

6 DISKUSSION DER ERGEBNISSE AUS DEN STRAHLENSCHÄDIGUNGS- UNTERSUCHUNGEN

6.1 Die Schädigungsstruktur unterhalb 35 K und Diffusions- mechanismen in Silizium

Die Agglomerate unterhalb 35 K können auf zwei Arten entstanden sein:

1. Durch statistische Anhäufung von atomaren Fehlstellen einer Art in einem gegebenen Volumen ("Lück - Sizmann Effekt", Lück und Sizmann 1964a, 1964b, 1966)
2. durch Diffusion der Fehlstellen.

Die erste Möglichkeit kann weitgehend ausgeschlossen werden, da der Lück - Sizmann Effekt nicht Schädigungsstrukturen der beobachteten Art erzeugen kann. Dies wurde von Urban (1973a) im Detail diskutiert.

Es bleibt die zweite Möglichkeit. Dabei kann wiederum unterschieden werden zwischen normaler thermischer Diffusion und athermischen Diffusionsmechanismen. Da in Silizium keine atomare Fehlstelle bekannt ist, die unterhalb 40 K thermisch diffundiert (siehe Watkins 1974 und Frank 1974a), erscheint thermisch aktivierte Diffusion unwahrscheinlich. Außerdem ist die beobachtete Defektstruktur besser mit athermischen Diffusionsmechanismen in Einklang zu bringen als mit thermisch aktivierter Diffusion; dies wird anschließend näher ausgeführt.

Mögliche athermische Diffusionsmechanismen sind:

1. Strahlungsinduzierte Diffusion (Urban 1973b, Urban und Seeger 1974) im folgenden Urban-Seeger-Diffusion genannt. Die Diffusion erfolgt dabei durch direkte Wechselwirkung des Elektronenstrahls mit den Fehlstellen, also durch Stoßprozesse aller Art.
2. Diffusion durch Kopplung der geometrischen Konfiguration einer atomaren Fehlstelle mit ihrem Ladungszustand. Falls eine atomare Fehlstelle in zwei verschiedenen Ladungszuständen verschiedene Gleichgewichtslagen hat, ist eine Umladung automatisch mit einem Diffusionsprung verknüpft. (Bourgoin und Corbett 1972, 1974). Dieser Mechanismus wird

im folgenden Bourgoin-Diffusion genannt.

3. Diffusion durch Rekombination von Elektron-Loch Paaren an einer atomaren Fehlstelle (Rekombinationsdiffusion). Die dabei freiwerdende Energie kann ausreichen, um zu einem Diffusionssprung einer atomaren Fehlstelle zu führen (Kimerling und Lang 1974, Corbett und Bourgoin 1975).

Bei der Urban-Seeger-Diffusion ist der Diffusionskoeffizient proportional zur Dichte der Elektronen im Elektronenstrahl, bei den beiden anderen Mechanismen zur Dichte der Elektronen und Löcher im Leitungs- bzw. Valenzband. Die Dichte dieser Ladungsträger ist im ersten Moment der Bestrahlung proportional der Elektronenstrahldichte. Durch Diffusion der erzeugten Elektron - Loch-Paare wird sie sich anschließend etwas ändern. Da die mittleren freien Weglängen der Elektron - Loch-Paare in der Größenordnung der mittleren Abstände der atomaren Fehlstellen und Agglomerate liegen, unterscheidet sich die Dichteverteilung der Ladungsträger auch im Gleichgewicht während der Bestrahlung nur unwesentlich von der des Elektronenstrahls. Bei allen drei athermischen Diffusionsmechanismen ist also der Diffusionskoeffizient in guter Näherung proportional zur Dichte der Elektronen im Elektronenstrahl.

Zwischen Agglomerationsprozessen, die durch thermische Diffusion, und solchen, die durch einen oder mehrere der athermischen Mechanismen zustandekommen, existiert ein charakteristischer Unterschied. Im ersten Fall bewegt sich eine an beliebiger Stelle der Probe erzeugte atomare Fehlstelle mit ihrem für die Bestrahlungstemperatur charakteristischen Diffusionskoeffizienten. Im Zentrum des Bestrahlungsflecks wird sie, da dort die Strahlstromdichte sehr hoch ist, sehr bald auf eine andere Fehlstelle oder ein Agglomerat treffen und in irgend einer Form reagieren. Am Rande des bestrahlten Gebietes kann sie wesentlich längere Diffusionswege zurücklegen, bevor sie auf eine andere Fehlstelle trifft. Die Dichte und Größe der Agglomerate kann sich selbst in der Sättigung im Zentrum des bestrahlten Gebietes von der am Rande unterscheiden, eine im Experiment immer bestätigte Vorhersage. Nicht so bei den athermischen Diffusionsmechanismen: Dort

ist sowohl die Defekterzeugungsrate als auch der Diffusionskoeffizient der Strahlstromdichte proportional; am Rande des bestrahlten Gebietes läuft deshalb der Agglomerationsprozeß qualitativ gleich ab wie im Zentrum, nur eben langsamer. Denn am Rande des bestrahlten Gebietes werden zwar weniger Fehlstellen erzeugt, dafür erfolgt die Wanderung aber auch entsprechend langsamer, so daß eine Fehlstelle im Mittel am Rande des bestrahlten Gebietes gleich viel Sprünge braucht, um auf eine andere Fehlstelle zu treffen, als im Zentrum. Man kann deshalb in der Sättigung, abgesehen von der Randzone, eine völlig homogene Schädigungsstruktur erwarten.

Zur Klärung der Art des athermischen Diffusionsprozesses wurde folgendes Experiment gemacht: Ein relativ großes Gebiet 1 wurde in einer ersten Bestrahlung bis zu einer Dosis bestrahlt, bei der gerade noch keine sichtbaren Agglomerate auftraten. Anschließend wurde ein kleineres Gebiet 2 im Zentrum des ersten Gebietes zu einer hohen Dosis bestrahlt. Erwartet werden konnte, daß sich infolge Diffusion durch einen der beiden Ionisationsmechanismen im Gebiet 1 Agglomerate bilden. Als ionisierende Strahlung wirkt dabei die im Elektronenmikroskop immer vorhandene Röntgenstrahlung. Dieses Experiment verlief jedoch negativ, d.h. es wurden keine Agglomerate im Gebiet 1 beobachtet. Daraus läßt sich jedoch nicht folgern, daß keine Bourgoin - Diffusion oder Rekombinationsdiffusion stattfindet, da auch die folgenden Gründe für den negativen Ausgang des Experimentes verantwortlich sein können:

1. Die Dichte der atomaren Fehlstellen war noch zu gering
2. Die Röntgenstrahlung erzeugt zu wenig Ionisationsvorgänge.
3. Agglomeration erfolgt deshalb nicht, da keine Keimbildung möglich ist.

Insbesondere Punkt 3 scheint eine plausible Erklärung zu geben; dies wird in Kap. 5.2 noch näher ausgeführt. Ein weiteres Argument für die beherrschende Rolle der Keimbildung ist die Beobachtung, daß sichtbare Schädigung erst nach sehr hohen Dosen auftritt (Größenordnung $2 \cdot 10^{22} \text{ e}^-/\text{cm}^2$) Diese Dosis liegt etwa eine Größenordnung höher als die entsprechende Schwellendosis bei Metallen (Urban 1972).

