

Die approbierte Originalversion dieser Diplom-/Masterarbeit ist an der Hauptbibliothek der Technischen Universität Wien aufgestellt (<http://www.ub.tuwien.ac.at>).

The approved original version of this diploma or master thesis is available at the main library of the Vienna University of Technology (<http://www.ub.tuwien.ac.at/englweb/>).



TECHNISCHE  
UNIVERSITÄT  
WIEN

VIENNA  
UNIVERSITY OF  
TECHNOLOGY

# *TEM Kontrast von Stapelfehlern und Präzipitaten in Czochralski- Silizium*

*durchgeführt am  
Institut für Festkörperphysik  
TU WIEN*

*Unter der Anleitung von  
Ao. Univ. Prof. Dr. Peter PONGRATZ*

*durch  
Esmail ROYANIAN  
9827083  
Friedrich-Engels.Pl 9/6/18  
1200 WIEN*

*WIEN am 28.05.2004*

*Inhaltsverzeichnis*

1. <i>Einleitung</i>	2
2. <i>Grundlagen</i>	3
2.1 Probenpräparation	3
2.2 Czochralski –Verfahren	5
2.3 Aufbau und Funktionsweise eines TEM	6
2.4 Wichtige Linsenfehler	8
2.5 Elektronenbeugung	9
2.5.1 Bragg´sche Beugung	
2.6 Dynamische Beugungstheorie	10
2.6.1 Zweistrahlfall	13
2.6.2 Dynamische Beugungstheorie bei imperfekten Kristallen	17
2.6.3 Berücksichtigung der anomalen Absorption in der dynamischen Beugungstheorie	19
2.6.4 weak-beam Technik	22
2.6 Burgervektor	23
2.7 Defekte im Silizium Kristall	24
2.7.1 Versetzungen	24
2.7.2 Volumenhafte Defekte	24
2.7.3 Flächenhafte Defekte	25
2.7.4 Stapelfehlerkontrast	27
2.7.5 Thompson Tetraeder	33
3. <i>TEM Kontrastanalyse und Untersuchungsergebnisse</i>	34
3.1 Probenserie SiO <sub>x</sub> 1 (plan-view)	35
3.2 Probenserie SiO <sub>x</sub> 4 (plan-view)	40
3.3 Probenserie SiO <sub>x</sub> 4 (XTEM)	46
3.4 geätzte Probenserie SiO <sub>x</sub> 1 (plan-view)	55
3.5 geätzte Probenserie SiO <sub>x</sub> 1 (XTEM)	63
3.6 geätzte Probenserie SiO <sub>x</sub> 4 (plan-view)	67
4. <i>Häufigkeitsverteilung der Präzipitaten und Stapelfehlern</i>	76
5. <i>Diskussion</i>	82
6. <i>Zusammenfassung</i>	85
<i>Literaturverzeichnis</i>	86

## 1. Einleitung

Einkristallines Silizium wird heute überwiegend mit Hilfe des Czochralski-Verfahrens hergestellt. Beim Czochralski-Verfahren hergestelltes Silizium enthält stets eine geringe Konzentration an Sauerstoff, typischerweise zwischen  $5 \cdot 10^{17} < O > 2 \cdot 10^{18}$  Sauerstoff -  $at/cm^3$ . Dieser Sauerstoff ist bei hohen Temperaturen  $T > 1100$  °C im Kristall gelöst, beginnt sich aber bei tieferen Temperaturen in Form von  $SiO_{2-x}$ -Präzipitaten in amorpher Form auszuschneiden. Dabei werden Si-Zwischengitteratome generiert, welche die Diffusionsprozesse beeinflussen und die in der Form von Oxidationsstapelfehlern agglomerieren. Dadurch können sich unerwünschte Verunreinigungen, in diesem Fall Sauerstoff aus dem Quarztiegel in den Einkristall einbauen. Der aus dem Material des Tiegels stammende Sauerstoff hat einen entscheidenden Einfluss auf die Entwicklung der Kristalldefekte.

Bei Erstarrungstemperatur des Siliziums, bei der Sauerstoff ins Silizium eingebaut wird, ist die Löslichkeit des Sauerstoffes in Silizium wesentlich höher ( $2 \cdot 10^{18}$  Sauerstoff  $at/cm^3$ ) als bei den nachfolgenden Prozesstemperaturen (z.B.  $10^{17} cm^{-3}$  bei 1000 °C). Beim Abkühlen tendiert deshalb der Sauerstoff dazu, sich an geeigneten Kondensationskeimen auszuschneiden.

Durch eine geeignete Vorbehandlung ist es möglich, die ungünstige Auswirkung des Sauerstoffes im Silizium in einen günstigen Effekt umzukehren. Bei ca. 700 °C werden zunächst Keime im Siliziumgitter für eine nachfolgende Kondensation des Sauerstoffes an diesen Keimen geschaffen. In einem zweiten Temperaturbehandlungsschritt bei 1100 °C erfolgt zum einen das Ausdiffundieren des Sauerstoffes aus einer oberflächennahen Schicht der sogenannten *denuded Zone* (sauerstoffverarmte Zone, einige  $\mu m$  tief), zum anderen die Bildung von Sauerstoffausscheidungen im Innern des Silizium Wafers.

An der Wachstumsgrenzfläche werden während des Ziehens des Kristalls Defekte wie Si- und Sauerstoffzwischengitteratome, Leerstellen, Flächendefekte und Volumendefekte sowie  $SiO_{2-x}$ -Ausscheidungen erzeugt. Diese Ausscheidungen führen in weiterer Folge zur Nukleation von Versetzungen bzw. Teilversetzungen und Oxidationsstapelfehlern.

Die Natur der Stapelfehler wurde aus Beugungskontrastanalysen von TEM- Hellfeld- und Dunkelfeldbildern bestimmt, der Typ der auftretenden Versetzungen analysiert, und die Häufigkeitsverteilung der Präzipitate und Stapelfehler innerhalb eines bestimmten Volumens bestimmt. Dabei wird abgeschätzt welche Anzahl von Defekten, unter den derzeit bei Silizium Proben möglichen Präparationsbedingungen, nachweisbar sind (großflächige Präparation im plan-view und als Querschnitts-Präparat).

Die Wechselwirkung zwischen den Ausscheidungen, die sowohl im Inneren des Kristalls als auch heterogen an den Versetzungen der Stapelfehler nukleieren, werden diskutiert. Die Ergebnisse werden im Vergleich zur Literatur dargestellt.

## 2.1 Die Präparation der Proben für die TEM

Um die Proben im Transmissionselektronenmikroskop beobachten zu können, müssen sie vom Elektronenstrahl durchstrahlbar, also ausreichend dünn sein. Da die Elektronen auch bei einer Beschleunigungsspannung von 200 KeV nur Proben bis zu höchstens 0.5  $\mu\text{m}$  durchdringen können, ist es erforderlich mit einer geeigneten Präparation die Proben soweit zu dünnen, sodass Teile von diesen Bereich unter 0.5  $\mu\text{m}$  dünn werden. Die Präparation selbst soll eine gleichmäßige Abtragung gewährleisten, ohne die Probe sonst zu verändern. Jede TEM - Probe sollte zumindest so dünn sein, dass sie im verwendeten Energiebereich für Elektronen transparent ist. Die optimale Dicke hängt von der Art der gewünschten Information ab. Eine gute Probe sollte aber auch noch eine Reihe anderer wichtiger Eigenschaften aufweisen. So sollten ihre Oberflächen möglichst parallel sein.

### 2.2.1 Die verschiedenen Präparationstechniken

Die Herstellung elektronentransparenter Proben läuft üblicherweise in vier Schritten ab:

*Ausschneiden:* Die interessante Stelle befindet sich in der Regel auf einem ganzen Wafer oder auf einem Teil desselben. Zunächst muss aus einem Ausgangsmaterial ein kleines Stück herausgeschnitten werden, welches für die gesamte Probe eine interessante Stelle enthält. Im Zuge dieser Diplomarbeit wurde eine Drahtsäge verwendet. Diese eignet sich ausgezeichnet um aus Bulk-Proben die gewünschte Größe herauszuschneiden. Die beste Probengröße für die Untersuchung im Transmissionselektronenmikroskop ist ca. 2-3 mm. Mit der Drahtsäge schneidet man die Proben von ca. 250 bis 350  $\mu\text{m}$  Dicke aus.

*Schleifen und Polieren:* Das mechanische Dünnen erfolgt mit Schleifpapieren und Diamantfolien. Schleifen und Polieren des kleinen Probenstücks bis zu einer Dicke von wenigen Mikrometern bei einer repräsentativen Probe und bis zu einer Dicke von 10  $\mu\text{m}$  im Falle einer Zielpräparation. Um diese Werte zu erreichen, müssen die Proben zuerst mechanisch gedünnt und poliert werden. Erst nachdem die Oberfläche der Probe poliert ist, kann sie anschließend mit der Ionenmühle bzw. in einer PIPS (*Precision Ion Polishing System*) auf gewünschte Dicke gebracht werden. Es gibt zwei unterschiedliche Arten von Schleifscheiben: SiC Scheiben und Diamantscheiben. Erstere eignen sich, aufgrund ihrer Körnung, zum schnellen und groben Abtragen der Proben. Um eine kratzerfreie Oberfläche zu bekommen, beginnt man mit der 30  $\mu\text{m}$  oder 15  $\mu\text{m}$  Diamantfolie zu schleifen, gefolgt von der 9  $\mu\text{m}$ , 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$ , 1  $\mu\text{m}$ , 0,5  $\mu\text{m}$  und schließlich der 0,1  $\mu\text{m}$  Scheibe. Nach der 1  $\mu\text{m}$  Diamantscheibe sollten nur mehr winzigste Kratzer vorhanden sein. Man schleift entsprechend der abnehmenden Körnung der Diamantscheiben bis zur 1  $\mu\text{m}$  Scheibe und poliert anschließend die Oberfläche entweder mit 0.5  $\mu\text{m}$  und 0.1  $\mu\text{m}$  Diamantfolien oder mit Syton. Das Schleifen der zweiten Seite ist mit großem Materialabtrag verbunden, da die Ausgangsdicke der Proben nach dem Sägen 350  $\mu\text{m}$  ist. Somit beginnt man mit der 30  $\mu\text{m}$  oder 15  $\mu\text{m}$  Diamantscheiben bzw. 1200er SiC Scheiben, welche aufgrund ihrer gröberen Körnung einen großen Materialabtrag ermöglichen. Beim Schleifen der zweiten Probenseite ist nun auf die verbleibende Restdicke und die Parallelität beider Seiten zu achten. Unter der Dicke von 20  $\mu\text{m}$  werden Si Proben durchsichtig und bei der gewünschten Dicke von ca. 10  $\mu\text{m}$  endet das Schleifen. Die Oberfläche wird wieder mit Syton kratzerfrei poliert. Der Rest wird dann durch die Ionenmühle oder PIPS nachgedünnt. Danach wird die Probe mit M-Bond Klebstoff auf einen Cu-(oder Ni-)Ring geklebt. Zum Trocknen legt man die Probe über Nacht auf die Heizplatte bei 50°.

**Ionenmühle:** Um die Probe für das Elektronenmikroskop TEM durchstrahlbar zu machen, muss die geschliffene Probe noch weiter in der Ionenmühle gedünnt werden. Hier werden Argon-Ionen, mit denen die Probe von beiden Seiten gleichzeitig gedünnt werden kann, mit einem flachen Winkel ca.  $10^\circ$ - $20^\circ$  auf die Probenoberfläche geschossen, wodurch das Material abgetragen wird (Abbildung 2.2.2). Die Probe dreht sich, um sich gleichmäßig abzutragen. Mit Hilfe einer Kamera wird der Prozess des Dünnes überwacht. Man beschießt die Probe in der Regel so lange, bis sich ein kleines Loch in der Mitte gebildet hat, da man dann sicher sein kann, dass der Rand des Loches elektronentransparent ist.

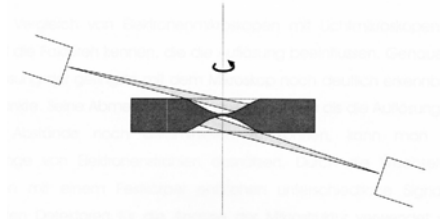
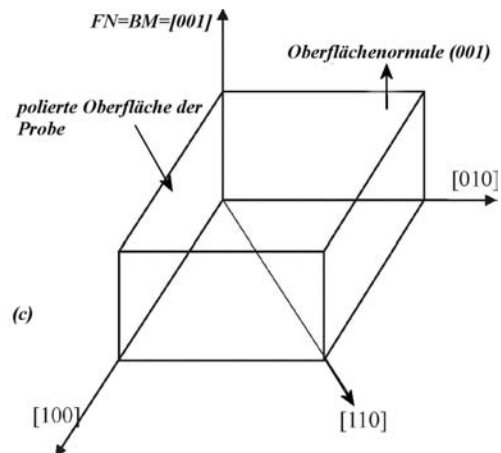


Abbildung 2.2.2; Schematische Darstellung Dünnpolierprozess eines Ionenmühles

**Querpräparation:** Um eine Tiefeninformation von der Oberfläche der Si-Proben zu erhalten, ist die Methode der Querpräparation zu wählen. Um die Häufigkeitsverteilung der Ausscheidungen und Stapelfehlern im Si-Proben innerhalb einer bestimmten Fläche als Funktion der Tiefe von Oberfläche der Probe zu bestimmen, benötigt man ein Querschnitts-Präparat (XTEM) verwenden. Wichtig für die Probenpräparation für das TEM ist die Herstellung von elektronentransparenten Bereichen (0-100 nm) an der zu untersuchenden Stelle der Probe. Die Oberflächennormale für ein XTEM-Präparat ist die  $[110]$ -Richtung. Für ein plan-view-Präparat ist die Oberflächennormale die  $[001]$ -Richtung. Es werden zwei kleine Probenstücke mit dem Oberflächennormal  $[001]$  aus den Proben herausgeschnitten. Diese zwei Proben werden mit M-Bond Klebstoff auf der zu polierten Seite, die die Oberfläche von Si-Proben ist, zusammengeklebt, in eine Halterung gegeben und mit Druck belastet. Die zusammengeklebte Probe wird auf eine Heizplatte gestellt und bei  $70 - 80\text{ C}^\circ$  mehrere Stunden, wenn möglich über Nacht, stehen gelassen. Bei Querpräparationen ist darauf zu achten, dass die Klebefläche möglichst dünn ist, da dann der M-Bond besser hält, und die Gefahr des AuseinanderlöSENS minimiert wird. Bei einer plan-view-Präparation ist die polierte Oberfläche der Proben senkrecht zur  $[001]$ -Richtung und bei XTEM-Präparationen ist die polierte Oberfläche der Proben parallel zur  $[110]$ -Richtung.

Abbildung 2.2.1. c: schematische Darstellung der Präparation im plan-view



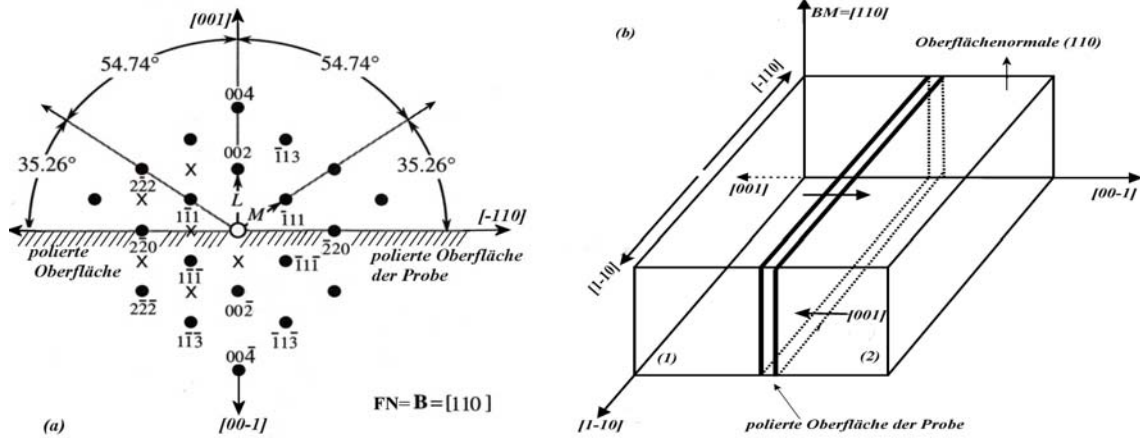


Abbildung 2.2.1. a: Standard Beugungspattern bei cross-section Präparate, b: schematische Darstellung eines Querschnitts Präparats (XTEM)

## 2.2 Czochralski-Verfahren

Etwa 80% Halbleiterproduktion benötigten Si-Einkristalle werden heute nach dem Czochralski-Verfahren (Tiegelverfahren) hergestellt. Dieses Verfahren wurde erstmals 1918 von J. Czochralski zur Messung der Kristallisationsgeschwindigkeit von Metallen angewendet. Hochreines Halbleitermaterial wie z.B. Silizium wird zusammen mit einer entsprechenden Menge Dotierstoff, der als Donator oder Akzeptor dient, in einem Quarztiegel bei Temperaturen oberhalb von 1400°C aufgeschmolzen. Das Schmelzen des Materials wird unter einem Gas (normalerweise Argon), bei leichtem Unterdruck durchgeführt. Dabei wird eine den Tiegel umgebende Graphit-Widerstandsheizung als Wärmequelle eingesetzt.

Die Temperatur der Schmelze wird knapp oberhalb des Schmelzpunktes bei etwa 1425°C eingestellt, und ein Keimkristall der gewünschten Kristallorientierung wird bis zur Flüssigkeitsoberfläche herabgelassen. Bedingt durch den Wärmefluss durch den Impfkristall beginnt die Schmelze am Keimling auszukristallisieren. Der Impfkristall wird unter langsamer Rotation zunächst langsam und dann schneller aus der Schmelze hochgezogen, bis sich an seinem unteren Ende ein langer, dünner Kristall auszubilden beginnt, der als „Hals“ bezeichnet wird. Dieser „Hals“ soll sicherstellen, dass das Wachstum des Einkristalls versetzungsfrei erfolgt [17]. Durch den Temperaturgradienten, der in der Schmelze in unmittelbarer Umgebung des Keimkristalls existiert, befindet sich die Schmelze im thermodynamische stabilen Zustand. Ein Absenken der Temperatur der Schmelze, bzw. das Verringern der Ziehgeschwindigkeit bewirkt ein Breitenwachstum des Kristalls. Dieser Bereich wird „Krone“ genannt. Ist der gewünschte Kristalldurchmesser erreicht, wird die Ziehgeschwindigkeit erhöht und die Temperatur der Schmelze so eingestellt, dass sich ein „weicher“ Übergang von der Krone zum Kristallkörper ergibt. Während des Wachstums des Kristalls kann dessen Durchmesser durch die Veränderung der Ziehgeschwindigkeit und der Temperatur der Schmelze gesteuert werden. In dieser Wachstumsphase wird durch Nachfahren des Tiegels die Oberfläche der Schmelze auf konstanter Höhe, d.h. in konstantem Abstand zu den Heizonen gehalten. Sowohl der Kristall als auch der Tiegel rotieren mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten gegensätzlich, um eine möglichst hohe Homogenität des Kristalls zu erreichen. Die Kristallwachstumsrate hängt von verschiedenen

Faktoren wie z.B. dem Kristalltyp, dem Kristalldurchmesser und der Heizonenanordnung ab. Silizium Einkristalle werden mit typischen Durchmessern zwischen 100 und 300 mm und typischen Ziehgeschwindigkeiten von 40 bis 85 mm/h hergestellt. Ist die Schmelze weitgehend verbraucht, wird der Kristalldurchmesser wieder kegelförmig im sogenannten „Schwanz“ verkleinert. Der Kristalldurchmesser muss kontrolliert auf sehr kleine Werte reduziert werden, bevor der Kristall aus der Schmelze gezogen wird und er den Kontakt zur Flüssigkeit verliert, um thermische Spannungen zu vermeiden, die zur Ausbildung von Versetzungen führen können. Da während des Kristallzuchtprozesses der Quarztiegel durch die Siliziumschmelze etwas aufgelöst wird, stellt sich im CZ-Kristall ein relativ hoher Sauerstoffgehalt von etwa  $6 \text{ bis } 8 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  ein. Die Vorteile dieses Verfahrens liegen sowohl im einfachen Aufbau des Apparates, als auch in der Herstellung kristalliner Stäbe mit größerem Durchmesser. Der günstig hinsichtlich wirtschaftlich Gesichtspunkte wirkt sich aus, dass das Ausgangsilizium in beliebiger Form vorliegen kann. jedoch ist großer Nachteil, dass bei hohen Ziehtemperaturen (Schmelztemperatur von Silizium) der Quarztiegel langsam angegriffen wird und sich etwas  $\text{SiO}_{2-x}$  in der Schmelze löst. Dadurch können ungewünschte Verunreinigungen wie beispielsweise Sauerstoff, Kohlenstoff, Stickstoff, Kupfer, Bor, Phosphor oder andere Metalle aus dem Quarztiegel in den Einkristall mit eingebaut werden. Neben diesen Elementen wird vor allem Sauerstoff aus dem Quarztiegel bis zu hohen Konzentrationen in den Einkristall eingebaut. Es ist daher nicht möglich, mit diesem Verfahren Si-Einkristalle mit hohem Widerstand herzustellen.

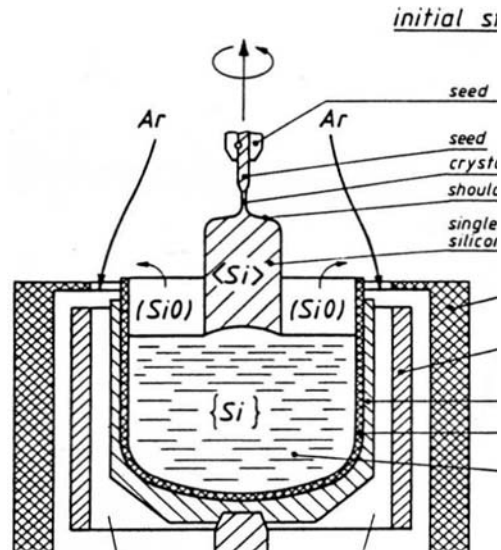


Abbildung 2.3.1 schematische Darstellung eines CZ-Ziehapparates

### 2.3 Aufbau und Funktionsweise eines Transmissionselektronenmikroskops (TEM)

Die experimentellen Untersuchungen der Si-Wafer wurden mit einem JEOL 200CX Transmissionselektronenmikroskop (TEM) durchgeführt. Die Hochspannung des Gerätes liegt zwischen 60 und 200 KeV. Die hochenergetischen Elektronen des TEM können an den Atomen der durchstrahlten Probe elastisch oder inelastisch gestreut werden. Ein möglicher Mechanismus der inelastischen Streuung ist die Anregung von Elektronen der inneren Atomschalen. Dabei erfahren einfallende Elektronen charakteristische, d.h. elementspezifische Energieverluste. Beim TEM wird die Oberseite eines dünnen Präparates mit einem parallelen Elektronenstrahl von einigen  $\mu\text{m}$  Durchmesser bestrahlt. Die an der Unterseite des Objektes austretenden elastisch, inelastisch oder überhaupt nicht gestreuten Elektronen werden mit Hilfe der nachfolgenden Elektronenoptiklinsen (Objektivlinse, Zwischenlinsen, Projektivlinse) zur Erzeugung eines Kontrastbildes der Probe verwendet, das auf einem Leuchtschirm beobachtet werden kann und üblicherweise auf Fotoplatten aufgezeichnet wird. Dieses Mikroskop besitzt ein „Side-Entry-Goniometer“, mit welchem die Probe seitlich in das Mikroskop eingeschleust wird.

