁴-Messungen unter bzw. ohne Wirkung eines magnetischen Feldes wird diese Lebensdauerkomponente der Annihilation von Orthopositronium in Leerstellenagglomeraten von der Dimension 5 \AA bis 14 \AA zugeordnet. Von ähnlicher Größe werden die Leerstellenagglomerate nach Deformation vermutet.

5.5 Metalle

Die Motivation für die Untersuchung der Metalle war die ursprüngliche Annahme⁵, daß bei Deformation bei Temperaturen, bei denen Leerstellen unbeweglich sind, deren Clusterung vermieden werden könnte. Da die aus der Literatur bekannten Positronenlebensdauern in Leerstellen bzw. Versetzungen⁶ nahezu gleich sind, sollten Ausheiluntersuchungen zur Differenzierung zwischen diesen beiden Defekten dienen.

⁴ Angular Correlation of Annihilation Radiation, eine Methode der PAS, bei der die Abweichung der bei der Annihilation entstehenden γ -Quanten von der Kolinearität gemessen wird, um Rückschlüsse auf den Impuls von Positron und Elektron ziehen zu können

⁵ Diese Annahme stellte sich jedoch als falsch heraus, wie in Abschn. 7.1 ausführlich diskutiert.

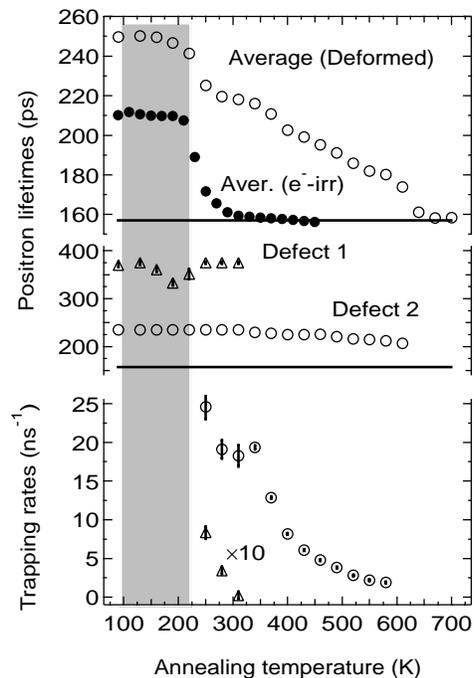
⁶ Voraussetzung ist, daß die Versetzungen ein entsprechendes offenes Volumen aufweisen

5.5.1 Aluminium

Die mittlere Positronenlebensdauer als Funktion der Ausheiltemperatur (Abb. 5.17) von bei 77 K 20% verformtem Aluminium zeigt zwei deutliche Ausheilstufen zwischen 220 K und 300 K sowie bei 600 K. Die zum Vergleich herangezogene mittlere Lebensdauer in bei 4 K elektronenbestrahltem Aluminium [Pet98] zeigt eine Ausheilstufe zwischen 220 K und 300 K.

Bis zur Ausheiltemperatur von 200 K liegt in der deformierten Probe vollständiger Positroneneinfang in Defekte vor, die Spektren sind mit zwei Lebensdauerkomponenten anzupassen. Die größere Lebensdauerkomponente beträgt (350 ± 30) ps. Sie kann Annihilationen in Leerstellenagglomeraten zugeordnet werden, die zwischen 6 und 13 Leerstellen enthalten [Pus83]. Die kleinere Lebensdauerkomponente beträgt 235 ps. Diese Lebensdauer ist etwas kleiner als die für eine Einfachleerstelle berechnete [Pus83] und entspricht dem für elektronenbestrahltes Al gefundenen Wert [Pet98].

Abb. 5.17: Mittlere Positronenlebensdauer für deformiertes und elektronenbestrahltes [Pet98] Aluminium (oberes Feld) sowie die Lebensdauerkomponenten (mittleres Feld) und Einfangraten (unteres Feld) in die jeweiligen Defekte der deformierten Probe als Funktion der Ausheiltemperatur. Im grau hinterlegten Bereich zweikomponentige Auswertung. Die Deformationstemperatur betrug 77 K, die Gesamtdehnung 15%. Die Messungen wurden bei 90 K durchgeführt.



Bei Ausheiltemperaturen über 220 K ist das Positronenlebensdauerspektrum der deformierten Probe dreikomponentig, wobei eine Lebensdauerkomponente Annihilationen aus dem Bulk zugeordnet werden kann. In diesem Fall können die Positroneneinfangraten in die Defekte berechnet werden. Diese zeigen (unteres Feld in Abb. 5.17), daß in dem Temperaturbereich zwischen 220 K und 300 K die Leerstellenagglomerate vollständig ausheilen. Oberhalb von 300 K ist im deformierten Aluminium nur noch eine defektspezifische Lebensdauerkomponente zu detektieren. Da Einfachleerstellen in diesem Temperaturbereich ausgeheilt sind [Pet98], muß diese Lebensdauerkomponente Versetzungen zugeordnet werden. Diese Interpretation wird durch die Tatsache gestützt, daß die Ausheilung des einfachleerstellenartigen Defektes über einen großen Temperaturbereich vonstatten geht. In diesem Temperaturbereich sinkt auch die defektspezifische Lebensdauer stetig, was gut mit einer Änderung der Versetzungskonfiguration erklärt werden kann.

5.5.2 Kupfer

Das obere Feld von Abb. 5.18 zeigt die mittlere Positronenlebensdauer als Funktion der Ausheiltemperatur für Kupfer, das bei 77 K 5% deformiert bzw. bei 4 K mit Elektronen bestrahlt wurde. Die Anpassung der Positronenlebensdauerspektren der deformierten Probe zu Beginn der Ausheilung ergibt drei Lebensdauerkomponenten. Neben der Lebensdauerkomponente, die Annihilationen im defektfreien Volumen zugeordnet werden kann, sind zwei defektspezifische Komponenten aufzulösen, $\tau_2 = (170 \pm 5)$ ps und $\tau_3 = (500 \pm 100)$ ps. Die Intensität der Lebensdauerkomponente τ_3 liegt bei etwa 2%, worin der große Fehler in der Positronenlebensdauer begründet ist. Eine allgemeine Erfahrung bei der Spektrenanpassung ist, daß die Positronenlebensdauern bei sehr kleiner Intensität der entsprechenden Komponente überschätzt werden. Das heißt, daß der tatsächliche Wert für τ_3 wahrscheinlich etwas kleiner ist als 500 ps.

In der elektronenbestrahlten Probe ist bis zu einer Ausheiltemperatur von 220 K nur eine defektspezifische Positronenlebensdauerkomponente mit $\tau_2 = (167 \pm 1)$ aufzulösen, die Einfachleerstellen zugeordnet werden kann.

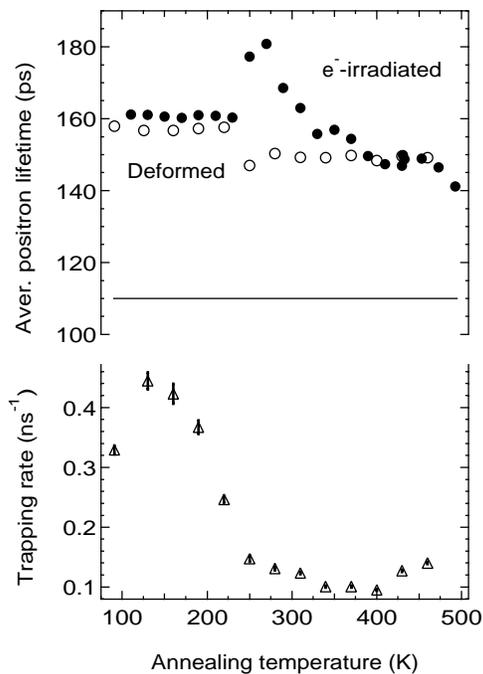


Abb. 5.18: Mittlere Positronenlebensdauer (oberes Feld) für Kupfer, das bei 77 K 5% deformiert bzw. bei 4 K mit Elektronen bestrahlt wurde. Die waagerechte Linie repräsentiert die Positronenlebensdauer in defektfreiem Kupfer. Das untere Feld zeigt die Positroneneinfangrate in Leerstellenagglomerate in der deformierten Probe. Die Meßtemperatur beträgt 90 K.

Bei einer Ausheiltemperatur von 250 K ist sowohl in der deformierten als auch in der elektronenbestrahlten Probe eine deutliche Änderung der mittleren Positronenlebensdauer zu beobachten. Während in der deformierten Probe die mittlere Positronenlebensdauer kleiner wird, steigt sie in der elektronenbestrahlten Probe an. Wie die Anpassung der Spektren für die elektronenbestrahlte Probe zwischen 250 K und 300 K (Ausheiltemperatur) zeigt, ist der Anstieg der mittleren Positronenlebensdauer auf eine Agglomeration der beweglich gewordenen Leerstellen zurückzuführen: Es wird eine dritte Lebensdauerkomponente $\tau_3(250 \pm 15)$ ps gefunden.

Im unteren Feld von Abb. 5.18 ist die Positroneneinfangrate in die Leerstellenagglomerate als Funktion der Ausheiltemperatur der deformierten Probe dargestellt. Um die Streuung der Werte zu reduzieren, wurden die Positronenlebensdauerkomponenten τ_2 und τ_3 bei der Anpassung fixiert. Es ist zu erkennen, daß sich der größte Teil der Leerstellenagglomerate zwischen 200 K und 270 K auflöst.

Der Unterschied im Agglomerationsverhalten zwischen der deformierten und der elektronenbestrahlten Probe hat seine Ursache in der wesentlich größeren Versetzungsdichte nach Deformation. Die Leerstellen, die bei der Auflösung der Leerstellenagglomerate in der verformten Probe frei werden, annihilieren an Versetzungslinien, bevor sie, wie in der elektronenbestrahlten Probe, neue, kleinere Agglomerate bilden können. Damit ist die Eigenschaft der Versetzungen, als Senken für Leerstellen zu wirken, gezeigt.

5.5.3 Silber

Ein dem im Kupfer ganz analoges Verhalten wird bei der Ausheilung von bei tiefen Temperaturen deformiertem bzw. elektronenbestrahltem Silber gefunden.

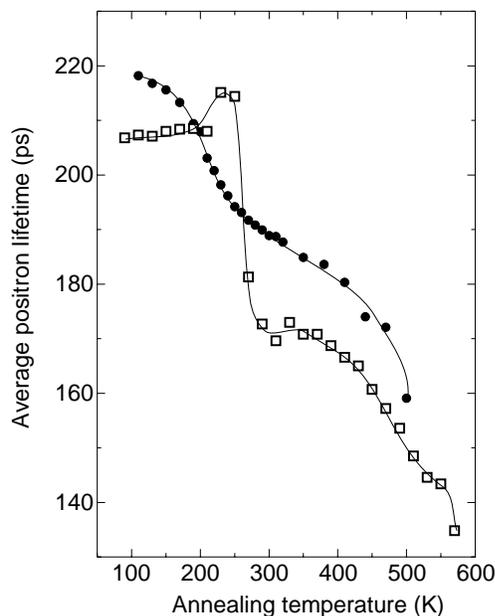


Abb. 5.19: Mittlere Positronenlebensdauer für bei 77 K 30% deformiertes (●) bzw. bei 4 K elektronenbestrahltes (□) Aluminium als Funktion der Ausheiltemperatur, gemessen bei 90 K [Pet98].

Die mittlere Positronenlebensdauer als Funktion der Ausheiltemperatur (Abb. 5.19) zeigt in der elektronenbestrahlten Probe oberhalb von 250 K einen Anstieg, während sie in der deformierten Probe bei dieser Temperatur deutlich kleiner wird. Die Ausheilstufe ist nicht so ausgeprägt wie in deformiertem Kupfer (vgl. Abb. 5.18), die prinzipielle Übereinstimmung ist aber offensichtlich. Vergleicht man die Ausheilkurven nach Deformation bzw. Elektronenbestrahlung, so fällt auf, daß nach Elektronenbestrahlung die Ausheilstufen wesentlich schärfer sind als nach Deformation. Die Ursache dafür könnten die inhomogen verteilten Spannungsfelder der Versetzungen sein. Es ist vorstellbar, daß die Energiebarriere zur Leerstellenwanderung durch die Spannungsfelder lokal abgesenkt bzw. angehoben wird. Eine weitere Ursache für die breiten Ausheilstufen nach Deformation könnte eine Relaxation bzw. Reorganisation der Versetzungen sein.

5.6 Zusammenfassung

In allen Proben (mit der Ausnahme des bei hohen Temperaturen verformten Siliziums), das heißt, sowohl in den bei niedrigen Temperaturen deformierten Metallen als auch in den bei hohen Temperaturen verformten Halbleitern, wurden nach der Deformation Leerstellenagglomerate, die wahrscheinlich aus 10 bis 50 Leerstellen bestehen, gefunden. Während die

Leerstellenagglomerate in den Metallen bei der Temperatur, bei der Leerstellen beweglich werden, zerfallen, sind sie in den Halbleiterkristallen thermisch stabiler.

Neben den Leerstellenagglomeraten konnten Defekte nachgewiesen werden, die ein offenes Volumen aufweisen, das dem einer Einfachleerstelle entspricht. Aufgrund ihres Ausheilverhaltens kann für diese Defekte vermutet werden, daß sie mit Versetzungen assoziiert sind, das heißt, nicht isoliert im Kristallvolumen vorliegen. Mit Versetzungen assoziiert heißt, daß entweder im Versetzungskern entsprechende offene Volumina vorhanden sind oder Einfachleerstellen im Spannungsfeld der Versetzungen stabilisiert werden. Denkbar ist zum Beispiel, daß im Bereich der Gitterdilatation einer Stufenversetzung die Bildung von Leerstellen energetisch günstig ist.

In GaAs konnten darüber hinaus Defekte nachgewiesen werden, die kein offenes Volumen besitzen und durch eine Positronenbindungsenergie von der Größenordnung thermischer Energien gekennzeichnet sind. Diese flachen Positronenfallen werden mit dem Antistrukturdefekt $\text{Ga}_{\text{As}}^{-x}$ bzw. mit Versetzungen identifiziert.

In GaAs wurde ein bistabiler Defekt gefunden, der in der metastabilen Konfiguration wahrscheinlich eine Leerstelle enthält. Der Übergang von der metastabilen zur stabilen Konfiguration geschieht bei derselben Temperatur wie beim EL2-Defekt. Anders als beim EL2, bei dem zum Übergang in den metastabilen Zustand Energiezufuhr durch Licht notwendig ist, stellt sich der bei tiefen Temperaturen stabile Zustand ohne zusätzliche Energiezufuhr ein.

Detaillierte Ausheiluntersuchungen zeigen, daß das Defektspektrum und die Temperaturabhängigkeit des Positroneneinfangs in deformiertem semiisolierendem GaAs komplizierter sind als bisher angenommen. Entgegen den Erwartungen setzt die Ausheilung in Proben, die bei höherer Temperatur verformt wurden, bei tieferen Ausheiltemperaturen ein.

6. ANDERE METHODEN

6.1 Elektronenspinresonanz-Spektroskopie

Die ESR-Untersuchungen hatten zum Ziel, eine quantitative Korrelation zwischen der Konzentration der flachen Positronenfallen, die mit der PAS bestimmt wurde, und der Ga_{As}^- -Konzentration zu finden. Im ESR-Spektrum von deformiertem undotiertem GaAs wird ein Quadruplett-Signal im Bereich der dritten Linie des As_{Ga}^+ -Signals gefunden [Krü92b]. Dieses Quadruplett besitzt eine sehr kurze Spin-Gitter-Relaxationszeit, so daß es bei hoher Mikrowellenleistung und tiefer Temperatur vom As_{Ga}^+ -Signal separiert werden kann [Krü92a].

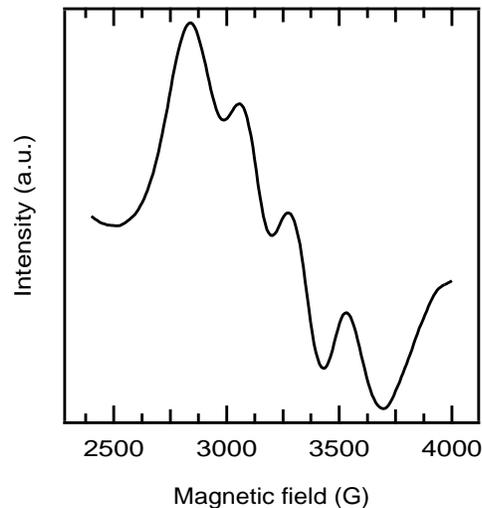


Abb. 6.1: ESR-Spektrum des Ga_{As}^- -Antistrukturdefektes in undotiertem GaAs, 10% deformiert in [110]-Richtung bei 400°C.

In Abb. 6.1 ist beispielhaft das ESR-Spektrum einer bei 400°C verformten Probe dargestellt, das bei einer Temperatur von 6.5 K und einer Mikrowellenleistung von 200 mW aufgenommen wurde. Das Spektrum zeigt die gleichen Abhängigkeiten von der Proben temperatur und Mikrowellenleistung wie das in [Krü92a] beschriebene. Ein ähnliches Spektrum wurde ebenfalls von CHRISTOFFEL *et al.* in plastisch deformiertem semiisolierendem GaAs [Chr90] sowie von JIA *et al.* in elektronenbestrahltem GaAs:Zn [Jia92] gefunden. CHRISTOFFEL *et al.* identifizieren dieses Spektrum mit interstitiellem Arsen. Da in plastisch verformtem GaP [Pal91] ein vergleichbares Spektrum gefunden wird, kann Arsen als Zentralatom jedoch ausgeschlossen werden. KRÜGER *et al.* [Krü92b] und JIA *et al.* [Jia92] ordnen das gefundene Spektrum dem Ga_{As}^- -Antistrukturdefekt zu.