6.2 Zur Keimbildung der Agglomerate

Keimbildung findet offenbar fast ausschließlich in der Nähe der oberen Folienoberfläche statt. Dies läßt sich am besten dadurch erklären, daß die Keimbildung heterogen erfolgt und die zur Keimbildung erforderlichen Verunreinigungen von der Oberfläche her zunächst "eingeschossen" werden müssen. Ein solches elektronenstrahlinduziertes Eindiffundieren von Verunreinigungen kann durch jeden der athermischen Diffusionsmechanismen erfolgen. Beispiele geben Urban und Seeger (1974) und Bourgoïn und Corbett (1974). Die Beobachtung, daß Agglomeration bevorzugt entlang von Schmutzpartikeln auftritt, unterstützt diese Annahme.

Siliziumoberflächen sind immer mit einer dünnen Oxydhaut von einigen 10 \AA Dicke bedeckt. Es ist daher wahrscheinlich, daß Sauerstoff für die Keimbildung verantwortlich ist. Zur Keimbildung scheint weiterhin eine relativ hohe Konzentration von Sauerstoff erforderlich zu sein, da in Proben mit verschieden hohen Sauerstoffgehalten (höchste Konzentration 10^{16} cm^{-3}) kein Unterschied in der Agglomerationsgeschwindigkeit festgestellt wurde. Matthews und Ashby (1972) machten bei Raumtemperatur ähnliche Beobachtungen. Sie kamen zu dem Schluß, daß die eingeschossenen Verunreinigungsatome aus dem Restgas des Vakuums stammten. In der vorliegenden Arbeit kann diese Möglichkeit ausgeschlossen werden, da durch die Art der Probenkühlung der Druck im Probenraum $< 10^{-8}$ torr war (Heide und Urban 1972).

Homogene Keimbildung scheint in Halbleitern praktisch nicht möglich zu sein. Dafür sprechen auch Untersuchungen an Germanium, die hier kurz erwähnt werden sollen. In Germanium, das im Temperaturbereich 10 K - 300 K mit Elektronen der Energie 650 keV bestrahlt wurde, konnte auch bei sehr hohen Dosen ($D > 5 \cdot 10^{22} \text{ e}^-/\text{cm}^2$) keine Agglomeration beobachtet werden, obwohl die Schwellenergie für Atomverlagerung (370 keV, Bourgoïn und Corbett 1972) wesentlich tiefer liegt. In einem anderen HVEM jedoch, bei dem gelegentlich Ionenschädigung auftritt, wurde Agglomeration beobachtet, die von der durch ein Ion erzeugten Defektkaskade ausging (Bild 6.1). Gebiete der Probe, in denen kein Keim dieser Art zu finden war, zeigten keine sichtbare Schädigung.

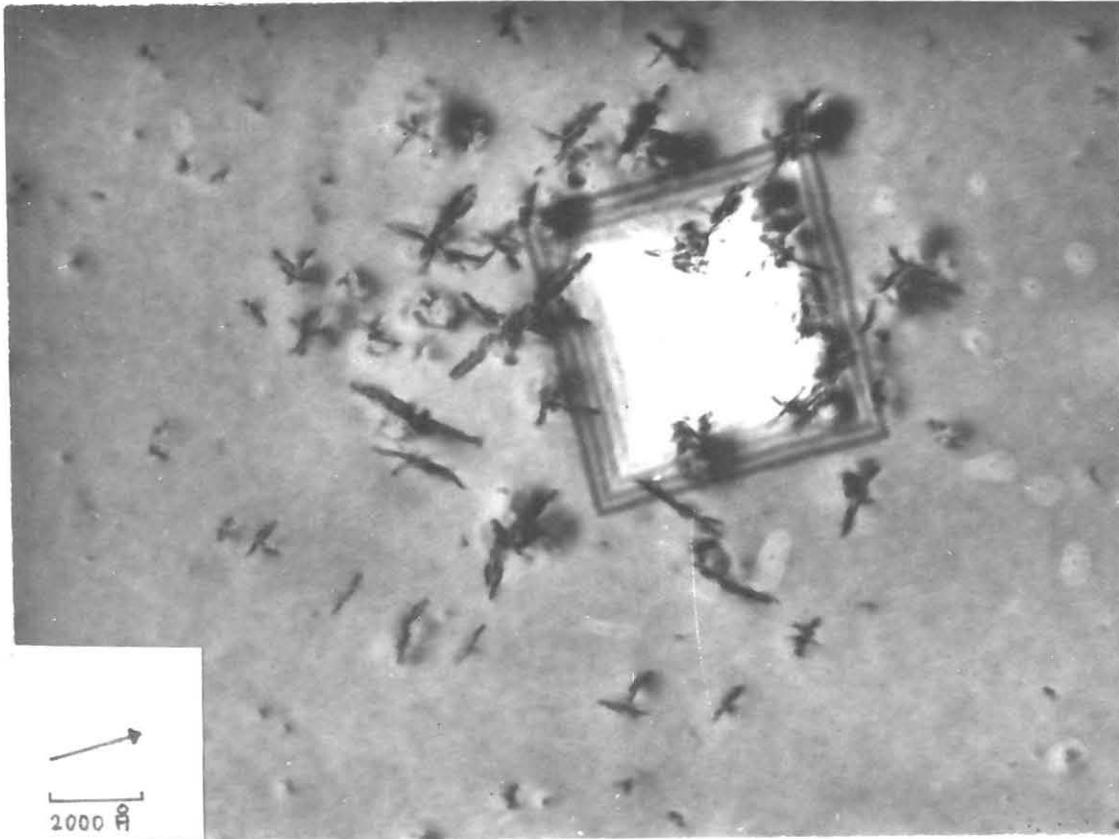


Bild 6.1 Strahlenschädigung in Germanium

Die hohen Dosen, die zur Erzeugung sichtbarer Agglomerate nötig sind, beruhen also mit großer Wahrscheinlichkeit nicht auf zu kleinen athermischen Diffusionskoeffizienten, sondern auf den Schwierigkeiten der Keimbildung.

6.3 Zur Änderung der Defektstruktur bei $T = 40\text{ K}$

Die auffallende Änderung der Defektstruktur bei Temperaturen $T > 35\text{ K}$ deutet auf eine jetzt erfolgende athermische Wanderung einer Fehlstelle hin. Watkins (1974) berichtete von einem mit Hilfe der Elektronenspinresonanz beobachteten Defekt - dem sog. Si-G4 Zentrum - der bei etwa 40 K ausheilt. Er identifizierte dieses Zentrum als metastabilen Zustand des A-Zentrums, also als Leerstellen - Sauerstoff Komplex (Symbol $(V-O)^{*-}$). Solche Komplexe können die Agglomeration auf zwei Weisen beeinflussen:

1. Die Eindiffusion der Sauerstoffatome, und damit die Keimbildung, wird erschwert. Während ein Teilchen, das

sich durch einen der athermischen Diffusionsmechanismen bewegt, die unmittelbare Nachbarschaft einer Senke nicht "spürt", wird ein in der Nähe der Oberfläche gebildeter (V-O)*-Komplex mit hoher Wahrscheinlichkeit sofort wieder an der Oberfläche ausheilen. Mit wachsender Temperatur wird die thermische Diffusion über die athermische dominieren; der Agglomerationsprozeß wird erschwert. Am Rande des bestrahlten Gebietes ist der athermische Diffusionskoeffizient am kleinsten, dort wird sich in Übereinstimmung mit der Beobachtung die Dichte der Defekte zuerst verringern.

