

# Kapitel 3

## Experimentelle Techniken

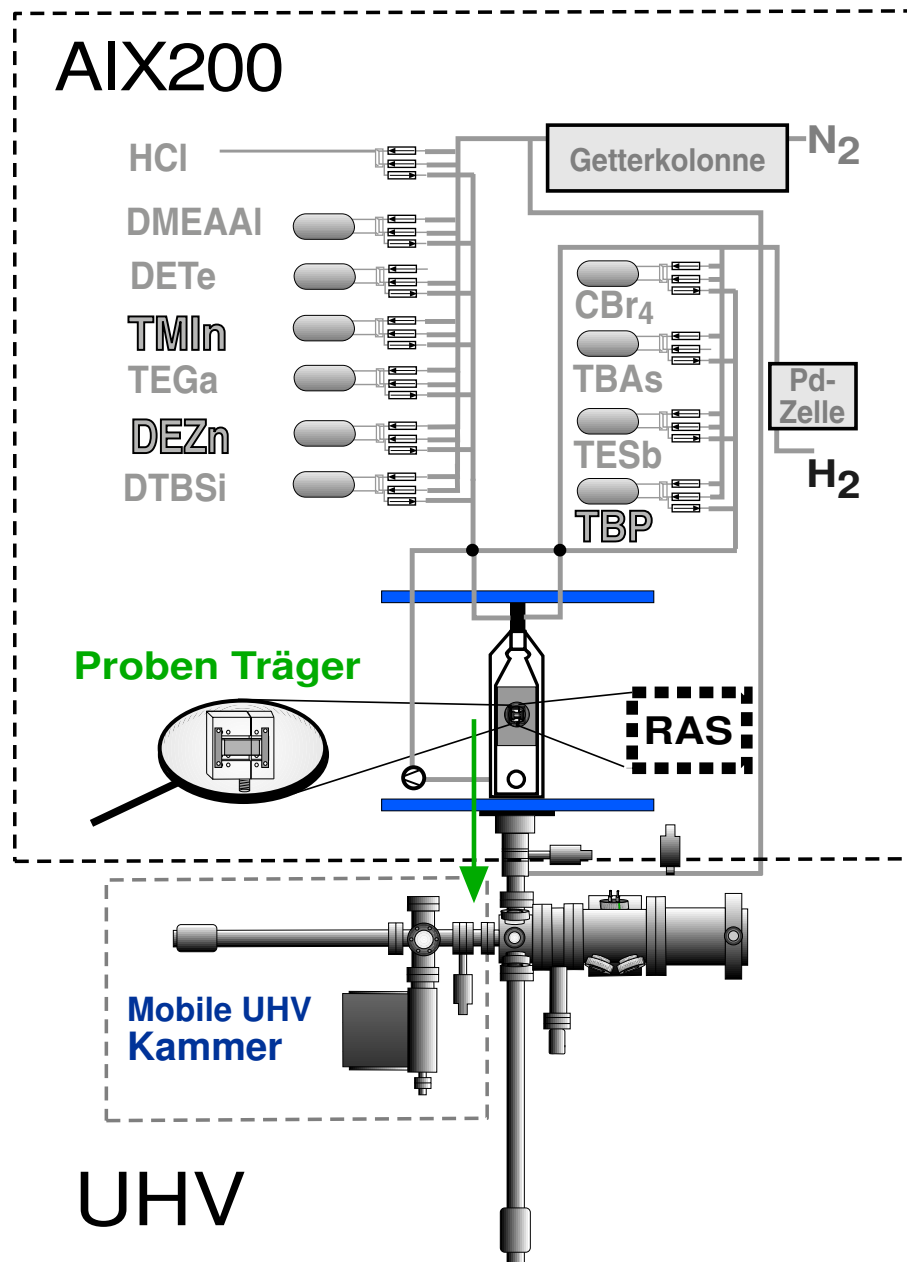
*In diesem Kapitel werden die verwendeten experimentellen Techniken vorgestellt. Bei den präparativen Methoden wird auf die MOCVD, die Spraypyrolyse und die Aufdampfanlage eingegangen. Im Anschluss daran wird der InP:Zn/SnO<sub>2</sub>:F-Heterokontakt und dessen Präparation beschrieben. Der dritte Teil beschäftigt sich mit den Messtechniken. Es werden dort der Kryostat und die damit verbundene Photostrom- und Photolumineszenz-Spektroskopie bei tiefen Temperaturen dargestellt.*

### 3.1 Präparative Methoden

In diesem Kapitel werden die Methoden beschrieben, mit denen der InP:Zn/SnO<sub>2</sub>:F-Heterokontakt präpariert wurde. Die genaue Vorgehensweise und die Details der Probenpräparation wird im anschließenden Kapitel 3.2 dargestellt.