Die Wechselwirkungstensoren \tilde{g} und \tilde{A} wurden nicht bestimmt, da der experimentelle Aufwand zu groß gewesen wäre und eine Identifikation des Spektrums mit dem Ga_{As}^- -Antistrukturdefekt bereits in [Krü92a] erfolgte. Da die in dieser Arbeit gemessenen ESR-Spektren mit den Ga_{As}^- -Spektren in [Krü92a] nicht nur in der Form, sondern auch in der Abhängigkeit von der Proben temperatur und Mikrowellenleistung übereinstimmen, kann mit großer Sicherheit davon ausgegangen werden, daß derselbe Defekt vorliegt.

Die absolute Spindichte und damit die absolute Defektdichte kann durch Vergleich der ESR-Intensität mit einer Referenzprobe ermittelt werden. Die ESR-Intensität ist proportional zur Zahl der vorhandenen Defekte. Um die Defektdichte zu bestimmen, müssen die Proben zusätzlich gewogen werden. Da die Proben für die PAS aus der Mitte der deformierten Quader präpariert wurden, standen für die ESR nur die Endstücke der Deformationsproben zur Verfügung. Ein Volumenanteil von etwa 20% dieser Endstücke ist nicht homogen verformt, so daß die Defektkonzentrationsbestimmungen mittels ESR mit einem zusätzlichen Fehler behaftet sind.

Als Referenz wurde eine in [Krü92a] untersuchte Probe verwendet. Die Konzentration der Ga_{As}^- -Antistrukturdefekte beträgt in der in Abb. 6.1 dargestellte Probe $(8 \pm 1) \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$.

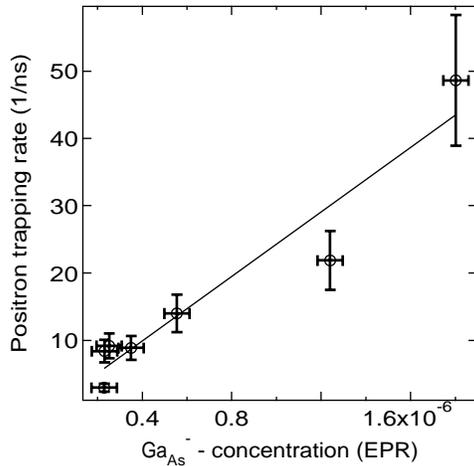


Abb. 6.2: Auftragung der Positroneneinfangrate in flache Positronenfallen gegen die mittels ESR bestimmte Ga_{As}^- -Konzentration.

Die Auftragung der Positroneneinfangrate in flache Positronenfallen gegen die mittels ESR bestimmte Ga_{As}^- -Konzentration (Abb. 6.2) zeigt einen recht guten linearen Zusammenhang. Damit wird der Identifikation der flachen Positronenfallen mit den Ga_{As}^- -Antistrukturdefekten weitere Evidenz hinzugefügt. Aus dem Anstieg der Geraden kann der Positronentrappingkoeffizient für die flachen Positronenfallen abgelesen werden, er beträgt $(2.5 \pm 0.4) \times 10^{16} \text{ s}^{-1}$, ist also von der Größenordnung vergleichbar mit dem von SAARINEN *et al.* bestimmten Wert $5 \times 10^{16} \text{ s}^{-1}$ [Saa95].

Die Konzentration von As_{Ga}^+ -Antistrukturdefekten wurde ebenfalls untersucht. Es wurde in Übereinstimmung mit früheren Ergebnissen [Web82, Ben92, Ben86] eine Erhöhung der As_{Ga}^+ -Konzentration durch die Deformation gefunden. Wegen ihrer positiven Ladung sind As_{Ga}^+ -Antistrukturdefekte mit der Positronenlebensdauerspektroskopie nicht nachweisbar, so daß kein Konzentrationsvergleich möglich ist. Im metastabilen Zustand EL2* weist der mit As_{Ga}^+ identifizierte EL2-Defekt ein offenes Volumen auf, das mittels PAS zu detektieren ist [Kra90]. Dieser metastabile Zustand wird durch Beleuchtung bei tiefen Temperaturen erreicht. In den deformierten Proben wurde jedoch keine Änderung der Positronenlebensdauer durch Beleuchtung festgestellt (siehe Abschn. 5.1.1). Dieses Ergebnis steht im Widerspruch zu den Ergebnissen von KRÜGER, der eine Konzentrationszunahme des quenchbaren¹ As_{Ga}^+ durch die Deformation findet. Dessen Konzentration ist mit $(4.5 \pm 5) \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ wahrscheinlich zu klein, um mit dem Einfang in die anderen Positronenfallen zu konkurrieren.

¹ in den metastabilen Zustand überführbaren

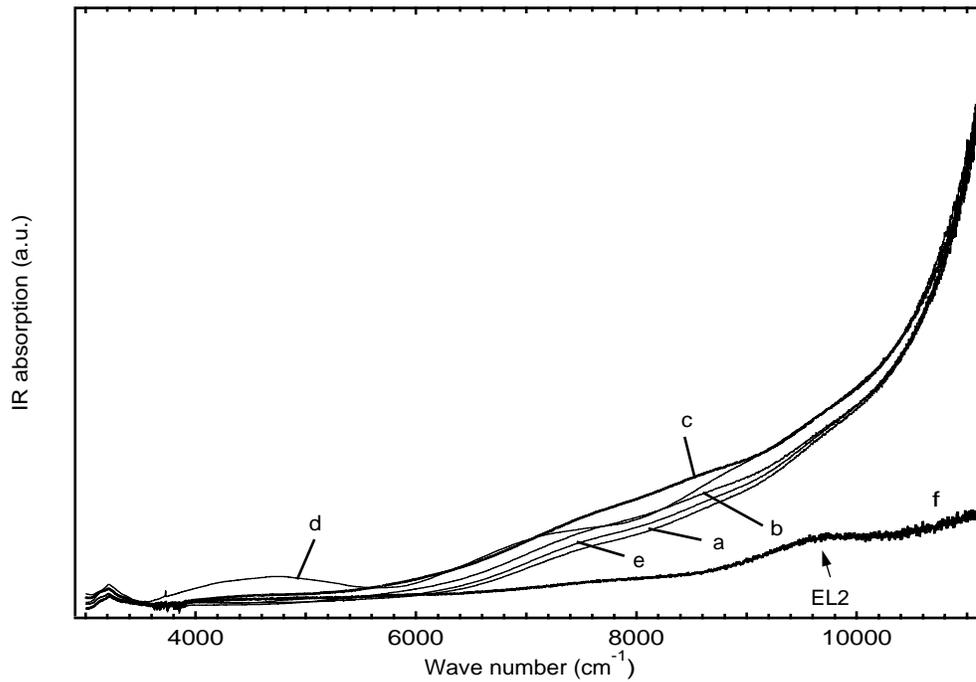


Abb. 6.3: Infrarot-Absorptionsspektren von deformiertem undotiertem GaAs unmittelbar nach dem Abkühlen auf 20 K (a), nach 1 h (b), 3 h (c) und 12 h (d) Verweilzeit bei 20 K sowie nach Erwärmung auf 130 K (e). Die Meßtemperatur beträgt stets 20 K. Die Probe ist mit der in Abb. 5.7 gezeigten identisch. Das Spektrum (f) wurde an einer undeformierten Referenzprobe aufgenommen.

6.2 Infrarot-Spektroskopie

Die Untersuchungen mittels Infrarot-Spektroskopie wurden hauptsächlich zur Untersuchung des metastabilen Defektes, der in den bei hohen Spannungen deformierten Proben gefunden wurde, durchgeführt. Dazu wurde zuerst unmittelbar nach dem Herunterkühlen der Proben nach dem Einbau ins Spektrometer ein Infrarot-Absorptionsspektrum aufgenommen. Nach Verweilzeiten zwischen 1 h und 12 h bei 20 K wurden die Messungen wiederholt. Dieses Meßprogramm ist mit dem bei der PAS durchgeführten vergleichbar (siehe Abschn. 5.1.1).

Die Infrarot-Absorptionsspektren nach einer Verweilzeit von 3 h bzw. 12 h unterscheiden sich deutlich von dem Spektrum, das unmittelbar nach Abkühlung aufgenommen wurde. Es zeigen sich breite Absorptionsbanden, die bisher in deformiertem GaAs nicht beobachtet wurden. Nach Erhöhung der Temperatur auf 130 K wird das Spektrum, das unmittelbar nach der Abkühlung der Probe nach dem Einbau aufgenommen wurde, reproduziert. Um zu überprüfen, ob das bei der Messung verwendete Licht zur Änderung des Absorptionsspektrums führt, wurde die gleiche Zahl von Spektren unmittelbar nacheinander aufgenommen. Dabei wurde bis auf eine schwache Abnahme des EL2-Signals keine Änderung der Spektren festgestellt.

Es wird also bei den IR-Messungen ein Verhalten gefunden, das mit dem der Positronenlebensdauerspektroskopie übereinstimmt. Damit ist gezeigt, daß der Übergang des unbekanntes Defektes in den metastabilen Zustand tatsächlich ohne äußere Energiezufuhr etwa durch die Positronen bzw. γ -Quanten bei der PAS stattfindet. Im metastabilen Zustand ist der Defekt zudem IR-aktiv. Interessant ist, daß im metastabilen Zustand mehrere Absorptionsbanden auftreten. Die IR-Messungen sprechen gegen eine Identifikation des unbekanntes Defektes mit dem EL2-Defekt, dessen Absorptionsbande in der undeformierten Referenzprobe in Abb. 6.3

deutlich zu erkennen ist.

Bei bisherigen IR-Absorptionsuntersuchungen an deformiertem semiisolierendem GaAs [Sto94] wurde ein vergleichbarer Effekt nicht gefunden. Die Ursache dafür ist wahrscheinlich, daß die Proben in [Sto94] nicht unter Last abgekühlt wurden, so daß die inneren Spannungen relaxieren konnten.

Eine eindeutige Identifizierung des metastabilen Defektes erfordert weitergehende Messungen, auch mit anderen Methoden, die den Rahmen dieser Arbeit sprengen würden.

7. DISKUSSION DER ERGEBNISSE IM HINBLICK AUF DIE MODELLVORSTELLUNGEN ZUR PLASTISCHEN DEFORMATION

In diesem Kapitel werden zum einen die Ergebnisse der Defektcharakterisierung vor dem Hintergrund der Modelle zur Punktdefektgeneration diskutiert. Zum anderen werden die Konzentrationen der erzeugten Punktdefekte in Abhängigkeit von den Deformationsparametern dargestellt. Die Diskussion der funktionalen Zusammenhänge zwischen Punktdefektkonzentration und Deformationsparametern soll zur weiteren Aufklärung der Generationsmechanismen beitragen.

Wie in den Abschnitten 7.1 und 7.2 begründet wird, sind die mittels PAS am besten nachweisbaren, unmittelbar bei der Deformation gebildeten Defekte Leerstellenagglomerate. Aus diesem Grund werden bei den Defektkonzentrationen in erster Linie die Konzentrationen der Leerstellenagglomerate diskutiert. Es ist anzumerken, daß nicht auszuschließen ist, daß nicht alle bei der Deformation gebildeten Leerstellen in den Agglomeraten wiederzufinden sind.

Bei der Diskussion der Abhängigkeiten der Defektkonzentrationen von den Deformationsparametern wurde der Darstellung der Konzentration der Leerstellen, die generiert werden müssen, um Leerstellenagglomerate einer entsprechenden Größe und Konzentration zu bilden, gegenüber der Darstellung der Positroneneinfangrate, die das unmittelbare Ergebnis der PAS-Messungen repräsentiert, der Vorzug gegeben. Der Grund dafür ist, daß zwar die berechneten Konzentrationen wegen der Unsicherheit bezüglich der Clustergröße mit einem systematischen Fehler behaftet sind, die Größenordnung der Leerstellenkonzentration aber angegeben werden kann und die angegebene Konzentration der tatsächlichen proportional ist.

7.1 Leerstellenagglomeration

Das Auftreten von Leerstellenagglomeraten nach plastischer Deformation ist keine neue Erkenntnis. Leerstellenagglomerate wurden sowohl in Halbleitern [Kur73, Dan83a, Saa90, Dan91, Hor92, KR93a, KR94] als auch in Metallen [Veh81, Sta97] nach plastischer Deformation mit der Methode der PAS nachgewiesen.

Die treibende Kraft für die Clusterung der Leerstellen ist der Energiegewinn, der mit diesem Prozeß verbunden ist. Dies wurde für Silizium von CUENDET [Cue95] *et al.* gezeigt. Für Temperaturen über 1250 K wird in den Rechnungen kein Energiegewinn durch Clusterbildung gefunden. Diese Erkenntnis deckt sich zumindest qualitativ mit den im Cz-Silizium gefundenen Ergebnissen.

PAS-Untersuchungen in plastisch verformten Metallen hatten in der Vergangenheit meist Versetzungen zum Gegenstand¹. In dieser Arbeit werden erstmalig Leerstellenagglomerate in

¹ In der Vergangenheit lag der Schwerpunkt fast aller die Deformation betreffenden Arbeiten auf der Untersuchung von Versetzungen

Aluminium, Kupfer und Silber, verformt bei einer Temperatur, die unter der Temperatur der Leerstellenwanderung lag, nachgewiesen. Das heißt, daß sich die Leerstellencluster nicht aus diffundierenden Leerstellen bilden können. Es wird sogar beobachtet, daß die Leerstellencluster verschwinden, wenn die Leerstellen beweglich werden. In bei 77 K deformiertem Kupfer und Silber wird bei der Ausheiltemperatur, bei der nach Elektronenbestrahlung eine Clustering beobachtet wird, keine Clustering, sondern ein Verschwinden von leerstellenartigen Defekten beobachtet.

In den bisherigen Modellen zur plastischen Deformation wird stets davon ausgegangen, daß Einfachleerstellen generiert werden [Hir83]. Eine Bildung von Leerstellenagglomeraten wird als sekundärer Prozeß betrachtet [Tar97]. CUITIÑO und ORTIZ [Cui96] berechnen die Wachstumsrate von Voids (großen Leerstellenclustern) aus Leerstellen, die durch plastische Deformation entstehen. Sie erhalten dabei ein ausreichend schnelles Wachstum der Voids nur unter der Annahme von Pipe-Diffusion der Leerstellen entlang der Versetzungslinie. Für eine Lokalisierung der Voids auf Versetzungslinien gibt es jedoch keine experimentelle Evidenz.

Die Ausheilexperimente an plastisch verformtem GaAs zeigen, daß die Leerstellenagglomerate bei der Deformationstemperatur ausheilen. Dennoch werden sie nach der Deformation gefunden. Offensichtlich ist die Bildung und Ausheilung der Leerstellenagglomerate ein dynamischer Prozeß. Das Auffinden von Leerstellenagglomeraten bei Deformationstemperaturen, bei denen die Agglomerate zerfallen, ist mit dem Modell der Bildung aus diffundierenden Leerstellen nicht zu vereinbaren.

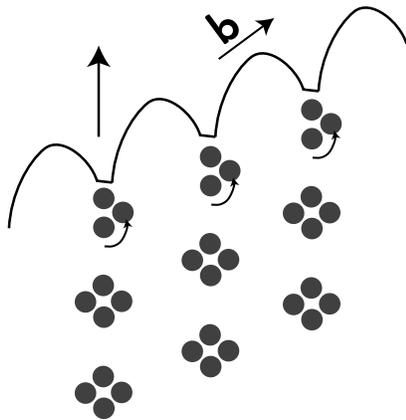


Abb. 7.1: Alternatives Modell der Leerstellengeneration und -agglomeration bei der Versetzungsbewegung. Die Pfeile geben die Bewegungsrichtung der Versetzungslinie und der Leerstellen an.

Die beschriebenen Experimente liefern deutliche Evidenz dafür, daß die Bildung der Leerstellenagglomerate unmittelbar bei der Deformation als primärer Prozeß stattfindet. Es ist auch plausibel, daß für die Bewegung einer Leerstelle in einem Agglomerat weniger Energie benötigt wird als im Bulk, da für diese Bewegung weniger Bindungen aufgebrochen werden müssen. Die Atome, die die Leerstellencluster begrenzen, sind wesentlich weniger fest gebunden als Atome im Kristallinneren. Es wird aus diesem Grund ein alternatives Modell der für die Bewegung einer Sprünge enthaltenden Versetzungslinie vorgeschlagen, das in Abb. 7.1 skizziert ist. Die Größe der Leerstellenagglomerate ist davon abhängig, wie schnell die Platzwechselvorgänge innerhalb des Agglomerates vonstatten gehen und mit welcher Geschwindigkeit sich die Versetzung bewegt. Auf diese Geschwindigkeiten haben die Dehnungsrate und -temperatur einen entscheidenden Einfluß. Die in den Clustern enthaltenen Leerstellen entsprechen also den durch die Deformation unmittelbar entstandenen. Aus diesem Grund werden in den folgenden Abschnitten, in denen Defektkonzentrationen diskutiert werden, in erster Linie die Leerstellencluster betrachtet. Die Lebensdauerkomponente, die einem einfachleerstellenartigen Defekt entspricht, kann nicht zweifelsfrei isolierten Leerstellen oder Versetzungen zugeordnet werden, so daß eine Diskussion der Defektdichte für diese Komponente

nicht sinnvoll erscheint.