2. Durch die an der Oberfläche ausheilenden Leerstellen tritt ein Überschuß an Zwischengitteratomen ein. Die Agglomeration von Zwischengitteratomen wird dadurch begünstigt.

Wird die Temperatur weiter erhöht, können praktisch keine Keime mehr ins Probeninnere gelangen, es findet keine Agglomeration mehr statt.

6.4 Einige Bemerkungen zu weiteren experimentellen Ergebnissen

Die Unterschiede im Agglomerationsverhalten zwischen n- und p-Silizium scheinen durch die verschiedenen elektronischen Eigenschaften der Proben bedingt zu sein, da die Konzentration an Verunreinigungsatomen vergleichbar war. Tan, Berry und Frank (1974) und Frank (1974b) zeigten, daß sich die geometrische Konfiguration des positiv geladenen Zwischengitteratoms von der des neutralen unterscheidet; die Voraussetzung für den Bourgoin-Diffusionsmechanismus ist also erfüllt. In p-Silizium liegt im Gleichgewicht die positiv geladene Spielart des Zwischengitteratoms vor, in n-Silizium dagegen die negative, ob beim Übergang vom negativen Zwischengitteratom zum neutralen der Bourgoin-Mechanismus wirksam ist, ist noch ungeklärt. Daher ist der Bourgoin-Mechanismus beim p-Silizium möglicherweise wirksamer als in n-Silizium.

Die im Vergleich zu Metallen geringfügige Änderung der Defektstruktur beim Aufwärmen zeigt, daß nach Abbruch der Bestrahlung nur wenige Fehlstellen unbeweglich in der Probe eingefroren sind. Dies kann als Hinweis auf zusätzliche

athermische Diffusionsmechanismen in Halbleitern gegenüber den Metallen betrachtet werden, eben den ionisationsbedingten Mechanismen.

Die Abhängigkeit der Agglomerationsgeschwindigkeit von der Beschleunigungsspannung, wie sie in einer Probe beobachtet wurde, ist bislang völlig unverstanden. Dieses Beispiel (neben einer Reihe hier aus Gründen der Übersichtlichkeit nicht aufgeführten ebenfalls unverstandener Effekte) zeigt, daß bei Stahlschädigungsexperimenten in Halbleitern die Spezifikation der Probe und wahrscheinlich auch die genauen Bestrahlungsbedingungen einen weitaus stärkeren Einfluß auf die Entstehung und die Art der Schädigung haben als in Metallen.

6.5 Erkenntnisse aus den vorliegenden Ergebnissen für künftige Experimente

Die in dieser Arbeit besprochenen Experimente waren ihrer Anlage nach als erster Einstieg in die Tieftemperatur-schädigung des Siliziums gedacht. Für künftige Experimente ist es unumgänglich, den Einfluß der verschiedenen Parameter auf Entstehung und Struktur der Schädigung systematisch zu untersuchen. Dazu ist es nötig, nur einen Parameter zu variieren unter Konstanthaltung der übrigen - eine in vielen Fällen schwierige Aufgabe (z.B. ist es kaum möglich, verschieden dotiertes Silizium mit gleichem Gehalt an Verunreinigungen zu erhalten).

Als aussichtsreich für künftige Experimente könnten sich folgende Versuche erweisen:

1. Bestrahlungsversuche an sehr dünnen und keilförmigen Proben. Ziel: Information über die Natur der Agglomerate, da eine Untersuchung der Probe nach der Bestrahlung in einem hochauflösenden 100 kV - Mikroskop möglich ist.
2. Untersuchung von Proben mit sehr unterschiedlichen Verunreinigungsgehalten. Ziel: Allgemeiner Einfluß der Verunreinigungen, speziell ihr Einfluß auf die Keimbildung.
3. Variation der Bestrahlungsparameter (einschließlich

Doppel- und Nachbestrahlungsexperimenten) Ziel: Informationen über Wanderungsmechanismen und Keimbildungsfragen.

4. Bestrahlungsexperimente an verschieden dotiertem Silizium. Dazu sollten die ersteren Versuche bereits durchgeführt sein, um mögliche Einflüsse von Verunreinigungsatomen abtrennen zu können. Ziel: Diffusions- und Keimbildungsmechanismen.
5. Bestrahlung von Proben mit großen und wachstumsfähigen Keimen, z.B. erzeugt durch eine vorher durchgeführte Neutronenbestrahlung, und Anlaßexperimente. Ziel: Erzeugung von Agglomeraten im Volumen der Probe und eventuell Ausbildung einer leichter interpretierbaren Agglomeratform (z.B. Versetzungsringe).
6. Implantation von Verunreinigungsatomen verschiedener Art in sonst gleichartige Proben. Ziel: Informationen über die für die Keimbildung wesentlichen Elemente.

7 ANHANG ANALYSE DES TYPIS EINES VERSETZUNGSRINGES

7.1 Einführung

Die häufigsten, durch Agglomeration von atomaren Fehlstellen gebildeten Kristallbaufehler sind Versetzungsringe, Stapelfehlertetraeder und Hohlräume (voids). Hohlräume können sich nur durch die Zusammenlagerung von Leerstellen gebildet haben, sie sind also a priori vom Leerstellentyp. Stapelfehlertetraeder wurden bisher ausschließlich als Leerstellenagglomerate gefunden, ihr Vorhandensein wird deshalb direkt als Nachweis des Auftretens von Leerstellenagglomeraten angesehen. (Urban und Seeger 1974). Versetzungsringe können sowohl vom Leerstellentyp (L-Typ) als auch vom Zwischengitteratomtyp (ZGA-Typ) sein. Zur Bestimmung ihres Typs muß eine Kontrastanalyse durchgeführt werden.

In der Vergangenheit sind verschiedentlich Methoden zur Analyse von Versetzungsringen vorgeschlagen und angewandt worden. Groves und Kelly (1961) benutzten als erste die sog. "inside-outside contrast method" (I-O Methode) zur Analyse von reinen Stufenversetzungsringen. Dabei wird von dem Umstand Gebrauch gemacht, daß bei Abbildung im kinematischen Zweistrahlfall der Kontrast von geometrisch gleichen Versetzungsringen verschiedenen Typs sich durch seine Lage relativ zur Projektion des Versetzungsringes auf die Bildebene unterscheidet. Zum Beispiel kann er für einen Versetzungsring vom Zwischengitteratomtyp innerhalb ("inside"), für den entsprechenden L-Typ Versetzungsring außerhalb (outside) der Projektion liegen.

Edmondson und Williamson faßten die Methode allgemeiner und formulierten die sog. "g.b.s - Regel". Die starre Übertragung der Methode auf Versetzungsringe mit Scherkomponenten kann jedoch, wie Maher und Eyre (1971) zeigten, zu Fehlern führen. Diese Autoren, und unabhängig davon Kelly und Blake (1973) erweiterten die I-O Methode derart, daß sie auch für Versetzungsringe mit Scherkomponenten anwendbar wurde. Ihre Verfahrensvorschrift ist jedoch

sowohl begrifflich als auch in der Anwendung unnötig kompliziert. Dies führte gelegentlich zu falschen Analysen. Die Analyse des Typs von Versetzungsringen wurde deshalb eine der unbeliebtesten Aufgaben in der Elektronenmikroskopie.