Der Probenhalter bietet die Möglichkeit die Probe im Mikroskop in zwei Richtungen um  $\pm 45^\circ$  zu kippen. Dieser Winkel kann am Ende des Probenhalters abgelesen werden. Abbildung 2.4.2 zeigt den Querschnitt des in dieser Arbeit verwendeten 200 KeV Transmissionselektronenmikroskops der Marke JEOL 200CX [11]. Der Aufbau erscheint sehr kompliziert, bei genauerer Betrachtung kann man aber prinzipielle zu Lichtmikroskopen erkennen. Abbildung 2.4.2 zeigt eine schematische Darstellung des Strahlengangs in einem TEM dar. Die in der Kathode erzeugten Elektronen gelangen durch ein mehrstufiges Linsensystem auf den Leuchtschirm. In dieser Abbildung ist auch der Unterschied der Bildentstehung beim Realbild und beim Beugungsbild zusehen. In der Abbildung 2.4.2 a) sieht man eine Hellfeldabbildung, es entsteht ein dreistufig vergrößertes Bild des Objektes.

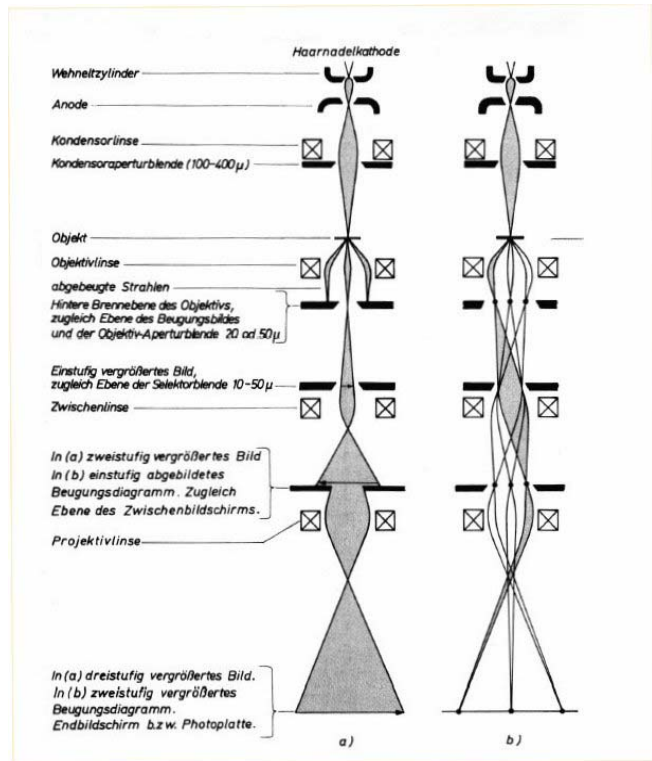


Abbildung 2.4.2: schematische Darstellung des Strahlengangs im TEM, a) Hellfeldmodus, b) Beugungsmodus

In der Abbildung 2.4.2.b ist die Abbildung eines Beugungsbildes zu sehen. Hier wird der Strom durch die Zwischenlinse verringert, sodass das primäre Beugungsdiagramm abgebildet wird anstatt des weiter unten liegenden einstufigen vergrößerten Objektbildes [10]. Zur Strahlerzeugung dient eine Elektronenkanone. Die Elektronen, die im glühenden Zustand von der Haarnadelkathode ( $LaB_6$ ) emittiert werden, entsprechend der eingestellten Potentialdifferenz auf Energien der Anode von bis zu 200 KeV beschleunigt, wobei sich durch Zylinder in einem Punkt im Ort der Anode kreuzen (Cross-over). Der Strahldurchmesser  $d_{co}$  im Kreuzungspunkt (Cross-over) entspricht dem effektiven Durchmesser der Elektronenquelle. Als Quellen werden thermische Wolfram- und bzw. wie in diesem Fall,  $LaB_6$ -Kathoden verwendet [11].

Durch die Kondensorlinsen (in Praxis werden zur Steigerung der Wirkung meist zwei Kondensorlinsen hintereinander geschaltet) wird der divergente Elektronenstrahl zum erste mal fokussiert, und zwar genau auf den Ort der Probe. In anderen Worten der Strahl tritt in das Kondensorsystem ein, in dem sich unter anderem zwei Kondensorlinsen befinden, deren Aufgabe darin besteht, den Cross-over verkleinert abzubilden (1<sup>th</sup>. Kondensorlinse) und den Durchmesser und Konvergenzwinkel, mit denen der Strahl auf die Probe fällt, (2<sup>th</sup>. Kondensorlinse) zu steuern. Mit Hilfe eines Doppelkondensors kann man die aus der Spitze der Haarnadelkathode austretenden Elektronen auf diese Weise als Fokus von nur 3-5  $\mu$ m Durchmesser am Präparatort abbilden bzw. konzentrieren. Unterhalb der Kondensorlinsen befindet sich der Bereich, in den die Probe mit Hilfe eines Probenhalters eingeschleust wird. Der Probenhalter ermöglicht ein Ausrichten der Probe in x-, y- und ein wenig auch in z-Richtung (euzentrische Lage).

In der Praxis sitzt die Probe innerhalb der Polschuhe der Objektivlinse. Die Objektivlinse erzeugt ein Beugungsbild. Die nachfolgenden Zwischenlinsen und die Projektivlinse vergrößern entweder Zwischen- oder Beugungsbild und projizieren es auf einen fluoreszierenden Bildschirm, der durch ein Bleiglas abgeschirmt betrachtet werden kann bzw. auf eine tiefer liegende



Fotoplatte. Daneben befinden sich in einem TEM eine Vielzahl von Spulen, die helfen sollen, Abbildungsfehler zu korrigieren und den Strahl entlang der optischen Achse auszurichten. In Abbildung 2.4.3 ist die Bildentstehung im TEM dargestellt.

## 2.4 Wichtige Linsenfehler

### 2.4.1 Öffnungsfehler (sphärische Aberration)

Als Öffnungsfehler wird der zu  $\alpha^3$  proportional Term bezeichnet, wobei  $\alpha$  der Aperturwinkel ist. Für den Radius  $r_0 = M^{-1}r_i = (a/b)r_i$  des Fehlerscheibchens, wobei M magnification ist, gilt;

$$\delta_s = C_s \alpha^3$$

mit dem Öffnungsfehlerkoeffizienten  $C_s$ . Ursache des Öffnungsfehlers ist, dass die Brechung der Linse kubisch mit dem Winkel der einfallenden Strahlen zunimmt. Das gilt für rotationssymmetrische, raumladungsfreie und stationäre Elektronenlinsen;  $C_s > 0$ .

### 2.4.2 Farbfehler

Nicht alle Elektronen besitzen die gleiche kinetische Energie. Außerdem sind die Linsenströme  $I_L$  und die Beschleunigungsspannung  $U_B$  kleinen zeitlichen Schwankungen unterworfen, die zu zeitlichen Schwankungen der Brennweite führen. Dadurch ändert sich die Brennweite des Objektivlinsen mittels man über die Strom- und Spannungsschwankungen sowie Energieverteilung der Elektronen, so resultiert ein Fehlerscheibchen mit dem mittleren Radius

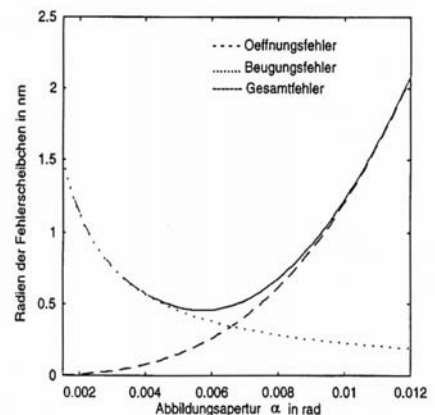
$$\delta_c = \frac{1}{2} C_c \cdot \alpha \sqrt{\left(\frac{\Delta E}{E}\right)^2 + \left(\frac{\Delta U_B}{U_B}\right)^2 + \left(2 \frac{\Delta I_L}{I_L}\right)^2}$$

wobei der Farbfehlerkoeffizient  $C_c$  proportional zur Brennweite ist. Dies Ausdruck enthält die statistischen Schwankungen der Brennweite infolge der Schwankungen der Beschleunigungsspannung, des Linsenstroms und der Energie den aus der Quelle austretenden Elektronen.  $\delta_c$  nennt man auch chromatischen Defokus [4].

### 2.4.3 Optimale Auflösung im TEM

Durch die eingeschränkte Korrekturmöglichkeit der Linsenfehler im TEM muss für die Ableitung der theoretischen Auflösungsgrenze sowohl Beugungs- als auch Öffnungsfehler berücksichtigt werden. Die Abhängigkeiten der zu beiden Fehlern gehörenden Fehlerscheibchen von der Apertur waren gegeben durch  $\delta_b = 0.61\lambda/\alpha$  und  $\delta_s = C_s \alpha^3$  mit dem Öffnungsfehlerkoeffizient  $C_s$ . Unter der Annahme, dass sich bei einer Überlagerung von mehreren Einzelfehlern die Radien der durch sie erzeugten

Abbildung 2.4.7; Überlagerung der Öffnungs- und Beugungsfehlerscheibchen zur Abschätzung des Auflösungsvermögens. Für kleine Aperturwinkel  $\alpha$  dominiert der Beugungsfehler, für Große der Öffnungsfehler.



Fehlerscheibchen quadratisch zu dem des Gesamtfehlerscheibchens addieren, d.h.  $\delta_{Ges} = \sqrt{\delta_b^2 + \delta_s^2}$  gilt, lässt sich für diese beiden Fehler eine optimale Apertur bestimmen, für die sich ein minimales Fehlerscheibchen ergibt. Dies ist gegeben durch;  $\alpha_{Opt} \propto \sqrt[4]{\lambda/C_S}$ .

Damit ergibt sich die theoretische Auflösungsgrenze:  $\delta_{theor} \propto \sqrt[4]{\lambda^3 C_S}$

In Abbildung 2.4.7 ist zu erkennen, dass für kleine Aperturwinkel  $\alpha$  der Beugungsfehler für große  $\alpha$  der Öffnungsfehler dominiert. Für ein 200 KeV TEM mit einer Wellenlänge  $\lambda = 0.0251$  Å ergibt sich bei einem Öffnungsfehlerkoeffizienten von  $C_S=1$  mm eine optimale Apertur von  $\alpha_{Opt} = 10^{-2}$  rad.

## 2.5 Elektronenbeugung

### 2.5.1 Bragg'sche Beugung

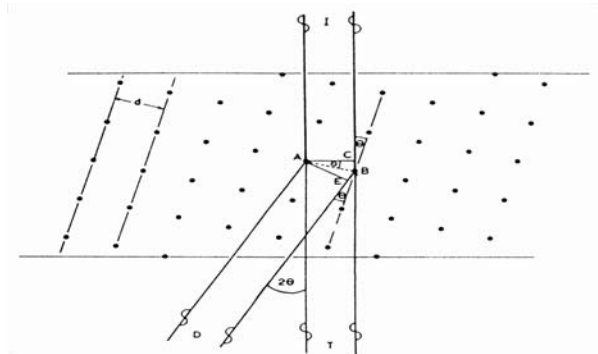
Betrachten wir die Wechselwirkung des Elektronenstrahls mit einem Idealkristall, dessen Atome ein kubisches Gitter bilden. Trifft ein Elektronenstrahl auf eine Probe, dann wird den Atome elastisch gestreut. Einfallender Elektronenstrahl sind kohärent, wie in der Abbildung 2.5.1 angedeutet, alle einzelnen Elektronenwellen sind in der Phase. Alle gestreuten Wellen, die miteinander in der gleichen Phase sind, verstärken sich gegenseitig und bilden damit einen starken Elektronenstrahl "gestreute Wellen", die außerhalb der Phase sind, verstärken sich dagegen nicht. Die gestreuten Wellen sind bei  $D$  in der Phase, wenn die Weglänge von  $I$  nach  $D$  für beide gestreuten Wellen gleich ist, d.h. wenn die Weglänge um eine ganze Zahl von Wellenlängen verschoben sind. Das ist denn der Fall, wenn  $CB+BE = n\lambda$ , wobei  $n$  eine ganze Zahl ist. Aber bei  $T$  ist keine der beiden Wellen gestreut; d.h.  $n=0$ .

Nach Abbildung 2.5.1 gilt  $BE=CB=d \sin \vartheta$ . Daher gilt für die Verstärkung;

$$2 d \sin \vartheta = n \lambda$$

und wird als Bragg'sche Gleichung bezeichnet, wobei  $\vartheta$  Bragg'scher Winkel,  $\lambda$  Wellenlänge der Elektronen und  $d$  der Netzebenenabstand ist. Also, in dreidimensionalen Kristall ist der Abstand zwischen den Gitterebenen und bezeichnet man als "Netzebenenabstand".

#### **Abbildung 2.5.1; Streuung eines einfallenden Elektronenstrahls (I) an einer Kristall**



Wie in der Abbildung 2.5.1 dargestellt ist, verlassen intensive Elektronenstrahlen die Probe auf die andere Seite durch einen durchgehende Strahl ( $T$ ) oder werden von den Gitterebenen mit Abstand  $d$  gebeugt ( $D$ ). Wenn in der Probe an den Netzebenen Reflexionen stattfinden, ist die Bragg'sche Beziehung erfüllt. In den Beugungsbildern benötigt man ein formales System, mit dem Ebenen und Richtungen definiert werden. Hierzu verwendet man üblicherweise die Millersche Indizes. Der Abstand zwischen den Netzebenen ist in einen rechtwinkligen

Koordinate durch des Millersche Indizes. Entsprechend den einzelnen speziellen Kristallsystemen vereinfacht sich diese Gleichung für ein kubisches Kristallsystem auf:

$$d_{(hkl)} = \frac{a_0}{\sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)}}$$

Betrachten wir nun die Bedeutung des Bragg'schen Reflexionswinkels  $\vartheta$ . Im Falle der Elektronenbeugung ist die Wellenlänge  $\lambda$  sehr klein gegenüber den zu erwartenden  $d$ -Werten. Damit lässt sich obige Gleichung noch weiter vereinfachen [3]. Daher kann die Bragg'scher Gleichung in folgender Weise umgeformt werden

$$1 > \frac{\lambda}{d} = 2 \sin \vartheta \approx 2\vartheta \approx \tan 2\vartheta = \frac{R}{L}$$

$$Rd = L\lambda = C$$

da  $L$  die Kameralänge ist. Die Größe  $C=L\lambda$  wird als Beugungskonstante bzw. Kamerakonstanten bezeichnet. Sie muss aus den Beugungsdiagrammen von Eichsubstanzen bestimmt werden. Der Abstand  $R$  des Beugungspunktes vom Nullstrahl verhält sich also umgekehrt proportional zum Abstand  $d$  der beugenden Ebenen.

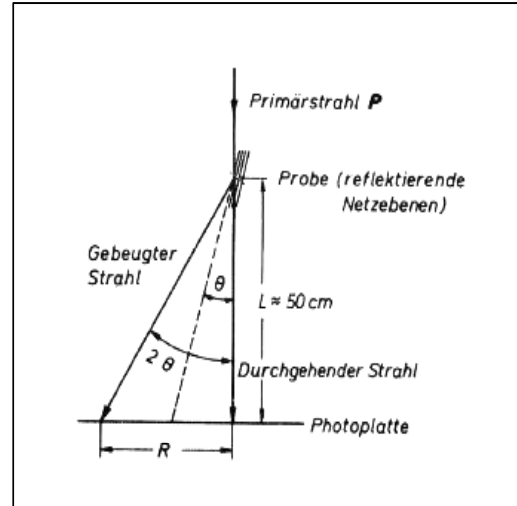


Abbildung 2.5.2; schematische Darstellung der Geometrie zur Entstehung eines Beugungsbildes

## 2.6 Dynamische Beugungstheorie

Die Dynamische Beugungstheorie, die in diesem Abschnitt vorgestellt wird, berücksichtigt bereits vom Ansatz her die Wechselwirkungen bei Mehrstrahlanregungen in perfekten- oder schwach gestörten kristallen unter Beachtung der Amplituden- und Phasenbeziehungen zwischen den einzelnen Wellen und ermöglicht so die exakte Beschreibung der gebeugten Intensität. Ebenso wird die Änderung der Wellenlänge der Elektronenstrahl im Kristall nicht mehr vernachlässigt. In der kinematischen Beugungstheorie wird vorausgesetzt, dass die Intensität des gebeugten Strahls viel kleiner gegenüber der des transmittierten Strahls (Primärstrahlintensität) und der Anregungsfehler  $w$  ist.  $w \cong 5 \implies$  in der Gl.  $1/\sqrt{1+w^2}$  vernachlässigt.

Im Dynamischen Bereich;  $w \cong 0 \implies |w| \leq 1$ , wobei  $w = s \cdot \xi_g$  ist.

Die Wellenlänge  $\lambda$  der Elektronen verändert sich gemäß dem lokalen elektrischen Potential  $E$ . Wegen des Zusammenhangs der kinetischen Energie der Elektronen mit ihrer Wellenlänge führt der Eintritt in ein Gebiet erhöhter potentieller Energie  $V(r)=-eE$  zu einer  $V$  Erhöhung der Wellenlänge. Wir nehmen an, dass für die Elektronen der Kristall eine räumliche periodische Potentialverteilung ist. Die räumliche Periodizität erscheint mathematisch als Translations-Invarianz im Bezug auf die Translationsvektoren des Gitters (bezeichnen wir die Gesamtheit aller Linearkombinationen der drei Basisvektoren  $a, b, c$  mit  $R$ ), im Falle keiner Absorption ist das Potential  $V(r)$  real und periodisch im Kristallgitter, so muss folgendes gelten;

$$V(\mathbf{r})=V(\mathbf{r}+\mathbf{R}) \Rightarrow \quad R \text{ ist Translationsvektor im Kristallgitter} \quad \Rightarrow U_g = U_{-g}^*$$

$$V(\mathbf{r})=V(-\mathbf{r}) \Rightarrow \quad \text{Kristall besitzt Symmetriezentrum} \quad \Rightarrow U_g = U_{-g} = U_g^*$$

Wobei der Fourierkoeffizient des Kristallpotentials  $U_g = \frac{2m_0e\gamma}{h^2} \sum_a V_g \exp(-2i\pi\vec{g} \cdot \vec{r})$  ist. Wir

haben die Schrödingergleichung 
$$-\frac{\hbar^2}{2m_0} \nabla^2 \psi(\mathbf{r}) + \gamma e V(\mathbf{r}) \cdot \psi(\mathbf{r}) = E \cdot \psi(\mathbf{r})$$

,wobei  $E = eU_0[1 + eU_0/2m_0c_0^2]$  die Energie der Elektronen mit relativistischer Korrektur ist.

Diese Wellenfunktionen haben die allgemeine Form  $\psi(\mathbf{r}) = \exp(-2i\pi\vec{k} \cdot \vec{r})$ , sie sind ebene Wellen mit einem Wellenvektor  $\vec{k}$  und einer Gitterperiode Amplitude. Die Wechselwirkung der Elektronen mit dem Kristall wird als vollständig elastisch angenommen und mit Hilfe des effektiven Kristallpotentials

$$U(\mathbf{r}) = \frac{2\gamma m_0 e}{h^2} V(\mathbf{r})$$

, wobei  $\gamma = \frac{m}{m_0}$  beschreiben. Mit dieser Gleichung und der Wellenzahl für Elektronen

$$h^2 K^2 / 2m = eE \quad \text{bzw.} \quad K = \sqrt{\frac{2m_0 E}{h^2}}$$

fundamentale Gleichung 
$$[\nabla^2 + 4\pi^2(U(\mathbf{r}) + K^2)] \cdot \psi(\mathbf{r}) = 0$$

welche die Beugung von Elektronen im Kristall beschreiben kann. Nehmen wir an, dass statt des Potentials  $V(\mathbf{r})$  obige normierte Potential  $U(\mathbf{r})$  benutzt wird, und wegen der Periodizität des Kristallgitters lässt sich das Potential  $U(\mathbf{r})$  in eine Fourierreihe entwickeln;

$$U(\mathbf{r}) = \sum_g U_g \exp(2i\pi\vec{g} \cdot \vec{r})$$

Elektronenwellen existieren in kristallen in Form von Blochwellen. Deshalb heißt die Lösungen der Schrödingergleichung eine Blochwellen. und zeigt dieselbe Periodizität wie das Potential  $U(\mathbf{r})$ . Sie setzen sich aus der gitterperiodischen Blochfunktion  $B_i(\vec{r})$  und einer ebenen Welle  $\exp\{i\vec{k} \cdot \vec{r}\}$  zusammen;

$$B_i(\vec{r}) = \sum_g C_g \cdot \exp(2i\pi(\vec{k} + \vec{g}) \cdot \vec{r})$$

wobei  $(\vec{k} + \vec{g})$  der Wellenvektor der Blochwellen ist. Die Reihenentwicklungen von Blochfunktion  $b(\vec{k}, \vec{r})$  und Potential  $U(\mathbf{r})$  wird in die Schrödingergleichung eingesetzt und erhält man;

$$\sum_g \left\{ [K^2 - (\vec{k} + \vec{g})^2] C_g + \sum_h U_{g-h} C_h \right\} \exp(2i\pi(\vec{k} + \vec{g}) \cdot \vec{r}) = 0$$

Dieses Gleichungssystem kann erfüllt werden, wenn die Koeffizienten identischen exponentialen Bezeichnungen gleichzeitig resultiert null werden. Dies resultiert, nachdem es die Bezeichnungen gesammelt hat, die den Faktor  $\exp(2i\pi(\vec{k} + \vec{g}) \cdot \vec{r})$  enthalten. Diese Gleichung gilt für alle Werte von  $\vec{r}$ . Die Koeffizienten der Differentialexponenten müssen Null sein. Für jeden  $\vec{g}$ -Vektoren gibt es eine lineare Gleichung, so ergibt sich die grundlegende Gleichung für die dynamische Beugungstheorie, basierend auf der Blochwellentheorie [9];

$$[K^2 - (\vec{k}^{(j)} + \vec{g})^2] C_g^{(j)} + \sum_{h \neq 0} U_{g-h} C_h^{(j)} = 0 \quad (\text{a})$$

Die Blochwellen sind die Eigenwertlösungen der Schrödingergleichung. Die wichtigste Randbedingung ist die Stetigkeitsbedingung für die Teilchenwelle an der Kristalloberfläche. Aus dieser Bedingung resultiert, dass die Tangentialkomponenten der Wellenvektoren

$$\vec{k}_t^{(j)} = \vec{k}_t = \vec{k}_{0,t} \quad \text{übereinstimmen müssen. } \vec{k}^{(j)} \text{ ist der Wellenvektor einer}$$

Blochwelle. Die Definition  $\vec{k}^{(j)} = \vec{k} + \gamma^{(j)} \vec{n}_k$  berücksichtigt die Stetigkeitsbedingung aus der obigen Gleichung.  $\vec{n}_k$  repräsentiert die Oberflächennormale des Kristalls und entspricht der Einfallrichtung des Primärelektronenstrahls. Um die Gleichung (a) lösen zu können, definieren wir des Schließungsfehlers  $\vec{s}_g$ , der ein Vektor parallel zu  $(\vec{k} + \vec{g})$  ist

$$^1, \text{ folgendermaßen; } \quad 2K\vec{s}_g = K^2 - (\vec{k} + \vec{g})^2$$

Mit Hilfe der drei obigen Gleichungen und Beziehung  $k_n = \vec{k} \vec{n}_k$ , der Näherung  $\vec{g} \vec{n}_k \approx 0$  und der Vernachlässigung der rückgestreuten Elektronen  $(\gamma^{(j)})^2 \approx 0$  ergibt sich:

$$2Ks_g C_g^{(j)} + \sum_{h \neq 0} U_{g-h} C_h^{(j)} = 2(\vec{k} + \vec{g}) \cdot \hat{n} \nu C_g^{(j)} \quad (\text{b})$$

