

## Nanostrukturen und Röntgenaugen

Einblick in den Submikrometerbereich mit Röntgenstrahlen

Dass man mittels Röntgenstrahlen in das Innere des menschlichen Körpers sehen kann, weiß wohl jeder. Zum populärwissenschaftlichen Wissen gehört wohl auch, dass man leider keine Linsen für Röntgenstrahlung habe und so auch kein Röntgenmikroskop bauen könne. Es gibt aber heute Röntgenmikroskope und noch eine ganze Reihe anderer Möglichkeiten, um Strukturen viel kleiner als ein Mikrometer ( $1 \mu\text{m} = 0,001 \text{ mm}$ ), d.h. also im Nanometerbereich ( $1 \text{ nm} = 0,001 \mu\text{m}$ ), mit Röntgenstrahlen zu untersuchen. Für die Charakterisierung von Halbleiternanostrukturen eignet sich sehr gut die Röntgenbeugung. Dabei wird kein direktes Bild der Strukturen erzeugt, sondern ein Beugungsmuster, aus dem man auf Eigenschaften der Nanostrukturen wie Form, Größe, innere Verspannung und räumliche Verteilung schließen kann.

Zuerst ein paar Worte zur Erklärung von Beugung und wieso man damit Strukturen ausmessen kann.

Können Sie sehen, ob eine dieser silbrigen Scheiben eine CD oder eine DVD ist, ohne auf die Beschriftung am Innenring zu schauen? Ihre Augen sind mit Sicherheit nicht in der Lage, die einzelnen Spuren zu erkennen. Die Farbe der Scheiben hilft auch nicht weiter. Halten Sie aber eine CD und eine DVD unter etwa gleichem Winkel schräg gegen eine Lichtquelle, so sehen Sie ein Spektralfarbenmuster, das bei der CD mehr zu Rot, bei der DVD mehr gegen Blau tendiert. Dieser Unterschied hängt damit zusammen, dass die Spuren bei der DVD rund doppelt so dicht beisammen liegen und dass von Rot nach Blau die Wellenlänge des Lichtes abnimmt. Es handelt sich dabei um ein Beugungsphänomen. Licht wird an den Spuren und an deren Zwischenräumen unterschiedlich reflektiert. Nach dem Huygenschen Prinzip breiten sich von jedem Punkt Kugelwellen aus. Im Auge des Betrachters ist dann die Farbe Blau dominant, wenn für die entsprechende Wellenlänge gerade die »Wellenberge« von benachbarten Spuren gleichzeitig ankommen, sich also

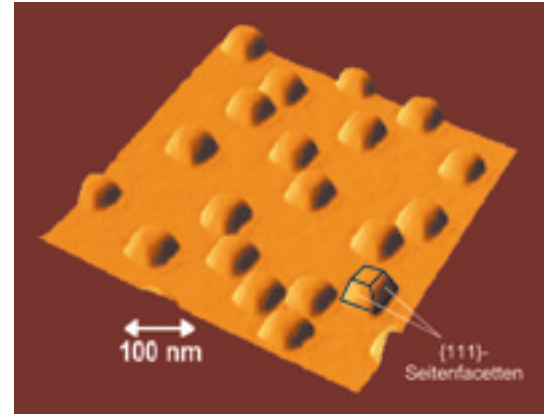


Abb. 1

Aufnahme der SiGe-Inseln mittels Rasterkraftmikroskop. An einer Insel sind die Konturen schematisch hervorgehoben.