Im folgenden wird gezeigt, daß eine dem Problem angepaßte Definition des Burgersvektors nach Kröner (1958) und Kroupa (1963) eine einfache, für alle möglichen Versetzungsringe gültige, Analyse des Ringtyps ermöglicht (Föll und Wilkens 1975).

7.2 Definitionen

Ein Versetzungsring wird vollständig beschrieben durch seinen Burgersvektor \underline{b} , seinen Normalenvektor \underline{n} und seinen Durchmesser D . Die Ringgröße spielt für Kontrastfragen keine Rolle, vorausgesetzt der Ring ist größer als $\approx 200 \text{ \AA}$ (siehe 7.7). Wir definieren \underline{n} und \underline{b} folgendermaßen:

Def.1 Die Achse des Normalenvektors \underline{n} steht senkrecht auf der Ringfläche. Ihre Richtung ist so gewählt, daß \underline{n} nach oben zeigt, d.h. in Richtung Elektronenquelle.

Def.2 Wir definieren nach einem gedachten Schnitt in der Ringebene eine positive und eine negative Ringfläche, wobei die positive Ringfläche oben sein soll im Sinne der Def.1). Der Versetzungsring wird dann durch eine Verschiebung der negativen gegenüber der positiven Ringfläche um den Burgersvektor erzeugt, wobei je nach Vorzeichen von $\underline{n} \cdot \underline{b}$ Materie entnommen oder eingefügt werden muß. (siehe Fig. 7.1).

Aus diesen Definitionen folgt sofort die Beziehung

$$\begin{array}{ll} \underline{n} \cdot \underline{b} > 0 & \text{für Versetzungsringe vom L-Typ} \\ \underline{n} \cdot \underline{b} < 0 & \text{für Versetzungsringe vom ZGA-Typ.} \end{array}$$

Elektronenstrahl

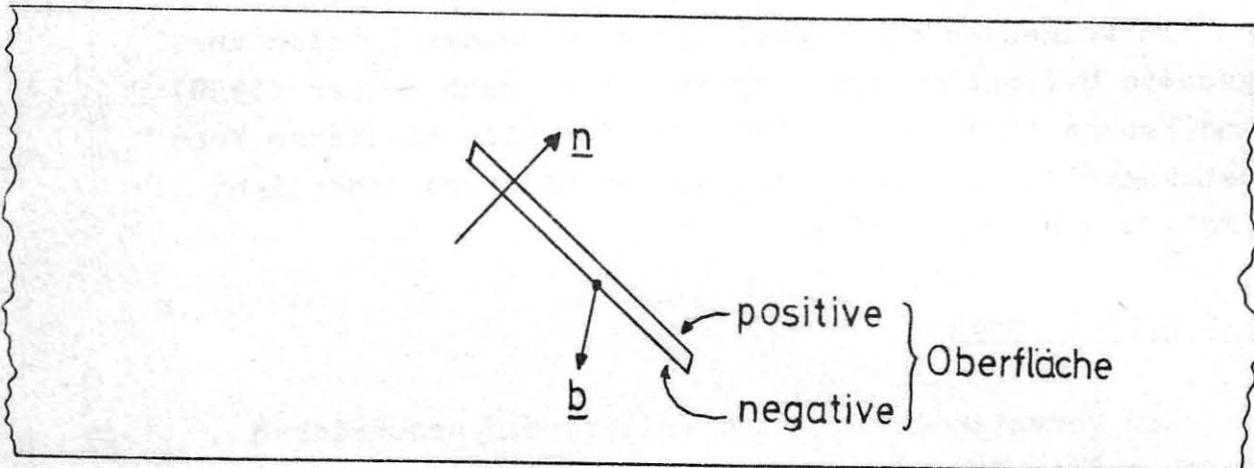


Fig. 6.1 Zur Definition von \underline{n} und \underline{b}

7.3 Die $\underline{g} \cdot \underline{b} \cdot \underline{s}$ - Regel

Der Kontrast eines Gitterbaufehlers hängt im Zweistrahlfall nur von den Verzerrungen der zum Beugungsvektor \underline{g} gehörenden Netzebenenschar ab. Mathematisch zeigt sich dies im Auftreten des Produktes $\underline{g} \cdot \underline{R}$ (\underline{R} = Verschiebungsfeld des Defektes) in den Kontrastformeln. Für Versetzungen reduziert sich dieser Ausdruck näherungsweise weiter auf $\underline{g} \cdot \underline{b}$. Es genügt deshalb, nur die Komponente von \underline{b} in Richtung des Beugungsvektors zu betrachten. Bei einem Versetzungsring genügt es also, einen Querschnitt parallel zu \underline{g} zu betrachten, die Komponenten von \underline{b} und \underline{n} senkrecht zu dieser Ebene (= Zeichenebene) spielen keine Rolle. Fig. 7.2 veranschaulicht dies.

Der Einfachheit halber betrachten wir zur Ableitung der $\underline{g} \cdot \underline{b} \cdot \underline{s}$ - Regel einen reinen Stufenversetzungsring vom ZGA-Typ.

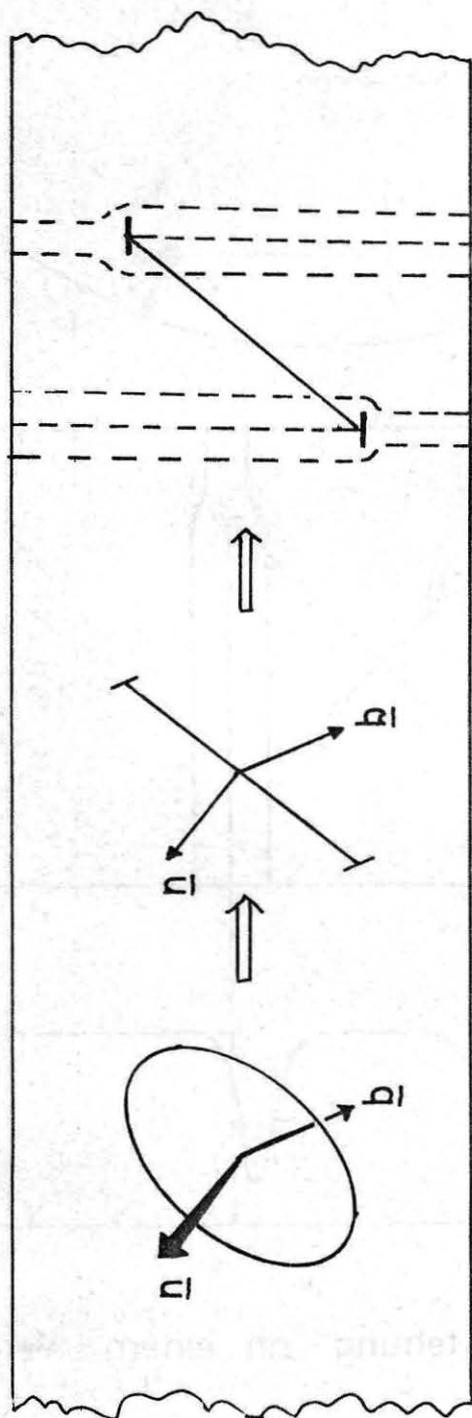


Fig. 6.2 "Reduktion" eines Versetzungsringes auf die für den Kontrast maßgebliche Konfiguration