Diese Gleichung ist vom Typ;

$$AC^{(j)} = 2K_{\vec{n}} \gamma^{(j)} C^{(j)}$$

In der Matrixform lautet diese Gleichung;

$$\begin{pmatrix} 0 & U_{-\vec{g}} & U_{-\vec{h}} & \cdot & \cdot & \cdot \\ U_{\vec{g}} & 2Ks_{\vec{g}} & U_{\vec{g}-\vec{h}} & \cdot & \cdot & \cdot \\ U_{\vec{h}} & U_{\vec{h}-\vec{g}} & 2Ks_{\vec{h}} & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} C_0^{(j)} \\ \vdots \\ C_{\vec{g}}^{(j)} \\ C_{\vec{h}}^{(j)} \\ \vdots \\ \vdots \end{pmatrix} = 2k_{\vec{n}} \gamma^{(j)} \begin{pmatrix} C_0^{(j)} \\ \vdots \\ C_{\vec{g}}^{(j)} \\ C_{\vec{h}}^{(j)} \\ \vdots \\ \vdots \end{pmatrix} \quad \text{für } j=1,2,\dots,n$$

Zur Lösung der Schrödingergleichung müssen die Eigenwerte  $\gamma^{(j)}$  und die Eigenvektoren  $C^{(j)}$  in dieser Matrix bestimmt werden. Beteiligen sich  $m$  Strahlen bei der Beugung, so ist Determinante  $A$  eine  $(m \times m)$  Matrix, und es gibt  $m$  Eigenwerte  $\gamma^{(j)}$  und  $m$  Blochwellen, die ihrerseits wiederum aus  $m$  ebenen Wellen bestehen. Die Eigenwerte  $\gamma^{(j)}$  werden durch Lösung der Gleichung  $\det(A - \gamma 1) = 0$  berechnet. Zu jedem Eigenwert  $\gamma^{(j)}$  existiert ein Eigenvektor  $C^{(j)}$ . Für die elastische Streuung ist das Potential  $U(r)$  reell, und auch für seine Fourierkoeffizienten, gilt  $U_g = U_{-g}^*$ . Somit ist die Matrix  $A$  hermitesch und die Eigenwerte  $\gamma^{(j)}$  reell. Das System der Eigenvektoren kann orthogonalisiert werden und der sich ergebende Satz von orthogonaler Eigenvektoren können in der Matrix  $C$  zusammengefasst werden;

---

<sup>1</sup>  $|\vec{K} + \vec{g} + \vec{s}_g|^2 = K^2 \Rightarrow \vec{s}_g (2\vec{K} + 2\vec{g} + \vec{s}_g) = -g^2 - 2\vec{K}\vec{s}_g$

$$C = \begin{pmatrix} C_0^1 & C_0^2 & C_0^3 & \cdot & \cdot & \cdot \\ C_g^1 & C_g^2 & C_g^3 & \cdot & \cdot & \cdot \\ C_h^1 & C_h^2 & C_h^3 & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \end{pmatrix}$$

Für Zentralsymmetrische Kristalle ist  $A$  symmetrisch reell und damit die Matrix  $C$  reell. Die Wellenfunktion, welche Lösung der Grundgleichung (a) ist, entspricht

$$\psi = \sum_j b^{(j)}(\vec{k}, \vec{r}) \cdot \alpha^{(j)}$$

wobei für die Blochwellen folgendes gilt;

$$B^{(j)}(r) = \sum_g C_g^{(j)} \exp[2i\pi(\vec{K} + \vec{g}) \cdot \vec{r}] \cdot \exp(2i\pi\gamma^{(j)} \cdot z) \quad (c)$$

Die Amplituden  $\phi_g$  einer bestimmten reflektierten Welle findet man durch Aufsummieren aller  $j=1,2,\dots,m$  Wellen, die von ihrem Anregungspunkt  $M_j$  zum Gitterpunkt  $\vec{g}$  laufen.

$$\phi_g = \sum_{j=1}^N \alpha^{(j)} C_g^{(j)} \exp[2\pi i(k_0^{(j)} + \vec{g}) \cdot \vec{r}]$$

bzw.

$$\phi_g = \sum_{j=1}^N \alpha^{(j)} C_g^{(j)} \exp(2\pi i\gamma^{(j)} z)$$

### 2.6.1 Zweistrahlfall

Wir spezialisieren uns nun auf Zweistrahlfall, welche in der die Lösung der dynamischen Beugungstheorie analytisch lösbar ist. Wir nehmen an, dass auf der Rückseite der Probe nur zwei Strahlen bzw. zwei ebene Wellen mit nennenswerte Intensität auftreten, der sog, Nullstrahl  $\phi_0$ , einer zur einfallenden parallele Welle, und eine gebeugte Strahl  $\phi_g$ . Das reziproke Gitter in diesem Fall besteht aus nur zwei Gitterpunkten, nämlich Null-Strahl und  $\vec{g}$ -Strahl. Die Gleichung (b) reduziert sich und kann man umgeschrieben werden;

$$\begin{cases} -\gamma^{(j)} C_0^{(j)} + \frac{U_g}{2K} C_g^{(j)} = 0 \\ \frac{U_g}{2K} C_0^{(j)} + (-\gamma^{(j)} + s) C_g^{(j)} = 0 \end{cases} \quad \text{bzw.} \quad \Longrightarrow \quad \begin{pmatrix} -\gamma^{(j)} & \frac{U_g}{2K} \\ \frac{U_g}{2K} & -\gamma^{(j)} + s_g \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} C_0^{(j)} \\ C_g^{(j)} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (d)$$

Solch homogene lineare des Gleichungssystems für die  $C_g^{(j)}$  hat eine ungleiche Null Lösung, wenn die Koeffizientendeterminante Null ist, d.h. eine nicht triviale Lösung dieses homogenen Gleichungssystems für die  $C_g^{(j)}$  existiert nur, wenn die Koeffizientendeterminante Null ist;

$$\gamma^{(j)2} - s_g \gamma^{(j)} - \frac{U_g}{4K^2} = 0$$

Das Lösen dieser Gleichung ergibt sich;

$$\begin{aligned}\gamma^{(j)} &= 1/2 \left[ s_g - (-1)^j \sqrt{\left(\frac{U_g}{K}\right)^2 + s_g^2} \right] = 1/2 \left[ s_g - (-1)^j \sqrt{\frac{1}{\xi_g^2} + s_g^2} \right] \\ &= \frac{1}{2\xi_g} \left[ w - (-1)^j \sqrt{1 + w^2} \right]\end{aligned}$$

wobei der dimensionslose Parameter  $w = s_g \xi_g$ , welche die Verkippung aus den Bragg-Lage beschreibt, ist. Diese Lösungen sind in der Abbildung 2.6.1 a) als Funktion von  $w$  und in der Abbildung 2.6.1 (b, c) die Amplituden bzw. Intensität  $C_0^{(j)}, C_g^{(j)}$  der zwei Blochwellen  $b_j, j = 1, 2$ , die die Null-Welle  $\phi_0$  und die abgebeugte Welle  $\phi_g$  dargestellt.

Die Differenz zwischen zwei asymmetrischen Ewald kugeln entspricht

$$\Delta k_{z,\min} = \gamma^{(1)} - \gamma^{(2)} = U_g / K = \frac{1}{\xi_g}.$$

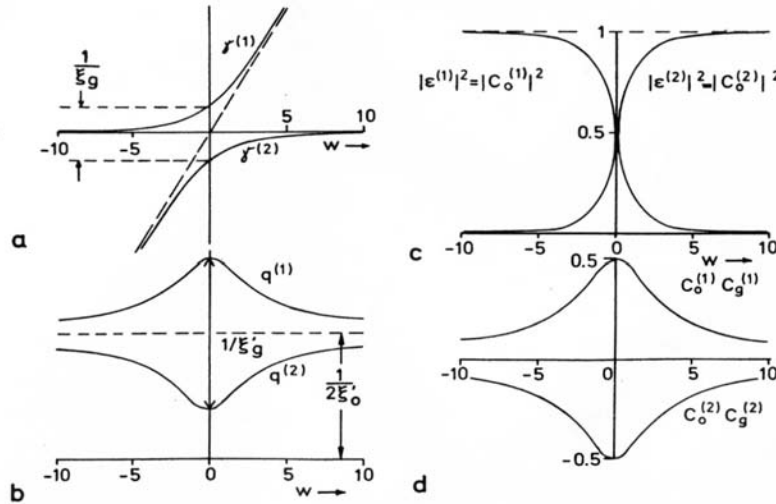


Abbildung 2.6.1: b) Absorption Parameter  $q^j$  in Abhängigkeit von  $w$  in Zweistrahlfall, c) Intensität der Blochwellen I bzw. II als Funktion des Abweichungsparameters  $\bar{s}_g$ , d) die Amplituden der Wellen I bzw. II in Zweistrahlfall

Mit Hilfe der Eigenwerte  $\gamma^{(j)}$  kann nun das lineare Gleichungssystem (d) für die  $\mathcal{E}^{(j)} C_g^{(j)} = C_0^{(j)} C_g^{(j)}$  der vier Blochwellen mit Wellenvektoren  $k_0^{(j)} + g$  gelöst werden, nun erhält man ;

$$\begin{aligned}C_0^{(j)} C_0^{(j)} &= \frac{1}{2} \left[ 1 + (-1)^j \frac{w}{\sqrt{1 + w^2}} \right] \\ C_0^{(j)} C_g^{(j)} &= -\frac{1}{2} \frac{(-1)^j}{\sqrt{1 + w^2}}\end{aligned}$$

Manchmal wird die Substitution  $w = \cot \gamma_0$  für den Zweistrahlfall verwendet und die Matrix Eigenvektoren C wird zu

$$C = \begin{pmatrix} C_0^{(1)} & C_0^{(2)} \\ C_g^{(1)} & C_g^{(2)} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sin(\gamma_0/2) & \cos(\gamma_0/2) \\ \cos(\gamma_0/2) & -\sin(\gamma_0/2) \end{pmatrix}$$

umgeschrieben. Damit wird die Intensitäten  $I_0 = \psi_0^* \psi_0$  des Primärstrahls, welche die transmittierte  $T$  genannt wurde, und  $I_g = \phi_g^* \phi_g$  (reflexierte  $R$ ) an der Unterseite der Probe ausgerechnet. Wir verwenden die Gleichung (c) und setzen die Dicke der Probe  $t$  für die  $z$ -Komponenten vom  $\vec{r}$ -Vektor ein und damit ergibt sich die Blochwellen;

$$\begin{aligned} B^{(1)}(\vec{r}) &= \{[\cos(\gamma_0/2) + \sin(\gamma_0/2)] \cdot \exp(2\pi i \vec{g} \cdot \vec{r})\} \cdot \exp(2\pi i \vec{K} \cdot \vec{r} + 2\pi \gamma^{(1)} \cdot z) \\ B^{(2)}(\vec{r}) &= \{\sin(\gamma_0/2) - [\cos(\gamma_0/2)] \cdot \exp(2\pi i \vec{g} \cdot \vec{r})\} \cdot \exp(2\pi i \vec{K} \cdot \vec{r} + 2\pi \gamma^{(2)} \cdot z) \end{aligned}$$

und damit erhält man die Amplitude des gebeugten Strahls ;

$$\begin{aligned} \phi_0(t) &= \sum_{j=1}^2 C_0^{(j)} C_0^{(j)} \exp(2i\pi k_z^{(j)} t) \\ \phi_g(t) &= \sum_{j=1}^2 C_0^{(j)} C_g^{(j)} \exp(2i\pi k_z^{(j)} t) \cdot e^{(2i\pi g x)} \end{aligned}$$

Für die allgemeine Lösung des Zweistrahlfalls ergibt sich nun mit den Amplituden  $C_0^{(j)}$  und  $C_g^{(j)}$  eine Lösung, die von der Kristalldicke  $t$  und der Parameter  $w$  abhängig ist;

$$\begin{aligned} \phi_0(t) &= \cos\left(\frac{t\pi\sqrt{1+w^2}}{\xi_g}\right) - i \frac{w}{\sqrt{1+w^2}} \sin\left(\frac{t\pi\sqrt{1+w^2}}{\xi_g}\right) \\ \phi_g(t) &= i \frac{1}{\sqrt{1+w^2}} \sin\left(\frac{t\pi\sqrt{1+w^2}}{\xi_g}\right) \cdot \exp(2i\pi g x) \end{aligned}$$

und die Intensitäten erhält man folgendermaßen;

$$\underbrace{\phi_g^* \phi_g}_R = \underbrace{1 - \phi_0^* \phi_0}_{I-T} = \frac{1}{1+w^2} \sin^2\left(\frac{t}{\xi_g} \pi \sqrt{1+w^2}\right) \quad (f)$$

Im Fall  $w=0$  vereinfacht sich die Gleichung  $R=I-T$  zu Form

$$\phi_g^* \phi_g = 1 - \phi_0^* \phi_0 = \sin^2\left(\frac{t}{\xi_g} \pi\right).$$

Das bedeutet, dass selbst für den Fall der Bragg-Reflexion die Intensitäten zwischen Primärstrahl und gebeugtem Strahl oszillieren werden, und man nennt die Oszillation als sogenannte Pendellösung in der dynamische Beugungstheorie. Die Intensitäten oszillieren mit der Probedicke  $t$ , wobei die Gesamtintensität  $\phi_0 + \phi_g$  erhalten bleibt. Durch die Verteilung der Intensität auf die beiden Wellen, die vom Schließungsfehler  $\vec{s}_g$  und der Probedicke  $t$  abhängt, entstehen z.B. die Biege- und Dickenkonturen, die bei der Abbildung von Kristallen im TEM beobachtet werden. Deshalb beobachtet man im TEM Bild bei einer Folie mit keilförmig zunehmender Dicke sowohl im Hellfeld ( $\phi_0$ ) wie im Dunkelfeld ( $\phi_g$ ) helle und dunkle Streifen parallel zur Keilkante, die sogenannten Dickenkonturen oder Dickeninterferenzen [4] (*Pendellösung fringes* "Heidenreich 1949").

Für bestimmte Dicken  $t = (n + \frac{1}{2})\xi_g$  ist die Intensität völlig auf den Bragg- Reflex konzentriert und für den Fall  $t = n\xi_g$  gibt es nur durchgehende (transmittierte). Diese Oszillation ergibt sich



von der Superposition zwei Wellen mit Wellenvektoren  $(k_0^{(1)} + \vec{g})$  und  $(k_0^{(2)} + \vec{g})$ , bei welchen die Größe der Unterschied ist;  $|k_z^{(1)} - k_z^{(2)}| = 1/\xi_g$ .

Die Abhängigkeit von transmittiertem Strahl  $T$  und abgebeugtem Strahl  $R$  von Verkipfungswinkel  $\Delta\vartheta$  der Probe oder Schließungsfehler  $\vec{s}_g$  bei konstanter Dicke  $t$  nennt man *Rocking-Kurven*. Bei Vernachlässigung der Absorption gilt überall  $R+T=1$  und sowohl  $T$  als auch  $R$  sind symmetrisch. Wenn die Absorption berücksichtigt wird, verliert  $T$  seine Symmetrie und  $R+T=1$  ist nicht mehr gültig [2].

Im symmetrischen Fall  $w=0$  erhalten wir

$$|\phi_0(t)|^2 = \cos^2\left(\frac{t}{\xi_g} \pi\right),$$

$$|\phi_g(t)|^2 = \sin^2\left(\frac{t}{\xi_g} \pi\right)$$

Der Beitrag der beiden Blochwellen zu den Reflexe bzw. die  $\vec{g}$ - und Null Reflexen ist auch sehr interessant (Abbildung 2.6.2). Für den Fall  $w < 0$  ist die erste Blochwelle der dominierende Anteil in  $\phi_0(t)$ , wogegen für  $w > 0$ , die zweite Blochwelle dominiert. Für den Fall  $w \neq 0$  nimmt die Amplituden bzw. Oszillation Intensitäten (Gleichung f) zu dem Werte  $\frac{1}{(1+w^2)}$  ab und die Tiefe der Oszillationen kann mit der effektiven *Extinktionslänge* beschrieben werden:

$$\xi_g^{eff} = \frac{\xi_g}{\sqrt{1+w^2}}$$

, wobei  $w = s \cdot \xi_g$  ist.

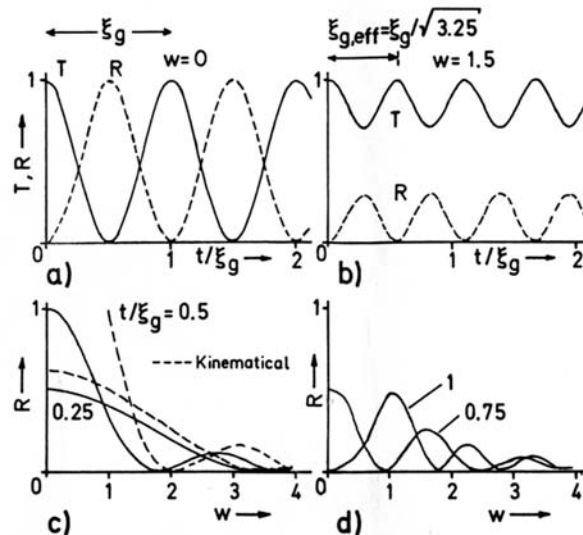


Abbildung 2.6.2; dynamischen Zweistrahlfall ohne Berücksichtigung der Absorption, a), b) Abhängigkeit der Dicke  $t$  von transmittiertem Strahl  $T$  und abgebeugtem Strahl  $R$  Intensitäten

## 2.6.2 Beugungstheorie bei imperfekt Kristallen (gestörten Kristallen)

Eine Verschiebung der Atome aus ihren Positionen bei  $\vec{r}$  um die kleine Größe  $\vec{R}(r)$  verbiegt die Netzebenen und verändert lokal die Anregung der Braggreflexe  $\vec{s}_g$ . Meist orientiert man den Kristall so, dass ungestörte Gebiete relativ weit von der Braggorientierung ( $\vec{s}_g = 0$ ) entfernt sind Defekte bzw. Verzerrungen eine gewisse Umgebung um die Defekte in die Braggorientierung bzw. Bragg-Lage drehen. Dann wird der Defekte im Hellfeld ( $\psi_0$  bzw.  $I_0$ ) von einem dunklen Kontrast begleitet sein. Der Kontrast in Hellfeld- und Dunkelfeldbildern ist ideal geeignet um Verzerrungen im Kristall zu beobachten, weil damit die Intensität des gebeugten Strahles durch lokale Veränderungen der Braggbedingung, beispielsweise durch Veränderung der Gitterabstände aufgrund der Spannungen im Kristallgitter, modifiziert wird. Diese Theorie wird im folgenden Kapitel erklärt.

### 2.6.2.1 Potential eines imperfekten Kristalls

In der Praxis werden atomare Verschiebungen der Gitterpositionen durch Defekte eingeführt. Allgemein kann die Verschiebung eines Atoms durch den Verschiebungsvektor  $R(\vec{r})$ , welche von der Atomposition abhängt, beschrieben werden. In diesem Fall sind in der Umgebung der Defekte Atomen, die aus ihrer Ideallage  $\vec{r}$  um einen Vektor  $R(\vec{r})$  verschoben sind.  $R(\vec{r})$  hängt von der Lage relativ zum Kern des Defektes und damit vom Ort im Gitter  $\vec{r}$  ab. Durch die Verlagerung eines Teils der Atome wird nun auch das Kristallpotential verändert, denn das Potential in einem Punkte  $\vec{r}$  hängt vom Ort aller Atome in der Nähe ab. Die Potentialverteilung im Kristall wird unter der Annahme von unabhängigen "staren-Ionen" zu geschrieben;

$$U(\vec{r}) = \sum_n \sum_\alpha U_\alpha [\vec{r} - \vec{R}_n - \vec{r}_\alpha - \vec{R}(\vec{r})]$$

Damit kann man eine Summation im reziproken Gitter durchführen und man kann das reziproken Gitter so beschreiben und dadurch lautet die Fourierentwicklung des Potentials;

$$\begin{aligned} U(\vec{r}) &= \sum_n \sum_\alpha \int d\vec{u} U_\alpha(\vec{u}) \exp\{2i\pi\vec{u} \cdot [\vec{r} - \vec{R}_n - \vec{r}_\alpha - \vec{R}(\vec{r})]\} \\ &= \sum_g \left[ \sum_\alpha U_\alpha(\vec{g}) \exp\{-2i\pi\vec{g} \cdot [\vec{r}_\alpha - \vec{R}(\vec{r})]\} \right] \cdot \exp(2i\pi\vec{g} \cdot \vec{r}) \end{aligned} \quad (a)$$

Der Fourierkoeffizient des modifizierten Potentials ist;

$$U_g(\vec{r}) = U_g \exp[-2i\pi\vec{g} \cdot \vec{R}(\vec{r})] \quad (b)$$

Das bedeutet, dass die Störung im Kristallgitter durch Defekte mit einem ortsabhängigen Phasenfaktor in der Fourierkoeffizienten des Kristallpotentials beschrieben wird.

### 2.6.2.2 Modifizierung der Blochwellen theorie

Für einen imperfekten Kristall kann man nicht erwarten, dass die Wellenfunktion das Bloch Theorem befolgt und somit nicht in eine Fourier-Reihe erweitert werden. Eine Alternative zum Ansatz für die Lösung der Schrödingergleichung lautet daher

$$\phi(\vec{r}) = \sum_g \phi_g(\vec{r}) \exp[2i\pi(\vec{K} + \vec{g} + \vec{S}_g) \cdot \vec{r}]$$

wobei  $|\vec{K} + \vec{g} + \vec{S}_g| = K$  und  $\vec{S}_g = S_g \cdot \hat{z}$  der Anregungsfehler ist. Dies setzt man zusammen mit dem modifiziertem Potential (a) und den Fourierkoeffizienten (b) in die fundamentale Wellengleichung bzw. Schrödingergleichung ein und man erhält dann

$$\sum_g \left\{ \frac{1}{4\pi^2} \nabla^2 \phi_g + \frac{i}{\pi} (\vec{K} + \vec{g} + \vec{S}_g) \cdot \nabla \phi_g + \sum_h \phi_h U_{g-h} \exp[2i\pi(\vec{h} - \vec{g}) \cdot \vec{R} + 2i\pi(\vec{S}_h - \vec{S}_g) \cdot \vec{r}] \right\} \cdot e^{2i\pi(\vec{K} + \vec{g} + \vec{S}_g) \cdot \vec{r}} = 0$$

Alle Terme in den Klammern ändert sich sehr langsam mit  $\vec{r}$  und  $\vec{R}(r)$  ändert sich nicht so stark in dem Bereich der Gitterabstände. Weshalb der  $\nabla^2 \phi_g$  Term kann in dem Vergleich zum Term  $(\vec{K} + \vec{g} + \vec{S}_g) \cdot \nabla \phi_g$  vernachlässigt werden. Dann erhält man

$$(\vec{K} + \vec{g} + \vec{S}_g) \cdot \nabla \phi_g \approx i\pi \sum_h \phi_h U_{g-h} \exp[2i\pi(\vec{h} - \vec{g}) \cdot \vec{R} + 2i\pi(\vec{S}_h - \vec{S}_g) \cdot \vec{r}] \quad (c)$$

Dies ist die grundlegende Gleichung der modifizierten Blochwellentheorie. Die linke Seite dieser Gleichung zeigt, dass es nötig ist,  $\phi_g$  in die Richtung von  $(\vec{K} + \vec{g} + \vec{S}_g)$  abzuleiten. Um diese Gleichung zu vereinfachen und für die Berechnung von Bildern zu benutzen, ist es sinnvoll die Säulennäherung einzuführen.