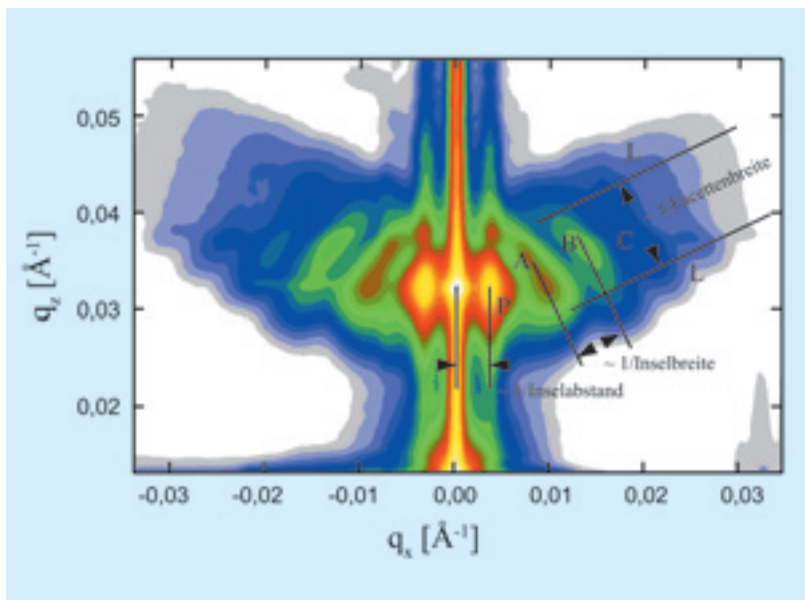
die entsprechenden Lichtwege gerade um ein ganzzahliges Vielfaches von Wellenlängen unterscheiden. Für andere Wellenlängen treffen dann z.B. Wellenberg auf Wellental und schwächen sich so gegenseitig ab. Es gelingt also so Informationen über den Spurenabstand zu gewinnen, ohne dass es nötig ist, die einzelnen Spuren zu sehen.

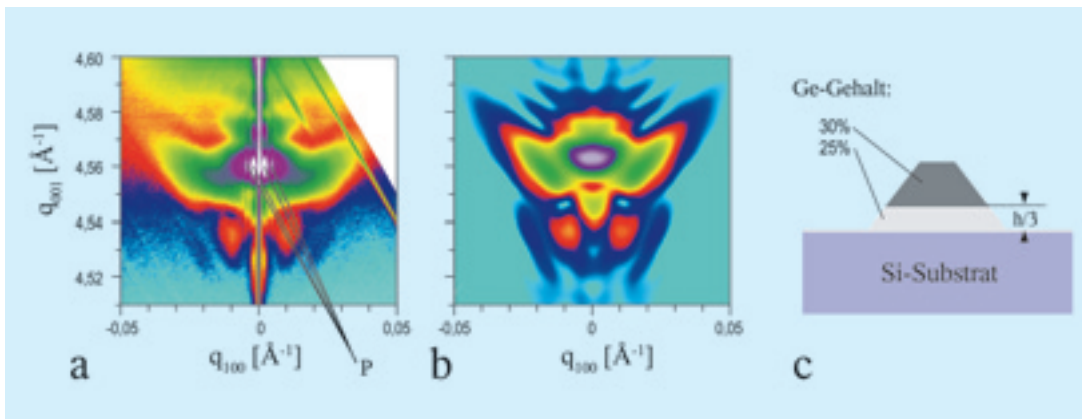
Recht genau kann man diesen Spurbestand ausmessen, wenn man einen Laserpointer zur Verfügung hat – und dessen Wellenlänge kennt. Laserpointer mit rotem Strahl haben typisch eine Wellenlänge im Bereich von 635–650 nm. Richtet man einen solchen Strahl senkrecht auf eine CD, so kann man auf einem Schirm vor der CD neben dem spiegelnden Reflex noch weitere Reflexe sehen. Aus dem Winkelabstand zwischen den Reflexen und der Wellenlänge kann man den Spurbestand berechnen. Bei einer DVD wird das schon schwierig, weil der Spurbestand nur wenig größer ist als die Wellenlänge. Daher liegen die zusätzlichen Reflexe unter großem Winkel zum Spiegelreflex. Lügen die Spuren noch enger zusammen, könnte man mit dem roten Laserpointer nicht mehr messen, man müsste eine kürzere Wellenlänge verwenden.