Es ist möglich, daß die Leerstellencluster, die bei der Deformation entstehen, bei höheren Temperaturen dissoziieren und Cluster anderer Größe, die bei dieser Temperatur stabil sind, gebildet werden.

7.2 Zwischengitteratome

Die Zwischengitteratome, die bei der Deformation ebenfalls entstehen sollten, sind direkt mittels PAS nicht nachweisbar, da sie kein offenes Volumen besitzen. In Halbleitern könnten sie jedoch als flache Positronenfallen wirken, wenn sie negativ geladen sind. In der Zinkblende-Struktur (siehe Abschn. 2.5), in der das in dieser Arbeit hauptsächlich untersuchte GaAs kristallisiert, sind verschiedene Prozesse möglich, mit denen eine eingeschobene Halbebene nichtkonservativ bewegt werden kann. Läßt man nur die Emission von Punktdefekten zu, so werden stets Zwischengitteratome in beiden Untergittern generiert.

Wegen der großen Beweglichkeit der Zwischengitteratome sind sekundäre Defektreaktionen wahrscheinlich. Welche Defektreaktionen stattfinden, hängt von der Bulk-Konzentration der Reaktionspartner, also der anderen Punktdefekte ab. Mögliche Defektreaktionen sind $\text{Ga}_i + \text{V}_{\text{As}} \rightarrow \text{Ga}_{\text{As}}$ und $\text{As}_i + \text{V}_{\text{Ga}} \rightarrow \text{As}_{\text{Ga}}$. Für das Stattfinden dieser Reaktionen sprechen die ESR-Messungen (siehe Abschn. 6.1), die eine Erhöhung sowohl der As_{Ga}^+ - als auch der Ga_{As}^- -Defekte durch die plastische Deformation zeigen. Da die Deformation des GaAs bei Temperaturen durchgeführt wurde, bei denen sowohl die Leerstellen als auch die Zwischengitteratome beweglich sind, können die bei der Deformation entstehenden Punktdefekte miteinander reagieren. Parallel zu den beiden oben genannten Reaktionen können noch die Frenkel-Paar-Rekombinationen $\text{Ga}_i + \text{V}_{\text{Ga}} \rightarrow \text{Ga}_{\text{Ga}}$ und $\text{As}_i + \text{V}_{\text{As}} \rightarrow \text{As}_{\text{As}}$ sowie die Clusterungen $n\text{V}_{\text{As}} + n\text{V}_{\text{Ga}} \rightarrow \text{V}^{2n}$ und $n\text{As}_i + n\text{Ga}_i \rightarrow \text{i}^{2n}$ (siehe Abschn. 7.1) stattfinden. Zwischengitteratome bilden bei der Agglomeration wahrscheinlich planare Agglomerate, die von prismatischen Versetzungsringen berandet werden, da dreidimensionale Agglomerate von Zwischengitteratomen zu starken Spannungsfeldern führen würden.

Die Zahl der mit ESR bzw. PAS gefundenen Antistrukturdefekte entspricht also sicher nicht der Zahl der ursprünglich entstandenen Zwischengitteratome. Geht man jedoch davon aus, daß die Verhältnisse zwischen den Defektreaktionen konstant sind, so würde man zumindest einen Anstieg der Antistrukturdefekt-Konzentration, der dem Anstieg der Leerstellen(cluster)konzentration proportional ist, erwarten. In den Fällen, in denen eine Zuordnung der flachen Positronenfallen zu den Gallium-Antistrukturdefekten sinnvoll erscheint, das heißt, wenn die ermittelte Positronenbindungsenergie bei etwa 40 meV liegt, wurde deren Konzentration bestimmt. In den Diagrammen in den nächsten Abschnitten, die die Defektkonzentrationen in Abhängigkeit von den Deformationsparametern zeigen, sind dann auch die Konzentrationen der flachen Positronenfallen enthalten.

In den deformierten Metallen können die Zwischengitteratome mittels PAS nicht nachgewiesen werden, da sie kein offenes Volumen besitzen und keine Ladung tragen.

7.3 Variation der Dehnung

Wie nicht anders zu erwarten, zeigt sich ein Anstieg der Punktdefektkonzentration mit zunehmender Dehnung, wie in Abb. 7.2 für GaAs:Te dargestellt. In dem Bereich zwischen 1.6% und 12.7% Dehnung ist dabei ein linearer Zusammenhang zwischen Dehnung und Punktdefektkonzentration zu beobachten. Die Konzentration der Leerstellen im unteren Feld von Abb. 7.2 wurde unter der Annahme von Clustern mit einem Radius von 10 Å berechnet. Der

Darstellung der Leerstellenkonzentration wurde gegenüber der Darstellung der Clusterdichte der Vorzug gegeben, da erstere die eigentliche Punktdefektkonzentration darstellt.

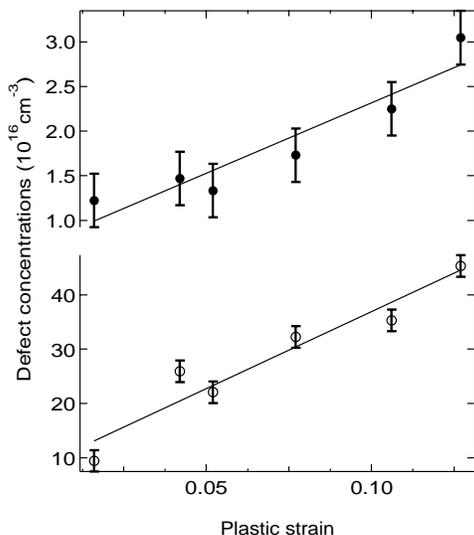


Abb. 7.2: Konzentration flacher Positronenfallen (oberes Feld) und der in Clustern agglomerierten Leerstellen (unteres Feld) als Funktion der Dehnung für GaAs:Te, das bei 500°C in [110]-Richtung verformt wurde.

Die Konzentration der flachen Positronenfallen, die aufgrund ihrer Positronenbindungsenergie mit Gallium-Antistrukturdefekten identifiziert werden können, wurde mittels Gl. 5.3 sowie unter Annahme eines Trappingkoeffizienten von $5 \times 10^{16} \text{ s}^{-1}$ [Saa95] berechnet. Die Konzentration ist etwa eine Größenordnung kleiner als die der in Clustern agglomerierten Leerstellen. Das heißt, daß Zwischengitteratome in geringerer Konzentration gebildet werden und/oder, daß nicht alle gebildeten Zwischengitteratome über sekundäre Defektreaktionen zu Antistrukturdefekten reagieren. Das Ansteigen der Ga_{As}^- -Konzentration mit zunehmender Dehnung ist zumindest ein deutliches Indiz dafür, daß Zwischengitteratome durch die Deformation entstehen. Es muß jedoch auf die Möglichkeit hingewiesen werden, daß durch die Deformation keine neuen Ga_{As}^- -Defekte entstehen, sondern durch eine Verschiebung des FERMI-Niveaus vorhandene neutrale Gallium-Antistrukturdefekte ionisiert werden. Das FERMI-Niveau in hoch dotiertem GaAs:Te ist am Energieniveau der Te-Donatoratome gepinnt. Eine Verschiebung des FERMI-Niveaus ist nur möglich, wenn tiefe Störstellen in einer vergleichbaren Konzentration erzeugt werden. Das FERMI-Niveau wird dann allerdings zu niedrigeren Energien verschoben. Bei einer Verschiebung des FERMI-Niveaus in Richtung Valenzbandkante kann es zur Umladung $- - / -$ bzw. $- / 0$ der Antistrukturdefekte kommen, wodurch der Trappingkoeffizient kleiner würde. Das heißt, eine Zunahme des Einfangs in die flachen Positronenfallen kann nicht mit einer Erhöhung der negativen Ladung der Antistrukturdefekte erklärt werden. Demzufolge kann mit großer Sicherheit davon ausgegangen werden, daß durch die Deformation nicht nur Leerstellen, sondern auch Zwischengitteratome generiert werden.

In LiF-Kristallen wird ein lineares Ansteigen der Leerstellenkonzentration, die mit Präzisionsdichtemessungen bestimmt wurde, als Funktion der Dehnung in Einfachgleitorientierung gefunden [And85], während bei Mehrfachgleitung eine Abweichung zu höheren Konzentrationen vom linearen Zusammenhang auftritt, allerdings erst bei Dehnungen über 10%. CUITIÑO und ORTIZ interpretieren den Unterschied in der Punktdefektgeneration zwischen Einfach- und Mehrfachgleitung damit, daß bei Einfachgleitung Doppelquergleiten der dominierende Jogbildungsmechanismus ist, während bei Mehrfachgleitung der größte Beitrag zur Jogbildung vom Schneiden von Versetzungen kommt [Cui96].

Die Abweichung vom linearen Anstieg der Defektkonzentration im Fall von Mehrfachgleitung kann nicht bestätigt werden. Sowohl in [110]- (Abb. 7.2) als auch in [100]-Orientierung

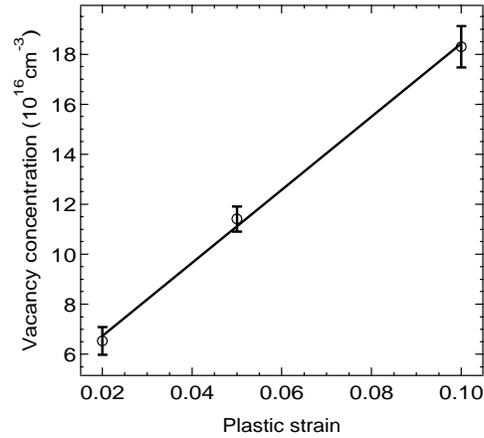


Abb. 7.3: Konzentration von in Clustern agglomerierten Leerstellen in undotiertem GaAs, das bei 600°C in [100]-Richtung verformt wurde.

(Abb. 7.3) zeigt sich ein linearer Zusammenhang zwischen Defektkonzentration und Dehnung.

Wie man sich leicht veranschaulichen kann, erzeugen Jogs der linearen Dichte c_j auf Versetzungen der Gesamtlänge L_g , die im Mittel einen Weg l_g zurücklegen², Leerstellen der Zahl

$$n_v = \frac{l_g L_g c_j}{b}. \quad (7.1)$$

Die Konzentration erhält man, wenn man die Zahl der Leerstellen durch das Probenvolumen V teilt:

$$c_v = \frac{l_g L_g c_j}{bV} = \frac{l_g \zeta N_{\text{dm}} c_j}{b}, \quad (7.2)$$

wobei ζN_{dm} die Dichte beweglicher Versetzungen ist, die zur Generation von Punktdefekten beitragen. $L_g c_j$ ist die Zahl der Jogs, und l_g/b ist die Zahl der Burgers-Vektor-Schritte, die die Versetzungen ausführen.

Die Gesamtdehnung ϵ , die bewegliche Versetzungen der Dichte N_{dm} beim Zurücklegen eines mittleren Weges l realisieren, beträgt

$$\epsilon = m_s b N_{\text{dm}} l. \quad (7.3)$$

Aus Gl. 7.2 und Gl. 7.3 folgt

$$c_v = \frac{l_g \zeta c_j}{l b^2 m_s} \epsilon. \quad (7.4)$$

Der hier entwickelte Ansatz liegt im Prinzip auch den Theorien von BARRET und NIX [Bar65], BLUM [Blu72] sowie LENASSON [Len72] zugrunde. Ist ζ eine Konstante während der Deformation, so folgt unmittelbar, daß die Punktdefektkonzentration linear von der Dehnung abhängt, falls die lineare Jogdichte c_j konstant ist. Sowohl über die Variation von ζ als auch von c_j während der Deformation sind keine Angaben in der Literatur zu finden.

Geht man von einer Leerstellendichte von $2 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ bei 10% Dehnung aus, so kann man mit Gl. 7.4 die lineare Jogdichte und damit den mittleren Abstand zwischen den Jogs abschätzen. Nimmt man versuchsweise $\zeta = 0.1$ an, das heißt, ein Zehntel der Versetzungen trägt zur Leerstellengeneration bei, so erhält man einen mittleren Abstand zwischen den Jogs auf den Schraubenversetzungen von der Größenordnung einiger 100 nm. Dieser Abstand entspricht in etwa dem Abstand der Waldversetzungen.

² Der Index g steht für *generieren*, das heißt, es werden nur die Versetzungen betrachtet, die Punktdefekte generieren

Betrachtet man das Modell von MECKING und ESTRIN [Mec80], so kann Gl. 2.28 mit dt multipliziert werden, und man erhält

$$dc_v = \frac{\chi\tau d\epsilon}{\alpha\mu b^3}. \quad (7.5)$$

Diese Gleichung kann man integrieren:

$$c_v = \frac{\chi}{\alpha\mu b^3} \int \tau(\epsilon) d\epsilon. \quad (7.6)$$

Legt man dieses Modell zugrunde, so folgt unmittelbar, daß nur bei stationärem Kriechen, das heißt, bei konstanter Spannung, ein lineares Ansteigen der Punktdefektdichte mit zunehmender Dehnung möglich ist.

Bei einem konstanten, von Null verschiedenen Verfestigungskoeffizienten steigt die bei der Deformation verrichtete Arbeit quadratisch mit der Dehnung. Trägt von der geleisteten Arbeit ein konstanter Anteil zur Punktdefektgeneration bei, sollte demzufolge die Punktdefektkonzentration ebenfalls quadratisch ansteigen.

Ein interessantes Ergebnis ist, daß die Punktdefektgeneration bereits bei sehr kleinen Dehnungen einsetzt. Die Probe mit der kleinsten Dehnung (1.6%) wurde lediglich bis zur unteren Streckgrenze verformt. Das heißt, daß bereits im Streckgrenzenbereich Punktdefekte generiert werden.

ESR-Untersuchungen an undotiertem GaAs zeigen einen sigmoidalen Zusammenhang zwischen der Konzentration der bei der Deformation generierten Antistrukturdefekte und der Dehnung [Krü92b]. Dieselbe Abhängigkeit der EL2-Konzentration von der Dehnung wurde bei IR-Untersuchungen gefunden [Sto94].

Ein linearer Zusammenhang zwischen As_{Ga}^+ -Konzentration und Dehnung wird von FIGIELSKI *et al.* in undotiertem GaAs, das bei 400°C in [213]-Richtung verformt wurde, mittels ESR beobachtet [Fig83]. Unter vergleichbaren Bedingungen finden BENAKKI *et al.* mit derselben Methode ein nach oben von der Linearität abweichendes Verhalten [Ben86].

VIGNAUD und FARVACQUE finden mit IR-Absorptionsmessungen einen Zusammenhang zwischen EL2-Konzentration und Versetzungsdichte, der linear mit einem Sättigungseffekt bei hohen Versetzungsdichten ist [Vig89].

Für die großen Unterschiede in den beobachteten Abhängigkeiten kann verantwortlich gemacht werden, daß die mit IR-Spektroskopie und ESR detektierten Antistrukturdefekte aus Defektreaktionen entstanden sein müssen, also sekundärer Natur sind. Es kann nicht notwendigerweise davon ausgegangen werden, daß deren Konzentration proportional zur Konzentration der primär generierten Punktdefekte ist. Die Defektreaktionen werden von der Konzentration der jeweiligen Reaktionspartner beeinflusst. Diese Konzentration wiederum ist sehr empfindlich von der Komposition des Ausgangsmaterials abhängig. Speziell der Arsen-Überschuß in semiisolierendem undotiertem GaAs beeinflusst die Konzentration von interstitiellem Arsen und Galliumleerstellen [Saj90]. Die mit der Methode der PAS gefundenen Leerstellencluster repräsentieren (siehe Diskussion in Abschn. 7.1) am besten die primär durch die Deformation entstandenen Leerstellen.

Der Empfindlichkeitsbereich der jeweiligen Untersuchungsmethode kann eine weitere Ursache der Unterschiede im beobachteten Zusammenhang zwischen Dehnung und Punktdefektkonzentration sein.

Das lineare Ansteigen der Punktdefektdichte mit der Dehnung zeigt auch, daß, zumindest bei diesen Dehnungsraten und -temperaturen, kein Gleichgewicht zwischen Punktdefektgeneration und -annihilation erreicht wird.

7.4 Variation der Dehnungsrate

7.4.1 Einfluß der gleichzeitigen Ausheilung

Bei Deformation bei 800°C wurde die Dehnungsrate über den größten Bereich (über fast drei Größenordnungen) variiert. Die Konzentration der in Leerstellen agglomerierten Leerstellen als Funktion der Dehnungsrate zeigt eine deutliche Änderung des funktionellen Zusammenhanges bei einer Dehnungsrate von $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Bei der Berechnung wurde davon ausgegangen, daß eine konstante Clustergröße vorliegt, die zu 10 \AA abgeschätzt wurde.

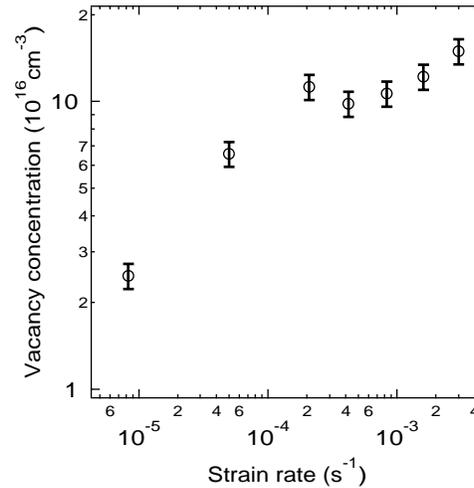


Abb. 7.4: Konzentration der in Clustern enthaltenen Leerstellen als Funktion der Dehnungsrate. Undotiertes GaAs, deformiert bei 800°C in $[110]$ -Orientierung bis 10% Dehnung.