### 2.6.2.3 Howie-Whelan Gleichungen

Der Kontrast in Bildern entsteht durch die lokale Veränderungen der Gitterorientierung bzw. Kristallorientierung durch den Verschiebungsvektor  $\vec{R}(r)$ . Dies führt zu Veränderungen der Intensität der lokalen gestreuten Bragg Reflexe. Auf diese Weise kann ein Bild berechnet werden, indem die Intensitäten der Reflexe für jede Säule unabhängig berechnet wird. In diesem Fall wird  $\phi_g$  als nur von z-Richtung abhängig angenommen. Da der Elektronstrahl entlang der z-Richtung einfällt, gilt;

$$(\vec{K} + \vec{g} + \vec{S}_g) \cdot \nabla \phi_g \approx K \frac{d\phi_g}{dz}$$

$$\text{damit wird die Gleichung (c) zu } \frac{d\phi_g}{dz} = \sum_h \frac{i\pi}{\xi_{g-h}} \phi_h \exp[2i\pi(\vec{h} - \vec{g}) \cdot \vec{R} + 2i\pi(\vec{S}_h - \vec{S}_g) \cdot \vec{r}]$$

umgeschrieben. Diese Gleichung ist eine Vielstrahlgleichung zur Kontrastbestimmung der Defekte und kann für den Fall  $\vec{R} = 0$  exakt gelöst werden. Im Zweistrahlfall wird aus den obigen Gleichungen die *Howie-Whelan Gleichungen* herausgenommen [13];

$$\frac{d\phi_0}{dz} = \frac{i\pi}{\xi_0} \phi_0 + \frac{i\pi}{\xi_g} \phi_g \exp[2i\pi(\vec{g} \cdot \vec{R}) + 2i\pi(\vec{S}_g \cdot \vec{r})] \quad (d)$$

$$\frac{d\phi_g}{dz} = \frac{i\pi}{\xi_0} \phi_0 + \frac{i\pi}{\xi_g} \phi_g \exp[-2i\pi(\vec{g} \cdot \vec{R}) - 2i\pi(\vec{S}_g \cdot \vec{r})]$$

Man kann dieses Gleichungssystem für die Integration durch die Transformation

$$\phi_0(z) = \phi_0 \exp\left(-\frac{i\pi z}{\xi_0}\right)$$

$$\phi_g(z) = \phi_g \exp\left[-\frac{i\pi z}{\xi_0} + 2i\pi(\vec{s}_g \cdot z + \vec{g} \cdot \vec{R})\right]$$

vereinfachen. Dazu bildet man  $\frac{d\phi_i}{dz}$  und setzt dies in den Ausdruck (d), man erhält die Gleichungen in der Form [13]:

$$\frac{d\phi_0}{dz} = \frac{i\pi}{\xi_0} \phi_0$$

$$\frac{d\phi_g}{dz} = \frac{i\pi}{\xi_g} \phi_0 + [2i\pi(\vec{S}_g + \vec{g} \cdot \frac{d\vec{R}_g}{dz})] \cdot \phi_g$$

Von dem Differentialquotienten  $\frac{d}{dz}(\vec{g} \cdot \vec{R}_g)$  ist nur der Anteil  $\vec{g} \cdot \frac{d\vec{R}_g}{dz}$  wichtig, wobei  $\vec{R}_g$  die Komponente von  $\vec{R}$  in Richtung von  $\vec{g}$  ist. Er beinhaltet neben der Änderung von  $\vec{R}$  mit  $z$  die Änderung des Winkels zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}$ . Aus dieser Erkenntnis kann man die Wirkung des Verzerrungsfelds eines Gitterdefektes auffassen als eine lokale Änderung des Abweichungsparameters  $\vec{s}_g$  (weil der Abweichungsvektor  $\vec{s}_g$  praktisch senkrecht auf  $\vec{g}$  Vektoren steht) und zwar ist diese Änderung proportional zu der Änderung der zur  $\vec{g}$ -Vektor parallelen Komponente des Verschiebungsvektors  $\vec{R}$  mit der Tiefe in der Kristallfolie.

### 2.6.3 Berücksichtigung der anomalen Absorption in der dynamischen Beugungstheorie

Die Wellen in der dynamischen Zweistrahltheorie möglichen vier ebenen Wellen kann man auf zwei transmittierten und gebeugten Wellen zusammenfassen (Abbildung 2.6.3). Entweder addiert man die zu einer Welle, die dann innerhalb des Kristalls eine periodische veränderlichen Amplitude in einfallender Richtung hat, oder man addiert die beiden Komponenten gleicher Wellenlänge zu zwei Blochwellen  $b^{(1)}(r)$  und  $b^{(2)}(r)$ . Dieser Aspekt der gleichen Situation erklärt die sogenannte anormale Absorption oder den Borrmann Effekt[4]. Die analytische Lösung für einen Kristall mit der Dicke  $t$  und keiner Absorption erhält man durch:

$$|\phi_g(t)|^2 = 1 - |\phi_0(t)|^2 = \frac{1}{1+w^2} \sin^2\left(\frac{t\pi\sqrt{1+w^2}}{\xi_g}\right) \quad \text{mit} \quad s_{eff} = \sqrt{s^2 + 1/\xi_g^2}$$

$$|\phi_g(t)|^2 = \left(\frac{\pi}{\xi_g}\right)^2 \cdot \frac{\sin^2(\pi \cdot t \cdot s_{eff})}{(\pi \cdot s_{eff})^2}$$

Mathematisch lässt sich die Absorption mit Hilfe eines komplexen Kristallpotentials beschreiben;

$$U_g \Rightarrow U_g + iU_g'$$

Durch das komplexe Potential wird die Extinktionslänge komplex. Die Gleichungen (b) werden auf diese Weise modifiziert und die reellen Werten  $1/\xi_0$  und  $1/\xi_g$  sind durch

die komplexen Ausdrücke  $\frac{1}{\xi_o} = \frac{1}{\xi_o} + \frac{i}{\xi_o'}$

bzw. 
$$\frac{1}{\xi_g} \Rightarrow \frac{1}{\xi_g} + \frac{i}{\xi_g'} \quad (a)$$

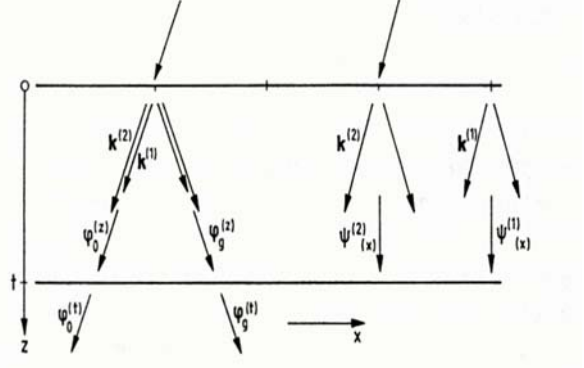


Abbildung 2.6.3; zwei verschiedene Arten der Wellen im Kristallfolie, a) Links; zu je einer Welle in transmittierte- bzw. abgebeugte-Richtung. Rechts; zu je einer Welle mit Wellenzahl  $k^{(1)}$  und  $k^{(2)}$  parallel zu den beugenden Netzebenen.

zu ersetzen. Die Gleichungen für die Wellenamplitude für den gestörten Kristall wurde beschrieben als:

$$\begin{aligned} \frac{d\phi_0}{dz} &= \frac{i\pi}{\xi_0} \phi_0 + \frac{i\pi}{\xi_g} \phi_g \exp(2i\pi\bar{s}_g \cdot z + 2i\pi\bar{g} \cdot \bar{R}) \\ \frac{d\phi_g}{dz} &= \frac{i\pi}{\xi_0} \phi_g + \frac{i\pi}{\xi_g} \phi_0 \exp(-2i\pi\bar{s}_g \cdot z + 2i\pi\bar{g} \cdot \bar{R}) \end{aligned} \quad (b)$$

Wir modifizieren diese Gleichungen, und nach Ersetzung der Ausdrücke (a) in dieser Gleichungen erhält man;

$$\begin{aligned} \frac{d\phi_0}{dz} &= i\pi \left( \frac{1}{\xi_0} + \frac{i}{\xi_0'} \right) \cdot \phi_0 + i\pi \left( \frac{1}{\xi_g} + \frac{i}{\xi_g'} \right) \cdot \phi_g \exp(2i\pi\bar{s}_g \cdot z + 2i\pi\bar{g} \cdot \bar{R}) \\ \frac{d\phi_g}{dz} &= i\pi \left( \frac{1}{\xi_0} + \frac{i}{\xi_0'} \right) \cdot \phi_g + i\pi \left( \frac{1}{\xi_g} + \frac{i}{\xi_g'} \right) \cdot \phi_0 \exp(-2i\pi\bar{s}_g \cdot z + 2i\pi\bar{g} \cdot \bar{R}) \end{aligned}$$

Durch die Lösung für den Zweistrahlfall für den perfekten Kristall ergibt sich;

$$\begin{aligned} \phi_0(z) &= \left\{ \cos^2\left(\frac{\gamma}{2}\right) \exp(-iXz) + \sin^2\left(\frac{\gamma}{2}\right) \exp(iXz) \right\} \exp(-\pi z/\xi_0') \\ \phi_g(z) &= -\cos^2\left(\frac{\gamma}{2}\right) \sin^2\left(\frac{\gamma}{2}\right) \left\{ \exp(-iXz) - \exp(iXz) \right\} \exp(-\pi z/\xi_0') \end{aligned}$$

mit 
$$X = \frac{\pi\sqrt{1+w^2}}{\xi_g} + \frac{i\pi}{\xi_g' \sqrt{1+w^2}}$$

Die letzten exponentiellen Faktoren sind ein gemeinsamer Abschwächungsparameter beider Amplituden. Die berechneten Intensitäten zeigen, dass die Hellfeld- *Rocking-kurven*  $|\phi_0|^2$  asymmetrisch werden durch die Absorption (Abbildung 2.6.3).

Die Ursache dafür ist der Unterschied der beiden Abschwächungsparameter (der Imaginäre Teil der beiden Wellenvektoren) für die zwei Typen der Blochwellen I und II, die zu verschiedenen Zweigen der Dispersionsfläche gehören;

$$\gamma^{(i)} \rightarrow \gamma^{(1)} + iq^{(i)} \quad i = 1,2$$

$$q^{(1)} = \frac{1}{2\xi_0'} - \frac{1}{2\xi_g' \xi_g \sqrt{s^2 + 1/\xi_g^2}} = \frac{1}{2\xi_0'} - \frac{1}{2\xi_g' \sqrt{1+w^2}}$$

$$q^{(2)} = \frac{1}{2\xi_0'} + \frac{1}{2\xi_g' \xi_g \sqrt{s^2 + 1/\xi_g^2}} = \frac{1}{2\xi_0'} + \frac{1}{2\xi_g' \sqrt{1+w^2}}$$

Da die Blochwelle mit dem größeren k-Vektor stärker absorbiert wird, ist die zweite Blochwelle die wenig absorbierte Welle. Mit zunehmender Probendicke werden die Oszillationen stärker gedämpft. Wenn eine Blochwelle stärker gedämpft wird, trägt sie auch nicht mehr zur Interferenz bei [9].

Wie in der Abbildung 2.6.4 schematisch dargestellt ist, hat die Welle II die Maxima ihrer Aufenthaltswahrscheinlichkeit zwischen je zwei Atomreihen (d.h. zwei Netzebenen), während die Elektronen der Welle I sich mit großer Wahrscheinlichkeit in den Netzebenen

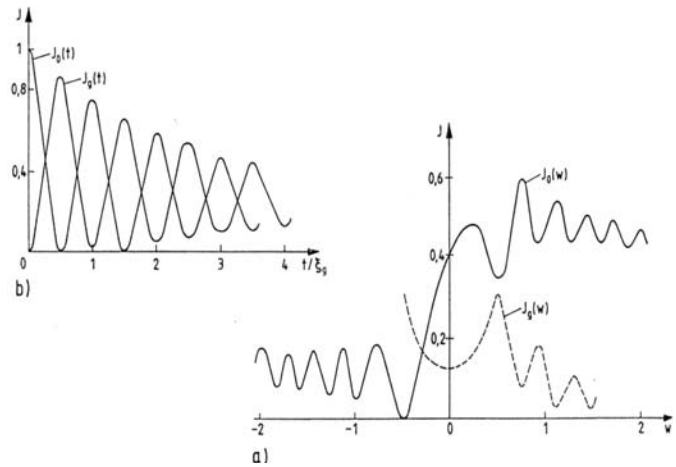


Abbildung 2.6.3; Zweistrahlfall mit Absorption a) Biegekonturen für Dicke  $t = 4\xi_g$ , asymmetrische Intensität der Hellfeld- Rockingkurve durch Absorption b) Dickenkonturen für  $w=0$ , beiden Intensitäten für Hell- und Dunkelfeld sind gedämpft.

aufhalten.

Die Blochwellen vom Typ I werden in der Nähe der Atomrümpfe eine stärkere inelastische Streuung und damit auch Dämpfung erfahren als die zwischen den Rümpfen befindlichen Welle vom Typ II.

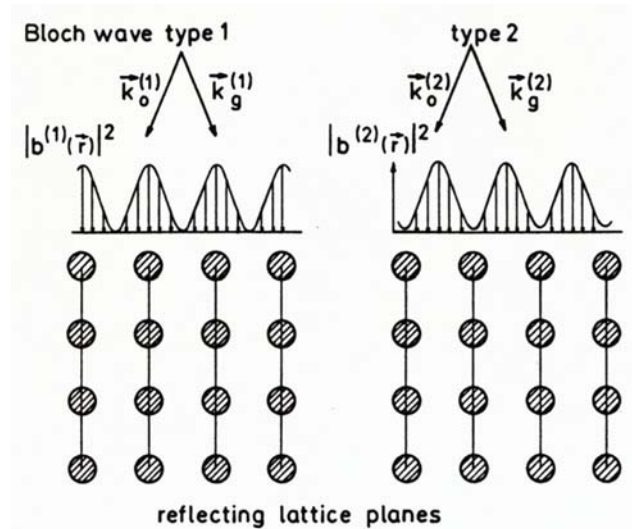
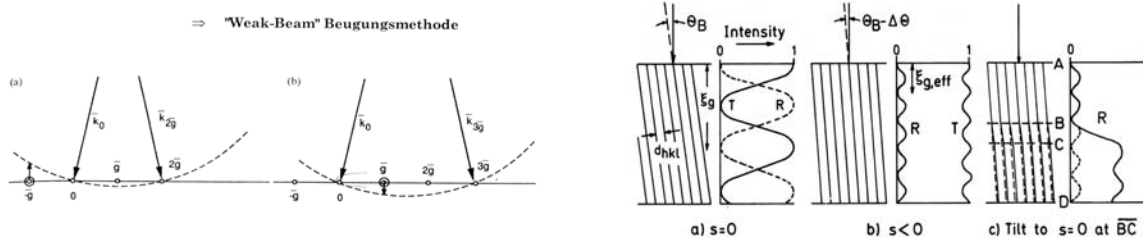


Abbildung 2.6.4; Quadrat der Amplituden  $\psi_g^* \psi_g$  der Blochwellen vom Typ I bzw. II im Zweistrahlfall

## 2.6.4 weak-beam Technik

Eine Abbildung mit großem  $\bar{s}$  hat den Vorteil von sehr lokalisierten hohen Kontrasten, jedoch den Nachteil geringer Intensität. Diese Art von Abbildung heißt darum “weak-beam“ Methode. Man benutzt wie beim gewöhnlichen Beugungskontrast, das *strong-beam* Verfahren genannt wird, einen niedrig indizierten  $\bar{g}$ -Reflex nahe beim Nullstrahl, aber man stellt den weak-beam Fall ein, indem man ein  $\bar{g}$ -Reflex höherer Ordnung angeregt (z.B.  $3\bar{g}=3(2,2,0)=(660)$ -Reflexe). Dann wird durch Kippung des Strahls der  $\bar{g}$ -Reflex auf die optische Achse gebracht. Die zugehörige Beugungskontrast- Abbildung ist somit eine Dunkelfeldabbildung mit wohl definiertem  $\bar{g}$  und großem  $\bar{s}$ . Eine weak-beam-Abbildung wird darum häufig durch die Angabe  $\bar{g}-3\bar{g}$  charakterisiert. Um nun den benötigten großen Wert von  $\bar{s}$  einzustellen, orientiert man den Kristall so, dass die Ewaldkugel die Reihe der symmetrischen Reflexe ( $n\bar{g}$ ) bei einem relativ großen Wert von  $n$  schneidet<sup>2</sup>. Dieser Reflexe ( $n\bar{g}$ ) werden also stark angeregt und bestimmen damit die Intensität des Nullstrahls in den Stellen, wo die Probe viel Intensität in diesem Reflex streut. Dann ist der Nullstrahl schwach. Es ist sehr wichtig, dass bei jedem Dunkelfeld der zur Abbildung benutzte Strahl ( $\bar{g}$ -Reflex) wegen der Abbildungsfehler achsenparallel durch die Objektivlinse gehen muss.



a) b)   
 Abbildung 2.7.1.a; schematische Darstellung der Strahlengang in “weak-beam“ Abbildung, b); schematische Erklärung des weak-beam Kontrasts[2]

Die graphische Darstellung erklärt die Schärfe der weak-beam Kontraste. Im exakten Bragg-Fall (Abbildung 2.7.1 a), dem Zweistrahl-Fall, oszilliert die Intensität in der Folie zwischen Primärstrahl  $I_T$  und gebeugtem Strahl  $I_R$  hin- und her. Die Wellenlänge dieser Oszillation ist die *Extinktionslänge*  $\xi_g$ . Weicht man von der Bragg-Lage  $\bar{s} < 0$  ab (Abbildung 2.7.1 b), so bewirkt die kleinere *Extinktionslänge*  $\xi_g$ , dass die Tiefenoszillation mit  $\xi_g$  schneller und ihre Amplituden kleiner werden  $\xi_g^{eff} \cong 1/s \ll \xi_g$ . Wegen  $I_T + I_R = I_0$  erfolgt darum die Oszillation der transmittierten Intensität um einen großen Mittelwert. Wenn wie in der Abbildung 2.7.1 (c) dargestellt, eine Gitterverzerrung im Strahlweg auftritt, so wechselt die Oszillationsform plötzlich zu der mit der hoher Amplitude. Die Folge ist, dass die Oszillation im darunterliegenden ungestörten Bereich um eine andere mittlere Intensität erfolgt. Wie hoch diese mittlere Intensität ist, hängt von der Lage der Defekte relativ zur Folienoberfläche ab und kann alle Werte zwischen Null und nahe  $I_0$  annehmen. Die weak-beam Technik ist vielseitig einsetzbar, aber die größten Nutzen hat sie bei der Analyse der Aufspaltung von vollständigen Versetzungen in Teilversetzung.

<sup>2</sup>  $n$  braucht nicht ganzzahlig zu sein

## 2.6 Der Burgersvektor

Zur Charakterisierung von Versetzungen dient der Burgersvektor, den man mit Hilfe eines Burgerskreislaufs gewinnt. Der Burgersvektor ist eine wichtige Erhaltungsgröße für die Versetzungen. Die Kenntnis des Burgersvektors einer Versetzung ist für das Interpretieren einer Aufnahme von entscheidender Bedeutung. Der Burgersvektor beschreibt die Richtung und Art der lokalen Kristalldeformation. Definiert wird er durch den sogenannten Burgerskreislauf.

Der Burgerskreislauf wird in einem gestörten Kristall gebildet und beschreibt einen geschlossenen Weg, der im einem gestörten Kristall um den stark gestörten Kern des Defektes herumführt. Diese Umlaufrichtung wird durch die *Rechte-Hand-Regel (RH-FS Konvention)* festgelegt. In der Abbildung 2.7.1.a ist ein Burgerskreislauf zu sehen, wobei die Versetzungslinie  $\vec{l}$  in die Papierebene hineinzeigt. Dieser Umlauf wird in ein Ideal Kristallgitter übertragen und der Burgerskreislauf wird wieder abgebildet. Im ungestörten Gitter sind Anfangs (Start)- und Endpunkt (Finish) des Umlaufs nicht identisch. Der Vektor vom Ende zum Anfangspunkt des Umlaufs nennt man Burgersvektor.

In der Abbildung 2.7.1.a ist der Burgerskreislauf entsprechend einer *RH-Konvention* dargestellt. Er startet am Atom M im gestörten Kristall (a) und wird über die Atome, die mit den Buchstaben N, O, P, Q gekennzeichnet sind, geschlossen. Der Burgerskreislauf ist auf den Ideal-Kristall abgebildet (Abbildung 2.7.1.b) und durch 5 Punkte definiert. Das Ende dieses Umlaufs trifft nicht mit dem Anfangspunkt zusammen, der Verbindungsvektor vom Endpunkt zum Anfangspunkt heißt Burgersvektor  $\vec{b}$ .

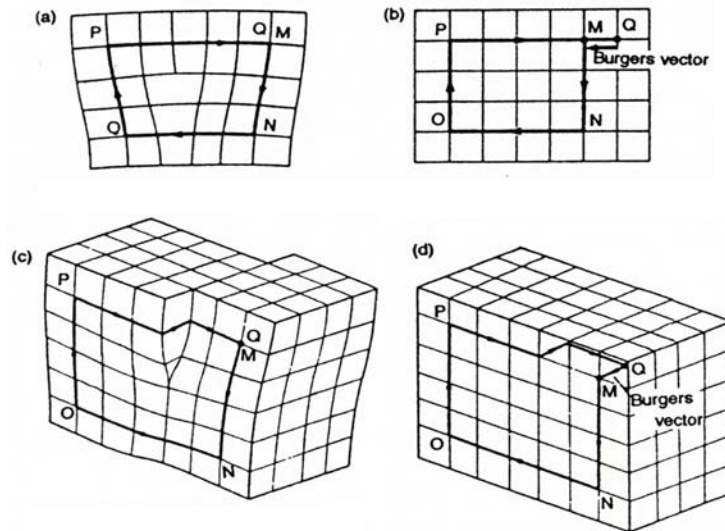


Abbildung 2.7.1: (a) schematische Darstellung eines Burgerumlaufes im gestörten Kristall (b) Darstellung eines Burgerumlaufes bzw. Burgersvektors in einem ungestörten Kristallgitter

Die Abbildungen 2.7.1.c, d zeigen die schematische Darstellung eines Burgerskreislaufes um eine Schraubenversetzung im gestörten- und Ideal- Kristall. In der Praxis werden die Burgersvektoren  $\vec{b}$  mit Hilfe des Auslöschungskriteriums bestimmt. Zur Bestimmung des Burgersvektors von Versetzungen muss das Produkt von Gittervektor und Burgersvektor in verschiedene  $\vec{g}$ -Reflexe gebildet werden.