#### 3.1.1 MOCVD - Metalorganic Chemical Vapour Deposition

Die InP-Schichten, die im Rahmen dieser Arbeit untersucht wurden und aus denen der Absorber des InP:Zn/SnO<sub>2</sub>:F-Heterokontaktes besteht, wurden mit Hilfe einer kommerziellen MOCVD-Anlage (AIX200) der Fa. Aixtron gewachsen. Bei der MOCVD-Technik (*metalorganic chemical vapour deposition*) werden einkristalline Halbleiterschichten aus der Gasphase auf geeignete Substrate (siehe Kap. 3.2.1) abgeschieden. Hierzu werden metallorganische Precursoren in die Gasphase überführt und einem Trägergas (H<sub>2</sub>) zugesetzt, das laminar über das beheizte Substrat strömt. Als Precursoren wurden hier TMI<sub>3</sub>, TBP und DEZn (Trimethylindium, Tertiärbutylphosphin und Diethylzink) verwendet. In der Nähe der heißen Substratoberfläche dissoziieren die elementorganischen Trägermoleküle. Die organischen Restfragmente werden mit dem Trägergas aus dem Reaktorraum transportiert.



**Abbildung 3.1:** Schematische Darstellung der MOCVD-Anlage, mit der die untersuchten InP-Schichten hergestellt wurden [60].

Die verbliebenen P- und In-Atome setzen sich auf der Substratoberfläche ab und wachsen in einkristallinen InP-Schichten. Zn im DEZn dient als p-Dotant und wird dem Trägergas nur in starker Verdünnung beigemischt. So präparierte Halbleiterschichten besitzen im Allgemeinen eine sehr hohe Qualität und Reproduzierbarkeit. Die einfache Steuerung in der Zuführung

der Precursoren ermöglicht es, eine Vielzahl von komplexen Halbleiter-Schichtstrukturen zu realisieren. Diese Eigenschaften macht die MOCVD-Technik zu einer wichtigen Methode bei der industriellen Fertigung von Halbleiterstrukturen.

Die hier verwendete MOCVD-Anlage ist in Abb. 3.1 skizziert. Sie wurde speziell zur Untersuchung von Halbleiteroberflächen konzipiert und zu diesem Zweck modifiziert [61]. Der Reaktorraum wird nicht - wie üblich - über eine Handschuhbox beladen, sondern über ein UHV-Transfersystem. Dieses System ermöglicht es, Schichten aus III-V-Halbleitern, die in der MOCVD-Anlage gewachsen wurden, kontaminationsfrei ins UHV (Ultrahochvakuum) zu schleusen und dort mit Methoden der Oberflächenanalytik zu untersuchen. Dazu wird das vorbehandelte Substrat (siehe Kap. 3.2.1) auf einen Probenträger aus Molybdän montiert, ins Vakuum geschleust und in den Reaktor eingeführt. Der beheizte Suszeptor besitzt eine Aussparung, die den Probenträger mit dem Substrat aufnimmt. Während des Wachstums, das in Kap. 3.2.2 genauer beschrieben wird, findet mittels RAS (Reflexions-Anisotropie-Spektroskopie) eine optische Kontrolle der Halbleiterschicht statt. Hierzu wird linear polarisiertes Licht, das nahezu senkrecht auf die Probe einfällt, an deren Oberfläche reflektiert. Die komplexe Reflektivität von zwei senkrecht zueinander stehenden Kristallachsen der Probe wird gemessen. Aus der Differenz dieser beiden Reflektivitätskomponenten können bei isotropen Kristallen Rückschlüsse über die Oberfläche des Halbleiters gezogen werden, wie z. B. das Auftreten von Spannungen oder elektrischen Feldern [62].

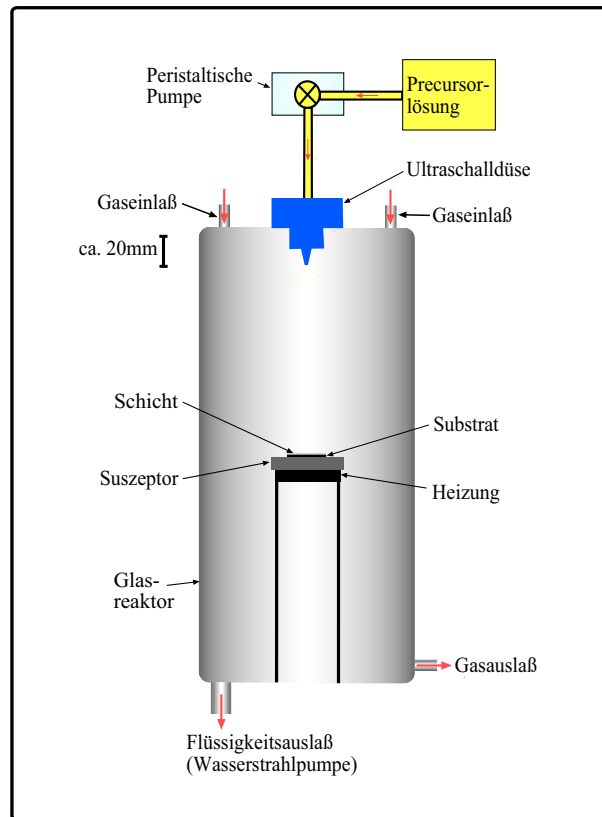
Nach der Epitaxie kann der Probenträger bei Temperaturen von bis zu 350°C ins UHV transferiert werden und dort abkühlen. Da der eigentliche UHV-Transfer im Rahmen dieser Arbeit nicht zum Einsatz kam, soll hier nicht weiter auf dessen Details und Möglichkeiten eingegangen werden [60, 63].