Bei einer Deformationstemperatur von 800°C verlaufen die Prozesse der Generation und Ausheilung der Leerstellen(cluster) parallel. Man könnte also das beobachtete Ansteigen der Leerstellendichte mit der Dehnungsrate durch das Modell von MILITZER *et al.* [Mil94] beschreiben. Nach diesem Modell würde man in der doppeltlogarithmischen Auftragung der Leerstellenkonzentration gegen die Dehnungsrate eine Gerade mit einem Anstieg $\lesssim 1$ erwarten. Es werden jedoch zwei Geraden mit den Anstiegen 0.5 und 0.2 gefunden. Betrachtet man die Spannungs-Dehnungs-Kurven (Abb. 4.5), so wird deutlich, daß die Änderung im funktionellen Zusammenhang zwischen Leerstellenkonzentration und Dehnungsrate eher einer Änderung des Deformationsmechanismus zuzuschreiben ist. Die drei Werte in Abb. 7.4 bei den niedrigen Dehnungsraten korrespondieren mit den drei Kurven in Abb. 4.5, die sich in der dynamischen Erholung befinden.

Der Exponent von 0.5 der Funktion $c(\dot{\epsilon})$ würde zu dem Modell von POPOV [Pop90] passen. Die Abweichung bei hohen Dehnungsraten könnte auf den Übergang in das "Hochgeschwindigkeitsregime" (siehe Abschn. 2.4) hindeuten. Allerdings sind dafür die Versetzungsgeschwindigkeiten, für die man mit der Orowan-Beziehung (Gl. 2.3) etwa 100 nm/s erhält, um viele Größenordnungen zu klein.

In der Literatur konnten keine Arbeiten gefunden werden, in denen die Abhängigkeit der Punktdefektkonzentration von der Dehnungsrate in GaAs experimentell untersucht wurde.

Bei *In situ*-NMR³-Untersuchungen der Leerstellendichte bei der Deformation von polykristallinem Aluminium [Det95] wird ein Ansteigen der Leerstellendichte mit zunehmender Dehnungsrate gefunden. Der Anstieg kann mit einem Modell beschrieben werden, das eine Modifikation des Modells von MECKING und ESTRIN [Mec80] darstellt. Der Vorteil der NMR liegt in einer extrem kurzen Dauer der Messung (einige ms), so daß auch bei hohen

³ Nuclear Magnetic Resonanz, *engl.* Kernspinresonanz

Dehnungsraten während der Deformation gemessen werden kann. Die Zuordnung der als Meßgröße dienenden Spinrelaxationsrate zu einem bestimmten Defekttyp ist jedoch nicht so offensichtlich wie bei der Positronenannihilation. Die Deformationsexperimente in [Det95] wurden bei Temperaturen zwischen 290 K und 450 K durchgeführt, bei denen die Leerstellen eine große Beweglichkeit aufweisen [Pet98].

7.4.2 Einfluß der Orientierung

Werden die Proben bei 500°C, also unter der Ausheiltemperatur der betrachteten Defekte, verformt, kommt es ebenfalls zu einem Anstieg der Defektkonzentration mit zunehmender Dehnungsrate (Abb. 7.5). Diese Abhängigkeit kann nicht damit in Verbindung gebracht werden, daß bei höherer Dehnungsrate die "Temperatur" kürzer ist und dadurch weniger Defekte ausheilen. Vielmehr muß die Generation der Punktdefekte selbst von der Dehnungsrate beeinflusst werden. Dabei ist der Einfluß für [213]-Orientierung (Abb. 7.5(a)) wesentlich größer als für [110]-Orientierung (Abb. 7.5(b)). Bei Deformation in [213]-Richtung steigt die Leerstellendichte um eine Größenordnung bei einer Änderung der Dehnungsrate um zwei Größenordnungen, während bei [110]-Orientierung nur ein leichter Anstieg der Defektdichte zu beobachten ist. Die Ursache für diese Unterschiede könnte im Mechanismus der Jogbildung liegen. Bei [213]-Orientierung liegt Einfachgleitung vor, so daß der wesentliche Jogbildungsmechanismus Quergleiten ist. Mit zunehmender Dehnungsrate steigt die Spannung im Kristall, so daß Quergleitprozesse wahrscheinlicher werden. Die höhere Quergleitaktivität äußert sich auch in einer größeren Versetzungsdichte.

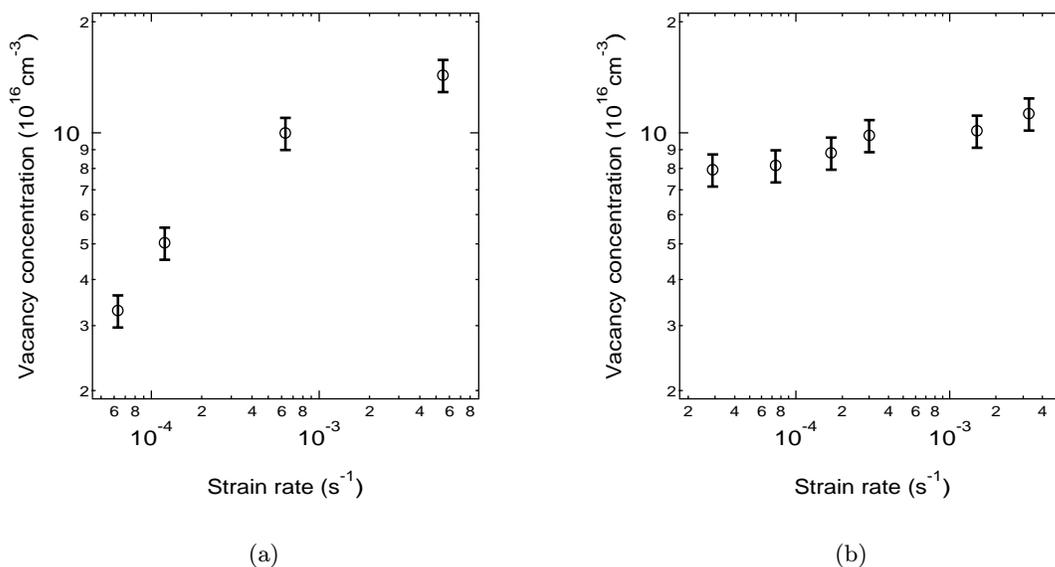
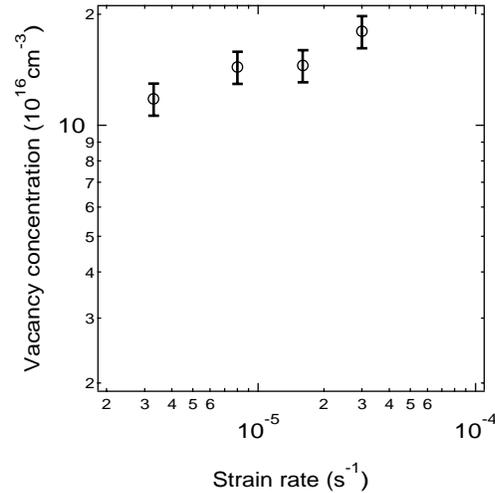


Abb. 7.5: Konzentration der in Clustern enthaltenen Leerstellen als Funktion der Dehnungsrate. Undotiertes GaAs, deformiert bei 500°C in (a) [213]- bzw. (b) [110]-Orientierung bis 3% Dehnung. Die Skalierung der Ordinate wurde in beiden Abbildungen gleich gewählt, um sie gut vergleichen zu können.

Bei Deformation in [110]-Richtung wird die Quergleitebene gleichberechtigt zur primären Gleitebene angeregt. Die Wahrscheinlichkeit von Quergleitprozessen ist deshalb nicht so stark von der Spannung und damit von der Dehnungsrate abhängig; demzufolge steigt auch die Leerstellendichte schwächer mit der Dehnungsrate.

Abb. 7.6: Konzentration der in Clustern enthaltenen Leerstellen als Funktion der Dehnungsrate. Undotiertes GaAs, deformiert bei 600°C in [100]-Orientierung bis 5% Dehnung. Die Skalierung der Ordinate entspricht Abb. 7.5.



Bei Deformation in [100]-Richtung steigt die Leerstellendichte mit zunehmender Dehnungsrate ebenfalls nur leicht an (Abb. 7.6).

In den in [100]-Richtung verformten Proben sind vier Gleitebenen gleichberechtigt ange-regt, so daß es zu einer großen Zahl von Versetzungsschneidprozessen kommt. Der Anteil der durch Quergleitprozesse entstandenen Jogs ist gegenüber dem Teil der durch Versetzungsschneidprozesse gebildeten Jogs zu vernachlässigen. Die Zahl der Versetzungsschneidprozesse ist nicht von der Dehnungsrate abhängig, so daß auch die Jogdichte nicht mit zunehmender Dehnungsrate steigt. Insgesamt kann eine Abnahme der Dehnungsratenabhängigkeit mit einer zunehmenden Zahl aktivierter Gleitsysteme festgestellt werden.

Da die Deformation bei 600°C durchgeführt wurde, kann der leichte Anstieg der Leerstellendichte mit zunehmender Dehnungsrate (kürzere Verweilzeit bei 600°C) mit der gleichzeitigen Ausheilung der Leerstellenagglomerate erklärt werden. Von den bei 500°C in [100]-Richtung verformten Proben waren nur zwei rißfrei und damit für die PAS verwendbar. Eine graphische Darstellung der Ergebnisse für diese zwei Proben, in denen die Leerstellendichten im Rahmen des Fehlers übereinstimmen, ist nicht sinnvoll.

Für [213]-Orientierung wird keine Gerade in der doppeltlogarithmischen Auftragung der Leerstellendichte gegen die Dehnungsrate gefunden. Der funktionelle Zusammenhang kann besser durch ein logarithmisches als ein Potenzgesetz beschrieben werden. Die Zahl der untersuchten Proben und damit der Meßpunkte ist jedoch zu klein, um sichere Aussagen zum funktionellen Zusammenhang $c(\dot{\epsilon})$ zu treffen. Es ist möglich, daß bei höheren Dehnungsraten bei Einfachgleitorientierung die Jogbildung durch Quergleiten sättigt, was die Abnahme des Anstiegs der $c - \dot{\epsilon}$ -Kurve erklären würde.

Bei niedrigen Dehnungsraten liegt die Leerstellendichte für [213]-Orientierung deutlich unter der für [110]-Orientierung und diese wiederum unter der für [100]-Orientierung. Die Jogdichte bei Einfachgleitorientierung ist offensichtlich deutlich niedriger als bei Mehrfachgleitung, was mit der größeren Häufigkeit von Quergleit- bzw. Versetzungsschneidprozessen bei Mehrfachgleitung begründet werden kann. Bei [100]-Orientierung ist die Zahl der Versetzungsschneidprozesse sehr groß, so daß auch die Jogdichte und damit die Konzentration generierter Punktdefekte wesentlich größer als bei [213]- und [110]-Orientierung ist. Die Abhängigkeit der Punktdefektkonzentration von der Probenorientierung ist ein Indiz dafür, daß in der Tat Jog-Drugging der dominierende Mechanismus der Punktdefektgeneration ist.

7.4.3 Einfluß der Dotierung

In GaAs:Zn und GaAs:Te wurde die Dehnungsrate bei einer Temperatur variiert, bei der keine Ausheilung der Defekte stattfindet. Die Deformationsachse war in beiden Fällen [110], das heißt, zwei Gleitebenen sind gleichberechtigt angeregt. Dennoch wird eine Erhöhung der Leerstellendichte mit zunehmender Dehnungsrate gefunden (Abb. 7.7). Der Anstieg der Defektdichte ist in GaAs:Zn (Abb. 7.7(a)) wesentlich größer als in GaAs:Te (Abb. 7.7(b)). Insgesamt ist die Leerstellendichte in GaAs:Te trotz kleinerer Dehnung und Dehnungsrate sowie höherer Deformationstemperatur wesentlich größer als in GaAs:Zn.

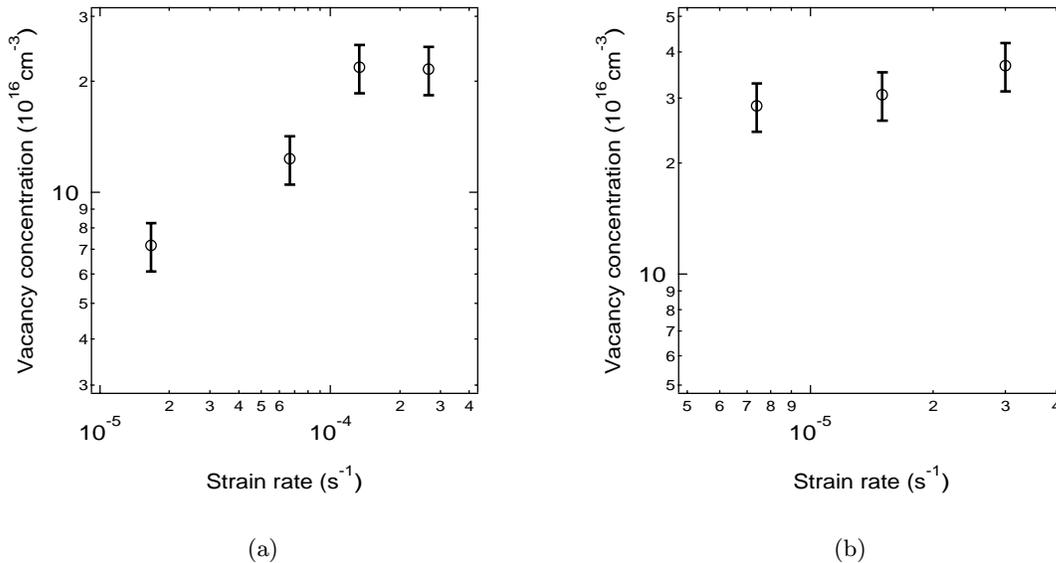


Abb. 7.7: Konzentration der in Clustern enthaltenen Leerstellen als Funktion der Dehnungsrate. (a) GaAs:Zn, deformiert bei 400°C in [110]-Orientierung bis 10% Dehnung. (b) GaAs:Te, deformiert bei 500°C in [110]-Orientierung bis 3.6% Dehnung. Beide Ordinaten sind so skaliert, daß sie eine Größenordnung umfassen.

Bei hohen Dehnungsraten wird in GaAs:Zn ein Sättigungswert der Leerstellendichte erreicht. Der Exponent der Dehnungsrate beträgt 0.6, ist also vergleichbar mit dem des in [213]-Richtung verformten undotierten Materials. Offensichtlich führt die Dotierung mit Zink dazu, daß auch in Mehrfachgleitorientierung die Häufigkeit von Quergleitprozessen mit zunehmender Spannung erhöht wird. In GaAs:Te weist die schwache Abhängigkeit der Leerstellendichte dagegen darauf hin, daß wie in undotiertem, [110]-orientiertem GaAs die Zahl der Quergleitprozesse unabhängig von der Spannung ist. Die großen Unterschiede im Punktdefektgenerationsverhalten zwischen den beiden Dotierungen sind ein Hinweis darauf, daß α - und β -Versetzungen unterschiedliche Beweglichkeiten sowie Jogbildungsmechanismen aufweisen. Die Partialversetzungen, in die eine Schraubenversetzung aufspaltet, sind vom α - bzw. β -Typ. Unterschiedliche Versetzungsgeschwindigkeiten für α - und β -Versetzungen wurden in GaAs zum Beispiel von WARREN *et al.* [War84] und STEINHARDT und HAASEN [Ste78] experimentell nachgewiesen. STEINHARDT und HAASEN [Ste78] finden eine deutliche Verringerung der Geschwindigkeit von Schraubenversetzungen durch Tellurdotierung und eine Erhöhung durch Zinkdotierung. Dieses Ergebnis kann mit den jetzt gewonnenen Daten zur Punktdefektgeneration durch die Unterschiede im Generationsverhalten für die entsprechenden Dotierungen erklärt werden. BOIVIN *et al.* [Boi90a] beobachten in GaAs:Se, das wie GaAs-Te

n-leitend ist, hauptsächlich Schraubenversetzungen, während sie in undotiertem GaAs und GaAs:Zn deutlich weniger Schraubenversetzungen finden. Dieses Ergebnis korrespondiert mit der geringeren Leerstellendichte in GaAs:Zn im Vergleich zu GaAs:Te. Damit ist ein weiterer Hinweis gegeben, daß die Punktdefekte durch Jogs auf Schraubenversetzungen gebildet werden.