Röntgenstrahlen – genau wie bei Licht handelt es sich um elektromagnetische Wellen – haben eine sehr viel kürzere Wellenlänge. Im Energiebereich um 10 keV beträgt die Wellenlänge rund  $1 \text{ \AA} = 0,1 \text{ nm} = 0,0001 \mu\text{m}$ . Das entspricht damit in etwa dem Abstand von Atomen in Festkörpern. Damit kann man also sowohl atomare Abstände als auch Abstände im Nanometerbereich vermessen.

Abb. 2

Messung der diffusen Röntgenstreuung an SiGe-Inseln auf Si-Substrat in der Nähe des reziproken Gitterpunktes (0 0 0). Da die Messung bei streifendem Ein- und Austritt erfolgt, spricht man auch von Kleinwinkelstreuung bei streifendem Einfall (grazing incidence small angle x-ray scattering – GISAXS). Die Buchstaben sind im Text erläutert. Die angegebenen Abstände liefern Informationen zu Inselbreite, Facettenbreite und Abstand zwischen den Inseln. Es handelt sich, wie auch in den folgenden Abbildungen, um eine Falschfarbendarstellung. Die Intensität nimmt von Grau (Blau) nach Weiß zu.





**Abb. 3**  
Messung (a) und Simulation (b) der diffusen Röntgenstreuung an SiGe-Inseln auf Si-Substrat in der Nähe des reziproken Gitterpunktes (0 0 4). Bei dieser Messung betrug der Beugungswinkel ungefähr  $33^\circ$ . Da die Umgebung eines einzelnen Gitterreflexes (0 0 4) mit hoher Winkelauflösung untersucht wurde, spricht man von hochauflösender Röntgenbeugung (high resolution x-ray diffraction - HRXRD). P kennzeichnet Peaks, die von dem mittleren Abstand der Inseln herrühren. Dieser Effekt wurde in der Simulation (b), die auf dem Modell in (c) beruht, nicht mit berücksichtigt.

Wie eben angedeutet, nimmt man für genaue Messungen am besten monochromatische Strahlung, also Strahlung mit einer wohlbestimmten Wellenlänge wie im Beispiel mit dem Laserpointer. Je kleiner die untersuchten Abmessungen, um so größer ist der Ablenkungswinkel. Außerdem kann man den Strahl noch in verschiedenen Richtungen auf das Untersuchungsobjekt lenken und so die Abmessungen in verschiedenen Richtungen bestimmen, also so indirekt die Form eines dreidimensionalen Gebildes abtasten.

Mithilfe von solchen Beugungsexperimenten mit Röntgenstrahlen haben wir Halbleiternanostrukturen untersucht. Solche Halbleiternanostrukturen sind für die Anwendung in optoelektronischen Bauelementen sehr interessant. In einer einzelnen kristallinen, einige Nanometer großen Insel in einer ebenfalls kristallinen Umgebung, die aber andere elektronische Eigenschaften aufweist, können Elektronen sozusagen eingesperrt werden. Damit erzielt man Eigenschaften, die von jenen des homogenen Volumenmaterials ganz gravierend abweichen. Diese Eigenschaftsänderung ist ein Quanteneffekt, man spricht bei diesen Inseln auch von Quantenpunkten. Es gelingt so z.B. Halbleiterlaser herzustellen, die einen sehr geringen Schwellstrom haben und deren Wellenlänge sich mit der Temperatur viel weniger verschiebt, als dies bei konventionellen

Halbleiterlasern der Fall ist [2]. Die Eigenschaften der Quantenpunkte hängen kritisch von Form, Größe, Zusammensetzung und Verspannung der Inseln und ihrer Umgebung ab. Über diese Parameter möchte man u.a. auch durch Röntgenbeugung Näheres erfahren.