Im oberen Teil von Abb. 3.1 ist das Gasmischsystem der AIX200 dargestellt. Im Rahmen dieser Arbeit kamen nur die oben erwähnten und in der Abbildung hervorgehobenen Precursoren TBP, TMI<sub>n</sub> und DEZn zum Einsatz.

### 3.1.2 Spraypyrolyse

Bei der Spraypyrolyse handelt es sich um eine Methode zur Abscheidung dünner Filme, bei der eine Precursor-Lösung über eine Düse auf einen geheizten Suszeptor gesprüht wird. Diese Lösung enthält die Reaktanden (Precursoren), die über verschiedene chemische Reaktionen auf dem geheizten Substrat die gewünschte Schicht bilden [64], wobei die Nebenprodukte bei den gewählten Suszeptortemperaturen flüchtig sind [65].

Abb. 3.2 zeigt schematisch den Aufbau des verwendeten Spraypyrolysereaktors. Der aus Glas gefertigte Reaktor besteht aus zwei Hälften, die über einen vitongedichteten Glasflansch mit einer Metallklammer dicht miteinander verbunden werden. Im Deckel der oberen Glasschale befinden sich seitlich Einlässe für das Trägergas und mittig die Ultraschalldüse (Typ 8700-



**Abbildung 3.2:** Schematische Darstellung des Spraypyrolysereaktors [66].

120, Fa. Sono-Tek), die durch eine peristaltische Pumpe mit der Precursorlösung versorgt wird. Die untere Schale besitzt einen Auslass für flüssige Reaktionsrückstände und einen Anschluss für eine Wasserstrahlpumpe. Der Edelstahlsuszeptor, auf dem das Substrat erhitzt wird, steht im Abstand von ca. 150 mm unterhalb der Düse auf halber Reaktorhöhe. Die Temperaturregelung des Metallmantelheizleiters (THERMOCOAX) im Inneren des Suszeptors erfolgt mittels PID-Steuerung über ein NiCr/Ni-Thermoelement, das oberhalb des Heizdrahtes im Suszeptor eingelassen ist. Die Durchführungen dieser Anschlüsse sind silikongedichtet (Details zu diesem Spraypyrolyse-Reaktor sind in der Dissertation von Dirk Herrmann beschrieben [66]).

### 3.1.3 Bedampfungsanlage

Der InP:Zn/SnO<sub>2</sub>:F-Heterokontakt ist auf der Rückseite mit einem Pd/Zn/Pd-Kontakt versehen (siehe Kap. 3.2.4). Das transparente SnO<sub>2</sub>:F auf der Vorderseite des Heterokontak-

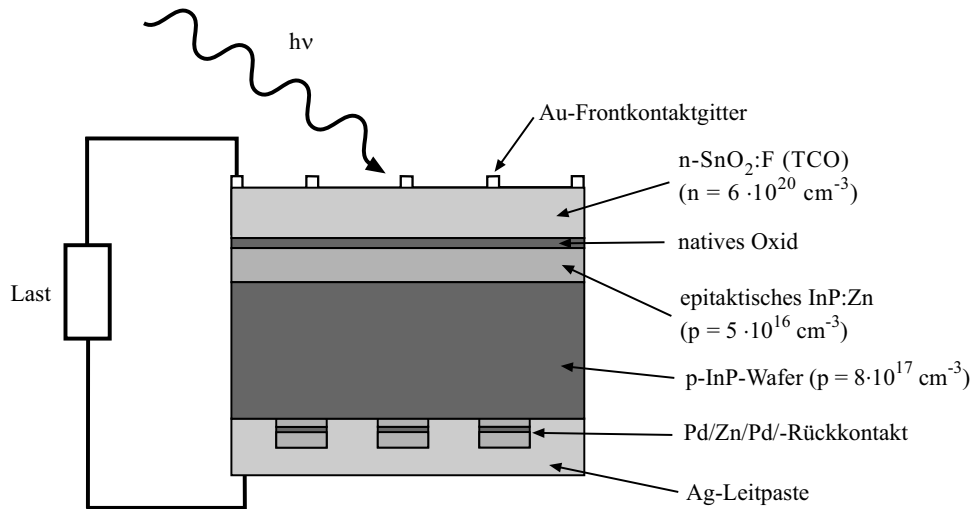
tes wurde mit einem kammartigen Struktur (siehe Kap. 3.2.3) aus Gold bedampft. Diese Metalle wurden in einer Bedampfungsanlage präpariert, die aus einer zentralen Aufdampfkammer und einer separaten Zink-Verdampferkammer besteht. Beide Kammern werden über ein UHV-Schleusensystem beladen, an das auch die UHV-Transportkammer aus Abb. 3.1 angedockt werden kann. Durch eine Kryopumpe wird in der zentralen Aufdampfkammer ein Basisdruck von  $2 \cdot 10^{-10}$  mbar erreicht, der während des Bedampfens auf  $1 \cdot 10^{-7}$  mbar ansteigt. Als Verdampfungsquelle für Gold und Palladium kam ein 4-Tiegel-Elektronenstrahlverdampfer (Telemark 568-02) zum Einsatz, der mit Wachstumsraten von 2 nm/min betrieben wurde. Diese Raten wurden vor und nach der Abscheidung mit einem kalibrierten Ratenmessgerät kontrolliert.