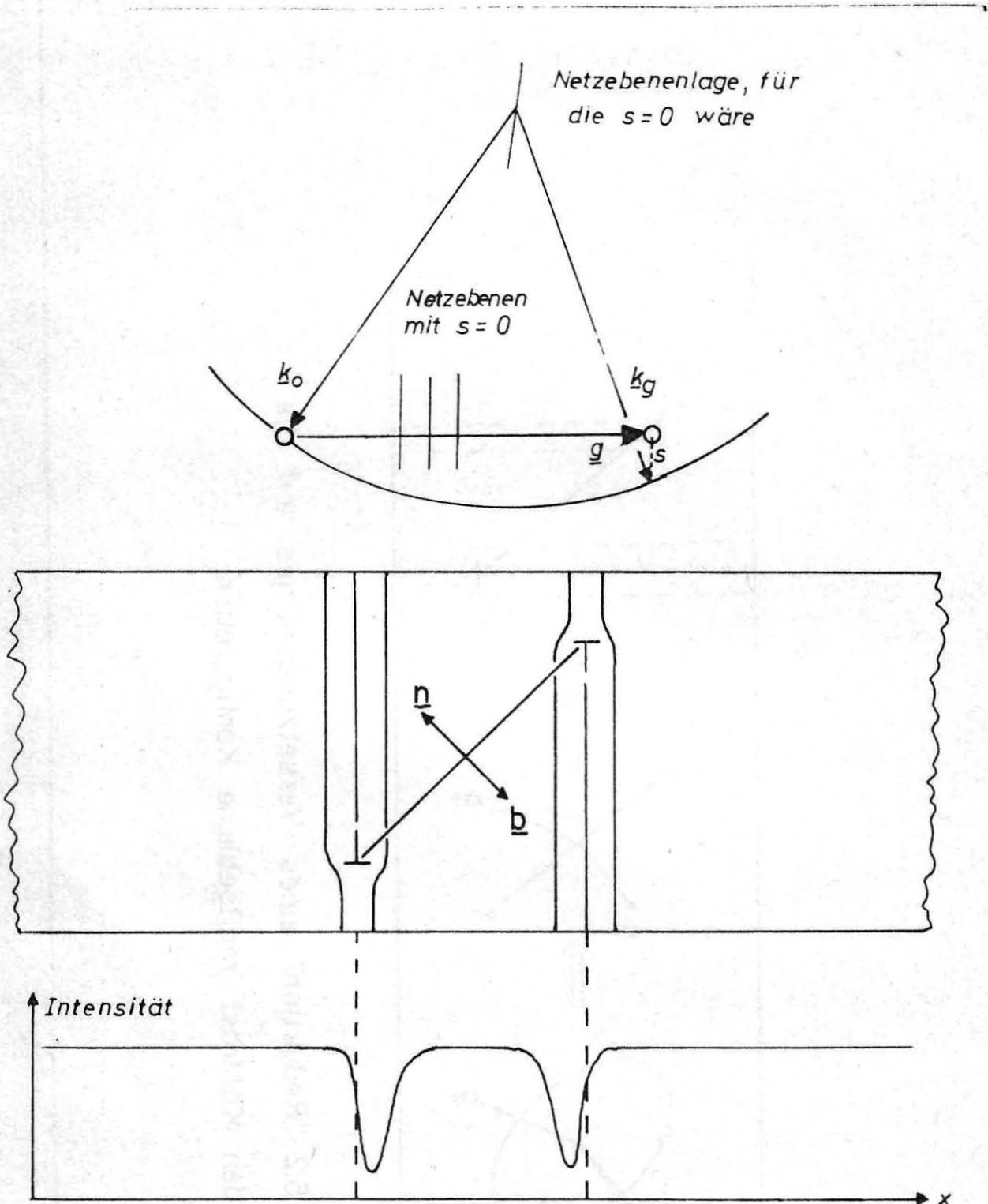


Fig. 6.3 Kontrastentstehung an einem Versetzungsring

(Fig. 7.3). Für die gewählte Abbildungsbedingung ergibt sich ein inside Kontrast, da nur im Ringinnern die Netzebenen zur idealen Bragglage hingebogen sind. Aus diesem Grund erfolgt eine starke Streuung der Elektronen in den abgebeugten Strahl nur von der Innenseite der Versetzung, der Primärstrahl ist entsprechend geschwächt. Das Produkt $\underline{g} \cdot \underline{b} \cdot s$ ist positiv. Man erkennt leicht, daß eine Vorzeichenänderung dieses Produktes durch Änderung der Vorzeichen der einzelnen Faktoren einen Outside Kontrast zur Folge hat (eine Vorzeichenänderung von \underline{b} bedeutet dabei eine Änderung des Ringtyps). Wir können für den Fall des reinen Stufenrings folgende $\underline{g} \cdot \underline{b} \cdot s$ - Regel formulieren.

$$\begin{array}{ll} \underline{g} \cdot \underline{b} \cdot s > 0 & \text{inside Kontrast} \\ \underline{g} \cdot \underline{b} \cdot s < 0 & \text{outside Kontrast.} \end{array}$$

Es läßt sich zeigen, daß diese Regeln auch im Falle von Ringen mit Scherkomponenten gelten, ohne Begrenzung des Winkels zwischen \underline{n} und \underline{b} (Föll und Wilkens 1975). Anzumerken ist noch, daß der Normalenvektor \underline{n} keinen Einfluß auf die Kontrastart hat, d.h. Ringe mit dem gleichen Burgersvektor aber verschiedenen Normalenvektoren zeigen die gleiche Kontrastart.

7.4 Verfahrensvorschrift zur Ringanalyse

Als "Rezept" zur Ringanalyse ergibt sich folgende Vorschrift:

1. Bestimme die Achse des Normalenvektors \underline{n} ; die Richtung ist durch Def.1 gegeben.
2. Bestimme die Achse des Burgersvektors \underline{b} mit konventionellen Methoden ($\underline{g} \cdot \underline{b} = 0$ - Regel).
3. Bestimme die Richtung von \underline{b} durch Bestimmung der Kontrastart (inside oder outside) und Verwendung der $\underline{g} \cdot \underline{b} \cdot s$ - Regel.
4. Bestimme aus 1. - 3. das Vorzeichen des Produktes $\underline{n} \cdot \underline{b}$ nach Kap. 7.2 folgt daraus der Ringtyp.

7.5 Praktische Durchführung der Analyse

Bevor auf die experimentelle Durchführung der Analyse eingegangen wird, sollen einige allgemeine Punkte erläutert werden, deren Befolgung die Durchführung der Analyse erleichtert.

Es empfiehlt sich, grundsätzlich mit positivem Anregungsfehler $s > 0$ zu arbeiten. Die Vorteile sind günstigere Abbildungsbedingungen (höhere Intensität, besserer Kontrast, siehe Hirsch et al. (1965)) und Vermeidung von Fehlermöglichkeiten. Ein Anregungsfehler $s > 0$ liegt dann vor, wenn der Primärstrahl außerhalb des dem verwendeten Zweistrahlfall entsprechenden Kikuchibandes liegt.