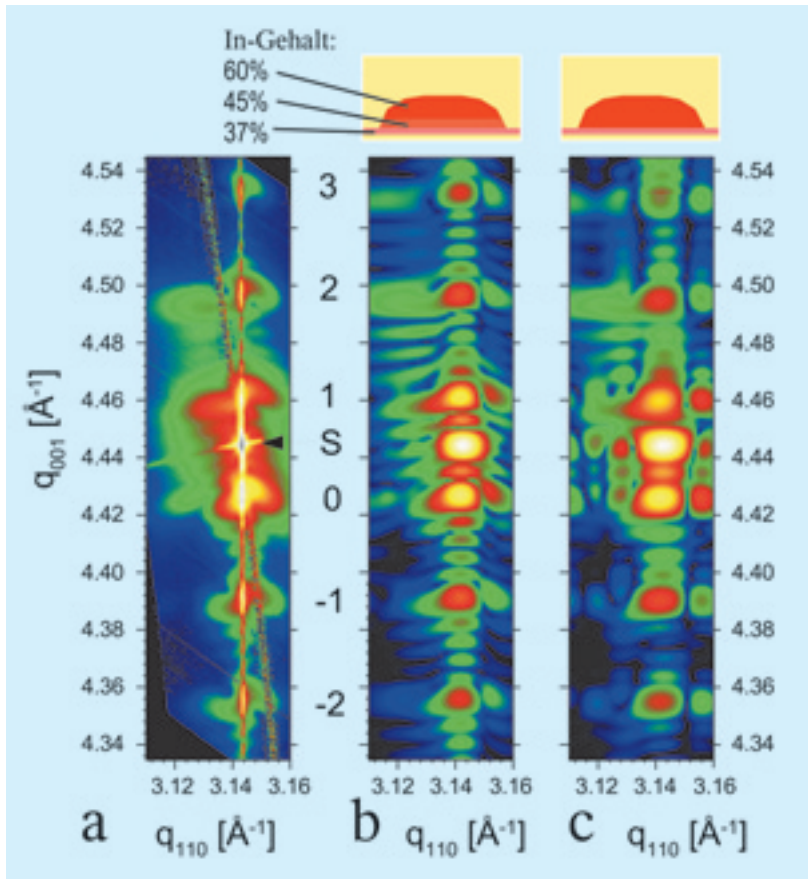
Die folgenden Messungen sind zweidimensionale Schnitte durch eine dreidimensionale Intensitätsverteilung im reziproken Raum. Es würde hier zu weit führen, diesen Begriff des reziproken Raums genau zu erläutern. Man darf sich das aber so vorstellen, dass die Beugungsmuster, die man beobachtet, so umgerechnet werden, dass sie unabhängig von der Wellenlänge sind. Denn wenn man die Wellenlänge ein wenig erhöht, ändert sich das Beugungsbild kaum, aber es »bläht« sich ein bisschen auf. Man wird bei dieser Umrechnung nicht nur unabhängig von der Wellenlänge, sondern die Muster in einer bestimmten Richtung in der Darstellung entsprechen dann der gleichen Richtung in der Realität. Es gilt aber weiterhin: je kleiner das Objekt, um so größer das Beugungsmuster. D.h. große Abstände in dieser Darstellung im reziproken Raum entsprechen kleinen Abmessungen im realen Raum. Daher rührt auch der Name »reziproker Raum«.

Die Messungen erfolgten alle mittels Synchrotronstrahlung, weil man so sehr gut monochromatische parallele Strahlen mit hoher Intensität erzeugen kann. Die hohe Intensität ist erforderlich, weil es sich bei Halbleiternanostrukturen um äußerst geringe Materialmengen<sup>1</sup> handelt und somit auch sehr schwache Beugungserscheinungen erfasst werden müssen.

Bei dem ersten Beispiel, zu dem wir hier Messungen zeigen, handelt es sich um Inseln aus einem Silizium-Germanium-Gemisch, die sich auf einer Silizium-(001)-Oberfläche<sup>2</sup> beim Wachstum mittels Flüssigpha-

<sup>1</sup> Die Gesamtmasse aller SiGe-Inseln auf einer Probe beträgt weniger als 1 Mikrogramm.