Zink besitzt schon bei niedrigen Temperaturen einen hohen Dampfdruck, wodurch Zink innerhalb von UHV-Kammern sehr mobil ist und andere Verdampfungsquellen kontaminieren kann. Um Verunreinigung durch Zink zu vermeiden, wurde die Zn-Quelle in einer separaten Kammer installiert, die über ein UHV-Handventil von der zentralen UHV-Kammer getrennt ist, das zum Schleusen der Probe nur bei kalter Zn-Quelle geöffnet wurde. Als Heizquelle wurde eine EPI-200g-SUMO (Applied Epi) verwendet, bei der Tiegel und Tiegelaustritt unabhängig von einander geheizt werden können. Ein PID-Regler steuert über eine Stromquelle (SM7020-D) die Temperatur. Bei einer geregelten Temperatur von 340°C am Tiegelaustritt stellt sich eine Tiegeltemperatur von 263°C ein, mit der eine Verdampfungsrate von 16 Å/min erreicht wurde. Auch hier kontrollierte ein kalibriertes Ratenmessgerät die Aufdampfrate vor und nach der Abscheidung. Der Druck in der Zn-Kammer liegt bei  $2 \cdot 10^{-9}$  mbar und steigt bei heißer Zn-Quelle auf  $8 \cdot 10^{-8}$  mbar an.

## 3.2 Präparation der InP:Zn/SnO<sub>2</sub>:F-Heterokontakte

Der experimentelle Teil dieser Arbeit wurde an einem InP:Zn/SnO<sub>2</sub>:F-Heterokontakt durchgeführt, der in unserer Arbeitsgruppe SE4 am HMI entwickelt wurde [66]. Für die speziellen Bedürfnisse bei der Fragestellung nach dem Photostrom bei tiefen Temperaturen mussten der Absorber und der Rückkontakt modifiziert werden. Ein schematischer Aufbau des hier verwendeten Heterokontaktes ist in Abb. 3.3 dargestellt.

Der Absorber besteht aus einer niedrig p-dotierten InP:Zn-Schicht ( $p = 5 \cdot 10^{16}$  cm<sup>-3</sup> bei 300 K), die mittels MOCVD mit einer Dicke von 2 μm auf einem hoch p-dotierten InP:Zn-Wafer ( $p = 8 \cdot 10^{17}$  cm<sup>-3</sup> bei 300 K) abgeschieden wurde. Als Emitter dient eine ca. 160 nm dicke, n-leitende transparente SnO<sub>2</sub>:F-Schicht ( $n = 6 \cdot 10^{20}$  cm<sup>-3</sup> bei 300 K), die mit der Sprühyrolyse-Technik auf den InP-Absorber aufgebracht wurde. Eine kammartige Goldstruktur, die auf das SnO<sub>2</sub>:F aufgedampft wurde, verbessert den vorderseitigen Abgriff des Photostroms. Rückseitig wurde der InP-Wafer mittels einer Pd/Zn/Pd-Schichtstruktur ohmsch kontaktiert.



**Abbildung 3.3:** Schematische Darstellung des  $\text{InP:Zn/SnO}_2\text{:F}$ -Heterokontaktes.

Die Details der einzelnen Präparationsschritte sind in den nächsten Kapiteln beschrieben, deren Reihenfolge hierbei dem Ablauf des Herstellungsprozesses des  $\text{InP:Zn/SnO}_2\text{:F}$ -Heterokontaktes entspricht.

### 3.2.1 InP-Substrate und Vorbehandlung

Als Substrat dienten  $350 - 400 \mu\text{m}$  dicke, einseitig polierte InP-Wafer der Fa. InPact, die mit dem Czochralski-Verfahren (LEC: *liquid-encapsulated Czochralski*) aus der Schmelze gezogen wurden. Deren (001)-Oberflächen wiesen eine Fehlorientierung von  $\pm 0,2^\circ$  bis  $\pm 1^\circ$  auf. Für Solarzellen wurden Zn-dotierte InP Substrate verwendet, die bei 300 K freie Löcherkonzentrationen von  $0,8 - 3 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  hatten. Zur Charakterisierung mittels Photolumineszenz und Hall-Messung wurden die MOCVD gewachsenen InP-Absorberschichten auf semi-isolierenden InP:Fe-Substraten abgeschieden.

Vor der Prozessierung wurde der Wafer in ca.  $12 \times 25 \text{ mm}^2$  breite InP-Streifen gespalten, und diese wurden naßchemisch geätzt. Die Vorgehensweise erfolgte nach einer standardisierten Prozedur [67]:

1. Abblasen der Probe mit  $\text{N}_2$  (5N)
2. Erhitzen in Isopropanol (2 min)
3. Spülen in Reinstwasser (2 min)

4. Dip-Ätzen in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (75%)
5. Ätzen in 10:1 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (75%):H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30%) (2 min)
6. Dip-ätzen in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (25%)
7. Spülen in Reinstwasser (2 min)
8. Trocknen mit N<sub>2</sub> (5N)

Im direkten Anschluss wurde das auf diese Weise vorbereitete Substrat mit Bügeln auf einem Molybdän-Probenträger befestigt und über die Interimkammer des UHV-Systems in die MOCVD-Anlage eingeschleust. Dort wurde das Substrat unmittelbar vor Beginn der Epitaxie unter TBP-Stabilisierung im H<sub>2</sub>-Strom für 7 min bei 610°C getempert, wodurch die InP-Oberfläche deoxidierte.