Die Auswertung der Aufnahmen sollte anhand der Negative oder mit seitenrichtig abgezogenen Positiven vorgenommen werden. Das Negativ muß dazu mit der Schichtseite nach oben, und nicht der Gepflogenheit entsprechend mit der Schichtseite nach unten in den Vergrößerungsapparat eingelegt werden. Zu beachten ist, daß bei der Übertragung des Beugungsvektors auf das Bild, das entsprechende, für das jeweilige Elektronenmikroskop spezifische, "Rezept", das i. a. für seitenverkehrte Positive gilt, entsprechend modifiziert werden muß. Es ist selbstverständlich, daß dabei vor allem die Richtung des Beugungsvektors (die bei konventioneller Kontrastanalyse unwichtig ist), richtig wiedergegeben werden muß.

Schließlich muß noch die Indizierung der Kristallebenen, die aus dem Beugungsbild gewonnen wird, in sich selbstkonsistent sein. Dies ist speziell in $\{111\}$ orientierten Präparaten wichtig. Hat man sich in solchen Präparaten für eine der möglichen Indizierungen der Foliennormalen - entweder (111) oder $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ - entschieden, so muß die Indizierung der $\{110\}$ -Ebenen in Übereinstimmung damit erfolgen. In der Praxis heißt das, daß bekannt sein muß, in welcher Richtung beim Fortschreiten entlang eines $\{110\}$ -Kikuchibandes, ausgehend vom $\{111\}$ -Pol, wieder ein $\{111\}$ -Pol erscheint.

Die vorstehenden Bemerkungen könnten als trivial und selbstverständlich angesehen werden, jedoch zeigen zahlreiche Beispiele von falschen Analysen (einige Beispiele: Brock und Bischoff 1962, Owen und Booker 1970, Shiraishi, Hishinuma, Katano und Taoka 1971, Grienauer et al. 1974)

sowie Veröffentlichungen, in denen auf obige Punkte ausführlich eingegangen wird (Wu und Washburn 1974), daß über die Bedeutung dieser Punkte nicht immer Klarheit bestand.

7.6 Bestimmung von \underline{n}

Zur Ermittlung der Ebenennormalen von Versetzungsringen sind mehrere Methoden bekannt (Maher und Eyre 1971, Kelly und Blake 1973, 1974), die alle von der Änderung der Form des Ringbildes bei einer Großwinkelkipfung Gebrauch machen. Es empfiehlt sich, zunächst durch eine Stereoaufnahme eine erste, grobe Bestimmung der Ringebene vorzunehmen und diese durch definierte Kippexperimente, unter Verwendung einer oder mehrerer der in der Literatur beschriebenen Methoden, zu verfeinern. Oft reicht jedoch zur Durchführung der Analyse eine ungefähre Kenntnis von \underline{n} völlig aus.

7.7 Bestimmung der Achse von \underline{b}

Die Bestimmung der Achse von \underline{b} erfolgt in vertrauter Weise durch Ermittlung derjenigen Beugungsvektoren \underline{g}_0 , bei denen der Ring Kontrastauslöschung zeigt. Die Achse von \underline{b} ergibt sich dann aus der Beziehung $\underline{g}_0 \cdot \underline{b} = 0$

7.8 Bestimmung der Richtung von \underline{b} und des Ringtyps

Aus dem Vorliegen eines inside oder outside Kontrastes folgt bei bekannter Achse von \underline{b} die Richtung durch Anwendung der $\underline{g} \cdot \underline{b} \cdot s$ - Regel. Da aus einer Aufnahme allein die Kontrastart sich nicht mit Sicherheit bestimmen läßt, wird eine zweite Aufnahme mit anderem Vorzeichen von \underline{g} angefertigt (ein sog. $+\underline{g}/-\underline{g}$ Paar). Durch Vergleich der Bilder läßt sich die Kontrastart bestimmen.

Zur übersichtlichen Darstellung und Auswertung der gewonnenen Daten empfiehlt sich ein Schema unter Benutzung einer Polfigur, wie es in Kap. 3.4.1 näher ausgeführt ist.

7.9 Vergleich mit der Methode von Maher und Eyre

Es genügt, die Methode von Maher und Eyre (1971) zu diskutieren, da alle von anderen Autoren verwendeten Methoden dieser wesensgleich, oder aber Spezialfälle sind (z.B. van Tendeloo, van Landuyt und Amelinkx 1974).

Maher und Eyre ermittelten die Bedingungen, bei denen sich ein Versetzungsring mit beliebigem Winkel zwischen \underline{n} und \underline{b} bezüglich der Kontrastart so verhält, wie ein fiktiver reiner Stufenring (dessen Kontrastverhalten bekannt ist) mit demselben Burgersvektor. Sie zeigten, daß der Normalenvektor des Ringes unter diesen Voraussetzungen in einem sog. sicheren Bereich (safe orientation) liegen muß, dessen Grenzen angegeben wurden. Bei der Analyse musste also geprüft werden, ob der Normalenvektor im sicheren Bereich lag, die Achse des Burgersvektors bestimmt werden und die beobachtete Kontrastart mit der eines fiktiven reinen Stufenringes mit demselben Burgersvektor verglichen werden. Der Burgersvektor wurde dabei nach der sog. FS/RH - Regel ("finish to start, right hand", Bilby, Bullough und Smith 1955) definiert; eine im Falle von Versetzungsringen unnötig komplizierte und schwer nachzuvollziehende Definition. Die Schwerfälligkeit und begriffliche Kompliziertheit der Methode führte zu Mißverständnissen und Diskussionen in der Literatur (van der Walt 1971, 1972, Maher und Eyre 1972); von Wu und Washburn (1974) wurde sie für einen Spezialfall bereits vereinfacht. Im Prinzip läßt sich auch mit der FS/RH - Definition von \underline{b} - wie auch mit jeder anderen Definition des Burgersvektors, die es erlaubt das Verschiebungsfeld eines Versetzungsringes mathematisch eindeutig zu formulieren - eine allgemeingültige $\underline{g} \cdot \underline{b} \cdot \underline{s}$ - Regel formulieren, und die in 7.4 gegebene einfache Verfahrensvorschrift anwenden¹⁾.

1) Dies gilt nicht für jede mögliche Definition von \underline{b} . So erlaubt zwar die Definition: \underline{b} zeigt immer nach oben für Versetzungsringe vom L-Typ; für Versetzungsringe vom ZGA-Typ immer nach unten, eine eindeutige Unterscheidung der Ringtypen, jedoch keine Kontrastanalyse mit Hilfe einer $\underline{g} \cdot \underline{b} \cdot \underline{s}$ -Regel.

7.10 Grenzen der Methode

Für Ringe mit \underline{n} nahezu parallel zur Bildebene, und für Ringe mit Winkeln zwischen \underline{n} und \underline{b} nahe 90° (nahezu reine Scherringe), hängt eine korrekte Analyse empfindlich von der Genauigkeit der Bestimmung des Normalenvektors ab, verliert für reine Scherringe sogar ihren Sinn. Reine Scherringe lassen sich nach Def.2 in Kap. 7.2 ohne Materietransport in oder aus dem Ring erzeugen, sind also weder vom L- noch vom ZGA-Typ.

Bei Versetzungsringen $< 500 \text{ \AA}$ wird die Bestimmung von \underline{b} zunehmend schwieriger, bei Ringen $< 200 \text{ \AA}$ sind die Grenzen der Methode erreicht.