7.4.4 Vergleich zwischen GaAs und Si

Prinzipiell ist der Zusammenhang zwischen Leerstellendichte und Dehnungsrate im Elementhalbleiter Si ähnlich dem im Verbindungshalbleiter GaAs (Abb. 7.8). Die Leerstellendichte in Si wurde analog zu der in GaAs bestimmt, das heißt, es wurde eine Clusterradius von 10 Å angenommen, und als Positronendiffusionskonstante wurde $D_+ = 2 \text{ cm}^{-3}\text{s}^{-1}$ [See90, Soi92] verwendet. Es ist ein Anstieg der Leerstellendichte mit zunehmender Dehnungsrate zu beobachten. Im Gegensatz zum GaAs liegen in der doppeltlogarithmischen Auftragung die ermittelten Leerstellendichten auf einer Geraden. Allerdings wird die Abweichung von der Geraden in GaAs erst bei einer Dehnungsrate beobachtet, die eine Größenordnung über der größten Dehnungsrate in Si liegt. Die Siliziumproben konnten nicht bei so hohen Dehnungsraten verformt werden, da die dann auftretenden hohen Kräfte die Keramikstempel der Deformationsapparatur zerstört hätten. Bei vergleichbarer Dehnungsrate wird in Si eine vergleichbare Leerstellendichte gefunden. Dazu ist zu bemerken, daß der direkte Vergleich der Leerstellendichten zwischen Si und GaAs nur unter der Voraussetzung, daß die Clusterradien in beiden Materialien annähernd gleich sind, möglich ist. Die Positronenlebensdauer in den Leerstellenclustern beider Materialien stimmt gut überein. Da die genaue Abhängigkeit der Positronenlebensdauer von der Clustergröße für beide Materialien nicht bekannt ist, kann aber nicht mit Sicherheit von einer gleichen Clustergröße ausgegangen werden.

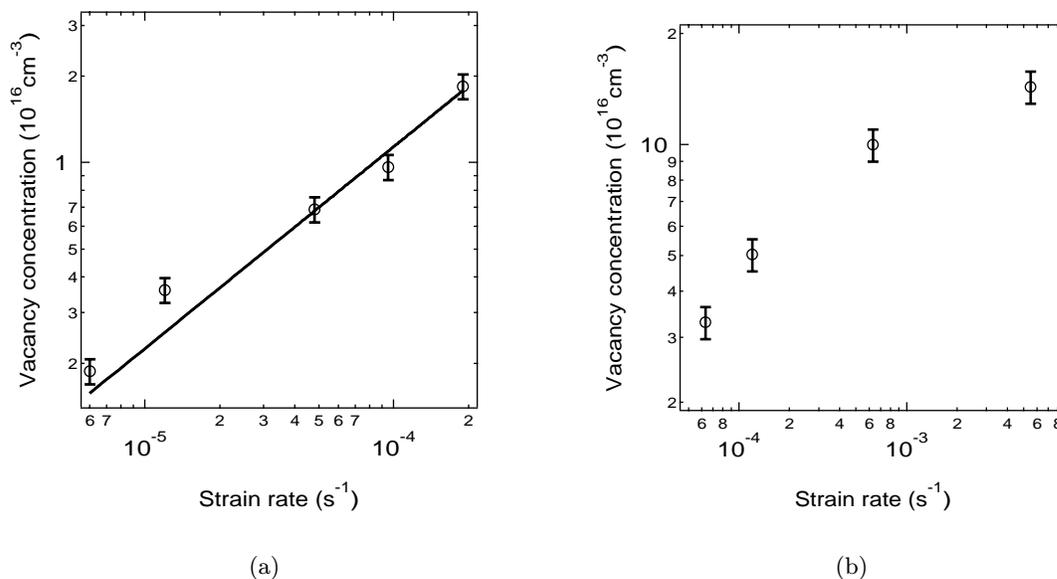


Abb. 7.8: Konzentration der in Clustern enthaltenen Leerstellen in (a) FZ-Si:P, 4% bei 850°C in [213]-Richtung deformiert, und (b) undotiertem GaAs, 3% bei 500°C in [213]-Richtung deformiert, als Funktion der Dehnungsrate.

Die geringfügig nach oben von der Geraden abweichende Leerstellendichte bei den beiden niedrigsten Dehnungsraten ist wahrscheinlich darin begründet, daß dort die Positronenle-

bensdauerspektren zweikomponentig angepaßt wurden. Dadurch trägt der Positroneneinfang in Versetzungen, der bei der Anpassung nicht aufzulösen war, zu der Komponente der Leerstellenagglomerate bei, so daß ein zu großer Positroneneinfang für letztere ermittelt wird.

Zum Vergleich in Abb. 7.8 ist zu bemerken, daß die Deformationstemperatur bei Si bei $0.66T_M$ und bei GaAs $0.5T_M$ betrug. Das heißt, in Si wird eine vergleichbare Konzentration in Clustern agglomerierter Leerstellen bei einer wesentlich höheren homologen Temperatur erreicht. Unter Umständen ist die P-Dotierung für die verstärkte Generation von Leerstellen verantwortlich. Leider stand kein undotiertes FZ-Si für die Deformation zur Verfügung. So kann lediglich geschlossen werden, daß im in Einfachgleitung deformierten Si wie in GaAs Quergleiten der dominierende Jogbildungsmechanismus ist.

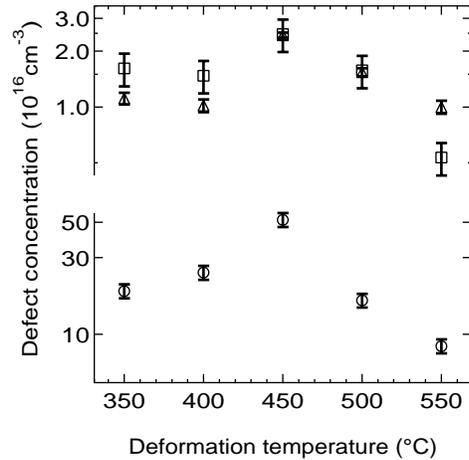
Aus dem Anstieg der Geraden in der doppeltlogarithmischen Auftragung wird für den Exponenten p der Funktion $c \propto \dot{\epsilon}^p$ ein Wert von $p = 0.7$ ermittelt. Dieser Wert ist verträglich mit der Theorie von POPOV [Pop90]. Um die Gültigkeit dieser Theorie nachzuprüfen, müßte aber überprüft werden, ob die gleiche Abhängigkeit der Leerstellendichte von der Dehnungsrate auch bei Mehrfachgleitung gefunden wird. Von dem [110]-orientierten Cz-Si:P konnten nur zwei Proben bei verschiedenen Dehnungsraten verformt werden, da der präparative Aufwand bei Si wesentlich höher als bei GaAs ist, wodurch weniger Proben zur Verfügung standen. In diesen beiden Proben konnte keine Lebensdauerkomponente mit auswertbarer Intensität, die Leerstellenclustern zugeordnet werden kann, aufgelöst werden. Die mittlere Positronenlebensdauer steigt bei einer Vervierfachung der Dehnungsrate um 5 ps. Bei einer vergleichbaren Änderung der Dehnungsrate im FZ-Si:P, das in einer Einfachgleitorientierung deformiert wurde, wird ein Anstieg der mittleren Positronenlebensdauer um 24 ps gefunden. Damit ist zumindest ein Hinweis gegeben, daß wie in GaAs die Dehnungsratenempfindlichkeit der Punktdefektgenerationsrate bei Mehrfachgleitung wesentlich schwächer als bei Einfachgleitung ist.

7.5 Abhängigkeit von der Deformationstemperatur

Bei Deformationstemperaturen unter 450°C zeigt sich ein unerwartetes Verhalten der Defektkonzentration (Abb. 7.9). Vermutet wurde eine Abnahme der Punktdefektdichte mit zunehmender Deformationstemperatur, da bei höherer Temperatur zum einen die Punktdefekte beweglicher sind, so daß sie schneller ausheilen können, zum anderen die Versetzungen leichter Gleithindernissen ausweichen können. Die Leerstellendichte wurde wiederum unter der Annahme von Leerstellenclustern mit 10 \AA Radius berechnet, obwohl eine Änderung des Clusterradius mit der Deformationstemperatur gefunden wurde. Die Positronenlebensdauer in den Leerstellenclustern ändert sich jedoch in dem betrachteten Intervall der Deformationstemperatur nicht deutlich, so daß auch die Änderung der Größe nicht allzu sehr ins Gewicht fallen sollte. Außerdem steigt die Einfangrate in die Leerstellencluster mit zunehmendem Radius, so daß die berechnete Leerstellendichte nur schwach vom angenommenen Radius abhängt.

Die Konzentration der flachen Positronenfallen folgt in etwa dem Verlauf der Konzentration der in Clustern enthaltenen Leerstellen. Sie ist eine Größenordnung kleiner, woraus geschlossen werden kann (siehe Abschn. 7.2), daß entweder weniger Zwischengitteratome generiert werden oder die sekundäre Defektreaktion, die zur Bildung der Antistrukturdefekte führt, nicht vollständig ist. Die mittels ESR bestimmte Konzentration der Ga_{As}^- -Antistrukturdefekte reproduziert den prinzipiellen Temperaturverlauf der Konzentration der flachen Positronenfallen. Diese Übereinstimmung stützt die Identifikation der flachen Positronenfallen mit den Ga_{As}^- -Antistrukturdefekten.

Abb. 7.9: Konzentration der flachen Positronenfallen (PAS, \triangle), der Ga_{As}^- -Antistrukturdefekte (ESR, \square) (oberes Feld) sowie der in Clustern agglomerierten Leerstellen als Funktion der Deformationstemperatur. Undotiertes GaAs, deformiert in [100]-Richtung.



Während die Abnahme der Leerstellendichte oberhalb von 450°C auf die Ausheilung der bei der Deformation generierten Defekte zurückzuführen ist, gibt es für die Interpretation des Anstiegs der Leerstellendichte zwischen 350°C und 450°C zwei Möglichkeiten:

- i) Es werden mit zunehmender Temperatur mehr Jogs generiert. Die Möglichkeit thermisch generierter Jogs wird von MILITZER *et al.* [Mil93, Mil94] diskutiert.
- ii) Das Verhältnis von Versetzungsgeschwindigkeit zur Gleitgeschwindigkeit der Jogs längs der Schraubenversetzungen wird mit abnehmender Temperatur größer. Dann legen bei tieferer Temperatur die Schraubenversetzungen bis zur Annihilation der Jogs einen größeren Weg zurück, so daß bis mehr Punktdefekte generiert werden.

DETEMPLE *et al.* führen Modellrechnungen zur Leerstellenkonzentration als Funktion der Dehnungsrate und Deformationstemperatur durch. Unter der Annahme thermisch generierter Jogs folgt aus diesen Modellrechnungen, daß die Leerstellenkonzentration bis zu einem Maximum nach einem ARRHENIUS-Gesetz ansteigt und nach Überschreiten des Maximums ebenfalls einem ARRHENIUS-Gesetz folgend abfällt.

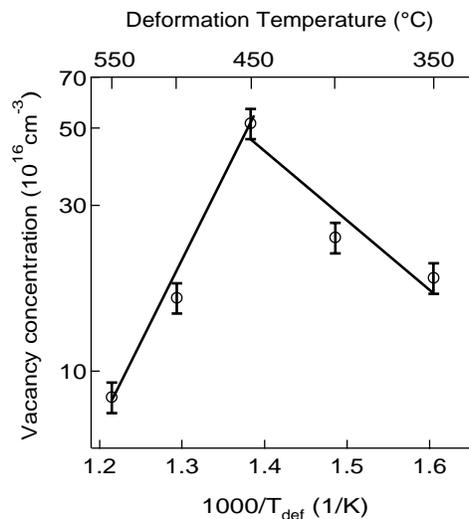


Abb. 7.10: ARRHENIUS-Plot der Konzentration in Clustern agglomerierter Leerstellen als Funktion der Deformationstemperatur. Undotiertes GaAs, deformiert in [100]-Richtung.

In der ARRHENIUS-Auftragung der Leerstellendichte gegen die Deformationstemperatur (Abb. 7.10) können zwei Geraden angepaßt werden. Die Gerade zur Seite höherer Tem-

peratur liefert die Enthalpie der Annihilation der Leerstellencluster, für die ein Wert von (1 ± 0.2) eV erhalten wird. Die Enthalpie, die der ARRHENIUS-Plot zu tiefen Temperaturen liefert, kann als Jogbildungsenthalpie interpretiert werden. Für diese Enthalpie wird ein Wert von (0.4 ± 0.1) eV ermittelt. An dieser Stelle muß angemerkt werden, daß die Annihilationsenthalpie der Leerstellencluster nicht notwendigerweise mit der Migrationsenthalpie für Leerstellen, die im Modell von MECKING und ESTRIN für die ARRHENIUS-Abhängigkeit der Leerstellendichte verantwortlich ist, identifiziert werden muß. Im Modell von MECKING und ESTRIN wird außerdem von stationären Bedingungen ausgegangen, die bei der dynamischen Deformation von GaAs nicht erreicht werden.

Unterhalb von 450°C wird eine deutlich reduzierte Beweglichkeit von Schraubenversetzungen gefunden [Boi90a, Boi90b]. Dieses Ergebnis stimmt mit der hier beobachteten niedrigeren Punktdefektgenerationsrate bei Temperaturen unter 450°C überein.

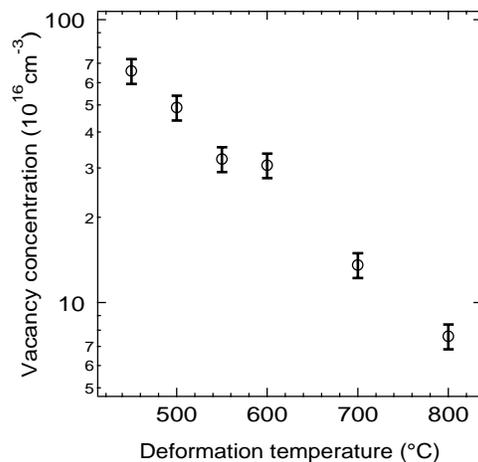


Abb. 7.11: Konzentration in Clustern agglomerierter Leerstellen als Funktion der Deformationstemperatur. GaAs:Te, deformiert in [110]-Richtung.

In GaAs:Te nimmt die Leerstellendichte zwischen 450°C und 800°C Deformationstemperatur kontinuierlich ab (Abb. 7.11). Bei 800°C Deformationstemperatur ist sie gegenüber Deformation bei 450°C um eine Größenordnung gesunken.

Bei den Temperversuchen wurde der Beginn der Ausheilung erst über 500°C gefunden. Interpretiert man den Abfall der Leerstellendichte mit zunehmender Temperatur durch das Einsetzen der Ausheilung, so stellt sich die Frage, aus welchem Grund die Ausheilung während der Deformation bei tieferen Temperaturen als bei Temperung nach der Deformation beginnt. Eine mögliche Interpretation ist, daß durch die Deformation zusätzliche Energie in den Kristall eingebracht wird, die zur Überwindung der Energiebarriere zur Ausheilung beiträgt. Allerdings muß die Defektausheilung nicht die einzige Ursache für das Abnehmen der Leerstellendichte mit zunehmender Temperatur sein. So kann die Abnahme der Versetzungsdichte mit zunehmender Deformationstemperatur eine Ursache für die Abnahme der Leerstellendichte sein. Allerdings bewegen sich die Versetzungen bei höherer Temperatur schneller, so daß die insgesamt überstrichene Fläche gleich bleibt. Geht man also davon aus, daß die lineare Jogdichte mit zunehmender Temperatur zunimmt (thermisch aktivierte Jogs), so ist die wahrscheinlichere Ursache für den beobachteten funktionellen Zusammenhang zwischen Defektdichte und Deformationstemperatur über 450°C die Ausheilung der Defekte.

Die aus einer Arrheniusauftragung ermittelte Annihilationsenthalpie in GaAs:Te liegt mit 0.4 eV deutlich unter der im undotierten Material.

In der Literatur konnten keine Ergebnisse bezüglich der Punktdefektdichte in GaAs bei verschiedenen Deformationstemperaturen gefunden werden. Es gibt allerdings eine große Zahl von Arbeiten, in denen die makroskopisch bestimmbaren Größen der Deformation bei Varia-

tion der Temperatur untersucht wurden [Sie87, Sie90b, Sie91, Sie93b, Sie94, Boi90a, Boi90b, Ast86]. BOIVIN *et al.* finden einen Wechsel der thermischen Aktivierung der Deformation in n-leitendem GaAs bei 450°C. ASTIÉ *et al.* finden in undotiertem GaAs unter 350°C den Übergang zu einer stark thermisch aktivierten Versetzungsbewegung. Es ist möglich, daß die Änderungen in der Punktdefektgeneration mit dem beobachteten Deformationsverhalten in Zusammenhang stehen.

DETEMPLE *et al.* [Det95] finden in Aluminium eine konstante Leerstellendichte bis zu einer Temperatur von 300 K ($\approx 0.3T_M$ (zum Vergleich: 450°C in GaAs entsprechen $\approx 0.5T_M$)) während bei höheren Temperaturen eine Abnahme der Leerstellendichte entsprechend einem ARRHENIUS-Gesetz beobachtet wird. Die Konstanz der Leerstellendichte stützt sich in [Det95] jedoch auf nur einen Meßpunkt, so daß diese Aussage nicht sehr sicher ist. Der Unterschied zu den hier vorgestellten Messungen wird die Leerstellendichte in [Det95] während der Deformation bestimmt. Leider werden keine Spannungs-Dehnungs-Kurven gezeigt, so daß nicht entschieden werden kann, ob die Deformation in einem stationären Zustand in dem Sinn, daß die Fließspannung konstant ist, verläuft.

7.6 Mecking-Estrin-Modell

In diesem Abschnitt wird die Leerstellendichte mit der bei der Deformation geleisteten Arbeit korreliert. Nach dem Modell von MECKING und ESTRIN wird ein konstanter Teil der bei der Deformation geleisteten Arbeit für die Generation von Punktdefekten aufgewendet [Mec80]. MECKING und ESTRIN betrachten allerdings den stationären Zustand der gleichzeitigen Generation und Annihilation der Punktdefekte. Dieser stationäre Zustand wird bei keinem der für diese Arbeit durchgeführten Deformationsexperimente erreicht. Aus diesem Grund ist eine Auswertung nach dem Modell von MECKING und ESTRIN nur sinnvoll, wenn eine gleichzeitige Ausheilung der Defekte nicht stattfindet.