### 3.2.2 InP-Epitaxie in der MOCVD-Anlage

Die Epitaxie der InP-Schichten erfolgte bei einem Reaktordruck von 100 mbar und einer Wachstumstemperatur von 605°C. Mit einem Gesamtfluss des H<sub>2</sub>-Trärgases von 5,5 slm [Standartliter] und einem TMI<sub>n</sub>-Partialdruck von  $P_{TMI_n} = 1,65$  Pa erreichte man Wachstumsraten von 1,8 μm/min. Das molare V/III-Verhältnis gibt das Verhältnis der Partialdrücke des V-Element-Precursors (TBP) und des III-Element-Precursors (TMI<sub>n</sub>) an und betrug  $n_{TBP}/n_{TMI_n} = 17,9$ , ein für TBP recht hoher Anteil. Ein niedrigeres V/III-Verhältnis bei dicken Zn-dotierten Schichten führte zu grauen Rändern, die auf eine P-Verarmung hindeuten. Mit diesen Parametern gewachsene, undotierte InP-Schichten zeigen bei 2 K Photolumineszenzspektren, die auf Ladungsträgerdichten deutlich unterhalb von  $4 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$  hinweisen (siehe 4.2.1.1). Die undotierten InP-Schichten sind somit von guter Qualität.

Als Precursor zur positiven Dotierung des InP wurde DEZn verwendet. Dieser wird dem H<sub>2</sub>-Trärgas zugefügt, während die anderen oben beschriebenen Wachstumsparameter unverändert blieben. Über das Angebot von DEZn wird die Konzentration des in die wachsende InP-Schicht eingebauten Zn geregelt und damit die Höhe der Zn-Dotierung eingestellt.

Die in dieser Arbeit untersuchten p-InP Absorberschichten wurden mit einem II/III-Verhältnis von  $n_{DEZn}/n_{TMI_n} = 5 \cdot 10^{-4}$  gewachsen und besaßen freie Löcherkonzentrationen von  $(5 \pm 1) \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ . Eine numerische Abschätzung [57, 58] der Konzentration der Zn-Atome führte für die InP:Zn-Schichten zu  $N_{Zn} \approx 1 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  mit einer Kompensation  $K = 0,6$ . Dieser Wert stimmt gut mit SIMS-Messungen an diesen Schichten überein, die eine Zn-Konzentration von  $9 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$  ergaben. Dies erklärt die niedrigen Hall-Beweglichkeiten um  $\mu_{Hall} \approx 75 \text{ cm}^2 / \text{Vs}$ .

Nach der Epitaxie wurde die InP-Oberfläche phosphorterminiert, d.h. mit einer definierten Oberfläche abgeschlossen. Hierzu kühlte die Probe im MOCVD-Reaktor unter TBP-Stabilisierung bis 350°C ab. Durch das externe P-Angebot wird die inkongruente Verdampfung von Phosphor aus dem InP bei Temperaturen oberhalb von 365°C [68] kompensiert. Bei 350°C verbleibt die Probe für 3 min ohne TBP-Stabilisierung, wodurch organische Reaktionsprodukte desorbieren können und sich eine InP Oberfläche ausbilden kann, die weitgehend phosphorterminiert ist [60].

Nach diesem Warteschritt wird die fertige Probe bei ca. 350°C in die Interimkammer geschleust. Sie kühlt dort in N<sub>2</sub>-Atmosphäre auf Raumtemperatur ab. Zur weiteren Prozessierung muss der gewachsene Absorber an Luft gebracht werden, wobei dessen Oberfläche oxidiert.

### 3.2.3 Der transparente Frontkontakt aus SnO<sub>2</sub>:F

Die Frontseite des Heterokontaktes besteht aus einer transparenten SnO<sub>2</sub>:F-Schicht, die mittels Spraypyrolyse hergestellt wurde. Die Zusammensetzung der Precursorlösung lehnt sich an eine Publikation von Shanthi et al. an [69]. Das verwendete Verfahren ist im Detail in der Dissertation von Herrmann beschrieben [66]. Die Precursorlösung besteht aus 49,2 ml Ethanol, 2,18 ml HCl (36%), 1,824 ml SnCl<sub>4</sub> (wasserfrei) und 6,86 ml H<sub>2</sub>O (dreifach destilliert, mit R>18,2 MΩ/cm<sup>2</sup>), dies ergibt eine SnCl<sub>4</sub>-Konzentration von 0,26 mol/l. Zu 50 ml dieser Lösung werden zwecks n-Dotierung 0,289 g NH<sub>4</sub>F zugefügt, was einem F/Sn-Verhältnis von 60% entspricht.

Die SnO<sub>2</sub>:F-Schichten wurden mit folgenden Parametern abgeschieden: der Gasstrom aus N<sub>2</sub>/O<sub>2</sub>(4:1) betrug 5 l/min, der Precursorlösungsstrom 3,5 ml/min. Die Abscheidung erfolgte bei einer Substrattemperatur von 400°C und dauerte 40 s. Vor und nach der Abscheidung wurde die Temperatur für eine Minute stabilisiert. Danach folgte das Abkühlen unter N<sub>2</sub>-Gas auf Raumtemperatur. Berücksichtigt man die Aufheiz- und Abkühlphase, befand sich das InP-Substrat für ca. 7 min oberhalb der kritischen Temperatur von 365°C. Eine Blasenbildung durch Ausdiffusion von Phosphor, wie sie bei längerer Prozessierung und höheren Abscheidetemperaturen festzustellen ist [66], wurde hier aufgrund der kurzen Abscheidezeit und niedrigen Temperatur deutlich reduziert.