Literaturverzeichnis

- Abramowitz, M. und Stegun, I.A., 1965, Handbook of Mathematical Functions (Dover Publ. Inc.)
- Bacon, P.G. und Crockner, R.G., 1965, Lattice Defects in Quenched Metals, Hrsg. R.M.J. Cotteril et al., (Academic Press), 667
- Bernewitz, L.J., Kolbesen, B.O., Mayer, K.R. und Schuh, G., 1974, Appl. Phys. Lett., 25, 277
- Bernewitz, L.J. und Mayer, K.R., 1973, Phys. Stat. Sol. (a), 16, 579
- Bilby, B.A., Bullough, R. und Smith, E., 1955, Proc. R. Soc., A 231, 263
- Bourgoin, J. und Corbett, J.W., 1972, Phys. Lett. A 38, 135
- Bourgoin, J. und Corbett, J.W., 1974, Lattice Defects in Semiconductors (London: The Institute of Physics, Conf. Series Number 23), 149
- Brelot, A. und Charlemagne, J., 1971, Rad. Effects in Semiconductors Hrsg. J.W. Corbett und G.D. Watkins (London: Gordon and Beach), 161
- Brelot, A., 1972, Radiation Damage and Defects in Semiconductors Hrsg. J.E. Whitehouse (London: Institute of Physics), 191
- Brock, G.E., und Bischoff, B.K., 1962, Metallurgy of Advanced Electronic Materials, (New York: Interscience), 249
- Brower, K.L., 1970, Phys. Rev., B 1, 1908
- Chik, K.P., 1970, Rad. Effects, 4, 33
- Chikawa, J., Asaeda, Y. und Fujimoto, J., 1970, J. Appl. Phys., 41, 1922
- Cockayne, D.J.H., Ray, I.L.F. und Whelan, M.J., 1969, Phil. Mag. 20, 1265
- Cockayne, D.J.H., 1972, Z. Naturf., 27a, 452
- Corbett, W. und Bourgoin, J.C., 1975, Point Defects in Solids, Vol. 2, Hrsg. J.H. Crawford und L.M. Slifkin, (New York: Plenum Press), 59

- Diepers, H., 1967, Phys. Stat. Sol., 24, 235
- Edmondson, B. und Williamson, G.K., 1964, Phil. Mag. 9, 277
- Elstner, L. und Kamprath, W., 1967, Phys. Stat. Sol., 22, 541
- Farnell, G.C. und Flint, R.B., 1973, J. of Microscopy, 97, 271
- Fisher, S.B., 1970, Rad. Effects, 5, 239
- Föll, H., 1974, Lattice Defects in Semiconductors, (London: The Institute of Physics, Conf. Series Number 23); 233
- Föll, H., Kolbesen, B.O. und Frank, W., 1975, Phys. Stat. Sol. (a), 29, K 83
- Föll, H. und Kolbesen, B.O., 1975, Appl. Phys. 8, 319
- Föll, H. und Wilkens, M., 1975, Phys. Stat. Sol. (a), 31, 519
- Frank, W., 1974a, Lattice Defects in Semiconductors, (London: The Institute of Physics, Conf. Series Number 23), 23
- Frank, W., 1974b, Rad. Effects, 21, 119
- Gevers, R., Art, A. und Amelinck, S., 1963, Phys. Stat. Sol., 3, 1563
- Goshtagore, R.N., 1966, Phys. Rev. Letters, 16, 890
- Grienauer, H., Kolbesen, B.O. und Mayer, K.R., 1974, Lattice Defects in Semiconductors, (London: The Institute of Physics, Conf. Series Number 23), 531
- Groves, G.W. und Kelly, A., 1961, Phil. Mag. 6, 1527
- Gwozdz, P.S. und Koehler, J.S., 1972, Bull. Am. Phys. Soc., 17, 301
- Haasen, P. und Seeger, A., 1958, Halbleiterprobleme IV
Hrsg. W. Schottky, 68
- Hansen, W.L. und Haller, E., 1974, IEE Trans. Nucl. Sci., NS-21, 251
- Häußermann, F., Katerbau, K.H., Rühle, M. und Wilkens, M., 1973, J. Microsc., 98, 135
- Heide, H.G. und Urban, K., 1972, J. Phys. E (Sci. Instrum.) 5, 308
- Hill, M.J., 1971, Phys. Stat. Sol. (a), 8, 199
- Hirsch, P.B., Howie, A., Nicholson, R.B., Pashley, D.W., und

- Whelan, M.J., (1965) Electron Microscopy of Thin Crystals,
(London: Butterworths), 235
- Hu, S.M., 1974, J. Appl. Phys., 45, 1567
- Iizuka, T. und Kikuchi, M., 1966, Jap. Journ. Appl. Phys., 5, 1427
- Kelly, P.M. und Blake, R.G., 1973, Phil. Mag., 28, 475
- Kelly, P.M. und Blake, R.G., 1974, Phys. Stat. Sol. (a), 25, 599
- Kendall, D.L. und deVries, D.B., 1969, Semiconductor Silicon,
Hrsg. R.R. Haberecht (New York: The Electrochemical
Society Inc.) 358
- Kimerling, L.C. und Lang, D.V., 1974, Lattice Defects in Semiconductors,
(London: Institute of Physics, Conf. Series Number 23), 589
- de Kock, A.H.R., 1973, Philips Res. Rep. Suppl. 1
- de Kock, A.H.R., Roksnoer, P.J. und Boonen, P.G.T., 1974a,
J. Crystal. Growth, 22, 311
- de Kock, A.J.R., Roksnoer, P.J. und Boonen, P.G.T., 1974b,
J. Crystal Growth, 28, 125
- de Kock, A.J.R., Roksnoer, P.J. und Boonen, P.G.T., 1975,
J. Crystal Growth, 30, 279
- Kolbesen, B.O., Mayer, K.R. und Schuh, G.E., 1975, J. Phys. E
(Sci. Instrum.) 8, 197
- Kröner, E., 1958, Kontinuumstheorie der Versetzungen und Eigen-
spannungen, (Berlin: Springer)
- Kroupa, F., 1963, Czech. J. Phys. A 13, 301
- Leibfried, G., 1965, Bestrahlungseffekte in Festkörpern,
(Stuttgart: Teubner)
- Lück, G. und Sizmann, R., 1964a, Phys. Stat. Sol., 5, 683
- Lück, G. und Sizmann, R., 1964b, Phys. Stat. Sol., 6, 263
- Lück, G. und Sizmann, R., 1966, Phys. Stat. Sol., 14, 507
- Maher, D.M. und Eyre, B.L., 1971, Phil. Mag., 23, 409
- Maher, D.M. und Eyre, B.L., 1972, Phil. Mag., 26, 1233