<sup>2</sup> Die hier und im Folgenden verwendeten Bezeichnungen (001), {111} usw. sind Bezeichnungen für Flächen, wobei die drei Ziffern Koordinaten im reziproken Raum entsprechen. Im gegebenen Falle sind die Atome im Kristall in Kuben angeordnet. (001) entspricht dann einer Fläche dieser Kuben, d.h. alle Kuben zeigen mit einer »Würfelfläche« zur Oberfläche. Dagegen ist (111) eine Fläche, die drei Ecken des Würfels schneidet und {111} bedeutet, dass es sich um beliebige der Flächen handelt, die drei Würfel-ecken schneiden. In ähnlicher Weise ist (004) ein Beugungsreflex, der Abständen in bestimmten Richtungen im Kristallgitter entspricht, d.h. 0, 0, 4 sind wieder die Koordinaten.



Inseln (jeweils alle Größen in der durch die Pfeile angedeuteten Richtung).

In Abb. 3a ist dagegen die Intensitätsverteilung in der Nähe des (004)-Reflexes angegeben. Wir messen also bei großen Beugungswinkeln, bei denen sich die Beugung am Kristallgitter und die Beugung an den Inseln überlagern. Nun ist es so, dass die Germanium-Atome mehr Platz einnehmen als die Silizium-Atome. Daher ist der mittlere Abstand der Atome in den Inseln größer als im Substrat. Da aber die Ordnung der Atome an der Grenzfläche von Substrat und Insel auf beiden Seiten die gleiche ist, versuchen Substrat und Insel einander den jeweiligen Atomabstand aufzuzwingen. Damit wird das Substrat unterhalb der Insel ein wenig auseinander gezogen und die Insel an der Basis ein wenig zusammengedrückt, so dass die Atomabstände entlang der Grenzfläche übereinstimmen. Damit wird das Gitter sowohl im Substrat als auch in der Insel verspannt. Diese Verspannung und damit auch der Abstand der Atome ändert sich damit von Ort

Abb. 4

Messung (a) und zwei Simulationen (b) und (c) der diffusen Röntgenstreuung an 5-fach Stapeln von (In,Ga)As-Insellagen in einem GaAs-Wirtsgitter in der Nähe des reziproken Gitterpunktes (0 0 4). Die Modelle – es ist jeweils nur eine Inselperiode der 5-fach übereinander gestapelten Inseln gezeigt – sind oberhalb der Simulationen dargestellt.

<sup>3</sup> Näheres zu den folgenden Röntgenexperimenten an SiGe-Inseln siehe ebenfalls [3], dort finden sich auch Referenzen zur Züchtung der Inselstrukturen. Diese Proben verdanken wir H. Wawra und A.-K. Gerlitzke vom Institut für Kristallzüchtung in Berlin.

<sup>4</sup> Die Probe wurde von U. Pohl, Technische Universität Berlin, gezüchtet.

senepitaxie durch Selbstorganisation bilden<sup>3</sup>. Diese Inseln sind kleine Pyramidenstümpfe mit {111}-Seitenfacetten (s. Abb. 1). Es bilden sich sehr viele solche Inseln und diese haben die gleiche Form und nahezu die gleiche Größe. An der Basis sind die Inseln, zu denen wir Messungen zeigen, rund 100 nm breit. Damit sind sie noch zu groß für das Auftreten der eben erwähnten Quanteneffekte, aber an diesen Inseln lassen sich die Beugungsphänomene schön demonstrieren.