Während der Abscheidung befand sich die Probe in einem speziellen Edelstahlprobenträger, der nur ein 8x8 mm<sup>2</sup> großes Fenster zur Beschichtung freigab. Um die Probenrückseite vor der stark sauren Lösung und einer unerwünschten Belegung mit SnO<sub>2</sub>:F zu schützen, wurde sie zuvor mit einer 50 μm dicken Polyimidfolie (Capton) versehen.

Auf diese Weise hergestellte SnO<sub>2</sub>:F-Schichten besitzen im sichtbaren Spektralbereich eine integrale Transmission von ca. 90% und sind ca. 160 nm dick. Auf nicht-leitendem InP:Fe



Substrat ergaben sich für die Filme bei Raumtemperatur eine Ladungsträgerdichte  $n = 5,9 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$  und ein spezifischer Widerstand  $\rho = 0,0055 \Omega\text{cm}$ .

Zur Verbesserung der Querleitfähigkeit wurde die  $\text{SnO}_2\text{:F}$ -Schicht mit einer kammartigen Goldstruktur bedampft, über die der Photostrom abgegriffen wurde.

### 3.2.4 Der ohmsche Rückkontakt aus Pd/Zn/Pd

Ohmsche Kontakte an p-InP stellen ein großes Problem dar [70]. Wegen der schlechten Reproduzierbarkeit des einfachen Zn/Au-Kontaktes wurde hier eine aufwendigere, Palladiumbasierte Legierung gewählt. Sie hat den großen Vorteil, dass sich der vollständige Kontakt mit einigen 10 nm nur wenig in das p-InP hinein legiert [71], und diese Pd-Legierung als Kandidat zur ohmschen Kontaktierung auch von sehr dünnen Absorberschichten in Frage kommt. Zusätzlich diffundiert Pd bei weitem nicht so stark wie Au, wodurch sich eine bessere Formstabilität und Langlebigkeit dieses Kontakttypes ergibt [72].

Der hier verwendete Rückkontakt besteht aus einer Pd/Zn/Pd Schichtstruktur mit Einzeldicken von 5/40/200 nm, die sequentiell in der Verdampfungsanlage aufgebracht werden. Als Maske diente ein 0,2 mm starkes Edelstahlblech mit drei  $2 \times 6 \text{ mm}^2$  großen Aussparungen, das vor dem Bedampfen plan auf das Substrat montiert wurde. Der fertige Kontakt wird für 2 min bei  $400^\circ\text{C}$  an Luft gesintert. Hierbei kommt die Kontaktseite im Ofen auf einem Mo-Blech zu liegen, das zuvor die Sintertemperatur erreicht hat. Beim Sintern findet in der Legierung ein Phasenübergang statt, der ein ohmsches Verhalten des Kontakts zu Folge hat. Welche Prozesse in der Legierung zu der ohmschen Charakterisierung führen, wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht untersucht. Es kann jedoch vermutet werden, dass sich nahe der InP-Oberfläche eine hoch Zn-dotierte, dünne Schottkybarriere gebildet hat, durch die Ladungsträger tunneln können. Experimentell zeigte sich, dass diese Kontakte in der Regel kein ohmsches Verhalten aufwiesen, wenn sie nicht an Luft gesintert wurden, sondern z. B. in der MOCVD-Anlage unter  $\text{H}_2$ -Gas und Stabilisierung mit TBP.

Die fertigen Kontakte zeigen reproduzierbar ohmsches Verhalten mit einem Kontaktwiderstand von  $0,01 \Omega\text{cm}^2$ .

## 3.3 Messtechniken

### 3.3.1 Kryostat

Für die Messungen bei tiefen Temperaturen wurde die Probe in einem mit Helium betriebenen kombinierten Bad/Verdampfer-Kryostaten (CryoVac, Konti-IT, Typ Spektr) gehalten. Der Verdampferbetrieb des Konti-IT deckt einen Temperaturbereich von  $4,3 - 300 \text{ K}$

ab. Mittels eines Heizdrahtes, der um den Wärmetauscher gewickelt ist, wird hierbei dem kühlenden Heliumstrom entgegen geheizt. Im gepumpten Badbetrieb werden Temperaturen bis zu 1,6 K erreicht.

Die Temperatur wird an zwei Stellen bestimmt. Zum einen misst eine Si-Diode die Temperatur des Wärmetauschers im gesamten Temperaturbereich von 1,7 – 300 K. Am Probenhalter nahe der Probe befindet sich zusätzlich ein Ge-Thermowiderstand (Lake-Shore), der für den Bereich 1,2 – 40 K kalibriert ist, und dessen Verlauf der Leitfähigkeit für den Temperaturbereich bis  $T = 50$  K approximiert wurde. Eine Temperatursteuerung (TIC 303M) misst und regelt über einen PID-Kreis die Temperatur mit einer Genauigkeit, die im Temperaturbereich unterhalb von  $T = 50$  K bei  $\pm 0,1$  K liegt und oberhalb von  $T = 50$  K bei ca.  $\pm 1$  K.