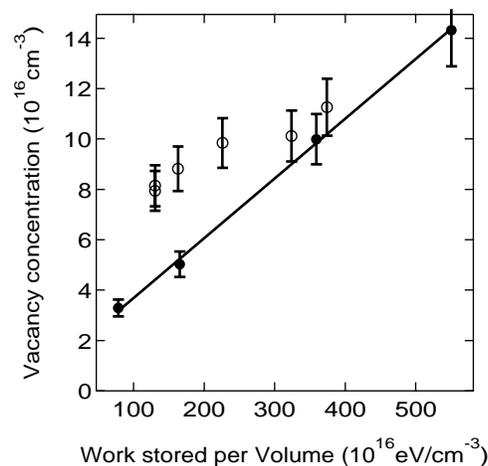


Abb. 7.12: Konzentration in Clustern agglomerierter Leerstellen als Funktion der bei der Deformation je Volumeneinheit verrichteten Arbeit in undotiertem GaAs, das bei 500°C in [213]-Richtung (●) bzw. [110]-Richtung (○) bei verschiedenen Dehnungsraten 3% verformt wurde.

In Abb. 7.12 ist die Leerstellendichte in undotiertem GaAs als Funktion der je Volumeneinheit bei der Deformation verrichteten Arbeit für zwei verschiedene Probenorientierungen dargestellt. Für die Deformation in [213]-Richtung, bei der Einfachgleitung vorliegt und Quergleiten der wesentliche Jogbildungsmechanismus ist, wird der nach dem MECKING-ESTRIN-Modell erwartete lineare Zusammenhang beobachtet. Legt man die von ZHANG und NORTHRUP angegebene Bildungsenergie für Arsen- bzw. Galliumleerstellen, die bei einem in der Mitte der Bandlücke liegendem FERMI-Niveau unter As-reichen Bedingungen 3 eV bzw. 4.2 eV betragen [Zha91], zugrunde, so kann man den Anteil der in den Punktdefekten gespei-

cherten Arbeit berechnen. Er beträgt für das in [213]-Richtung deformierte undotierte GaAs $(7 \pm 2)\%$. Bei der Deformation von Aluminium wird ein Anteil der in Leerstellen gespeicherten Arbeit von 1% gefunden [Det95].

Die in Abb. 7.12 dargestellten Werte repräsentieren Proben, die bei unterschiedlichen Dehnungsraten verformt wurden. Das heißt, der Anstieg der verrichteten Arbeit resultiert aus dem Anstieg der Fließspannung aufgrund der höheren Dehnungsrate. Eine Korrelation zwischen verrichteter Arbeit und Leerstellendichte macht nur Sinn, wenn die Deformationsmechanismen bei den verschiedenen Dehnungsraten ähnlich sind. Da der Verfestigungskoeffizient für die verschiedenen Dehnungsraten nahezu gleich ist, kann davon ausgegangen werden, daß sich die Deformationsmechanismen nicht prinzipiell unterscheiden.

Die Werte bei Deformation in [110]-Richtung, bei der das Quergleitsystem gleichberechtigt angeregt wird, liegen nur teilweise auf der Geraden, die bei Deformation in [213]-Richtung gefunden wird (Abb. 7.12).

Wird als Parameter die Dehnung variiert, so kann ebenfalls der Zusammenhang zwischen der bei der Deformation verrichteten Arbeit und der Leerstellendichte analysiert werden.

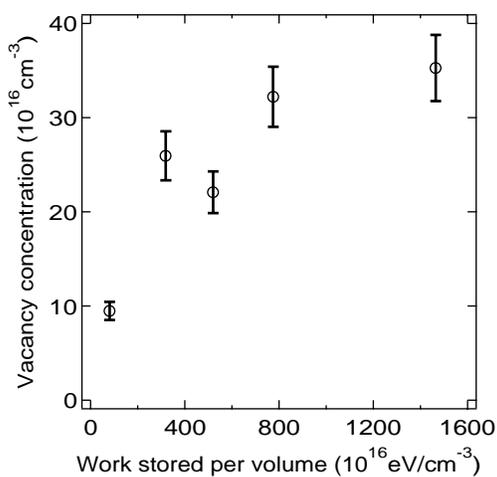


Abb. 7.13: Konzentration in Clustern agglomerierter Leerstellen als Funktion der bei der Deformation je Volumeneinheit verrichteten Arbeit in GaAs:Te, das bei 500°C in [110]-Richtung bis zu verschiedenen Dehnungen deformiert wurde.

Diese Abhängigkeit ist in Abb. 7.13 für GaAs:Te, das in [110]-Richtung verformt wurde, dargestellt. Für diese Proben wurde (siehe Abschn. 7.3) eine lineare Abhängigkeit der Leerstellendichte von der Dehnung gefunden. Da die verrichtete Arbeit, das Integral der linear ansteigenden Spannungs-Dehnungs-Kurve, quadratisch mit der Dehnung steigt, kommt es zu dem in Abb. 7.13 erkennbaren nichtlinearen Zusammenhang zwischen verrichteter Arbeit und Leerstellendichte. Offensichtlich ist der Anteil der Arbeit, der zur Punktdefektgeneration angewendet wird, hier nicht konstant.

Vergleicht man die in Abb. 7.12 dargestellte Abhängigkeit mit der in Abb. 7.13, so kommt man zu dem Schluß, daß sich der Mechanismus der Punktdefektgeneration durch Variation der Dehnungsrate in dem untersuchten Bereich nicht ändert, während mit zunehmender Dehnung der Anteil der Arbeit, der zur Generation der Punktdefekte genutzt wird, abnimmt. Das MECKING-ESTRIN-Modell ist also nur eingeschränkt auf die dynamische Deformation anwendbar. Eine Überprüfung des MECKING-ESTRIN-Modells bei Proben, die bei konstanter Spannung bis zu verschiedenen Dehnungen verformt werden, könnte in zukünftigen Untersuchungen erfolgen.

8. ZUSAMMENFASSUNG

Da mit dieser Arbeit erstmalig das Feld der systematischen, quantitativen Defektanalyse in Halbleitern nach plastischer Deformation betreten wurde, konnten viele Fragen nur ansatzweise beantwortet werden. Das Ziel, die Modelle, die den Zusammenhang zwischen den Deformationsparametern und der Punktdefektdichte beschreiben, *quantitativ* zu überprüfen, konnte nicht im gewünschten Umfang erreicht werden. Die Ergebnisse der Experimente ermöglichen es jedoch, auf der Grundlage *qualitativer* Betrachtungen Schlußfolgerungen über die Mechanismen der Punktdefektgeneration zu ziehen.

Bei den Deformationsexperimenten wurden die Parameter der Versetzungsbewegung bestimmt. Dabei wurden die Ergebnisse der Literatur bestätigt. Bei den dotierten GaAs-Proben wurden Abweichungen gefunden, die den Spannungsexponenten m der Versetzungsgeschwindigkeit betreffen. Diese Abweichungen deuten darauf hin, daß in hoch dotiertem GaAs die Beschreibung der unteren Fließspannung durch das Modell von ALEXANDER und HAASEN nicht sinnvoll ist.

Erstmalig wurde das Aktivierungsvolumen in GaAs konsistent durch Spannungsrelaxations- und Dehnungsratenwechselversuche bestimmt. Als Aktivierungsenergie der Versetzungsbewegung im Bereich des Easy-Glide wurden durch Temperaturwechselversuche 2.8 eV ermittelt.

Durch die systematische Untersuchung des Defektspektrums nach plastischer Deformation unter den verschiedensten Bedingungen konnte sowohl experimentelle Evidenz für bestehende Modellvorstellungen erbracht als auch neue Erkenntnis über die mikroskopischen Prozesse gewonnen werden.

Eine der wichtigsten Schlußfolgerungen aus den Ergebnissen der PAS-Experimente ist, daß bei der plastischen Deformation in den meisten Fällen Leerstellen nicht isoliert, sondern in Form kleinerer Agglomerate unmittelbar als Ergebnis der Versetzungsbewegung gebildet werden, das heißt, daß die Bildung der Agglomerate kein sekundärer Prozeß ist.

Die gefundenen einfachleerstellenartigen Defekte (offenes Volumen entspricht dem einer Einfachleerstelle) unterscheiden sich in ihrem Ausheilverhalten von den nach Elektronenbestrahlung gefundenen Leerstellen. Daraus kann geschlossen werden, daß die einfachleerstellenartigen Defekte Teile der Versetzungslinie oder zumindest mit dieser assoziiert sind. Es konnten keine experimentellen Hinweise auf das Vorhandensein isolierter, durch die Deformation gebildeter Einfachvakanzen im Kristallvolumen gefunden werden.

Die verschiedenen, erstmalig untersuchten Abhängigkeiten der Leerstellenkonzentration von den verschiedenen Deformationsparametern ergeben im Zusammenhang ein schlüssiges Bild der Entstehung der Leerstellen. Alle gefundenen Ergebnisse sind konsistent mit dem Modell der Leerstellengeneration durch Jog-Drugging. Dabei werden die Sprünge auf der Versetzungslinie sowohl durch Quergleiten als auch durch Versetzungsschneidprozesse gebildet. Dominieren die Versetzungsschneidprozesse die Jogbildung, was bei Mehrfachgleitorientierung der Fall ist, so ist eine schwache Abhängigkeit der Leerstellendichte von der Dehnungsrate

zu verzeichnen. Es konnte gezeigt werden, daß der mittlere Abstand der Sprünge auf der Versetzungslinie, der aus der Konzentration generierter Leerstellen abgeschätzt wurde, von der Größenordnung des mittleren Abstandes der Waldversetzungen ist. Bei Einfachgleitorientierung ist dagegen eine deutliche Abhängigkeit der Leerstellendichte von der Dehnungsrate zu beobachten, woraus geschlossen werden kann, daß Quergleiten der dominierende Joghildungsmechanismus ist.

Die Abhängigkeit der Leerstellendichte von der Deformationstemperatur liefert Hinweise darauf, daß es einen thermisch aktivierten Beitrag zur Bildung der Sprünge auf der Versetzungslinie gibt.

Aus der Analyse des Anteils der bei der Deformation verrichteten Arbeit, der zur Bildung von Leerstellen beiträgt, kann geschlußfolgert werden, daß in dem hier untersuchten Temperatur- und Dehnungsratenbereich bei der Deformation von GaAs die Punktdefektgeneration nicht dehnungsratenbestimmend ist.

Die bisherigen quantitativen Modelle zur Punktdefektgeneration beschreiben immer nur teilweise die experimentellen Ergebnisse. Viele Abhängigkeiten von den Deformationsparametern wurden an relativ wenigen Proben untersucht, da es zunächst darum ging, herauszubekommen, welche Deformationsparameter Einfluß auf die Punktdefektdichte haben. In zukünftigen Arbeiten müßten diese Abhängigkeiten mit einer größeren Zahl untersuchter Proben genauer untersucht werden. Sehr vielversprechend ist dabei die Methode der *in-situ*-Messung mittels PAS [Wid98], die an einer Probe eine große Zahl von Messungen zuläßt.

Die Bildung von Antistrukturdefekten während der Deformation von GaAs, für die sowohl die PAS als auch die ESR experimentelle Hinweise liefern, belegt die Generation von Zwischengitteratomen durch die plastische Deformation, die in sekundären Defektreaktionen zu Antistrukturdefekten führen.

Neben den neuen Erkenntnissen, die bezüglich der Mechanismen der Punktdefektgeneration gewonnen wurden, konnten auch Fragen der Defektcharakterisierung in GaAs besser als bisher beantwortet werden. So war es möglich, anhand verschiedener Positronenbindungsenergien verschiedene flache Positronenfallen zu unterscheiden. Dabei konnte auch in GaAs für die Wirkung von Versetzungen als flache Positronenfallen Evidenz erbracht werden.

Äußerst interessant ist die beobachtete Defektbistabilität in den deformierten GaAs-Proben mit großen inneren Spannungen. Eine detaillierte Untersuchung dieses Defektes mit verschiedenen Untersuchungsmethoden, zum Beispiel mittels ESR, könnte zum besseren Verständnis möglicher Punktdefektkonstellationen in GaAs beitragen.

Die Arbeit hat gezeigt, daß das Studium der nach der Deformation im Kristall vorhandenen Punktdefekte (bzw. deren Agglomerate) wichtige Erkenntnisse über die mikroskopischen Mechanismen der Deformation liefert. Kritisch ist anzumerken, daß zur Versetzungsstruktur lediglich Literaturergebnisse herangezogen wurden. Es wäre sehr nützlich, die in der Arbeit mit PAS, IR-Spektroskopie und ESR untersuchten Proben im TEM zu beobachten. Um die Allgemeingültigkeit der für das GaAs getroffenen Aussagen zu überprüfen, müßten Untersuchungen mit einer Systematik, wie sie hier beim GaAs abgedeckt wurde, bei Metallen und anderen Elementhalbleitern durchgeführt werden.

LITERATURVERZEICHNIS

- [Ale68a] H. Alexander und P. Haasen. In: *Solid state Physics*, herausgegeben von F. Seitz, D. Turnbull und H. Ehrenreich, Bd. 22, (S. 27) (Academic Press, New York, 1968).
- [Ale68b] P. Alexander, H. und Haasen. *Solid State Phys.* **22** (1968) S. 27.
- [Ale86] H. Alexander. In: *Dislocations in solids*, herausgegeben von F. R. N. Nabarro, Bd. 7, (S. 113–234) (North Holland, Amsterdam, 1986).
- [Ale88] H. Alexander und C. Kisielowski-Kemmerich. In: *Defects in crystals, Proc. of the 8th Intern. School on defects in crystals*, herausgegeben von E. Mizera, (S. 393) (World Scientific, Singapore, 1988).
- [And85] G. Andreev und B. Smirnov. In: *Proc. of the 7th Int. School*, herausgegeben von E. Mizera, *Defects in Crystals* (World Scientific, Szczyrk, Poland, 1985).
- [Ast86] P. Astié, J. Coiuderc, P. Chomel, D. Quelard und M. Duseaux. *phys. stat. sol. (a)* **96** (1986) S. 225.
- [Bar65] C. Barrett und W. Nix. *Acta metall.* **13** (1965) S. 1247.
- [Bar85] G. A. Baraff und M. Schlüter. *Phys. Rev. Lett.* **55** (1985) S. 1327.
- [Bau95] B. Baufeld, U. Messerschmidt, D. Baither, M. Bartsch, A. Foitzik und M. Rühle. In: *Plastic Deformation of Ceramics*, herausgegeben von R. C. Bradt, C. A. Brooks und J. Routbort, (S. 43) (Plenum Press, New York and London, 1995).
- [Bau97] B. Baufeld. *Plastische Verformung von kubischen Zirkondioxid-Einkristallen bei Temperaturen zwischen 400° C und 1400° C*. Dissertation, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, (1997).
- [Ben86] S. Benakki, A. Goltzene, C. Schwab, W. Guangyu und Z. Yuanxi. *phys. stat. sol. (b)* **138** (1986) S. 143.
- [Ben92] T. Benchiguer, B. Mari, C. Schwab, J. Wu und G. Wang. *J. Appl. Phys.* **72** (1992) S. 1323.
- [Ber65] R. Berner und H. Kronmüller. In: *Moderne Probleme der Metallphysik*, herausgegeben von A. Seeger, Bd. 1, (S. 35) (Springer, Berlin, 1965).
- [Ber71] M. Bertolocciani, A. Bisi, G. Gambarini und L. Zappa. *J.Phys.C* **4** (1971) S. 734.
- [Blu72] W. Blum. *Zeitschrift für Metallkunde* **63** (1972) S. 757.
- [Boi90a] P. Boivin, J. Rabier und H. Garem. *Phil. Mag. A* **61** (1990) S. 619.
- [Boi90b] P. Boivin, J. Rabier und H. Garem. *Phil. Mag. A* **61** (1990) S. 647.