Messen wir nun die Röntgenintensität in der Nähe des reziproken Gitterpunktes (0 0 0), so bedeutet das, dass wir so kleine Ablenkwinkel untersuchen, dass die Beugung am Kristallgitter noch nicht sichtbar ist, denn wegen der kleinen atomaren Abstände entspricht die Beugung am Kristallgitter großen Beugungswinkeln. Die beiden seitlichen »Flügel« der Intensitätsverteilung in Abb. 2 sind senkrecht zu den Seitenfacetten. Aus dem Abstand der Linien L lässt sich die Größe der Seitenfacette und aus dem Abstand der Peaks A, B und C die Abmessung der Insel senkrecht zur Seitenfacette ableiten. Die beiden Peaks P rühren von der Verteilung der Inseln auf der Oberfläche her, aus dem Abstand von P zur Mitte folgt der mittlere Abstand zwischen

zu Ort. Diese Verspannungsverteilung führt dazu, dass das Beugungsmuster in charakteristischer Weise »verschmiert« wird. Ändert sich nun innerhalb der Insel der Germaniumgehalt, führt das zur Änderung der Verspannungsverteilung und damit auch zur Änderung dieser charakteristischen »Verschmierung« des Beugungsmusters.

Wir werten diese Bilder aus, indem wir ein Modell der Inseln konstruieren, daraus die Verspannung berechnen und daraus das zu erwartende Beugungsmuster. Das wird dann mit dem Experiment verglichen. In der Regel muss in der Folge das Modell mehrfach geändert werden, bis schließlich Rechnung (Simulation der Beugungsintensitäten) und Experiment gut übereinstimmen. Damit hat man dann ein Modell, das die tatsächlichen Gegebenheiten in der Probe hinsichtlich der Form der Insel, der Verteilung des Germaniums in der Insel und der Verteilung der Inseln auf der Probe gut beschreibt.

In Abb. 3a sieht man am oberen Bildrand gerade noch den Ausläufer des (004)-Reflexes, der vom Silizium-Substrat herrührt. Da, wie eben erläutert, durch die

Beimengung von Germanium der Abstand der Atome ansteigt, ist der (004)-Reflex der Inseln gegenüber dem des Substrats nach unten verschoben (Bildmitte), also zu kleineren Beugungswinkeln. Die Intensitätsverteilung ist hier vor allem davon bestimmt, dass sich die Gitterverzerrung im Inneren der Insel von Ort zu Ort ändert, d.h. eine breite Verteilung der Intensität ergibt, die oben kurz erläuterte charakteristische »Verschmierung«. Daraus kann man nun auch auf die Verteilung des Germaniums in der Insel schließen. Wir konnten durch den Vergleich mit Simulationsrechnungen zeigen, dass der Germaniumgehalt bei ca. 1/3 der Inselhöhe von 25 % auf 30 % ansteigt, wie das schematische Modell in Abb. 3c zeigt. Nur mit diesem Modell stimmt die Simulationsrechnung (Abb. 3b) gut mit der Messung überein.

Bei dem genannten Beispiel könnte man die Form auch sehr gut z.B. mittels Rasterelektronenmikroskop bestimmen. Das geht nicht mehr bei vergrabenen Inseln. Im nächsten Beispiel handelt es sich um einen Stapel von 5 Lagen von (In,Ga)As-Inseln (Mischkristall aus InAs und GaAs) umgeben von GaAs<sup>4</sup>. Durch den Vergleich mit mehreren Modellrechnungen konnten wir zeigen, dass die Messung in Abb. 4a dem Modell über der Abb. 4b entspricht (näheres dazu in [4]). Nur eine scheinbar geringe Änderung, eine Veränderung des Indiumgehalts in der mittleren Schicht auf 60 %, also auf den Wert der oberen Schicht der Insel, führt dazu, dass die Simulation in Abb. 4c deutlich schlechter mit der Messung übereinstimmt als die Simulation in Abb. 4b.

Wir haben also mit der Röntgenbeugung ein Werkzeug, das es uns erlaubt, in das Innere von Halbleiterkristallen zu schauen und dort Form, Größe, Positionen relativ zueinander und die innere Verspannung zu ermitteln. Was wir zuvor nicht erwähnt haben: das geht nur dann so gut, wenn ein weitgehend einheitlicher Typ von Nanostrukturen vorliegt. Allerdings ist es ohnehin für die Anwendung erforderlich, dass die Halbleiternanostrukturen diese Einheitlichkeit aufweisen. Insofern ist also die beschriebene Methode für dieses Anwendungsgebiet sehr gut geeignet.