## 2.7 Defekte im Silizium Kristall

### 2.7.1 Allgemeine Eigenschaften von Versetzungen;

Versetzungen sind eindimensionale Störungen der perfekten Kristallstruktur. Ihr Einbau erfolgt in einkristallinen Materialien während des Kristallwachstums aufgrund lokaler Verspannungen. Aufgrund der an Versetzungen gestörten idealen Kristallstruktur existieren in direkter Umgebung verspannte Kristallbereiche, die das Spannungsfeld der Versetzung bilden. Versetzungen werden durch zwei Größen charakterisiert: die Versetzungslinie  $\vec{u}$  und den Burgervektor  $\vec{b}$ . Für die Versetzungen gelten folgende Grundregeln:

Eine Versetzungslinie beginnt oder endet niemals im Innern eines Kristalls, sondern ist entweder in sich geschlossen (Versetzungsschleife oder sogenannte dislocation Loops) oder beginnt bzw. endet an einer inneren oder äußeren Oberfläche.

Nur Versetzungen mit dem kürzesten und zweitkürzesten Burgervektor, der in einer Struktur auftreten kann, sind stabil (*Franksches Energiekriterium*).

Die Gleitebene einer Versetzung wird durch den Burgervektor und die Versetzungslinienrichtung aufgespannt. Die Gleitebenen sind Ebenen hoher Packungsdichte, in denen die Versetzungen bevorzugt in bestimmten Richtungen des Kristallgitters verlaufen und sich ausbreiten.

*Vollversetzungen:* Die Burgervektoren von Vollversetzungen sind Gittervektoren, d.h. eine Translation um diesen Vektor führt das Gitter wieder in sich über. Für *k.f.z.* Kristall sind sie vom Typ  $\vec{b} = a/2\langle 110 \rangle$ .

*Teilversetzung (Partialversetzung):* Die Burgervektoren von Teilversetzungen sind keine Gittervektoren. Die zwei wichtigsten Typen von Partialversetzungen sind *Shockley-Partialversetzungen* mit Burgervektoren vom Typ  $\vec{b} = a/6\langle 112 \rangle$  und Frank-Teilversetzungen mit Burgervektoren vom Typ  $\vec{b} = a/3\langle 111 \rangle$ . Daraus folgt, dass eine Teilversetzung nicht allein in einem Kristall existieren kann, sondern immer einen Stapelfehler beranden muss und umgekehrt muss jeder Stapelfehler von einer Teilversetzung begrenzt sein. In *k.f.z.* kristallen können die Vollversetzungen auf den  $\{111\}$ -Gleitebenen in je zwei Teilversetzung aufgespalten werden und diese schließen einen Stapelfehler ein. Kondensieren Leerstellen oder Zwischengitteratome auf einer  $\{111\}$ -Ebene, so entsteht ein Stapelfehler, wenn diese agglomerieren. Solche Stapelfehler sind von *Frank-Partialversetzungen* berandet und ihre Burgervektoren sind vom Typ  $\vec{b} = \pm a/3\langle 111 \rangle$  und stehen senkrecht auf der Stapelfehlerebene.

### 2.7.2 Ausscheidungen

Präzipitate sind volumenhafte Defekte im Kristallgitter. Da mit dem Sinken der Temperatur die Löslichkeit von Sauerstoff geringer wird, ist CZ- Si mit  $O_i > 5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  bei Temperaturen  $T < 1200^\circ\text{C}$  mit Sauerstoff übersättigt. Die Übersättigung führt zu einer Phasentrennung in Si und SiO<sub>2</sub>. Aufgrund des niedrigen Diffusionskoeffizienten kann der Sauerstoff nur aus dem oberflächennahen Bereich des Kristalls ausdiffundieren und an der Oberfläche SiO<sub>2</sub> bilden. Im Kristallvolumen kommt es zur Phasentrennung durch Bildung von Sauerstoffausscheidungen. Unter Sauerstoffausscheidung versteht man dreidimensionale Agglomerate aus Silizium und Sauerstoff der Zusammenhang SiO<sub>2-x</sub>. Die Sauerstoffausscheidungen können dabei verschiedene

geometrische Formen besitzen (z.B. Kugel, Ellipsoid, Scheibe, Platte, Stab). Die durch die Ausscheidungen entstehenden mechanischen Spannungen im Kristall werden abgebaut, indem Zwischengitteratome emittiert oder Leerstellen besetzt werden.

### 2.7.2.1 Keimbildung

Die Keimbildung ist die erste Stufe einer Sauerstoffausscheidung in Silizium. Unter einem Keim versteht man eine kleine metastabile Sauerstoffausscheidung, die wachsen oder auch zerfallen kann. Unter homogener Keimbildung versteht man die Bildung von Keimen aufgrund von statistischen Fluktuationen der Sauerstoffverteilung. Die Keime bestehen ausschließlich aus Si und Sauerstoff und entstehen dabei an Orten im Kristall, wo sich die Sauerstoffatome aufhalten. Bilden sich Keime an bereits bestehenden Defekten, so spricht man von heterogener Keimbildung. Diese bereits bestehenden Defekte können z.B. Kohlenstoffatome, Sauerstoffausscheidungen bzw. Agglomerate von Gitterleerstellen sein.

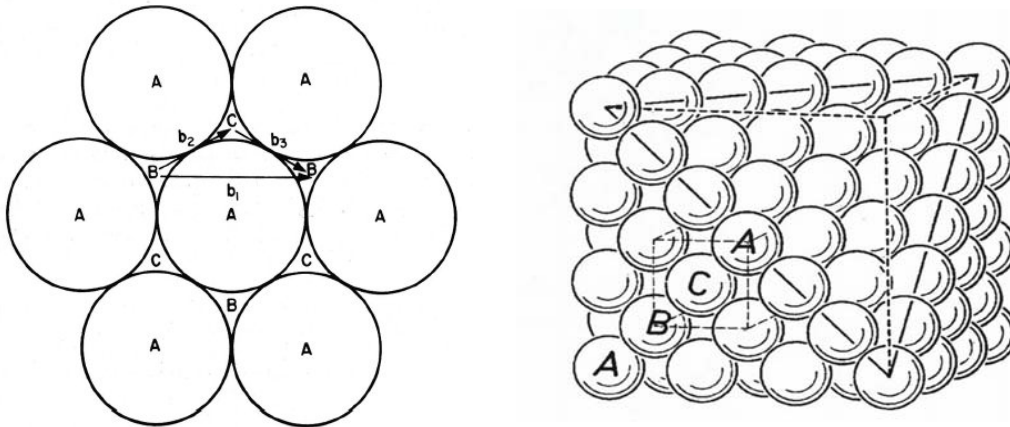
### 2.7.2.2 Wachstum

Bei hohen Temperaturen können sich kaum neue Sauerstoffausscheidungen bilden, da die kritische Größe der Sauerstoffausscheidungen allein durch Fluktuation der Sauerstoffverteilung kaum erreicht werden kann; weiterhin lösen sich Keime, die die kritische Größe bei der Wachstumstemperatur nicht besitzen, auf. Das Wachstum der verbleibenden Ausscheidungen ist schneller als bei niedrigeren Temperaturen, da der Diffusionskoeffizient von Sauerstoff wesentlich größer ist und auch die Geschwindigkeit der Reaktion zwischen Sauerstoffatom und Sauerstoffausscheidungen höhere Werte annimmt. Die maximal erreichbare Größe und Konzentration der Sauerstoffausscheidungen sind abhängig von der interstitiellen Sauerstoffkonzentration sowie von der Temperaturführung während der Bildung und des Wachstums.

### 2.7.3 Stapelfehler

Geometrie eines Stapelfehlers im *k.f.z.* Gitter; Stapelfehler sind ebene Kristalldefekte. In dichtest gepackten Atomordnungen (kubisch flächenzentriert) können die Atome der nächsten dichtest gepackten Lage entweder über den Lücken B oder C liegen (Abbildung 2.7.1). Abbildung 2.7.1 b) zeigt einen *k.f.z.* Gitter mit  $\{111\}$ -Ebenen, welche als dichtest gepackten Ebenen sich damit in der Stapelfolge (ABCABCABC...) aufbauen lässt. Ein Stapelfehler liegt vor, wenn eine Hälfte des Kristallgitters gegenüber der anderen um einem Vektor  $\vec{R}$ , wie in folgende Abbildung gezeigt wurde, verschoben wird. Der Vektor  $\vec{R}$  führt beispielsweise eine A- in eine B-Lage über, und die Ebenenfolge lautet dann ABCABC|BCABC..., wobei die gestrichelte Linie die Verschiebungsebene ist.

Der typische bei Stapelfehlern auftretender Kontrast in Silizium besteht aus Streifen, die parallel zur Schnittlinie des Defekts mit der Probenoberfläche verlaufen. Diese Streifen entstehen aus der Interferenz zwischen den im oberen Teil des Kristalls bzw. Defekts und den unterhalb des Defekts gebeugten Strahlen, wobei die gebeugten Wellen an der Ebene des Defekts eine Phasenverschiebung erfahren.



a) Abbildung 2.7.1; Orientierung der Atome in übereinander liegenden A-, B- und C-Lagen und Richtung der Verschiebungsvektor  $\vec{R}$  [24], b) schematische Darstellung der dichtest gepackten Atomordnungen Lage im *k.f.z* Gitter

Bei einem Stapelfehler mit Verschiebungsvektor  $\vec{R}$  ist die Phasenverschiebung in jeder Säule oberhalb der Stapelfehlerebene Null, und hat unterhalb dieser Ebenen einen Konstanten Wert ungleich Null. Wenn es sich in der *k.f.z* Struktur um einen reinen Stapelfehler handelt, dann ist der Schließungsparameter  $\vec{s}$  oberhalb und unterhalb des Defekts gleich, weil durch den Defekt keine Gitterebenen verkippt werden., d.h. bei einer Orientierungsänderung verändert sich  $s$  an der Defektebene, da die Ebenen dann leicht gegeneinander gekippt sind. In beiden Fällen kann das Gitter an der Defektebenen verschoben sein, sodass  $\vec{R}$  Werte zwischen Null und einem endlichen Wert annehmen kann.

*intrinsischer Stapelfehler*: wenn eine  $\{111\}$ -Ebene aus der Stapelfolge ABCABCABC im Gitter herausgenommen wird. d.h. durch Entfernen einer dichtestgepackten Ebene z.B. eine B-Ebene aus der Stapelfolge (ABCABCABC.  $\longrightarrow$  ABCACABC..) ergibt sich der intrinsischer Stapelfehler.(Abbildung 2.7.2)

*extrinsischer Stapelfehler*: wenn eine zusätzliche  $\{111\}$ - Ebene bzw. Extralage (B-Ebene) in die Stapelfolge ABCABCABC... des Gitters eingefügt wird.

(ABCABCABC...  $\longrightarrow$  ABCABCBABC..)

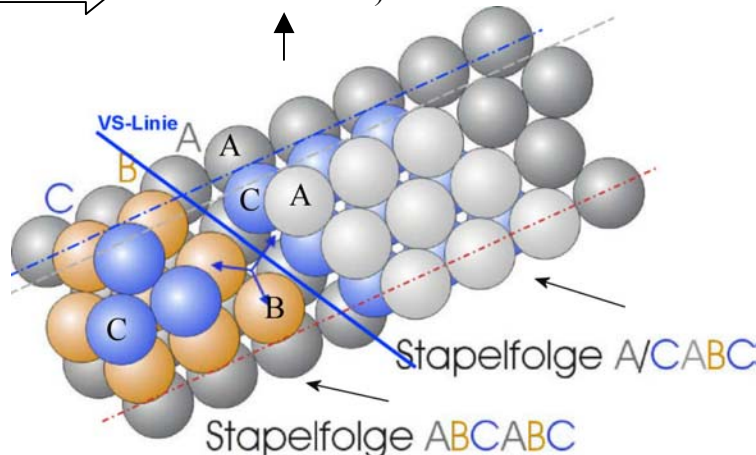


Abbildung 2.7.2; schematisch Darstellung in der *k.f.z* kristallen in der Stapelfolge (ABCABC), bzw. in der Stapelfolge (A/CABC), die einen intrinsischer Stapelfehler darstellt.

## 2.7.4 Stapelfehlerkontrast

Stapelfehler liegen auf den dichtest gepackten Netzebenen. In *k.f.z.* Kristallen sind die dichtest gepackten Netzebenen vom Typ  $\{111\}$ . Durch den Stapelfehler wird die unter dem Defekt gelegene Kristallhälfte relativ zur oberen verschoben, und eine Phasenverschiebung der abgebeugten Elektronenwellen bewirkt. Der Phasenwinkel  $\alpha$ , der den Kontrast bestimmt, ist eine konstante Größe und hat den Wert  $\alpha = 2\pi \vec{g} \cdot \vec{R}$ .  $\vec{g}$  ist der reziproke Gittervektor und  $\vec{R}$  der Verschiebungsvektor des Stapelfehlers. In *k.f.z.* Kristallen mit den dichtest gepackten Netzebenen vom Typ der  $\{111\}$ -Ebenen ist der Verschiebungsvektor  $\vec{R}$  vom Typ  $\vec{R} = \pm 1/3 \langle 111 \rangle$ . Da für *k.f.z.* Gitter die Indizes (*hkl*) von  $\vec{g}$  nur entweder alle gerade oder alle ungerade sein können, sind für  $\alpha = 2\pi \vec{g} \cdot \vec{R}$  die Werte  $0, +2\pi/3, -2\pi/3$  (modulo  $2\pi$ ) möglich. Der Stapelfehlerkontrast verschwindet vollkommen, wenn  $\vec{g} \cdot \vec{R} = 2\pi n$ , wobei  $n=1,2,3,\dots$  ist, weil dann keine Interferenzerscheinung hervorgerufen wird.

Das Vorzeichen von  $\alpha$  hängt vom  $\vec{g}$ -Vektor, vom Winkel zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}$  und vom Verschiebungsvektor  $\vec{R}$  ab. Es handelt sich entweder um einen *extrinsischen* oder einen *intrinsischen* Stapelfehler. Um einen Stapelfehler und die berandenden Partialversetzungen zu untersuchen, müssen verschiedene  $\vec{g}$  Reflexe herangezogen werden, um aus dem Kontrast des Stapelfehlers und der Versetzungen eine genaue und richtige Analyse vornehmen zu können. Die Tabelle I enthält alle Werte für  $\vec{g} \cdot \vec{R}$  zwischen den am häufigsten vorkommenden Reflexen beim  $[110]$ -Pol für die vier möglichen  $\{111\}$ -Ebenen, wobei der Verschiebungsvektor  $\vec{R} = \pm \hat{n}_i$  sein kann. Die geometrische Darstellung der Stapelfehlerebenen (Abbildung 2.7.3 b) zeigt, dass vier mögliche  $(1,1,1)$ -,  $(1,1,-1)$ -,  $(1,-1,1)$ -,  $(-1,1,1)$ -Ebenen bei einem XTEM Präparat auftreten werden. Die Tabelle II zeigt die Werte  $\vec{g} \cdot \vec{R}$  für die vier möglichen  $\{111\}$ -Ebenen. Sie enthält auch alle Produkte  $\vec{g} \cdot \vec{R}$  zwischen den häufigsten vorkommenden Reflexen für den  $[001]$ -Pol und möglichen Verschiebungsvektoren  $\vec{R}$ . In Abbildung 2.7.4 ist zu erkennen, dass vier mögliche Ebenen, die  $(1,1,1)$ -,  $(-1,-1,1)$ -,  $(-1,1,1)$ -,  $(1,-1,1)$ -Ebenen bei einem plan-view Präparat auftreten werden. Es wurde angenommen, dass bei eine XTEM Präparat das Beugungsdiagramm, wie in der Abbildung 2.7.4.b dargestellt, indiziert wird. Bei XTEM Präparaten ist die Oberfläche (polierte Seite) der Proben senkrecht zur  $[001]$ -Richtung und die  $[110]$ -Richtung parallel zur Oberfläche angenommen worden.

### 2.7.4.1 Bestimmung der Natur der Stapelfehler

Der Typ eines Stapelfehlers hängt mit seiner Entstehung zusammen. Ein Stapelfehler kann in einem Kristall auf zwei Arten entstehen; Erstens eine Partialversetzung hinterlässt in einer  $\{111\}$ -Ebene bei der Bewegung in ihrer Gleitebene einen Stapelfehler. Zweitens kann ein Stapelfehler durch Kondensation von Punktfehlern erzeugt werden, dabei bedeutet (a) Kondensation von Leerstellen die Nukleation eines *intrinsischen Stapelfehlers* mit einem Verschiebungsvektor vom Typ  $\vec{R} = +1/3 \langle 111 \rangle$ , (b) Kondensation von Zwischengitteratomen, generierten in CZ-Si-Wafern in einer zusätzlichen Ebene einen *extrinsischen Stapelfehler* mit

einem Verschiebungsvektor vom Typ  $\vec{R} = -1/3\langle 111 \rangle$ . Das Vorzeichen von  $\vec{R}$  spielt eine wichtige Rolle, um die Natur des Stapelfehlers bzw. seine geometrische Lage zu bestimmen. Ein positiver Verschiebungsvektor  $\vec{R}$ , wobei das Vorzeichen des Verschiebungsvektors  $\vec{R}$  parallel zur Normalenrichtung der Stapelfehlerebene zeigt, entspricht dem Entfernen einer dichtest gepackten Atomlage, d.h.  $+\vec{R}$  entspricht einem Stapelfehler, bei dem eine Gitterebene herausgenommen wurde. Einen negativen Verschiebungsvektor  $\vec{R}$ , wobei das Vorzeichen des Verschiebungsvektors  $\vec{R}$  nach unten zeigt, entspricht einem Stapelfehler, bei dem eine Gitterebene zusätzlich eingefügt wurde. Es wurde angenommen, dass der Stapelfehler schräg zur Oberfläche auf einer geneigten  $\{111\}$ -Ebene liegt, die von der Oberseite einer Folie bis zur Unterseite reicht, wie in der Abbildung 2.7.6 dargestellt ist.

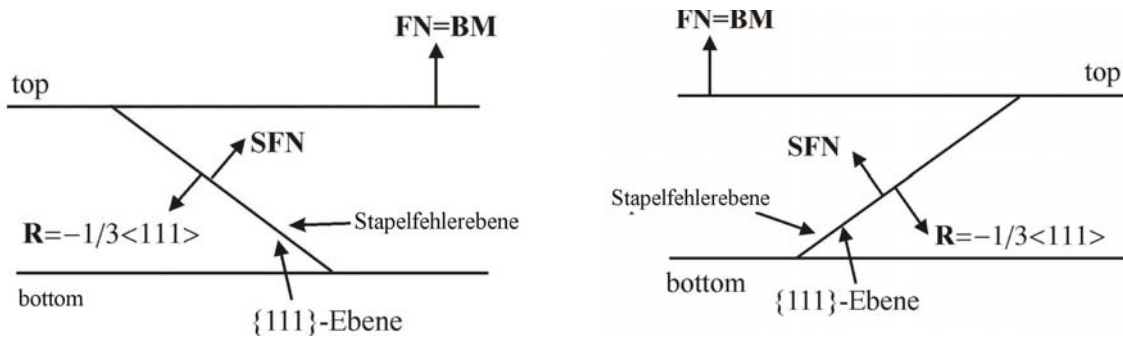


Abbildung 2.7.6; schematische Darstellung der Entstehung eines Stapelfehlers auf der (111)-Ebene im [001]-Pol

Um die Neigung der Stapelfehler zu bestimmen, ist es notwendig, die obere und die untere Folieseite zu unterscheiden. Wenn  $\alpha = 2\pi|\vec{g}| \cdot |\vec{R}| \cdot \cos\beta$  in einem Hellfeldbild negativ ist (wobei  $\vec{g}$  ein Reflex vom Typ B ist ( $\{111\}$ ,  $\{220\}$ ,  $\{400\}$ )), sind die beiden äußeren Streifenkontraste an der Oberseite (top) der Probe und an der Unterseite der Probe (bottom) eines Stapelfehlers dunkel. Wenn  $\alpha = 2\pi|\vec{g}| \cdot |\vec{R}| \cdot \cos\beta$  in einem Hellfeldbild positiv ist (wobei  $\vec{g}$  ein Reflex vom Typ B ist), sind die äußeren Streifenkontraste an der Oberseite (top) der Probe und an der Unterseite der Probe (bottom) hell. Um den top der Folie zu bestimmen, muss ein Hellfeldbild mit einem Dunkelfeldbild verglichen werden. Die Streifenkontraste sind im Hellfeldbild symmetrisch, dagegen im Dunkelfeldbild asymmetrisch.

Dabei sind die äußeren Streifen an der Unterseite der Folie im Hell- und Dunkelfeldbild gleich und an der Oberseite der Probe komplementär. Zur Ermittlung des Stapelfehlertyps wurde das von R. Gevers, A. Art, and S. Amelinckx [23] angegebene Verfahren verwendet.

Wie oben erwähnt, ist für  $\alpha > 0$  der erste obere Streifenkontrast im Hellfeldbild hell, für  $\alpha < 0$  dunkel. Aus dieser Eigenschaft wurden Verfahren entwickelt, um das Vorzeichen von  $\vec{R}$  und damit den Stapelfehlertyp zu bestimmen. Im Rahmen dieser Arbeit wurden nur Reflexe vom Typ B verwendet, wobei Typ B Reflexe folgende; Typ B;  $\{111\}$ ,  $\{220\}$ ,  $\{400\}$  sind.

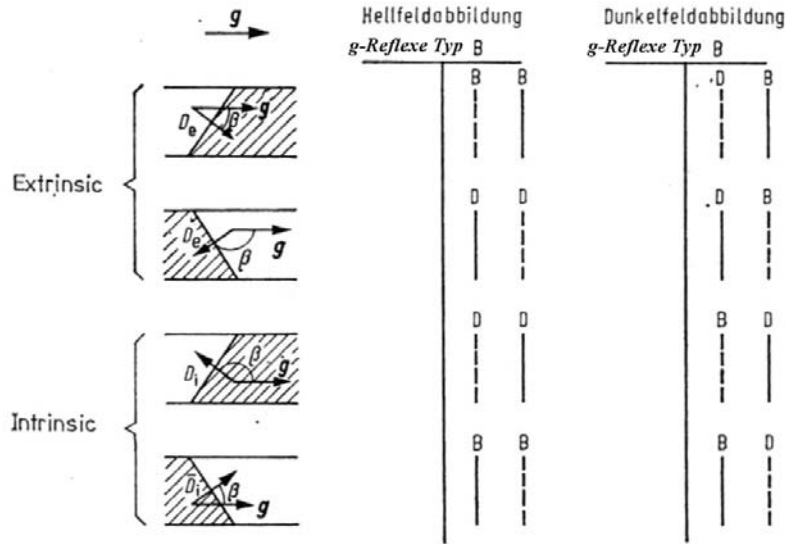


Tabelle III: Zur Bestimmung den Natur des Stapelfehlers [23]; Links Hellfeldbild, rechts Dunkelfeldbild, volle Linien stellen den ersten Streifen (top der Folie), gestrichelte Linien den letzten Streifen (bottom der Folie) dar; D entspricht einem dunklen, B einem hellem Streifen. Typ B der Reflexe: (111), (220), (400)

### Regel von Gevers [21-23]

Man zeichne den Beugungsvektor  $\vec{g}$  in die Mitte eines Stapelfehlerkontrastes in eine CDF (konventionelles Dunkelfeldbild) Aufnahme ein. Für Reflexe des Typs A {die Reflexe Typ A sind (200), (222), (440)} zeigt der Vektor  $\vec{g}$  vom hellen äußeren Streifen unabhängig vom Neigungssinn des Defekts weg, wenn es sich um einen Stapelfehler vom *extrinsischen* Typ handelt, und zu ihm hin für einen Stapelfehler vom *intrinsischen* Typ. Für Reflexe des Typs B {(111), (220), (400)} gilt das Umgekehrte. Nach dieser Methode benötigen wir nur die Aufnahme im Dunkelfeldbild und den  $\vec{g}$ -Vektor, um die Natur des Stapelfehlers festzustellen. Der Beugungsvektor  $\vec{g}=(1-11)$  steht z.B. in der Kategorie der B Reflexe. Entsprechend der Methode können wir das Bild so orientieren, dass der  $\vec{g}$ -Vektor nach der rechten Seite der Schnittlinie der Stapelfehlerebene und der Folie zeigt, dann überprüfen wir die relative Richtung der Stapelfehlerebene und die Position der hellen Streifen im Dunkelfeldbild.