- [Bou89] J. C. Bourgoin. Rad. Eff. and Def. in Solids **111-112** (1989) S. 29.
- [Bra77] W. Brandt und R. Paulin. Phys. Rev. B **15** (1977) S. 2511.
- [Bro87] M. Brohl, C. Kisielowski-Kemmerich und H. Alexander. Appl. Phys. Lett. **50** (1987) S. 1733.
- [Chr90] E. Christoffel, T. Benchiguer, A. Goltzené, C. Schwab, W. Guangyu und W. Ju. Phys. Rev. B **42** (1990) S. 3461.
- [Cor90] C. Corbel, F. Pierre, P. Hautojärvi, K. Saarinen und P. Moser. Phys. Rev. B **41** (1990) S. 10632.
- [Cor92] C. Corbel, F. Pierre, K. Saarinen, P. Hautojärvi und P. Moser. Phys. Rev. B **45** (1992) S. 3386.
- [Cot73] R. Cottam und G. Saunders. J. Phys. C **53** (1973) S. 2105.
- [Cue95] N. Cuendet, T. Halicioglu und W. Tiller. Appl. Phys. Lett. **67** (1995) S. 1063.
- [Cui96] A. Cuitiño und M. Ortiz. Acta mater. **44** (1996) S. 427.
- [Dan83a] S. Dannefaer, N. Fruensgaard, S. Kupca, B. Hogg und D. Kerr. Can. J. Phys. **61** (1983) S. 451.
- [Dan83b] S. Dannefaer, D. Kerr und B. G. Hogg. J. Appl. Phys. **54** (1983) S. 155.
- [Dan91] S. Dannefaer, P. Mascher und D. Kerr. J. Appl. Phys. **69** (1991) S. 4080.
- [Det95] K. Detemple, O. Kanert, J. T. M. De Hosson und K. L. Murty. Phys. Rev. B **52** (1995) S. 125.
- [Die56] J. Diehl. Z. Metall. **47** (1956) S. 331.
- [Dre91] M. Dreszer, P. und Baj. J. Appl. Phys. **70** (1991) S. 2679.
- [Fig83] T. Figielski, T. Wosinski und A. Morawski. J. Physique **44** (1983) S. C4.
- [Ger86] D. Gerthsen. phys. stat. sol. (a) **97** (1986) S. 527.
- [Gil94] L. Gilgien, G. Galli, F. Gygi und R. Car. Phys. Rev. Lett. **72** (1994) S. 3214.
- [God74] K. Godwod, R. Kowalczyk und Z. Szmid. phys. stat. sol. (a) **21** (1974) S. 227.
- [Got75] G. Gottstein, J. Bewerunge, H. Mecking und H. Wollenberger. Acta Met. **23** (1975) S. 641.
- [Gui64] P. Guiu und P. Pratt. phys. stat. sol. **6** (1964) S. 111.
- [Gyu28] Z. Gyulai und D. Hartly. Zeits. Phys. **51** (1928) S. 378.
- [H. 64] H. McStimin *et al.* J. Appl. Phys. **35** (1964) S. 3312.
- [Haa62] P. Haasen. Z. Physik **167** (1962) S. 461.
- [Haa89] P. Haasen. Phys. France **50** (1989) S. 2445.
- [Hak98] M. Hakala, M. J. Puska und R. M. Nieminen. Phys. Rev. B **57** (1998) S. 7621.

- [Hau79] P. Hautojärvi. *Positrons in solids*, Bd. 12 von *Topics in Current Physics* (Springer, Berlin, Heidelberg, 1979).
- [Hüb95] C. Hübner, T. Staab und R. Krause-Rehberg. *Appl. Phys A* **61** (1995) S. 203.
- [Hir82] J. P. Hirth und J. Lothe. *Theory of dislocations* (Wiley, New York, 1982), 2. Aufl.
- [Hir83] J. Hirth. In: *Physical Metallurgy*, herausgegeben von R. Cahn und P. Haasen, (S. 1223) (North-Holland Physics Publishing, Amsterdam, 1983).
- [Hob86] H. Hobgood, S. McGuigan, J. A. Spitznagel und R. Thomas. *Appl. Phys. Lett.* **84** (1986) S. 1654.
- [Hod70] C. Hodges. *Phys. Rev. Lett.* **25** (1970) S. 284.
- [Hor92] Y. Horii, A. Kawasuso, M. Hasegawa, M. Suezawa, S. Yamaguchi und K. Sumino. *Mat. Sc. Forum* **105-110** (1992) S. 1061.
- [Hul84] D. Hull und D. J. Bacon. *Introduction to dislocations* (Pergamon Press, Oxford, 1984), 3. Aufl.
- [Hyo95] T. Hyodo. In: *Positron spectroscopy of solids*, herausgegeben von A. Dupasaquier und A. P. Mills, (S. 419) (Ios, Amsterdam, 1995), : Aufl. Proceedings of the International School of Physics 'Enrico Fermi'. Course CXXV.
- [Ish80] T. Ishida, K. Maeda und S. Takeuchi. *Appl. Phys.* **21** (1980) S. 21.
- [J. 75] J. Mullin *et al.* *Phys. Conf. Ser.* **24** (1975) S. 275.
- [Jan89] R. W. Jansen und O. F. Sankey. *Phys. Rev. B* **39** (1989) S. 3192.
- [Jia92] Y. Jia, H. J. v. Bardeleben, D. Stievenard und C. Delerue. *Mat. Sc. Forum* **83-87** (1992) S. 966.
- [Kam95] Y. Kamimura, T. Tsutsumi und E. Kuramoto. *Phys. Rev. B* **52** (1995) S. 879.
- [Kar84] M. Karmouda. Thèse de troisième cycle, Université Lille, (1984).
- [Kaw95a] A. Kawasuso, M. Suezawa, M. Hasegawa, S. Yamaguchi und K. Sumino. *Jpn. J. Appl. Phys.* **34** (1995) S. 4579.
- [Kaw95b] A. Kawasuso, M. Suezawa, M. Hasegawa, S. Yamaguchi und K. Sumino. *Mat. Sc. Forum* **196-201** (1995) S. 1177.
- [Krü92a] J. Krüger. *ESR-Untersuchungen von Antisite-Defekten in GaAs*. Dissertation, Universität zu Köln, (1992).
- [Krü92b] J. Krüger und H. Alexander. *Mat. Sc. For.* **83-87** (1992) S. 899.
- [KR93a] R. Krause-Rehberg, M. Brohl, H. Leipner, A. Kupsch, T. Drost, A. Polity, U. Beyer und H. Alexander. *Phys. Rev. B* **47** (1993) S. 13266.
- [KR93b] R. Krause-Rehberg, T. Drost, A. Polity, G. Roos, G. Pensl, D. Volm, B. K. Meyer, G. Bischofink und K. W. Benz. *Phys. Rev. B* **48** (1993) S. 11723.
- [KR94] R. Krause-Rehberg, H. Leipner, A. Kupsch, A. Polity und T. Drost. *Phys. Rev. B* **49** (1994) S. 2385.

- [Kra90] R. Krause, K. Saarinen, P. Hautojärvi, A. Polity, G. Gärtner und C. Corbel. Phys. Rev. Lett. **65** (1990) S. 3329.
- [Kur73] E. Kuramoto, S. Takeuchi, M. Noguchi, T. Chiba und N. Tsuda. J. Phys. Soc. Jap. **34** (1973) S. 103.
- [Lai73] D. Laister und G. M. Jenkins. J. Mater. Sci. **8** (1973) S. 1218.
- [Lai96] T. Laine, J. Mäkinen, K. Saarinen, P. Hautojärvi, C. Corbel, M. L. Fille und P. Gibart. Phys. Rev. B **53** (1996) S. 11025.
- [LB94] C. Le Berre, C. Corbel, M. R. Brozel, S. Kuisma, K. Saarinen und P. Hautojärvi. J. Phys.: Cond. Mat. **6** (1994) S. L759.
- [LB95] C. Le Berre, C. Corbel, K. Saarinen, S. Kuisma, P. Hautojärvi und R. Fornari. Phys. Rev. B **52** (1995) S. 8112.
- [Len72] C. Lenasson. Scr. Metall. **6** (1972) S. 1125.
- [Mae85] K. Maeda. In: *Dislocations in solids*, herausgegeben von H. Suzuki, T. Ninomiya und S. Takeuchi, (S. 425–428) (University of Tokyo Press, Tokyo, 1985). Proc. Yamada conf. IX Tokyo 1984.
- [Mäk89] J. Mäkinen, C. Corbel, P. Hautojärvi, P. Moser und F. Pierre. Phys. Rev. B **39** (1989) S. 10162.
- [Mak90] S. Makinen, H. Hakkinen und M. Manninen. Physica Scripta **T33** (1990) S. 206.
- [Mäk92] J. Mäkinen, P. Hautojärvi und C. Corbel. J. Phys.: Condens. Matter **4** (1992) S. 5137.
- [Man81] M. Manninen und R. Nieminen. Appl. Phys. A **26** (1981) S. 93.
- [Mec80] H. Mecking und Y. Estrin. Scripta metall. **14** (1980) S. 815.
- [Mec81] H. Mecking und U. Kocks. Acta Met. **29** (1981) S. 1865.
- [Mil93] M. Militzer, W. Sun und J. Jonas. Mater. Sc. For. **113-115** (1993) S. 163.
- [Mil94] M. Militzer, W. Sun und J. Jonas. Acta metall. mater. **42** (1994) S. 133.
- [Mäk93] J. Mäkinen, T. Laine, K. Saarinen, P. Hautojärvi, C. Corbel, V. M. Airaksinen und P. Gibart. Phys. Rev. Lett. **71** (1993) S. 3154.
- [Mog95] O. E. Mogensen. *Positron annihilation in chemistry*. Springer Series in Chemical Physics (Springer-Verlag, Berlin, 1995).
- [Mot60] N. F. Mott. Trans. Met. Soc. AIME **218** (1960) S. 962.
- [Nie79a] R. M. Nieminen und J. Laakkonen. Appl. Phys. **20** (1979) S. 181.
- [Nie79b] R. M. Nieminen, J. Laakkonen, P. Hautojärvi und A. Vehanen. Phys. Rev. B **19** (1979) S. 1397.
- [Oro34] E. Orowan. Z. Phys. **89** (1934) S. 605 and 634.
- [Oro40] E. Orowan. Proc. Phys. Soc. **52** (1940) S. 8.

- [Pal91] J. Palm und H. Kisielowski-Kemmerich, C. und Alexander. Appl. Phys. Lett. **58** (1991) S. 68.
- [Pat66] J. Patel und A. Chaudhuri. Phys. Rev. **143** (1966) S. 601.
- [Pei40] R. Peierls. Proc. Phys. Soc. **52** (1940) S. 23.
- [Per70] A. Perkins und J. Carbotte. Phys. Rev. B **1** (1970) S. 101.
- [Pet96] K. Petersen, I. Repin und G. Trumpy. J. Phys.: Condens. Matter **8** (1996) S. 2815.
- [Pet98] K. Petters. *Untersuchung des Bildungs- und Ausheilverhaltens von bestrahlungsinduzierten Defekten in Metallen*. Diplomarbeit, Universität Halle, (1998).
- [Pog84] A. Pogrebnyak. phys. stat. sol. (a) **86** (1984) S. 191.
- [Pol34] M. Polanyi. Z. Phys. **89** (1934) S. 660.
- [Pol97a] A. Polity, S. Huth und R. Krause-Rehberg. Mater. Sci. Forum **255-257** (1997) S. 602.
- [Pol97b] A. Polity, F. Rudolf, C. Nagel, S. Eichler und R. Krause-Rehberg. Phys. Rev. B **55** (1997) S. 10467.
- [Pop90] L. E. Popov, V. A. Starenchenko und I. I. Shalygin. Fizika Metallov i Metallovedenie **6** (1990) S. 31.
- [Pöy97] S. Pöykkö, M. J. Puska und R. M. Nieminen. Phys. Rev. B **55** (1997) S. 6914.
- [Pus78] M. Puska. *Non-linear regression program*. Techn. Ber., Teknillinen Korkeakoulu, Ottaniemi, Finland, (1978).
- [Pus83] M. J. Puska und R. M. Nieminen. J. Phys. F: Met. Phys. **13** (1983) S. 333.
- [Pus88] M. J. Puska und C. Corbel. Phys. Rev. B **38** (1988) S. 9874.
- [Pus89] M. J. Puska. J. Phys.: Condens. Matter **1** (1989) S. 7347.
- [Pus90a] M. Puska, C. Corbel und R. Nieminen. Phys. Rev. B **41** (1990) S. 9980.
- [Pus90b] M. Puska, C. Corbel und R. Nieminen. Phys. Rev. B **41** (1990) S. 9980.
- [Pus94] M. Puska und R. Nieminen. Reviews of Modern Physics **66** (1994) S. 841.
- [Rab87] J. Rabier und A. George. Rev. Phys. Appl. **22** (1987) S. 1327.
- [Saa89] K. Saarinen, P. Hautojärvi, A. Vehanen, R. Krause und G. Dluback. Phys. Rev. B **39** (1989) S. 5287.
- [Saa90] K. Saarinen, C. Corbel, P. Hautojärvi, P. Lanki, F. Pierre und D. Vignaud. J. Phys.: Condens. Matter **2** (1990) S. 2453.
- [Saa91] K. Saarinen, P. Hautojärvi, P. Lanki und C. Corbel. Phys. Rev. B **44** (1991) S. 10585.
- [Saa95] K. Saarinen, A. P. Seitsonen und P. Hautojärvi. Phys. Rev. B **52** (1995) S. 10932.
- [Sai96] M. Saito und A. Oshiyama. Phys. Rev. B **53** (1996) S. 7810.

- [Saj90] F. Sajovec, R. Wolf, A. Fattah, K. Bickmann, H. Wenzl, G. Nagel, H. Rufer, E. Tomzig und P. de Bievre. *phys. stat. sol. A* **122** (1990) S. 139.
- [Sch65] G. Schoeck. *phys. stat. sol.* **8** (1965) S. 499.
- [Sch67] S. Schäfer. *phys. stat. sol.* **19** (1967) S. 297.
- [Sch83] W. Schröter, H. Brion und H. Siethoff. *J. Appl. Phys.* **54** (1983) S. 1816.
- [See74] A. Seeger. *Appl. Physics* **4** (1974) S. 183.
- [See90] A. Seeger und F. Banhart. *Helv. Phys. Acta* **63** (1990) S. 403. E+ vorhanden.
- [Sei50] F. Seitz. *Phys. Rev.* **80** (1950) S. 239.
- [Seo95] H. Seong und L. J. Lewis. *Phys. Rev. B* **52** (1995) S. 5675.
- [Shu85] A. Shukla, L. Hoffmann, A. Manuel und M. Peter. *Mat. Sci. Forum* **175-178** (1985) S. 939.
- [Sie87] H. Siethoff, J. Völkl, D. Gerthsen und H. Brion. *phys. stat. sol. (a)* **101** (1987) S. K13.
- [Sie90a] H. Siethoff und R. Behrensmeier. *J. Appl. Phys.* **67** (1990) S. 3673.
- [Sie90b] H. Siethoff, R. Behrensmeier, K. Ahlborn und J. Völkl. *Phil. Mag. A* **61** (1990) S. 233.
- [Sie91] H. Siethoff, K. Ahlborn und H. Brion. *Acta metall. mater.* **39** (1991) S. 1133.
- [Sie92] H. Siethoff. In: *The Mechanical Properties of Semiconductors*, herausgegeben von K. Faber und K. Malloy, Bd. 37 von *The Mechanical Properties of Semiconductors*, (S. 143–188) (Academic Press, Inc., Boston u.a., 1992).
- [Sie93a] H. Siethoff. *phys. stat. sol. (a)* **138** (1993) S. 591.
- [Sie93b] H. Siethoff, H. Brion und J. Völkl. *J. Appl. Phys.* **74** (1993) S. 153.
- [Sie94] H. Siethoff und K. Ahlborn. *Phil. Mag. A* **69** (1994) S. 793.
- [Sme80] L. C. Smedskjaer, M. Manninen und M. J. Fluss. *J. Phys. F: Metal. Phys.* **10** (1980) S. 2237.
- [Soi92] E. Soininen, J. Mäkinen, D. Beyer und P. Hautojärvi. *Phys. Rev. B* **46** (1992) S. 13104.
- [Som96] B. Somieski, T. Staab und R. Krause-Rehberg. *Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. A* **381** (1996) S. 128.
- [Sta] T. Staab und C. Hübner. Zur Veröffentlichung vorgesehen.
- [Sta96] T. Staab, B. Somieski und R. Krause-Rehberg. *Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. A* **381** (1996) S. 141.
- [Sta97] T. Staab. *Positronenlebensdauerspektroskopieuntersuchungen zum Sinterprozeß in Metallpulverpreßlingen - Der Einfluß von Gefüge und Mikrostruktur auf den Materialtransport*. Dissertation, Universität Halle, (1997).

- [Ste33] A. Stepanov. *Zeits. Phys.* **81** (1933) S. 560.
- [Ste78] H. Steinhardt und P. Haasen. *phys. stat. sol. (a)* **49** (1978) S. 93.
- [Sto78] M. Stott und R. West. *J. Phys. F* **8** (1978) S. 635.
- [Sto94] O. Storbeck. *FTIR-Spektroskopie von deformationsinduzierten Defekten in Galliumarsenid*. Diplomarbeit, Universität Halle, (1994).
- [Tar97] N. I. Tarbaev, G. Shepelski und E. Salkov. *Prisma ZH. Eksp. Teor. Fiz.* **66** (1997) S. 639.
- [Tay34] G. I. Taylor. *Proc. Roy. Soc. (London)* **A145** (1934) S. 362.
- [Tru92] G. Trumpy und M. Bentzon. *J. Phys. Condens. Matter* **4** (1992) S. 419.
- [Veh81] A. Vehanen, P. Hautojärvi und V. S. Mikhalekov. *phys. stat. sol. (a)* **64** (1981) S. K1 45.
- [Vig89] D. Vignaud und J. Farvacque. *J. Appl. Phys.* **65** (1989) S. 1516.
- [War84] P. Warren, P. Pirouz und S. Roberts. *Phil. Mag. A* **50** (1984) S. L23.
- [Web82] E. Weber, H. Ennen, U. Kaufmann, J. Windscheif, J. Schneider und T. Wosinski. *J. Appl. Phys.* **53** (1982) S. 6140.
- [Wee83a] J. Weertmann und J. Weertmann. In: *Physical Metallurgy*, herausgegeben von R. Cahn und P. Haasen, (S. 1259) (North-Holland Physics Publishing, Amsterdam, 1983).
- [Wee83b] J. Weertmann und J. Weertmann. In: *Physical Metallurgy*, herausgegeben von R. Cahn und P. Haasen, (S. 1309) (North-Holland Physics Publishing, Amsterdam, 1983).
- [Wid98] T. Wider, S. Hansen, U. Holzwarth und K. Maier. *Phys. Rev. B* **57** (1998) S. 5126.
- [Yon83a] I. Yonenaga und Sumino. *Jpn. J. Appl. Phys* **21** (1983) S. 47.
- [Yon83b] I. Yonenaga, K. Sumino und K. Hoshi. *J. Appl. Phys* **54** (1983) S. 5016.
- [Yon87] I. Yonenaga, U. Onose und K. Sumino. *J. Mater. Res.* **2** (1987) S. 252.
- [Yon89] I. Yonenaga und K. Sumino. *J. Appl. Phys.* **65** (1989) S. 85.
- [Zha90] S. B. Zhang und D. J. Chadi. *Phys. Rev. Lett.* **64** (1990) S. 1789.
- [Zha91] S. B. Zhang und J. E. Northrup. *Phys. Rev. Lett.* **67** (1991) S. 2339.
- [Zon94] I. Zongo und J. Farvacque. *phys. stat. sol. (a)* **142** (1994) S. 383.