Die Proben werden mit Indium bzw. Leitsilber auf Kupferblech oder Saphirscheibchen geklebt und dieses auf dem Probenhalter fixiert. Diese Halterung vermeidet bei tiefen Temperaturen thermische Spannungen innerhalb der Probe und sorgt gleichzeitig für den Wärmekontakt. Das Saphirscheibchen ermöglicht zusätzlich eine elektrische Trennung der Probe vom Kryostaten. Mittels des Probenhalters kann die Probe innerhalb des Kryostaten gedreht und vertikal verschoben werden. Der Probenhalter ist mit vier BNC-Durchführungen versehen, über die die Probe mit abgeschirmten Leitungen elektrisch kontaktiert werden kann. Um ein Aufwärmen der Probe durch die Wärmeleitung über die Kabel zu reduzieren, wurden dünne Drähte aus Mangadin verwendet, die allerdings einen Serienwiderstand von  $31 \Omega$  pro Zuleitung zur Folge haben. Optisch ist die Probe über vier Suprasil-Fenster zugänglich. Ein versenktes Fenster mit einem Öffnungswinkel von  $60^\circ$  ermöglicht die Lumineszenzdetektion nahe der Probe.

### 3.3.2 Temperaturabhängige Photostrommessungen

Der Aufbau zur elektrischen Charakterisierung bei tiefen Temperaturen ist in Abb. 3.4 dargestellt. Die Probe befindet sich im Kryostaten und ist mit abgeschirmten Leitungen an einen Stromverstärker (DLPCA-200, Fa. Femto) angeschlossen, über den auch eine äussere Spannung angelegt werden kann. Der verstärkte Photostrom wird in einem Analog-Digital-Wandler (NI BNC-2090) digitalisiert und mit einem Computer ausgelesen. Das Rauschen liegt unterhalb von  $1 \cdot 10^{-10}$  A.

Als Anregungslichtquelle wurde eine stabilisierte Wolfram-Draht-Lampe (60W) verwendet, deren Licht in einem 0,46 m Monochromator (HR460, ISA Jobin-Yvon SPEX) durch ein VIS-Gitter mit 1200 Streifen/mm spektral getrennt und über eine Glasfaser auf die Probe geleitet wurde. Ein zusätzlicher Bandkantenfilter (RG550) im monochromatischen Anregungslicht unterdrückte höhere Beugungsordnungen. Die spektrale Breite  $\partial\lambda$  des ausgekoppelten Lichtes liegt in der Nähe der Bandlücke von InP bei  $\partial\lambda \approx 0,25 \text{ nm} \sim 0,5 \text{ meV}$ . Die Messung des Photostroms erfolgte immer in Richtung zunehmender Photonenenergie. Dadurch sollten bei

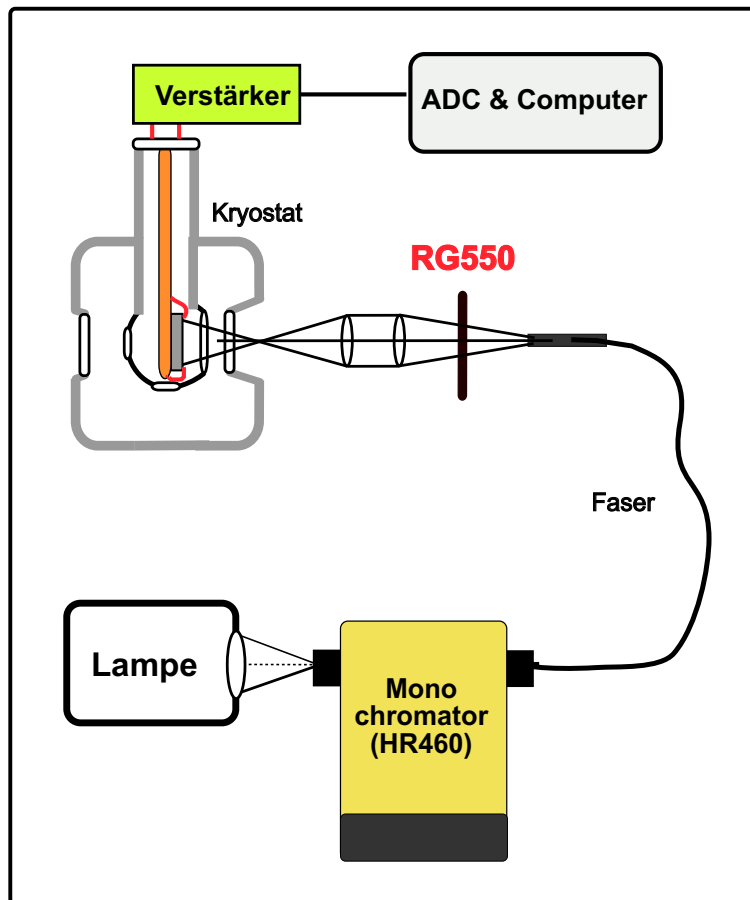


Abbildung 3.4: Aufbau zur Messung des Photostroms bei tiefen Temperaturen.