Nach Angaben in der Literatur von Gevers, Amelinckx et al. [23,24] ist im Hellfeld- und in Dunkelfeldbildern der  $\vec{g}$ -Vektor der Richtung nach gleich orientiert. Aber im Rahmen dieser Diplomarbeit wurden oft CDF (*konventionelle Dunkelfeldbildern*) angefertigt, und daher ist im CDF Bild die Richtung des  $\vec{g}$ -Vektors umgekehrt und entspricht  $-\vec{g}_{HF}$ . Weshalb im CDF Dunkelfeldbild an der Oberseite der Folie (top) ein komplementärer Streifenkontrast vorliegt und dagegen an der Unterseite der Folie (bottom) ein gleicher Streifenkontrast.

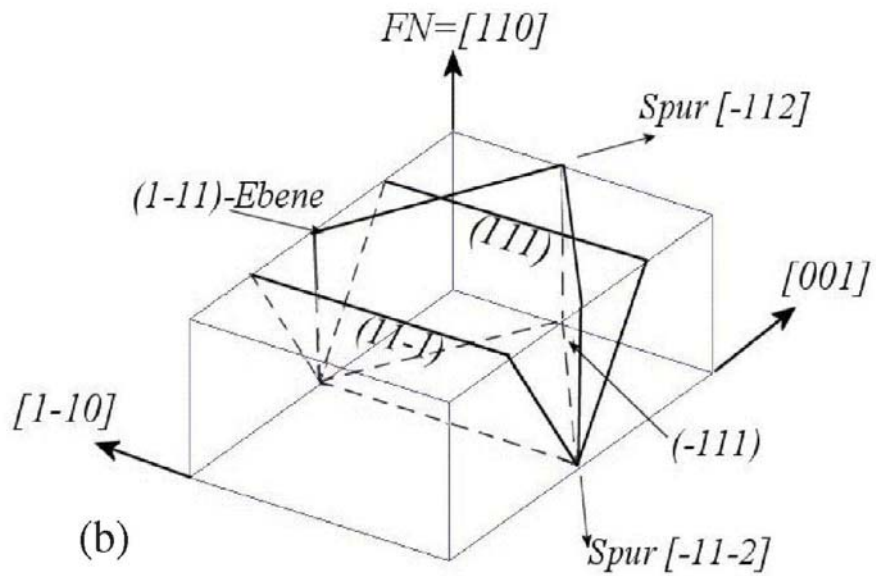
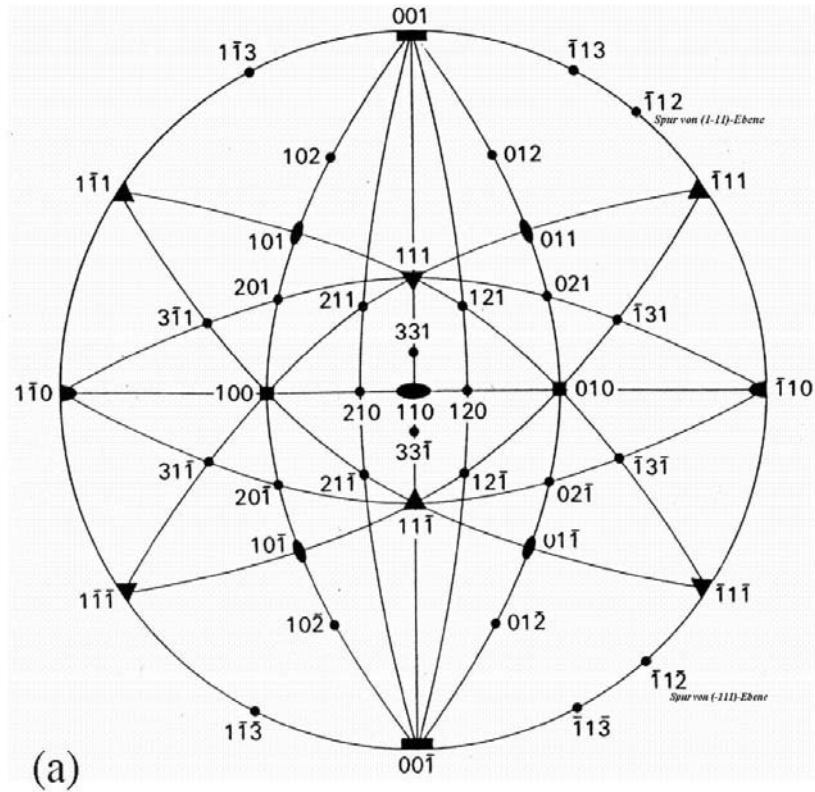


Abbildung 2.7.3: Stereographische Projektion für eine  $[110]$  Orientierung einer XTEM Probe, b) schematische Darstellung den vier möglichen  $\{111\}$ -Ebenen im  $[110]$ -Pol





Der Verschiebungsvektor ist  $\vec{R} = \pm \hat{n}_i$

$\vec{g} \cdot \vec{R}$ Werte				
$\vec{g}$	$n_1 = 1/3[111]$	$n_2 = 1/3[1\bar{1}\bar{1}]$	$n_3 = 1/3[1\bar{1}1]$	$n_4 = 1/3[\bar{1}11]$
$\vec{g}=(-220)$	0	0	-4/3	+4/3
$\vec{g}=(2-20)$	0	0	+4/3	-4/3
$\vec{g}=(-111)$	+1/3	-1/3	-1/3	+1
$\vec{g}=(-11-1)$	-1/3	+1/3	-1	+1/3
$\vec{g}=(1-11)$	+1/3	-1/3	+1	-1/3
$\vec{g}=(1-1-1)$	-1/3	+1/3	+1/3	-1
$\vec{g}=(004)$	+4/3	-4/3	+4/3	+4/3
$\vec{g}=(00-4)$	-4/3	+4/3	-4/3	-4/3
$\vec{g}=(-113)$	+1	-1	+1/3	+5/3
$\vec{g}=(1-1-3)$	-1	+1	-1/3	-5/3
$\vec{g}=(02-2)$	0	+4/3	-4/3	0
$\vec{g}=(0-22)$	0	-4/3	+4/3	0
$\vec{g}=(20-2)$	0	+4/3	0	-4/3
$\vec{g}=(-202)$	0	-4/3	0	+4/3
STF- Ebene	(111)	(11 $\bar{1}$ )	(1 $\bar{1}$ 1)	( $\bar{1}$ 11)

Tabelle I; die Werte  $\vec{g} \cdot \vec{R}$  für vier {111}-Ebenen in den XTEM Präparaten

$\vec{g} \cdot \vec{R}$ Werte				
$g \backslash n_i$	$n_1 = 1/3[111]$	$n_2 = 1/3[\bar{1}\bar{1}1]$	$n_3 = 1/3[1\bar{1}1]$	$n_4 = 1/3[\bar{1}11]$
$\vec{g}=(-220)$	0	0	-4/3	+4/3
$\vec{g}=(2-20)$	0	0	+4/3	-4/3
$\vec{g}=(-2-20)$	-4/3	+4/3	0	0
$\vec{g}=(220)$	+4/3	-4/3	0	0
$\vec{g}=(040)$	+4/3	-4/3	-4/3	+4/3
$\vec{g}=(0-40)$	-4/3	+4/3	+4/3	-4/3
$\vec{g}=(400)$	+4/3	-4/3	+4/3	-4/3
$\vec{g}=(-400)$	-4/3	+4/3	-4/3	+4/3
$\vec{g}=(11-1)$	+1/3	-1	-1/3	-1/3
$\vec{g}=(-1-11)$	-1/3	+1	+1/3	+1/3
STF- Ebene	(111)	( $\bar{1}\bar{1}$ 1)	(1 $\bar{1}$ 1)	( $\bar{1}$ 11)

Tabelle II: die Werte von  $\vec{g} \cdot \vec{R}$  für die vier {111}-Ebenen in den plan-view Präparaten



### 3. TEM Kontrastanalyse und Untersuchungsergebnisse

In Rahmen dieser Diplomarbeit wurden  $\langle 100 \rangle$  CZ-Si Wafer mit einer Sauerstoffkonzentration von  $[O] = 1.1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  untersucht. Die Proben waren  $\langle 100 \rangle$  CZ-Si Wafer, B-dotiert,  $3\Omega\text{cm}$ , zweistufig in  $\text{N}_2$  getempert und zwar

a) 4h/750 °C und 16h/1000° C :(Probe SiOX1)

b) 4h/750 °C und 16h/1050° C :(Probe SiOX4).

Nach einem Nukleationsschritt bei 750°C erfolgte also das bei zwei verschiedenen Temperaturen durchgeführte Präzipitations- und Stapelfehlerwachstum bei höheren Temperaturen unter  $\text{N}_2$  gas weiter behandelt. Einige Wafer wurden mit einen Secco-Ätze kurz angeätzt. Die Proben wurden nach zwei möglichen Präparationsbedingungen (großflächige Präparation im plan-view und als Querschnitts- Präparat) analysiert. Die Stapelfehler liegen auf  $\{111\}$ -Ebenen, die dichtest gepackte Ebenen im *k.f.z.* Kristall sind. Die möglichen Stapelfehlerebenen vom Typ  $\{111\}$  bilden ein Tetraeder, welches als Thompson Tetraeder bezeichnet wird. Schneidet man dieses Tetraeder mit der oberen und unteren Probenoberfläche, so erhält man die Schnittgeraden (Spuren) möglicher Stapelfehler mit den zwei Kristalloberflächen. Die Spuren sind Richtungen im Realraum, als  $\vec{a}^* \times \vec{b}^* = \vec{S}$  mit  $[u,v,w]$  bezeichnet. Diese stellen die beiden Schnittgeraden dar, die durch den Schnitt der schräg durch die Probe verlaufenden Stapelfehlerebene mit der oberen und unteren Kristallfläche entstehen.

In plan-view Proben mit  $FN=(001)$  Foliennormale gibt es und vier mögliche  $\{111\}$ -Ebenen. Es wurden folgende Spuren gefunden, wobei die Stapelfehlernormalen folgende  $\{111\}$ -Ebenen sind:  $SFN_1 = (111)$ ,  $SFN_2 = (\bar{1}\bar{1}1)$ ,  $SFN_3 = (1\bar{1}1)$ ,  $SFN_4 = (\bar{1}11)$

*Spur I*=[1-10] von der (111)-Ebene, *Spur II*=[-110] von der (-1-11)-Ebene,

*Spur III*=[110] von der (-111)-Ebene, *Spur IV*=[-1-10] von der (1-11)-Ebene.

Die schematische Darstellung der  $\{111\}$ -Ebenen Pyramide beim [110]-Pol und die Spuren der Stapelfehlerebenen beim [110]-Pol ist in der Abbildung 2.7.3.b dargestellt. In XTEM Proben mit  $FN=[110]$  und vier möglichen  $\{111\}$ -Ebenen gibt es folgende Spuren, wobei die Stapelfehlernormalen folgende sind;  $SFN_1 = (111)$ ,  $SFN_2 = (11\bar{1})$ ,  $SFN_3 = (1\bar{1}1)$ ,  $SFN_4 = (\bar{1}11)$ :

*Spur I*=[-110] von der (111)-Ebene, *Spur II*=[1-10] von der (11-1)-Ebene,

*Spur III*=[-112] von der (1-11)-Ebene, *Spur IV*=[-11-2] von der (-111)-Ebene

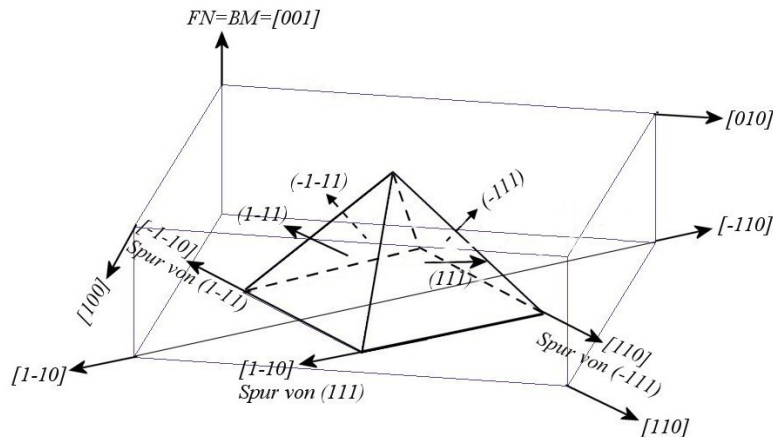


Abbildung 2.7.8: schematische Darstellung der möglichen (111)-Stapelfehlerebenen und die Spuren mit der Foliennormale [001]

### 3.1. Probenserie SiOx1 (plan-view)

In der Probe SiOx1 (plan-view) wurden Stapelfehler mit begrenzenden Partialversetzungen und Ausscheidungen beobachtet. Abbildung 3.1.1 (a) zeigt ein Hellfeldbild mit zwei Stapelfehler auf verschiedenen  $\{111\}$ -Ebenen mit  $\vec{g}=(-1-11)$ . Diese Abbildung wurde im Zweistrahlfall in der Nähe des  $[112]$ -Pols aufgenommen. Die Braggbedingung ist mit  $\vec{s} = 0$  erfüllt, dann man sieht im Bild, dass die dunkle Linie in der Mitte des Bilds, dem wert  $\vec{s} = 0$  entspricht. In der Abbildung 3.1.1 ist zu erkennen, dass der Stapelfehler 1 entlang der  $[1-10]$ -Richtung liegt, welche die Spur einer  $(111)$ -Ebene ist. Daher liegt der Stapelfehler I schräg zur Probenoberfläche auf einer  $(111)$ -Ebene. Der Stapelfehler 2 liegt entlang der  $[-1-10]$ -Richtung, welche die Spur von einer  $(1-11)$ -Ebene ist. Daher liegt der Stapelfehler II schräg zur Probenoberfläche auf einer  $(1-11)$ -Ebene. Man sieht im Bild 3.1.1 a, dass die beide Stapelfehler sichtbar sind. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R} \neq 0$  für beiden Stapelfehler. Der Stapelfehler I im Hellfeld (Bild 3.1.1a) zeigt mit  $\vec{g}=(-1-11)$  einen dunklen Streifenkontrast an den äußeren Streifen. Daher ist  $\alpha < 0$ . Deshalb kann  $\alpha$  für Stapelfehler I mit  $\vec{g}=(-1-11)$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R} = -2\pi/3$  haben, wobei  $\vec{R}_1 = -1/3[111]$  ist. Der Stapelfehler II im Hellfeld (Bild 3.1.1a) zeigt mit  $\vec{g}=(-1-11)$  einen hellen Streifenkontrast an den äußeren Streifen.

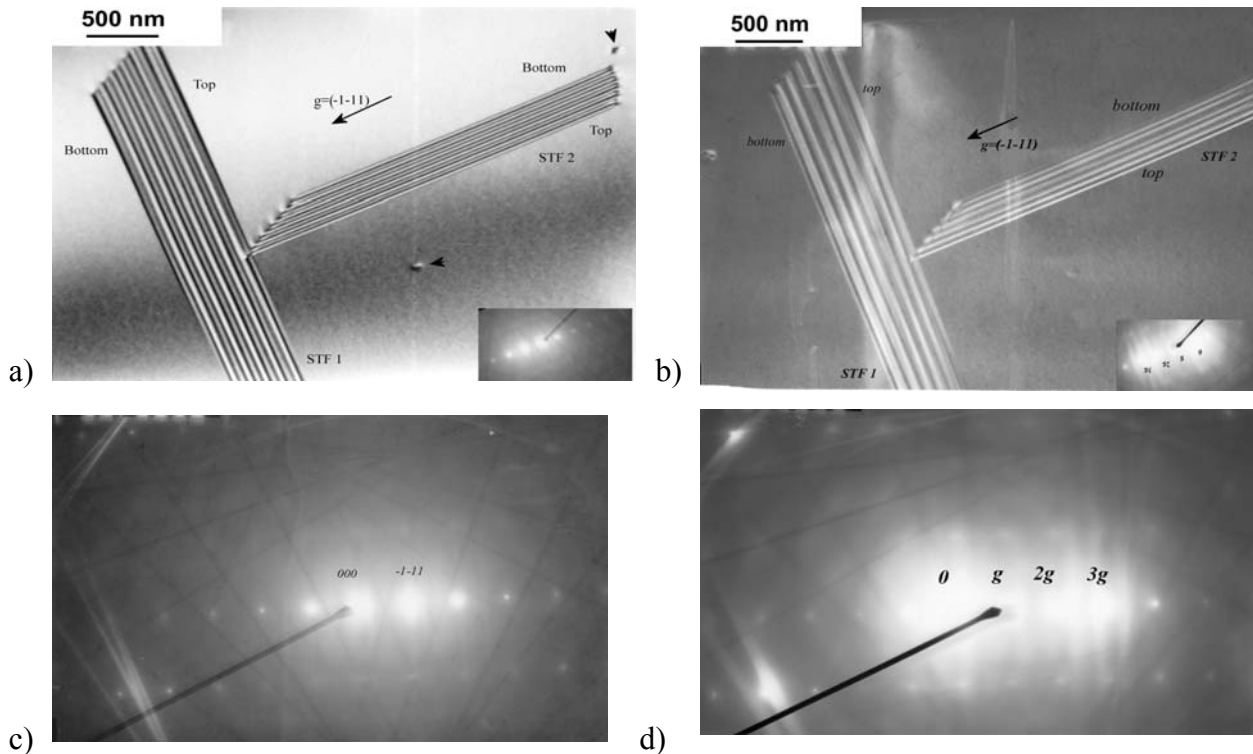


Abbildung 3.1.1 (a) Hellfeldbild zwei Stapelfehlern mit  $\vec{g} = (-1-11)$  in der Nähe des  $[112]$ -Pols b) weak-beam-Aufnahme mit  $\vec{g}/3\vec{g}$ , wobei  $\vec{g} = (-1-11)$  ist, Vergrößerung 20000X, C) zugehörige HF Beugungsbild im Zweistrahlfall in der Nähe des  $[112]$  Pols, d) weak-beam Beugungsbild unter Anregung von  $\vec{g}/3\vec{g}$ , wobei  $\vec{g} = (-1-11)$  ist.

Daher ist  $\alpha > 0$ . Deshalb kann  $\alpha$  für Stapelfehler II mit  $\vec{g} = (-1-11)$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R} = +2\pi/3$  haben, wobei  $\vec{R}_2 = -1/3[1\bar{1}1]$  ist. Abbildung 3.1.1.b zeigt eine weak-beam-Aufnahme dieselben Stapelfehler mit  $\vec{g}/3\vec{g}$ , wobei  $\vec{g} = (-1-11)$  ist.

Aus (b) ist zu erkennen, dass die beide Stapelfehler einen komplementären Kontrast an der Oberseite der Folie Kontrast im Dunkelfeldbild zeigen. Man sieht im Bild 3.1.1.b, dass der Streifenkontrast des Stapelfehlers 1 an der Oberseite der Folie (top) hell ist und an der Unterseite der Folie dunkel. Dagegen zeigt der Stapelfehler 2 einen komplementären Kontrast an der Oberseite der Folie (dunkle Kontrast) im Dunkelfeldbild und hellen Kontrast an der Unterseite der Folie. Abbildung 3.1.1.c, d zeigt das HF Beugungsbild im Zweistrahlfall unter Anregung des  $\vec{g}=(-1-11)$ -Reflexes in der Nähe des  $[112]$  Pols und das weak-beam Beugungsbild unter Anregung  $\vec{g}/3\vec{g}$ , wobei  $\vec{g}=(11-1)$  ist. Der Nullstrahl des Hellfeldbildes wurde im HF Beugungsbild 3.1.1.c mit dem Zeiger markiert. Der  $\vec{g}$ -Reflex des weak-beam Beugungsbildes wurde im Beugungsbild 3.1.1.d mit dem Zeiger markiert. Die Spuren der möglichen Stapelfehlerebenen mit der Foliennormale FN=(001) sind:

*Spur I=[1-10] von der (111)-Ebene, Spur II=[-110] von der (-1-11)-Ebene,  
Spur III=[110] von der (-111)-Ebene, Spur IV=[-1-10] von der (1-11)-Ebene*

Die Spur III in der  $[-1-10]$ -Richtung ist die Spur von Stapelfehler II, welcher sich mit der Foliennormale entlang der Spur  $[-1-10]$  schneidet. Die Spur I in der  $[1-10]$ -Richtung ist die Spur von Stapelfehler I, welche sich mit der Foliennormale der Spur  $[1-10]$  schneidet.

Abbildung 3.1.2.b zeigt die geometrische Orientierung der möglichen Stapelfehlerebenen. In der Abbildung 3.1.2 sieht man, dass der Stapelfehler I sich mit der Folie an der Spur  $[1-10]$  schneidet. Daher liegt der Stapelfehler I schräg zur Probenoberfläche auf einer (111)-Ebene. Der Stapelfehler II besitzt eine Schnittlinie mit der Spur  $[-1-10]$ . Und daher liegt der Stapelfehler II schräg zur Probenoberfläche auf einer (1-11)-Ebene. Der Stapelfehler I hat eine Stapelfehlernormale  $SFN_1=(111)$  und der Stapelfehler II besitzt eine Stapelfehlernormale  $SFN_2=(1-11)$ .