Danksagung

Mein Dank gilt zuerst Herrn Dr. Hartmut S. Leipner, der mir im Rahmen eines DFG-Projektes die Möglichkeit eröffnete, wissenschaftlich auf dem Gebiet der plastischen Deformation zu arbeiten. Er war stets offen für Diskussionen über die oft nicht leicht zu verstehenden experimentellen Ergebnisse und machte mir mit Sätzen wie diesem: "Wir haben tolle Ergebnisse, verstehen sie aber leider nicht" immer wieder Mut, weiterzumachen. Er gab mir oft wichtige Impulse, in welcher Richtung erfolgversprechende Experimente zu unternehmen seien.

Herr Dr. habil. Reinhard Krause-Rehberg war ebenfalls stets bereit, mit mir über temperaturabhängige Positronenlebensdauerkurven, die an Originalität kaum zu übertreffen waren, zu diskutieren. In allen Fragen, die die Positronenlebensdauerspektroskopie betrafen, war er ein stets bereiter Ansprechpartner.

Herrn Prof. Dr. Peter Grau danke ich für die Möglichkeit, meine Proben in der Materialprüfmaschine zu deformieren. Er gab mir wichtige Hinweise zur Bestimmung und Bewertung der Aktivierungsparameter der Versetzungsbewegung.

Herr Prof. Dr. Eicke R. Weber ermöglichte es mir, im fernen Kalifornien die ESR-Untersuchungen durchzuführen. Herr Dr. Joachim Krüger führte mich in die Technik der ESR ein und half mir bei der Durchführung der Experimente.

Die IR-Messungen sind in gemeinschaftlicher Anstrengung mit (Frank) Holger Börner entstanden, wofür ich mich herzlich bedanke.

Für die theoretischen Berechnungen der Positronenlebensdauer in Leerstellenagglomeraten sowie die kritische Durchsicht des Manuskripts danke ich Herrn Dr. Torsten Staab.

Allen Mitgliedern des Positronenlabors danke ich für das sehr angenehme und kreative Arbeitsklima: Claudia, Bertram, Jörg, Konrad, Matthias, Mike, Paul, Rudi, Stefan, Steffen, Thomas und Thoralf. Dr. habil. Angelika Polity danke ich besonders für die Durchsicht des Manuskripts und die vielen Anregungen zur Defektidentifikation.

Für die finanzielle Unterstützung danke ich der Deutschen Forschungsgemeinschaft.

Meinen Eltern danke ich für die Gewißheit, die sie mir gegeben haben, einfach da zu sein, wenn es notwendig ist. Güsi hat, besonders in der letzten Phase der Arbeit, viel Verständnis dafür aufgebracht, daß sie mich nicht so häufig zu Gesicht bekommen hat, und mir viel moralischen Halt gegeben.

Anhang A

SYMBOLVERZEICHNIS

A	Annihilationsrate der Punktdefekte
\tilde{A}	Hyperfeinstruktur-Wechselwirkungstensor
a	Gitterkonstante
a_P	Periode des Peierls-Potentials
B	Konstante
b	Betrag des Burgers-Vektors
c	Defektkonzentration
c_i	Konzentration der Zwischengitteratome
c_v	Konzentration der Leerstellen
c_j	Lineare Jogdichte
d	Ausdehnung eines Gleithindernisses
D_+	Positronendiffusionskoeffizient
D_{SD}	Selbstdiffusionskoeffizient
\tilde{D}	Feinstruktur-Wechselwirkungstensor
E	Elastizitätsmodul
E_b	Positronenbindungsenergie
E_{max}	Maximale Positronen-Energie
f	Frequenz
G	Gibbs-Enthalpie
\tilde{g}	Zeeman-Wechselwirkungstensor
\vec{H}_0	Magnetische Feldstärke
\vec{I}	Kernspin
I	Dehnungsratenempfindlichkeit bzw. Intensität der Positronenlebensdauerkomponente
K	Geschwindigkeitskonstante der Annihilation
k_B	Boltzmann-Konstante
k_+	Wellenzahl des Positrons
l, l_g	Mittlerer zurückgelegter Weg von Versetzungen
L, L_g	Gesamtlänge der Versetzungen
m	Spannungsexponent der Versetzungsgeschwindigkeit
m_+	Effektive Masse des Positrons
N_i	Zahl der Positronen im Zustand i
$n_{i,v}$	Zahl der Punktdefekte
n	Zahl der in einem Cluster enthaltenen Leerstellen
N_d	Versetzungsdichte
N_{dm}	Dichte beweglicher Versetzungen
N_{df}	Waldversetzungsdichte
P	Produktionsrate der Punktdefekte

P_i	Positronenbesetzungswahrscheinlichkeit
P_j	Anteil der jogbildenden Waldversetzungen
p	Dehnungsratenexponent der Punktdefektgenerationsrate
q	elektrische Ladung
R	Reaktionsordnung der Annihilation
r_{cl}	Radius eines Leerstellenclusters
\vec{S}	Elektronenspin
T_M	Schmelztemperatur
U	Freie Energie
V	Probenvolumen
V_A	Aktivierungsvolumen der Versetzungsbewegung
v	Versetzungsgeschwindigkeit
v_+	Geschwindigkeit des Positrons
v_j	Geschwindigkeit von Jogs auf Versetzungen
W_P	Peierls-Energie
α	Konstante (in verschiedenen Zusammenhängen)
α_+	Mittlere Eindringtiefe der Positronen
β	Bohrsches Magneton
χ	Konstante
ϵ	Dehnung
$\epsilon_i, \epsilon_f, \epsilon_t$	Energien des Elektronensystems vor und nach dem Einfang eines Positrons sowie des eingefangenen Positrons
γ	Abgleitung
Γ_s	Konstante, die die Länge der Versetzungsquellsegmente mit der Versetzungsdichte verknüpft
δ	δ -Funktion bzw. Positronenentweichrate
κ	Positroneneinfangrate
λ	Positronenannihilationsrate
Λ_+	Thermische Wellenlänge des Positrons
λ_a	Mittlerer Abstand zwischen Annihilationszentren
λ_b	Positronenannihilationsrate im ungestörten Bulk
λ_j	Abstand zwischen den Jogs auf Versetzungen
μ	Schermodul
μ_B	Bohrsches Magneton
μ_+	Positroneneinfangkoeffizient
ν	Poisson-Zahl
ρ	Massendichte
σ	Aufgelöste Scherspannung
σ_{eff}	Effektive Scherspannung
σ_i	Interne Scherspannung
σ_+	Einfangquerschnitt des Positrons
τ	Äußere Spannung bzw. Positronenlebensdauer
τ_1, τ_2, τ_3	Positronenlebensdauerkomponenten
Θ	Verfestigungskoeffizient
ξ	Anteil der Waldversetzungen an der Gesamtversetzungsdichte bzw. Übergangsrate der Positronen in gebundene Zustände
ζ	Anteil der punktdefektgenerierenden Versetzungen

Anhang B

DEFORMATIONSPARAMETER ALLER HALBLEITERPROBEN

Probe	Material	Dotierung	Orientierung	Dehnung (%)	Dehnungsrate (s ⁻¹)	Def.-Temp. (°C)
ct07	GaAs	Te	110	7.7	2.50×10^{-5}	500
ct08	GaAs	Te	110	7.9	2.50×10^{-5}	550
ct09	GaAs	Te	110	7.5	2.50×10^{-5}	600
ct10	GaAs	Te	110	1.6	2.50×10^{-5}	500
ct11	GaAs	Te	110	8.2	2.60×10^{-5}	800
ct12	GaAs	Te	110	4.2	2.60×10^{-5}	500
ct13	GaAs	Te	110	12.7	2.60×10^{-5}	500
ct16	GaAs	Te	110	8.1	2.70×10^{-5}	700
ct17	GaAs	Te	110	7.1	2.30×10^{-5}	450
ct18	GaAs	Te	110	5.2	1.90×10^{-5}	500
ct19	GaAs	Te	110	10.6	2.60×10^{-5}	500
ct20	GaAs	Te	110	8.2	1.50×10^{-4}	500
ct22	GaAs	Te	110	9.5	3.20×10^{-4}	500
a1	GaAs	Te	110	3.6	1.50×10^{-5}	500
a2	GaAs	Te	110	3.6	3.00×10^{-5}	500
a3	GaAs	Te	110	3.6	7.40×10^{-6}	500
a4	GaAs	Te	110	3.6	1.50×10^{-6}	500
a5	GaAs		110	3.6	3.00×10^{-5}	500
p02	GaAs		110	19.0	1.40×10^{-5}	400
p03	GaAs		110	14.4	3.30×10^{-5}	400
p04	GaAs		110	12.6	7.20×10^{-6}	400
p08	GaAs		110	7.5	3.30×10^{-6}	300
p09	GaAs		110	4.4	3.30×10^{-6}	250
p10	GaAs		110	10.0	1.50×10^{-3}	800
p11	GaAs		110	10.0	8.30×10^{-4}	800
p12	GaAs		110	10.0	3.80×10^{-4}	800
p13	GaAs		110	10.0	1.90×10^{-4}	800
p14	GaAs		110	10.0	4.80×10^{-5}	800
p15	GaAs		110	10.0	3.30×10^{-3}	800
p16	GaAs		110	10.0	7.60×10^{-6}	800

Probe	Material	Dotierung	Orientierung	Dehnung (%)	Dehnungsrate (s ⁻¹)	Def.-Temp. (°C)
P17	GaAs		110	10.0	1.67×10^{-5}	400
P19	GaAs		110	10.0	1.43×10^{-4}	400
p20	GaAs		110	10.0	3.32×10^{-5}	400
p22	GaAs		110	10.0	1.26×10^{-5}	600
p23	GaAs		110	10.0	1.26×10^{-4}	600
p24	GaAs		110	10.0	5.05×10^{-6}	600
p25	GaAs		110	10.0	6.87×10^{-5}	600
p26	GaAs		100	0.8	7.53×10^{-5}	500
p27	GaAs		100	14.8	1.68×10^{-5}	600
p29	GaAs		100	11.9	1.64×10^{-4}	600
p31	GaAs		110	26.8	1.47×10^{-4}	600
p32	GaAs	Zn	110	2.46	3.25×10^{-5}	500
p33	GaAs	Zn	110	2.58	5.87×10^{-5}	500
p35	GaAs	Zn	110	2.51	7.60×10^{-5}	500
p36	GaAs		100	9.6	1.67×10^{-5}	600
p37	GaAs		100	4.5	1.60×10^{-5}	600
p38	GaAs		100	4.7	8.00×10^{-6}	600
p39	GaAs		100	3.8	3.30×10^{-6}	600
p40	GaAs		100	1.85	1.54×10^{-6}	600
p41	GaAs		100	4.35	3.00×10^{-5}	600
p43	GaAs		100	1.9	3.16×10^{-6}	600
p44	GaAs		100	2.0	8.50×10^{-6}	600
p45	GaAs		100	2.0	1.60×10^{-5}	600
p46	GaAs		100	1.9	3.37×10^{-5}	600
p47	GaAs		110		Ratenwechsel	
p48	GaAs		100	1.5	3.30×10^{-5}	400
p49	GaAs		100	2.0	3.30×10^{-5}	500
p50	GaAs		110		Ratenwechsel	
p51	Si	P	110	7.3	6.10×10^{-5}	663
p53	Si	P	110	7.0	3.00×10^{-5}	850
p55	Si	P	110	3.6	1.00×10^{-5}	900
p56	Si	P	110	3.5	4.00×10^{-5}	900
p57	Si	P	110	3.8	1.00×10^{-5}	785
p58	Si	P	110	3.7	1.00×10^{-5}	855
p59	Si	P	110	3.6	1.00×10^{-5}	700
p67	GaAs		110	10	7.50×10^{-4}	500
p68	GaAs		110	3.0	7.30×10^{-4}	500
P69	GaAs		110	3.5	1.50×10^{-3}	500
P70	GaAs		110	3.0	3.00×10^{-4}	500

Probe	Material	Dotierung	Orientierung	Dehnung (%)	Dehnungsrate (s^{-1})	Def.-Temp. ($^{\circ}C$)
P71	GaAs		110	3.0	1.70×10^{-4}	500
P72	GaAs		110	3.0	7.40×10^{-5}	500
P73	GaAs		110	3.0	3.26×10^{-3}	500
P75	GaAs		110	3.0	2.88×10^{-5}	500
P76	GaAs		100	3.0	3.30×10^{-5}	500
P77	GaAs		100	3.0	7.50×10^{-5}	500
P78	GaAs		100	3.0	1.54×10^{-4}	500
P79	GaAs		100	3.0	7.50×10^{-6}	573
P80	GaAs		100	3.0	7.50×10^{-6}	350
P81	GaAs		100	3.0	7.50×10^{-6}	400
P82	GaAs		100	3.0	7.50×10^{-6}	450
P83	GaAs		100	3.0	7.50×10^{-6}	500
P84	GaAs		100		Ratenwechsel	500
P85	GaAs		213		Ratenwechsel	500
P86	GaAs		110		Ratenwechsel	500
P87	GaAs		213	3.0	2.50×10^{-3}	500
P88	GaAs		213	3.0	6.30×10^{-4}	500
P89	GaAs		213	3.0	1.20×10^{-4}	500
P90	GaAs		213	3.0	5.50×10^{-3}	500
P91	GaAs		213	3.0	2.50×10^{-5}	500
P92	GaAs		100	3.0	7.70×10^{-6}	550
P93	GaAs		213	3.0	2.50×10^{-5}	400
P94	GaAs		213	3.0	2.50×10^{-5}	350
P95	GaAs		213	3.0	2.50×10^{-5}	450
P96	GaAs		213	3.0	2.50×10^{-5}	550
P97	GaAs		213	3.0	6.30×10^{-5}	500
P98	GaAs		213	3.0	2.50×10^{-5}	300
P99	GaAs		213			T-wechsel
P100	GaAs		100			T-wechsel
P103	Si	P	213	3.8	1.20×10^{-5}	850
P104	Si	P	213	4.0	2.40×10^{-5}	850
P105	Si	P	213	4.0	4.80×10^{-5}	850
P106	Si	P	213	4.0	9.50×10^{-5}	850
P107	Si	P	213	4.0	1.90×10^{-4}	850
P108	Si	P	213	4.0	6.00×10^{-6}	850
P109	Si	P	213	4.0	1.20×10^{-5}	825
P110	Si	P	213	4.0	1.20×10^{-5}	800
P111	Si	P	213	4.0	1.20×10^{-5}	775
P112	Si	P	213	4.0	1.20×10^{-5}	750

Probe	Material	Dotierung	Orientierung	Dehnung (%)	Dehnungsrate (s ⁻¹)	Def.-Temp. (°C)
P113	Si	P	213	6.0	2.40×10^{-5}	850
P115	Si	P	213	3.1	Kriechvers.	850
P116	Si	P	213	2.5	Kriechvers.	850
P117	GaAs	Zn	110	10.0	1.67×10^{-5}	400
P118	GaAs	Zn	110	10.0	6.67×10^{-5}	400
P119	GaAs	Zn	110	10.0	2.67×10^{-5}	400
P120	GaAs	Zn	110	10.0	1.33×10^{-5}	400
P121	GaAs	Zn	110	10.0	1.67×10^{-5}	375
P122	GaAs	Zn	110	10.0	1.67×10^{-5}	425
P123	GaAs	Zn	110	10.0	2.50×10^{-5}	500

Erklärung

Hiermit erkläre ich an Eides statt, daß ich die vorliegende Arbeit selbständig und ohne fremde Hilfe verfaßt und nur die angegebenen Quellen und Hilfsmittel verwendet habe. Ergebnisse aus anderen wissenschaftlichen Arbeiten wurden als solche gekennzeichnet.

Halle(Saale), den 10. November 1998

Christian Hübner

Lebenslauf

Dipl. Phys. Christian Hübner
Senffstr. 18
06120 Halle(Saale)

geboren am 18.11.1968 in Halle(Saale)
Familienstand: ledig

Ausbildung

1975 - 1985	Polytechnische Oberschule Kröllwitz
1985 - 1987	Spezialklassen für Mathematik und Physik der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg
1987 - 1989	Grundwehrdienst in Schwerin
1989 - 1994	Physikstudium und Diplom an der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg
1998 -	Teilnahme am Graduiertenkolleg <i>Defektstrukturbestimmte physikalische Eigenschaften</i> der Deutschen Forschungsgemeinschaft

Berufsweg

1994 - 1998	wissenschaftlicher Mitarbeiter an der Sektion Physik der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg
-------------	--

Halle(Saale), den 10. November 1998

Christian Hübner