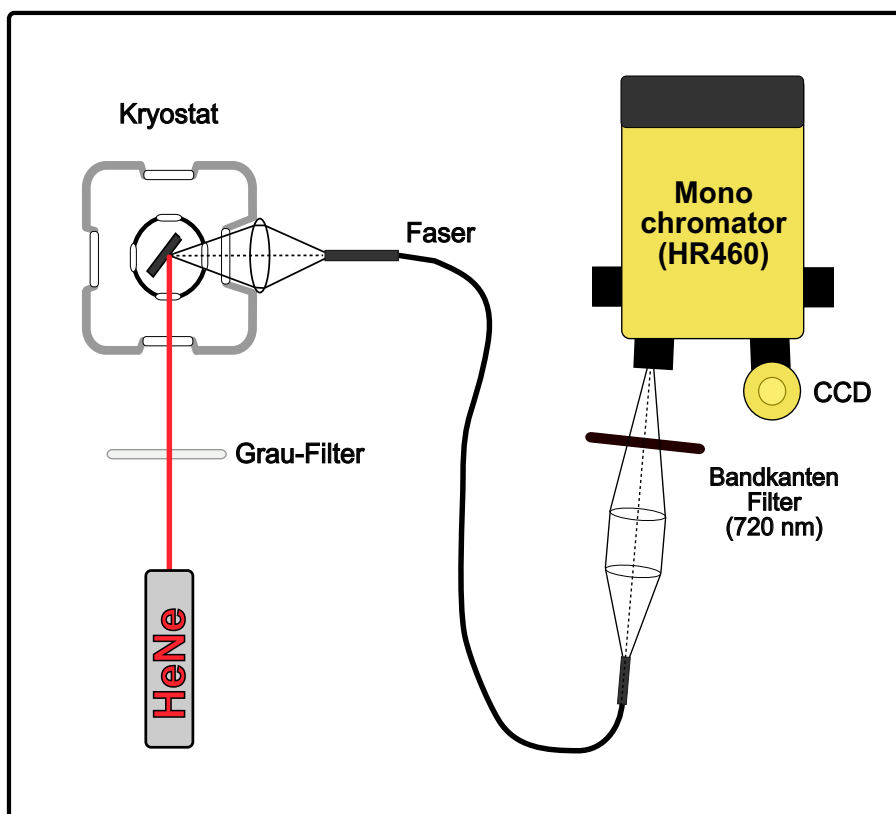
tiefen Temperaturen Stromüberlagerungen durch langsame Entladungsprozesse vermieden werden.

### 3.3.3 Stationäre Photolumineszenzmessung

Die Spektroskopie der stationären Photolumineszenz erfolgte mit zwei Monochromatoren. Herzstück der hochauflösenden Photolumineszenzapparatur ist ein 0,64 m Monochromator (HR640, ISA - Jobin Yvon) in Verbindung mit einem auf  $-25^{\circ}\text{C}$  gekühlten GaAs-Streifendetektor, der mittels eines Photomultipliers intensiviert wurde (IRY-700 G/RB, Princeton Instruments Inc.). Via Spektralink-Verbindung wird das System durch einen PC geregelt und die Daten ausgelesen. Der HR640-Monochromator ist für den visuellen und nahen infraroten Spektralbereich bis 910 nm mit zwei Beugungsgittern (600 bzw. 1800 Linien/mm) ausgerüstet.

Für den IR-Spektralbereich wurde ein 0,46 m Monochromator (HR460, ISA - Jobin Yvon) verwendet, der mit infrarotangepassten Gittern (600 bzw. 1200 Linien/mm) bestückt ist. Die Detektion erfolgte hier mit einem InGaAs-Diodenarray (IGA-512x1-1), das durch flüssigen Stickstoff gekühlt wurde und einen Spektralbereich von 800 – 1600 nm abdeckte.

Bei beiden Monochromatoren wird die Lumineszenz jeweils mit Hilfe einer Glasfaser, die fest am Monochromator montiert und justiert ist, auf den Eingangsspalt abgebildet. Dadurch wird ein sehr flexibler Messaufbau erreicht.



**Abbildung 3.5:** Messplatz zur stationären Photolumineszenzspektroskopie bei tiefen Temperaturen. Exemplarisch dargestellt mit dem HR460-Monochromator. Der Aufbau mit dem HR640 sieht analog aus.

Abb. 3.5 zeigt den verwendeten Aufbau zur Lumineszenzspektroskopie. Als Anregungsquelle der Photolumineszenz dient ein 3,2 mW HeNe-Laser, dessen Spektrum durch einen Interferenzfilter auf die Zentralwellenlänge 632,8 nm reduziert wird. Über Fokussierlinsen und Graufilter kann die Anregungsleistung variiert werden. Die Probe im Kryostaten wird unter einem Winkel von 45° angeregt und die Lumineszenz senkrecht zum einfallenden Strahl mit einer 38 mm Bikonkav-Linse am versenkten Suprasil-Fenster detektiert. Ein Öffnungsverhältnis

---

nis von nahe 1 erlaubt eine sehr effektive Abbildung der Lumineszenz auf das Faserende. Mit einem RG720 Bandkanten-Filter vor dem Eingangspalt des Monochromators wird das Streulicht des Anregungslasers unterdrückt.