Mit der Elektronenmikroskopie kann man diese Nanostrukturen ebenfalls untersuchen (siehe dazu den Beitrag von W. Neumann, H. Kirmse, R. Otto und I. Hähner in diesem Humboldt-Spektrum). Dabei muss man die Probe zerstören, um eine dünne, mit Elektronen durchstrahlbare Folie herzustellen. Dann kann man einzelne Nanostrukturen studieren. Die Informationen, die man mittels Röntgenbeugung gewinnt, ergänzen diese detaillierten Angaben zu einzelnen Nanostruktu-

ren vorteilhaft, denn sie geben Auskunft über die mittleren Eigenschaften einer großen Zahl von Nanostrukturen, sind also statistisch relevante Auskünfte über das gesamte Ensemble der Nanostrukturen in einer Probe.

Auch bei biologischen Objekten gibt es für die Beugungsmethoden einen breiten Anwendungsbereich. Aber man muss zudem die Möglichkeit haben, das einzelne Objekt mit angepasster Auflösung zu betrachten. Auch damit befassen wir uns – aber das wäre ein weiterer Artikel.

#### Literatur

- [1] Wie man den Spurbestand mit einfachsten Mitteln bestimmen kann, beschreibt das Schülerexperiment auf <http://www.uni-landau.de/~physik/fan/html/OptAS03IV02a.html>.
- [2] *Bimberg, D./Grundmann, M./Ledentsov, N.N.*: Quantum Dot Heterostructures, Wiley Publishers, 1999.
- [3] *Schmidbauer, M./Hanke, M./Köhler, R.*: Cryst. Res. Techn. 37 (2002) 3; *Hanke, M.*: Streuung von Röntgenstrahlen an selbstorganisierten Halbleiter-Inselstrukturen, Diss., Humboldt-Universität zu Berlin 2002, Mensch & Buch Verlag, Berlin 2002; *Schmidbauer, M.*: X-Ray Diffuse Scattering from Self-Organized Mesoscopic Semiconductor Structures, Springer Tracts in Modern Physics, Springer 2004.
- [4] *Köhler, R./Grigoriev, D./Hanke, M./Schmidbauer, M./Schäfer, P./Besedin, S./Pohl, U. W./Sellin, R. L./Bimberg, D./Zakharov, N. D./Werner, P.*: Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 789 (2004) N8.6/T6.6/Z6.6.



**Prof. Dr. Rolf Köhler**

Jg. 1942. Studium der Physik (1962–67), Promotion (1973) und Habilitation (1993) an der Humboldt-Universität zu Berlin, 1967–91 Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Zentralinstitut für Elektronenphysik der Akademie der Wissenschaften der DDR, Berlin, Leiter einer Max-Planck-Arbeitsgruppe an der Humboldt-Universität (1992–96), seit 12/1995 Professor am Institut für Physik der Humboldt-Universität zu Berlin. Forschungsschwerpunkte: Untersuchung der Realstruktur von Halbleiterschichtstrukturen, Charakterisierung von Halbleiter-Nanostrukturen, Bildgebung mittels Röntgen-Phasenkontrast, Röntgendiffraktometrie, Röntgentopographie.

#### Kontakt

Humboldt-Universität zu Berlin  
Mathematisch-Naturwissenschaftliche Fakultät I  
Institut für Physik  
Newtonstr. 15  
D-12489 Berlin-Adlershof  
Tel.: +49-30-2093-4818  
Fax: +49-30-2093-7760  
E-Mail: [rolf.koehler@physik.hu-berlin.de](mailto:rolf.koehler@physik.hu-berlin.de)  
<http://x-ray2.physik.hu-berlin.de>