- Masters, B.J., 1971, Sol. State. Comm., 9, 238
- Matthews, M.D. und Ashby, S.J., 1972, Phil. Mag., 27, 1313
- Matthews, J.W. und vanVechten, J.A., 1976, private Mitteilung,
eingereicht bei J. Crystal Growth
- McKeighen, R.E. und Koehler, J.S., 1971, Phys. Rev. B, 4, 462
- McKinley, W.A. und Feshbach, H., 1948, Phys. Rev., 74, 1759
- Miltat, J.E.A. und Bowen, O.K., 1970, Phys. Stat. Sol. (a), 3, 431
- Nelson, R.S., 1972, Radiation Damage and Defects in Semiconductors,
Hrsg. J.E. Whitehouse, (London: Institute of Physics), 140
- Nes, E., 1976, private Mitteilung, eingereicht bei Phys. Stat. Sol.
- Neubrand, H., 1973, Phys. Stat. Sol. (a), 17, 459
- Norris, D.I.R., 1973, Electron Microscopy in Materials Science
Hrsg. E. Ruedl und U. Valdré (Brüssel: Commission of the
European Communities)
- Ogden, R., Bradley, R.R. und Watts, B.E., 1974, Phys. Stat. Sol. (a)
26, 135
- Owen, A.J. und Booker, G.R., 1970, Microscopie Electronique Vol II,
(Paris: Société Française de Microscopie Electronique), 293
- Peart, R.F., 1966, Phys. Stat. Sol., 15, K 119
- Petroff, P.M. und de Kock, A.J.R., 1975, J. Cryst. Growth, 30, 117
- Plaskett, T.S., 1965, Trans. AIME, 233, 809
- Ravi, K.V. und Varker, C.J., 1973, Semiconductor Silicon,
Hrsg. H.R. Huff und R.R. Burgess, (Chicago: The Elektrochem.
Soc. Softbound Symp. Series), 83
- Ravi. K.V. und Varker, C.J., 1974, J. Appl. Phys., 45, 263
- Ray, J.L.F. und Cockayne, D.J.H., 1971, Proc. R. Soc. Lond., A325, 543
- Rojo, J.M. und Bru, L., 1972, Phil. Mag., 25, 1409
- Rühle, M., Wilkens, W. und Eßmann, U., 1965, Phys. Stat. Sol. 11, 819
- Seeger, A. und Swanson, M.L., 1968, Lattice Defects in Semiconductors,
Hrsg. R.R. Hasiguti, (Tokyo: University of Tokyo Press and
Pennsylvania State University), 93

- Seeger, A. und Chik, K.P., 1968, Phys. Stat. Sol., 29, 455
- Seeger, A., 1971, Rad. Effects, 9, 15
- Seeger, A., und Frank, W., 1972, Radiation Damage and Defects in Semiconductors, Hrsg. J.E. Whitehouse, (London: Institute of Physics), 262
- Shiraishi, K., Hishinuma, A., Katano, Y. und Taoka, T., 1971, J. Phys. Soc. Japan, 30, 295
- Sigler, J.A. und Kuhlmann-Wilsdorf, 1967, Phys. Stat. Sol., 21, 545
- Sirtl, E. und Adler, A., 1961, Z. Metallkunde, 52, 529
- Suzuki, H., 1957, Dislocations and Mechanical Properties of Crystals, Hrsg. J. Wiley (New York), 361
- Suzuki, H., 1962, J. Phys. Soc. Japan, 17, 322
- Tan, S.I., Berry, B.S. und Frank, W.; 1974, Ion Implantation in Semiconductors and other Materials, Hrsg. B.L. Crowder, (New York: Plenum), 19
- van Tendeloo, G., van Landuyt, J. und Amelinck, S., 1974, Cryst. Latt. Defects, 5, 207
- Thomas, G. und Lacaze, J.C., 1971, J. Microscopy, 97, 301
- Urban, K., 1972, Dissertation, (Stuttgart)
- Urban, K., 1973a, J. Microsc. 97, (121)
- Urban, K., 1973b, High-Voltage Electron Microscopy (London: Academic Press), 356
- Urban, K. und Seeger, A., 1974, Phil. Mag. 30, 1395
- Urban, K., 1975, Proc. Int. Conf. Fund. Asp. Rad: Damage in Metals (Gatlinburg, Tenn.) im Druck
- Varker, C.J. und Ravi, K.V., 1974, J. Appl. Phys. 45, 272
- van Vechten, J.A., 1974, Lattice Defects in Semiconductors, (London: The Institute of Physics, Conf. Series Number 23), 212
- Vieweg-Gutberlet, F., 1974, Spreading Resist. Symp. (Gaithersburg: Nat. Bur. Stands. Special Publ.), 185

- van der Walt, C.M., 1971, Phil. Mag., 24, 999
- van der Walt, C.M., 1972, Phil. Mag., 26, 1237
- Watkins, G.D., 1965, Radiation Damage in Semiconductors,
Hrsg. P. Baruch, (Paris: Dunod), 97
- Watkins, G.D., 1974, Lattice Defects in Semiconductors, (London:
The Institute of Physics Conf. Series Number 23), 1
- Wilkins, M. und Rühle, M., 1973, Phys. Stat. Sol. (b), 49, 749
- Wilkins, M. und Urban, K., 1974, High-Voltage Electron Microscopy,
Hrsg. P.R. Swann et al. (London: Academic Press)
- Wilkins, M. und Föll, H., wird veröffentlicht in Phys. Stat. Sol.
- Wu, W.K. und Washburn, J., 1974, J. Appl. Phys., 45, 1085

Danksagungen

Den Herren Prof. Dr. A.Seeger und Dr. M.Wilkens danke ich für die Anregung zu dieser Arbeit, für zahlreiche Diskussionen und für ermutigende Gespräche.

Mein herzlichster Dank gilt Herrn Dr. B.O.Kolbesen, Siemens AG, Abt. BG E 1, der stets ein hilfreicher und geduldiger Gesprächs- und Arbeitspartner war und der seine reiche Erfahrung in der Siliziumtechnologie und Präparation in großzügigster Weise zur Verfügung stellte.

Dank schulde ich Herrn Dr. K.Urban, der mich mit der experimentellen Seite der Hochspannungselektronenmikroskopie und der Objektkühleinrichtung vertraut gemacht hat und der darüberhinaus ein stets anregender Diskussionspartner war.

Herrn Prof. Dr. W.Frank danke ich für seine Aufgeschlossenheit für theoretische Fragen dieser Arbeit und für viele fördernde Diskussionen.

In den Herren Dr. U.Gösele, W.Jäger, Dr. H.Mughrabi und Dr. H.Strunk hatte ich stets hilfreiche und aufgeschlossene Kollegen in allen experimentellen und theoretischen Fragen. Ihnen gilt mein besonderer Dank.

Für experimentelle Unterstützung und für die sorgfältige Durchführung der photographischen Arbeiten gebührt mein aufrichtiger Dank Frll. L.Holl und Frll. M.Rapp.

Die Fa. Siemens AG hat in großzügiger Weise die Silizium Einkristalle zur Verfügung gestellt. Insbesondere danke ich Frau H.Mylonas und Herrn G.Schuh für die sorgfältige Durchführung der Präparation.

Lebenslauf

- 1.2.1949 geboren als zweiter Sohn von Walter Föll und Martha, geb. Munz, in Backnang (Württemberg)
- 1955 - 1959 Besuch der Grundschule in Geisingen/N, Kreis Ludwigsburg.
- 1959 - 1967 Besuch des Mörike-Gymnasiums in Ludwigsburg.
- 8.6.1967 Abitur
- 1967 Beginn des Studiums der Physik an der Universität Stuttgart.
- 1973 Abschluß des Studiums mit der Diplomhauptprüfung und Beginn der Promotion am Institut für theoretische und angewandte Physik der Universität Stuttgart und am Institut für Physik des Max-Planck-Institutes für Metallforschung in Stuttgart.