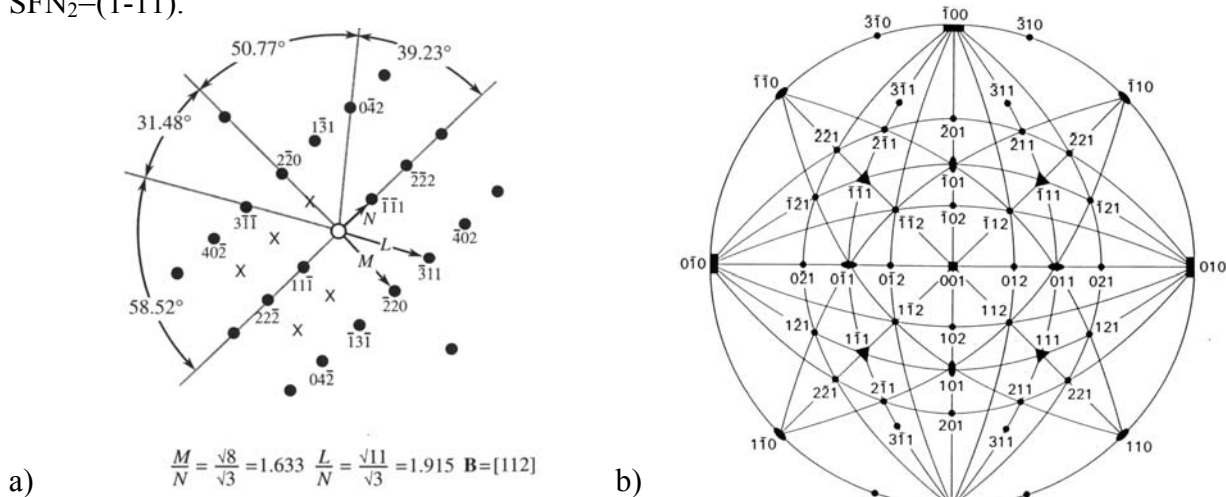


Abbildung 3.1.2.a; Beugungsdiagramm des  $[112]$  Pols, b) Stereographische Projektion von  $[001]$  Orientierung

Die Analyse des Streifenkontrasts von Stapelfehler 1 zeigt im Hellfeldbild, dass der Kontrast der äußeren Streifen an der Oberseite der Folie (top) und an der Unterseite der Folie (bottom) dunkel ist. Daher ist mit  $\vec{g}=(-1-11)$  im Hellfeldbild  $\alpha < 0$ . Aus der Kontrastanalyse ist zu erkennen, dass  $\alpha$  für den Stapelfehler I mit  $\vec{g}=(-1-11)$  und  $\vec{R}_1$  folgenden Wert  $\alpha = 2\pi|\vec{g}| \cdot |\vec{R}_1| \cdot \cos\beta = -2\pi/3$  haben kann, wobei  $\vec{R}_1 = -1/3[111]$  ist. Daher ist  $\cos\beta < 0$ . Deshalb ist der Winkel  $\beta_1$  ein stumpfer Winkel, wobei der Winkel  $\beta_1$  zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}_1$  ist. Der Winkel  $\beta_1$  beträgt  $109^\circ$ . Es ist in der

Abbildung 3.1.2 zu sehen, dass der Winkel  $\beta_1$  zwischen  $\vec{g}=(-1-11)$  und  $\vec{R}_1=-1/3[111]$  stumpf ist. Daher kommt ein möglicher Verschiebungsvektor  $\vec{R}_1=-1/3[111]$  für den Stapelfehler 1 in Frage. Der Stapelfehler I liegt schräg zur Probenoberfläche auf einer (111)-Ebene.

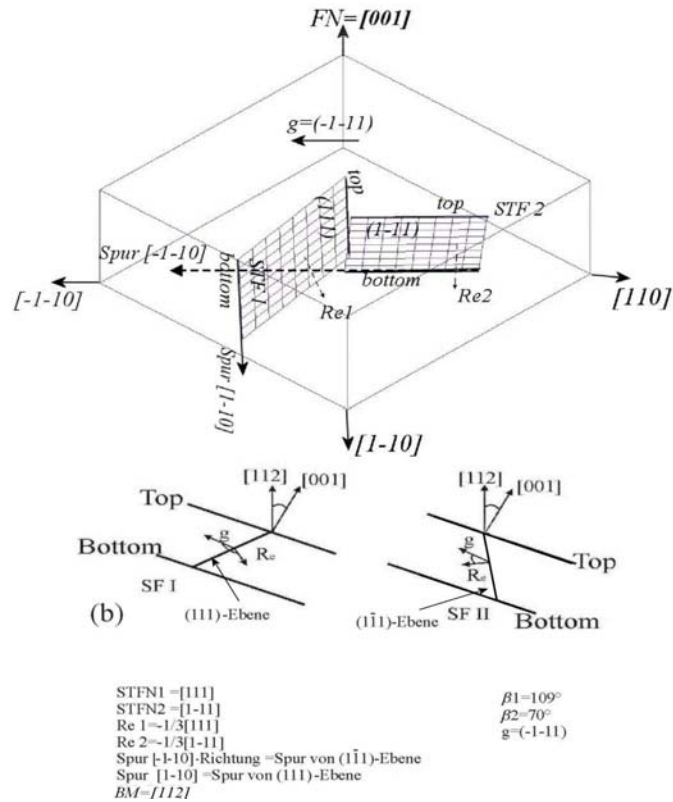


Abbildung 3.1.2.b; geometrische Darstellung von Orientierung der möglichen Stapelfehlerebenen und denen Spuren mit Beam [112]

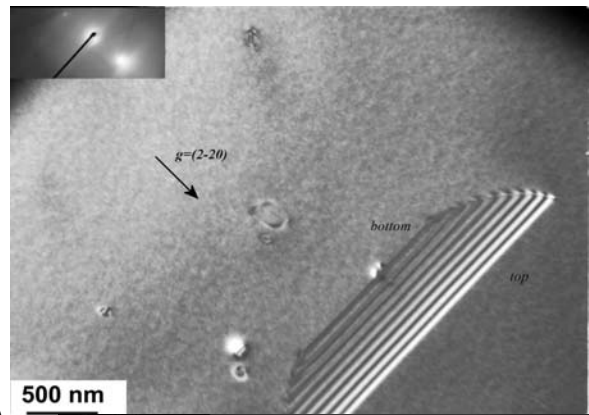
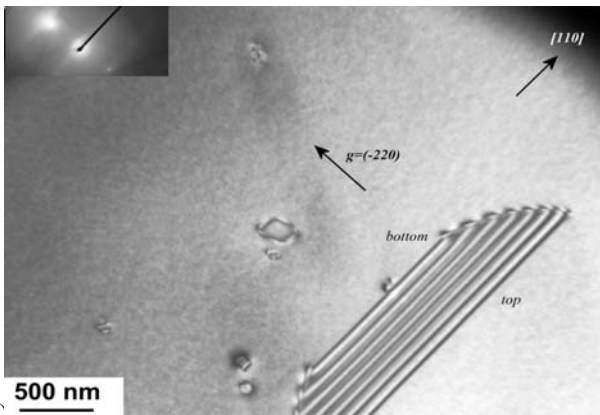
Dagegen ist zu erkennen, dass das Dunkelfeldbild einen komplementären Kontrast an der Oberseite der Folie (helle Streifen) und einen gleichen Kontrast an der Unterseite der Folie (dunkler Streifenkontrast) zeigt. Aus Tabelle C-II nach Gevers, Amelinckx et al. [23] ist zu erkennen, wenn der Winkel zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}_1$  stumpf ist und im Hellfeldbild äußeren Streifen dunkel ist, dann handelt es sich um einen *extrinsischen Stapelfehler*.

	$\vec{g}$	Hellfeldabbildung g-Reflexe Typ B	Dunkelfeldabbildung g-Reflexe Typ B
Extrinsic		B B	. D B
		D D	. D B
Intrinsic		D D	B D
		B B	B D

Tabelle C-II; zur Bestimmung der Natur des Stapelfehlers [23]

Die Analyse des Streifenkontrasts von Stapelfehler 2 zeigt im Hellfeldbild, dass der Kontrast der äußeren Streifen an der Oberseite der Folie (top) und an der Unterseite der Folie (bottom) hell ist. Daher ist mit dem  $\vec{g}=(-1-11)$ -Reflex im Hellfeldbild  $\alpha > 0$ . Auch aus der Kontrastkriterium stimmt das  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R}_2 = 1/3 = 2\pi/3$  überein. Aus der Kontrastanalyse ist zu erkennen, dass  $\alpha$  für den Stapelfehler 2 mit  $\vec{g}=(-1-11)$  und  $\vec{R}_2$  den folgenden Wert  $\alpha = 2\pi|\vec{g}| \cdot |\vec{R}| \cdot \cos \beta = 2\pi/3$  haben kann, wobei  $\vec{R}_2 = -1/3[1\bar{1}1]$  ist. Daher ist  $\cos \beta > 0$ . Deshalb ist der Winkel  $\beta_1$  ein spitzer Winkel, wobei der Winkel  $\beta_1$  zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}_2$  ist. Er beträgt  $70^\circ$ . Es ist im Bild 3.1.2 zu erkennen, dass der Winkel  $\beta$  zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}_2$  spitz ist und beträgt  $70^\circ$ . Daher kommt ein möglicher Verschiebungsvektor  $\vec{R}_2 = -1/3[1\bar{1}1]$  für Stapelfehler 2 in Frage. Der Stapelfehler II schräg zur Probenoberfläche auf einer (1-11)-Ebene Aus Tabelle C-II nach Gevers, Amelinckx et al. [23] ist zu erkennen, wenn der Winkel zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}_2$  spitz ist und im Hellfeldbild äußeren Streifen hell ist, dann handelt es sich um einen *extrinsischen Stapelfehler*.

Abbildung 3.1.3 (a, b) zeigt ein Hellfeld- und ein Dunkelfeldbild eines Stapelfehlers mit  $\vec{g}=(-220)$  bzw.  $\vec{g}=(2-20)$  im Zweistrahlfall. Diese Stelle wurde in der Nähe des [001]-Pols unter Anregung des  $\vec{g}=(-220)$ -Reflexes aufgenommen. Man sieht in den Abbildungen (a und b), dass der Stapelfehler mit  $\vec{g}=(-220)$  im Kontrast ist. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R} \neq 0$ . Es ist zu erkennen, dass der Kontrast der äußeren Streifen dunkel ist. Daher ist  $\alpha < 0$ . Deshalb kann  $\alpha$  mit  $\vec{g}=(-220)$  und  $\vec{R}$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R} = +4/3 = -2\pi/3$  haben, wobei  $\vec{R} = 1/3[\bar{1}11]$  ist. Die Abbildung 3.1.4.b zeigt das CDF Dunkelfeldbild mit  $-\vec{g}$ , wobei  $-\vec{g}=(2-20)$  ist, denselben Stapelfehler im Zweistrahlfall. Man sieht im Bild, dass der Kontrast der Streifen an der Oberseite der Folie (top) einen komplementären Kontrast zeigt (heller Streifenkontrast) und einen gleichen Kontrast an der Unterseite der Folie (dunkler Streifenkontrast).



a) Abbildung 3.1.3 a) Hellfeldbild von eines Stapelfehlers mit  $\vec{g}=(-220)$  im Zweistrahlfall in der Nähe des [001]-Pols, Vergrößerung 20000X,

b) CDF Dunkelfeldbild Aufnahme derselbe Stapelfehler mit  $-\vec{g}$ , wobei  $-\vec{g}=(2-20)$  ist

c) HF Beugungsbild im Zweistrahlfall in der Nähe des [001]-Pols







### 3.2 Probenserie SiOx4 (plan-view)

In der Proben SiOx4 wurden große Stapelfehler, Ausscheidungen und Versetzungen beobachtet. Abbildung 3.2.1.a zeigt im Hellfeldbild zwei parallele Stapelfehler, die schräg zur Probenoberfläche auf einer (111)-Ebene liegen. Diese Stelle wurde in der Nähe des [001]-Pols mit dem  $\vec{g}=(220)$ -Reflex aufgenommen. Die beiden Stapelfehler sind mit Partialversetzungen berandet. Es ist zu erkennen, dass die beiden Stapelfehler unter Anregung des  $\vec{g}=(220)$ -Reflexes sichtbar sind. Daher ist  $\vec{g}\cdot\vec{R}\neq 0$ . In der Abbildung 3.2.1.a ist zu sehen, dass der äußeren Streifenkontrast der beiden Stapelfehler dunkel ist. Daher ist  $\alpha < 0$ . Deshalb kann  $\alpha$  mit  $\vec{g}=(220)$  und  $\vec{R}$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g}\cdot\vec{R} = -2\pi/3$  haben, wobei  $\vec{R}=-1/3[111]$  ist. Es wurde angenommen, dass die beide Stapelfehler schräg zur Probenoberfläche auf einer (111)-Ebene liegen. In der Abbildung 3.2.1.b sieht man im Dunkelfeldbild einen komplementären Streifenkontrast an der Oberseite der Folie. Daher sind die beide Stapelfehler von top der Folie nach Unterseite der Folie (bottom) durchgelaufen.

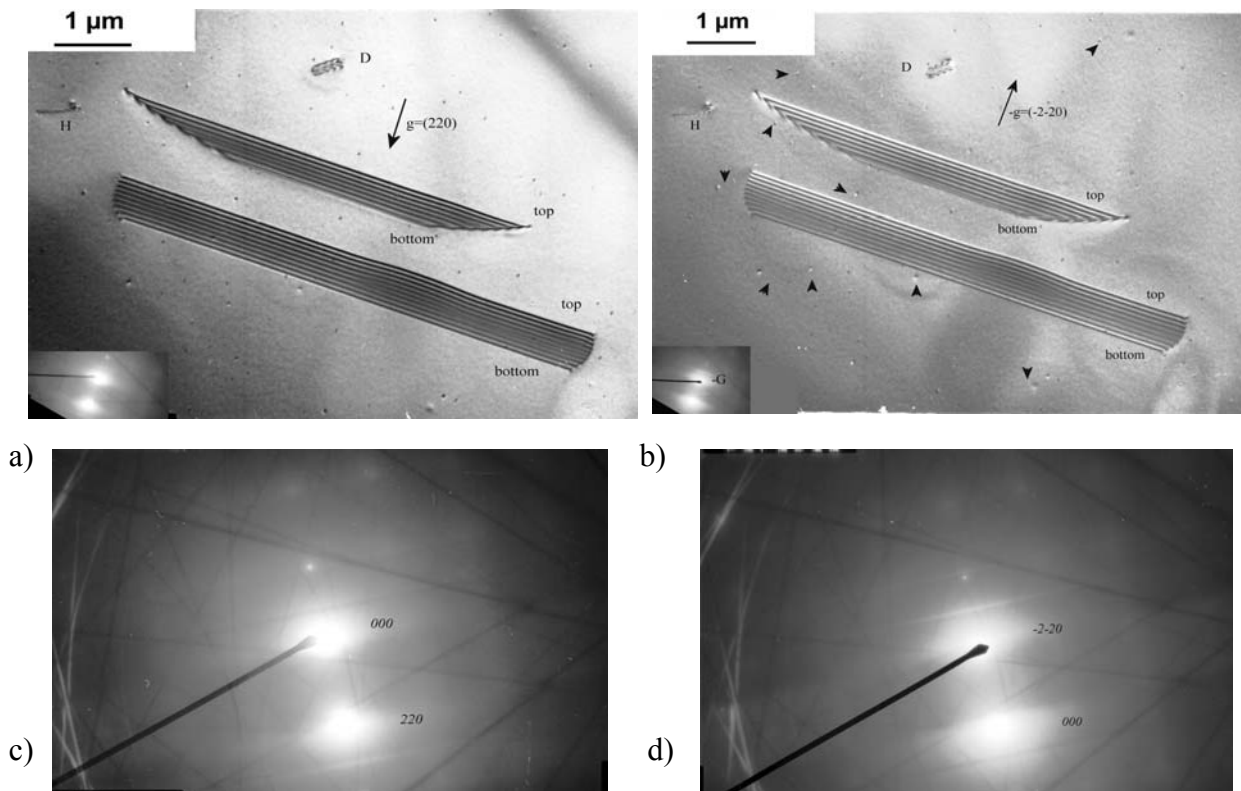


Abbildung 3.2.1 a); Hellfeldbild zwei Stapelfehler im Zweistrahlfall in  $s>0$  mit dem  $\vec{g}=(220)$ -Reflex in der Nähe des [001]-Pols, Vergrößerung, 10000X b) CDF Dunkelfeldbild dieselben Stapelfehler mit  $-\vec{g}$ , wobei  $-\vec{g}=(-2-20)$  ist, c) HF Beugungsbild im Zweistrahlfall unter Anregung des  $\vec{g}=(220)$ -Reflexes in der Nähe des [001]-Pols, d) DF Beugungsbild im Zweistrahlfall mit  $-\vec{g}$ .

Die Spur dieser Stapelfehlerebene mit der Foliennormale  $FN=(001)$  ist:

$$\text{Spur } I=[1-10] \text{ von der } (111)\text{-Ebene,}$$

Abbildung 3.2.2 zeigt die geometrische Orientierung der möglichen Stapelfehlerebenen. In der Abbildung 3.2.2 ist zu erkennen, dass beide Stapelfehler sich mit der Folie entlang der Spur [1-10] schneiden. Daher liegen die Stapelfehler schräg zur Probenoberfläche auf einer (111)-

Ebene. Man sieht, dass der Vektor  $\vec{g}$  vom dunklen äußeren Streifen weg zeigt und der Stapelfehler nach links orientiert (im Hellfeldbild 3.2.1 a) ist.

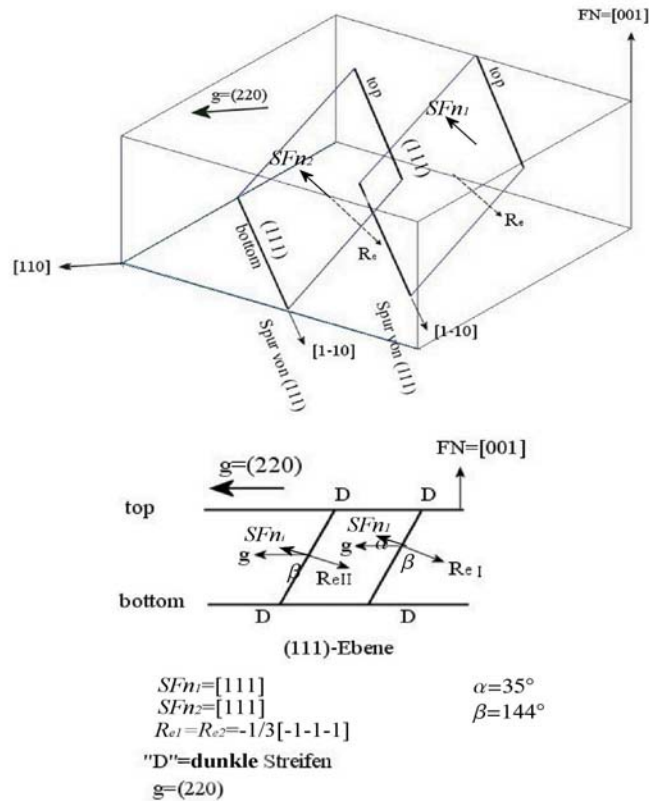


Abbildung 3.2.2; a) geometrische Darstellung der möglichen Stapelfehlerebenen und die Spuren mit Foliennormale [001], b) Querschnittsdarstellung der beiden Stapelfehler und ihre Neigung mit der Oberfläche der Probe.

In der Abbildung 3.2.2 ist die Stapelfehlernormale (111). Daher ist  $\vec{R} = -1/3[111]$  der mögliche Verschiebungsvektor und zeigt nach unten. Die Spur der beiden Stapelfehler mit der FN=(001) liegt in der [1-10]-Richtung. Aus dem Bild 3.2.1.a ist zu sehen, dass die beide Stapelfehler unter Anregung des  $\vec{g} = (220)$ -Reflexes sichtbar sind. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R} \neq 0$ . Die Kontrastanalyse zeigt, dass der äußeren Streifenkontrast der beiden Stapelfehler dunkel ist. Daher ist  $\alpha < 0$ . Deshalb kann  $\alpha$  mit  $\vec{g} = (220)$  und  $\vec{R}$  den Wert  $\alpha = 2\pi |\vec{g}| \cdot |\vec{R}| \cdot \cos \beta = -2\pi/3$  haben, wobei  $\vec{R} = -1/3[111]$  ist. Daher ist  $\cos \beta < 0$  und der Winkel  $\beta$  zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}$  ist ein stumpfer Winkel. Es ist in der Abbildung 3.2.2 zu sehen, dass der Winkel  $\beta$  zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}$  stumpf ist und  $144^\circ$  beträgt. Der Winkel zwischen  $\vec{g}$  und Stapelfehlernormale (SFN (111)) ist spitz und beträgt  $35^\circ$ . Wie in der geometrischen Darstellung 3.2.2 gezeigt wird, liegen die Stapelfehler mit Neigung  $36^\circ$  zur Probenoberfläche auf einer (111)-Ebene. Die Analyse des Streifenkontrasts im Dunkelfeldbild 3.2.1.b zeigt einen komplementären Kontrast an der Oberseite der Folie (d.h. helle Streifen), und einen gleichen Kontrast an der Unterseite der Folie (an der Unterseite der Folie ist der Kontrast der Streifen dunkel). Aus Tabelle III nach Gevers, Amelinckx et al. [23] ist zu erkennen, wenn der Winkel zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}$  stumpf ist und im Hellfeldbild äußeren Streifen dunkel sind, handelt es sich um einen *extrinsischen Stapelfehler*.

Abbildung 3.2.5.a, b zeigen das Hellfeld- und Dunkelfeldbild zweier Stapelfehler im Zweistrahlfall unter Anregung des  $\vec{g} = (-2-20)$ -Reflexes in  $\vec{s} > 0$ . Sie liegen auf verschiedenen  $\{111\}$ -Ebenen. Liegen Stapelfehler auf verschiedenen  $\{111\}$ -Ebenen, so können sie einander schneiden oder sich überlappen. Der Stapelfehler I liegt schräg zur Folieoberfläche auf einer  $(-1-11)$ -Ebene. Der Stapelfehler II liegt schräg zur Folieoberfläche auf einer  $(111)$ -Ebene. Im Bild 3.2.6 (a) sieht man, dass die beide Stapelfehler mit  $\vec{g} = (-2-20)$  sichtbar sind. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R} \neq 0$  für die beiden Stapelfehler. Es ist zu erkennen, dass der äußeren Streifenkontrast des Stapelfehlers I mit  $\vec{g} = (-2-20)$  dunkel ist. Daher ist im Hellfeldbild  $\alpha < 0$ . Deshalb kann  $\alpha$  mit  $\vec{g} = (-2-20)$  und  $\vec{R}_1$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R}_1 = -2\pi/3$  haben, wobei  $\vec{R}_1 = -1/3[\bar{1}\bar{1}1]$  ist. Die Analyse des Streifenkontrasts von dem Hellfeldbild 3.2.5.a und Dunkelfeldbild 3.2.5.b zeigt, dass für den Stapelfehler I im Hellfeldbild der Kontrast der äußere Streifen an der Oberseite der Folie (top) und an der Unterseite der Folie (bottom) dunkel ist (Abbildung 3.2.5 a). Dagegen zeigt das Dunkelfeldbild (Abbildung 3.2.5.b) einen komplementären Kontrast an der Oberseite der Folie, (d.h. helle Streifen) und einen gleichen Kontrast an der Unterseite der Folie (an der Unterseite der Folie ist der Kontrast der Streifen dunkel). Der Stapelfehler II, welcher auf einer  $(111)$ -Ebene liegt, im Bild 3.2.5.a zeigt im Hellfeldbild mit dem  $\vec{g} = (-2-20)$ -Reflex einen hellen Kontrast. Daher ist  $\alpha > 0$  im Hellfeldbild.

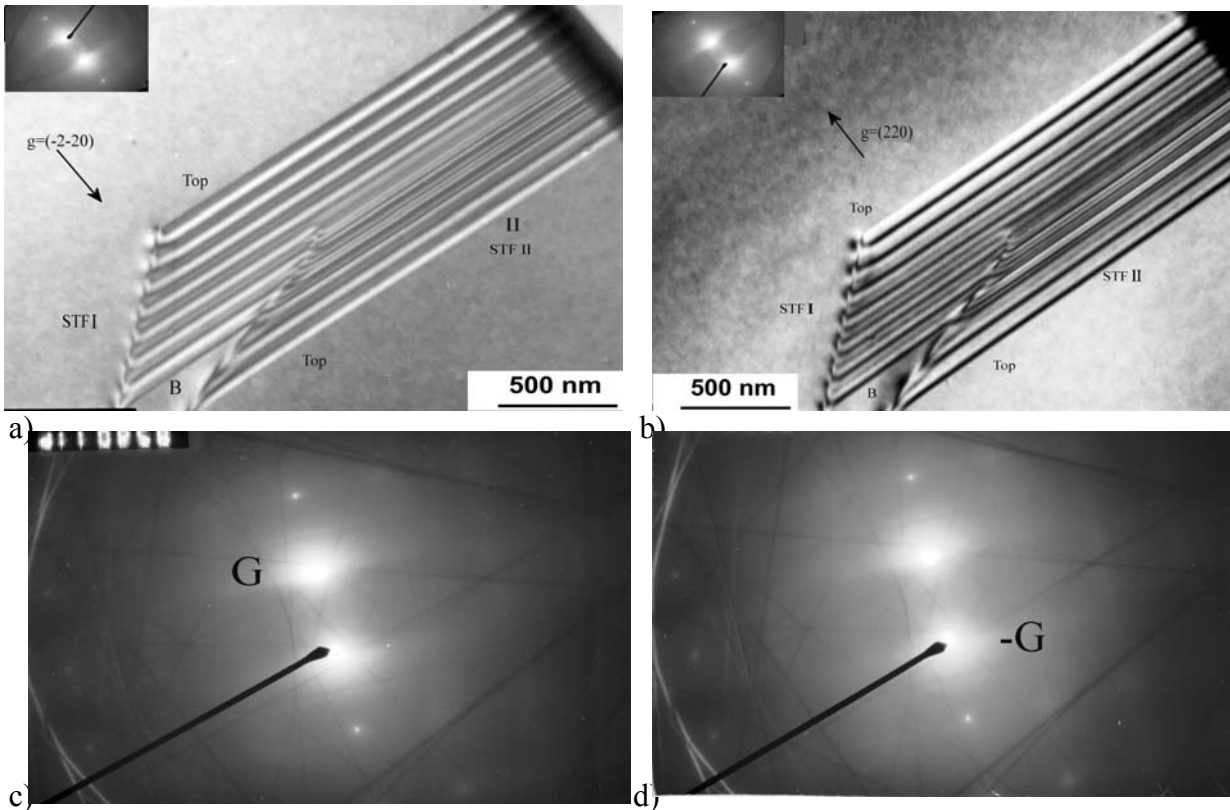


Abbildung 3.2.5 (a): Hellfeldbild zwei Stapelfehler in  $s=0$  im Zweistrahlfall unter Anregung des  $\vec{g} = (2-20)$ -Reflexes in der Nähe des  $[001]$ -Pols, Vergrößerung 30000X, b) CDF Dunkelfeldbild dieselbe Stapelfehler im Zweistrahlfall unter Anregung des  $-\vec{g} = (-220)$ -Reflexes, c) HF Beugungsbild im Zweistrahlfall unter Anregung des  $\vec{g} = (2-20)$ -Reflexes in der Nähe des  $[001]$ -Pols, d) CDF Beugungsbild im Zweistrahlfall mit dem  $-\vec{g}$ -Reflex.

Der Nullstrahl des Hellfeldbildes wurde im Beugungsbild 3.2.5.c mit dem Zeiger markiert. Der  $-\vec{g}$ -Strahl wurde im DF Beugungsbild 3.2.5.d mit dem Zeiger markiert.

Deshalb kann  $\alpha$  mit  $\vec{g}=(-2-20)$  und  $\vec{R}_2$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R}_2 = 2\pi/3$  haben, wobei  $\vec{R}_2 = -1/3[111]$  ist. Abbildung 3.2.6 zeigt eine geometrische Darstellung der möglichen Stapelfehlerebenen I bzw. II und die Spuren dieser Stapelfehler mit FN=(001). Die Spur III in der [1-10]-Richtung ist die Spur von dem Stapelfehler 2 (STF 2), welcher sich mit der Folie entlang der Spur [1-10] schneidet. Daher liegt der Stapelfehler II schräg zur Probenoberfläche auf einer (111)-Ebene. Die Spur IV in der [-110]-Richtung ist die Spur von Stapelfehler I (STF 1), welcher sich mit der Folie entlang der Spur [-110] schneidet.

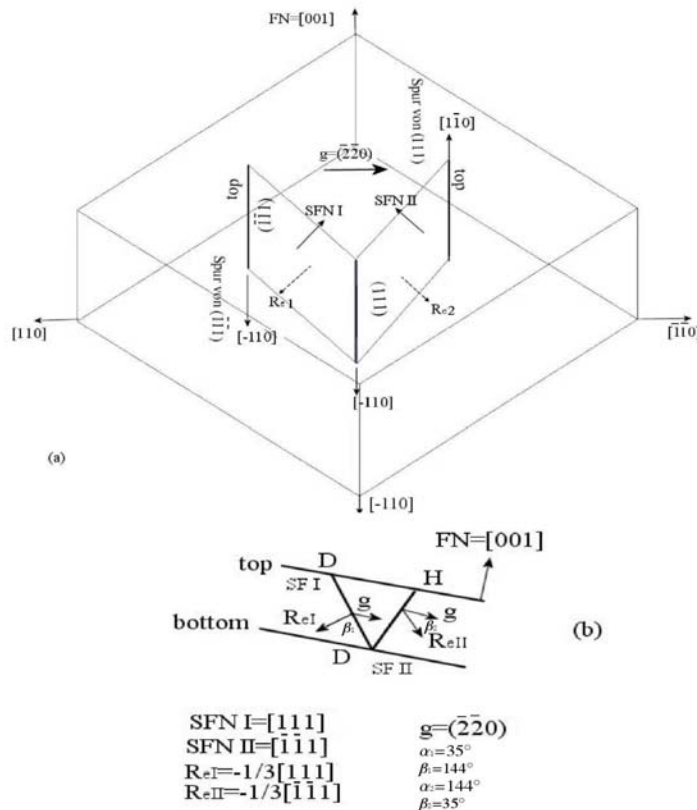


Abbildung 3.2.6; a) geometrische Darstellung der möglichen Stapelfehlerebenen und die Spuren mit Foliennormale (001), b) Querschnittsdarstellung der beiden Stapelfehler und ihre Neigung mit der Oberfläche der Probe.

Aus der Abbildung 3.2.5.a. ist zu erkennen, dass der Streifenkontrast des Stapelfehlers I mit  $\vec{g}=(-2-20)$  dunkel ist. Daher ist im Hellfeldbild  $\alpha < 0$ . Deshalb kann  $\alpha$  mit  $\vec{g}=(-2-20)$  und  $\vec{R}_1$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R}_1 = -2\pi/3$  haben, wobei  $\vec{R}_1 = -1/3[\bar{1}\bar{1}1]$  ist. Daher ist  $\cos\beta < 0$  und der Winkel  $\beta$  zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}$  ist ein stumpfer Winkel. Es ist in der Abbildung 3.2.6 zu sehen, dass der Winkel  $\beta$  zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}$  stumpf ist und  $144^\circ$  beträgt. Der Winkel zwischen  $\vec{g}$  und SFN (Stapelfehlernormal (-1-11)) ist spitz und beträgt  $35^\circ$ . Wie in der geometrische Darstellung 3.2.6 dargestellt wurde, liegt der Stapelfehler I schräg zur Probenoberfläche auf einer (1-11)-Ebene. Durch die angegebenen Kontrastskriterien kommt für der Stapelfehler 1 ein möglicher Verschiebungsvektor  $\vec{R}_1 = -1/3[\bar{1}\bar{1}1]$  in Frage. Aus Tabelle III nach Gevers, Amelinckx et al. [23] ist zu erkennen, wenn der Winkel zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}$  stumpf ist und im Hellfeldbild äußeren Streifen dunkel ist, handelt es sich um einen *extrinsischen Stapelfehler*.

Aus der Abbildung 3.2.5.a. ist zu erkennen, dass der Streifenkontrast des Stapelfehlers II mit  $\vec{g}=(-2-20)$  hell ist. Daher ist im Hellfeldbild  $\alpha > 0$ . Deshalb kann  $\alpha$  mit  $\vec{g}=(-2-20)$  und  $\vec{R}_2$  den

Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R}_2 = +2\pi/3$  haben, wobei  $\vec{R}_2 = -1/3[111]$  ist. Daher ist  $\cos\beta > 0$  und der Winkel  $\beta$  zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}_2$  ist ein spitzer Winkel. Es ist in der Abbildung 3.3.6 zu sehen, dass der Winkel  $\beta$  zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}_2$  spitz ist und  $35^\circ$  beträgt. Der Winkel zwischen  $\vec{g}$  und SFN (Stapelfehlernormal (111)) ist spitz und beträgt  $144^\circ$ . Wie man in der geometrische Darstellung 3.2.6 sieht, liegt der Stapelfehler II schräg zur Probenoberfläche auf einer (111)-Ebene und er ist von top der Folie nach bottom durchgelaufen. Durch die angegebenen Kontrastskriterien kommt ein möglicher Verschiebungsvektor  $\vec{R}_2 = -1/3[111]$  für den Stapelfehler II in Frage. Aus Tabelle III ist zu erkennen, wenn der Winkel zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}$  spitz ist und im Hellfeldbild äußeren Streifen hell ist, dann handelt es sich um einen *extrinsischen Stapelfehler*.

Die Abbildungen 3.2.7 (a, b) zeigen Hellfeldbilder einer *helical (spiralförmigen)* Versetzungskonfiguration, die in verschiedenen Ebene liegen. Diese Versetzungskonfiguration wurde unter Anregung des  $\vec{g}=(2-20)$  bzw.  $\vec{g}=(-2-20)$ -Reflexes in der Nähe des [001]-Pols fotografiert. Sie besteht aus vier Versetzungssegmenten, welche mit VSI bis IV gekennzeichnet sind. Man sieht, dass mit den beiden  $\vec{g}$ -Reflexen die Versetzungen sichtbar sind. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{b} \neq 0$ . Abbildung 3.2.7.a zeigt die Versetzungskonfiguration mit dem  $\vec{g}=(2-20)$ -Reflex. Mit  $\vec{g}=(2-20)$  zeigt das Versetzungssegment VS-II, welches entlang der [110]-Richtung liegt, einen starken Kontrast hat. Das Versetzungssegment VS-II liegt entlang einer projizierenden [110]-Richtung. Abbildung 3.2.7.b zeigt die Versetzungskonfiguration mit dem  $\vec{g}=(-2-20)$ -Reflex. Mit  $\vec{g}=(-2-20)$  zeigt das Versetzungssegment VS-I, welches entlang einer projizierenden [1-10]-Richtung liegt, und einen starken Kontrast hat.

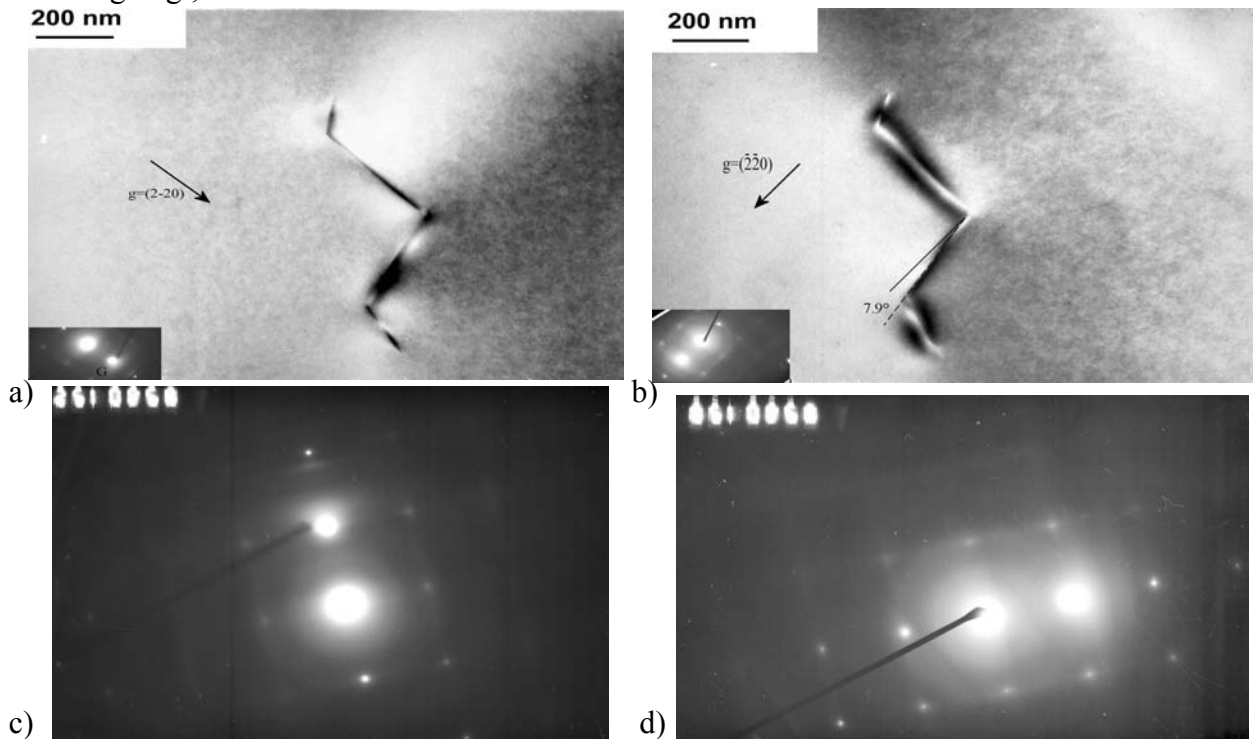


Abbildung 3.2.7 a); Hellfeldbild Aufnahme eine Versetzungskonfiguration unter Anregung des  $\vec{g}=(2-20)$ -Reflexes, b) Hellfeldbild Aufnahme dieselbe Stelle unter Anregung des  $\vec{g}=(-2-20)$ -Reflexes, Vergrößerung 50000X c, d) HF Beugungsbildern im Zweistrahlfall mit dem  $\vec{g}=(2-20)$ - bzw.  $\vec{g}=(-2-20)$ -Reflex in der Nähe des [001]-Pols. Der  $\vec{g}$ -Strahl des Hellfeldbildes wurde im Beugungsbild (Abbildung 3.2.7.c) mit dem Zeiger markiert.

Der Nullstrahl wurde im HF Beugungsbild 3.2.7.d mit dem Zeiger markiert. Abbildung 3.2.8 zeigt eine weak-beam- Aufnahme der Versetzungskonfiguration. Es wurde der  $\vec{g}$ -Vektor mit  $\vec{g}/3\vec{g}$ , wobei  $\vec{g}=(2-20)$  ist, angeregt. Es ist zu erkennen, dass sich heller und dunkler Kontrast entlang der Versetzungslinie periodisch abwechseln.

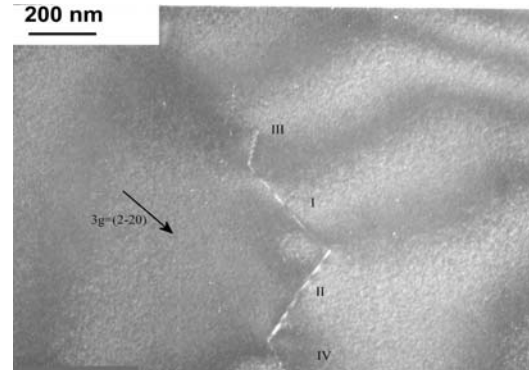


Abbildung 3.2.8; weak-beam- Aufnahme dieselbe Versetzungskonfiguration unter Anregung  $\vec{g}/3\vec{g}$ , wobei  $\vec{g}=(2-20)$ -Reflex, Vergrößerung 50000X

Abbildung 3.2.9 zeigt eine schematische Orientierung der Versetzung, welche mit I-IV gekennzeichnet sind. In der Abbildung sieht man, dass das Versetzungssegment VS-I entlang einer projizierende  $[1-10]$ -Richtung liegt. Daher liegt sie vermutlich auf einer  $(111)$ -Ebene. Der Winkel zwischen  $\vec{g}=(2-20)$  und ihre projizierende Richtung beträgt  $8^\circ$ . Das Versetzungssegment (VS-II) besitzt eine projizierende Richtung entlang der  $[-1-10]$ -Richtung.

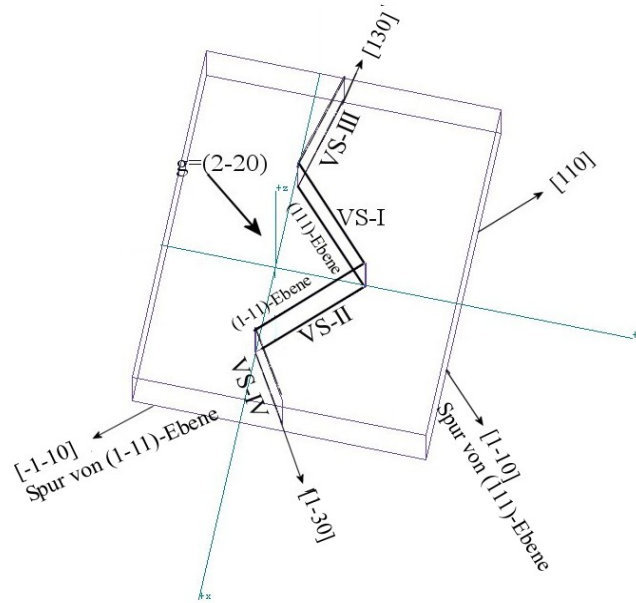


Abbildung 3.2.9; schematische Darstellung der Orientierung von einer helical Versetzungskonfiguration

Das Versetzungssegment VS-III liegt entlang einer nicht üblichen  $[130]$ -Richtung. Der Winkel zwischen  $\vec{g}=(2-20)$  und ihrer projizierenden Richtung beträgt  $60^\circ$ . Die Versetzung (VS-IV) liegt entlang einer projizierenden  $[1-30]$ -Richtung. Der Winkel zwischen  $\vec{g}=(2-20)$  und ihre projizierende Richtung beträgt  $27.8^\circ$ . Man sieht die Änderung der Richtungen der Versetzung. In der Abbildung 3.2.9 ist eine plötzliche Änderung der Versetzungslinie bzw. Versetzungsrichtung, entweder von der  $[130]$ -Richtung zur  $[1-10]$ -Richtung, dann zur  $[-1-10]$ -Richtung, und schließlich zur  $[1-30]$ -Richtung. Aus nur zwei  $\vec{g}$ -Reflexen und ohne Auslöschung können nicht die genaue Burgersvektoren für die Versetzungssegmente VS3 bzw. VS4 (sowie  $b_3$  und  $b_4$ ) bestimmt werden. Die Kontraste deuten daraufhin, dass der Kontrast von einer Versetzung mit dem Burgersvektor  $\vec{b} = a/2[\bar{1}01]$  erklärt werden konnte.

### 3.3. Probenserie SiO<sub>x</sub>4 (XTEM)

In der Probe SiO<sub>x</sub>4 (XTEM) wurden oxidationsinduzierte Stapelfehler (OSF) beobachtet. In diesen Proben wurden auch Versetzungen beobachtet, die geradförmige bzw. sechseckige Form hatten. Die Präzipitate treten im Vergleich mit alle andere Probenserien dicht in der Umgebung der Defekte auf.

Abbildung 3.3.1 (a) zeigt ein Hellfeldbild mit zwei OSF Stapelfehler, welche mit den Buchstaben (A) und (D) gekennzeichnet sind. Die Abbildung wurde unter Anregung des  $\vec{g} = (00-4)$ -Reflexes im Zweistrahlfall in der Nähe des [110]-Pols mit  $\vec{s} = 0$  aufgenommen. In der Abbildung 3.3.1 sieht man, dass beide Stapelfehler unter Anregung des  $\vec{g} = (00-4)$ -Reflexes sichtbar sind. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R} \neq 0$  für die beide Stapelfehler.

In der Abbildung 3.3.1 (a) ist zu sehen, dass der äußere Streifenkontrast des Stapelfehlers A dunkel ist. Daher ist  $\alpha < 0$  für den Stapelfehler A. Daher kann  $\alpha$  mit dem  $\vec{g} = (00-4)$ -Reflex folgende Werte  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R} = -2\pi/3$  haben, wobei  $\vec{R}_A = -1/3[11\bar{1}]$  ist. Der OSF Stapelfehler D ist ebenfalls im Bild 3.3.1.a sichtbar. Daher gilt für den Stapelfehler D auch  $\vec{g} \cdot \vec{R}_D \neq 0$ . Man sieht im Bild, dass der Stapelfehler auf einer projizierenden Ebene liegt. Aus der Kontrastanalyse (Tabelle A-I) für den Stapelfehler D mit  $\vec{g} = (00-4)$ -Reflex ist zu erkennen, dass  $\alpha$  mit dem  $\vec{g} = (00-4)$ -Reflex folgenden Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R}_D = -2\pi/3$  hat, wobei  $\vec{R}_D = -1/3[\bar{1}11]$  ist. Die Ergebnisse der Kontrastanalyse sind in der folgenden Tabelle A-I ausgeführt.

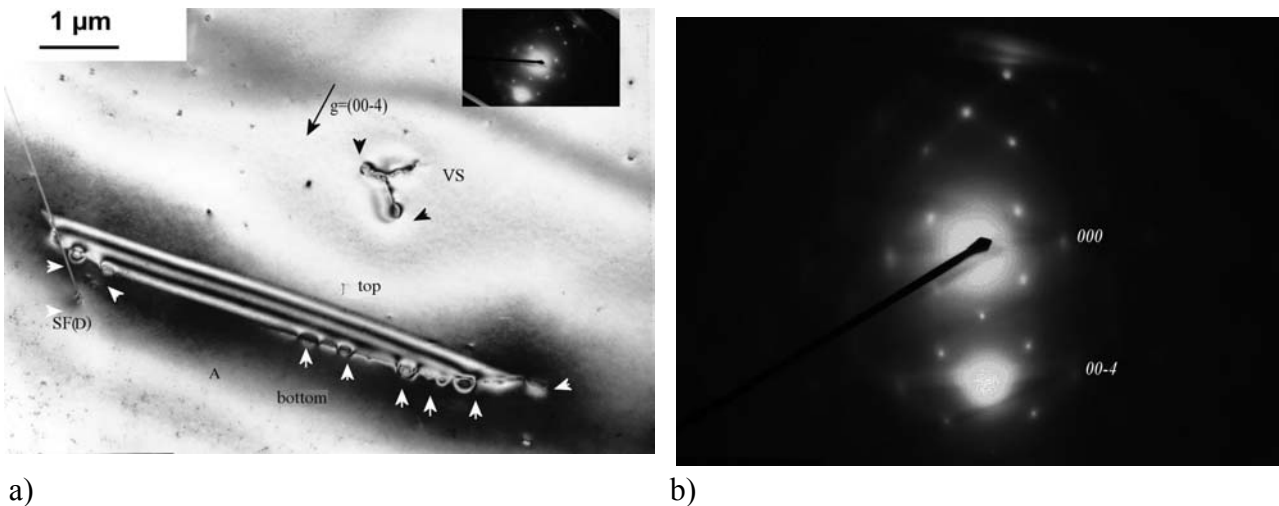


Abbildung 3.3.1; a) Hellfeldbild von zwei Stapelfehlern bei  $s > 0$  unter Anregung des  $\vec{g} = (00-4)$ -Reflexes in Nähe des [110]-Pols, Vergrößerung 10000X, b) HF Beugungsbild im Zweistrahlfall unter Anregung des  $\vec{g} = (00-4)$ -Reflexes in der Nähe des [110]-Pols.

Außerdem ist in der Abbildung ein Versetzungsknoten, welcher mit VS gekennzeichnet ist, zu erkennen. Er besteht aus drei Versetzungen mit drei verschiedenen Burgersvektoren. Man sieht klar die Ausscheidungen, die in dem Versetzungsknoten agglomeriert sind. Außerdem ist in Abbildung 3.3.1 zu sehen, dass der Kontrast durch das Spannungsfeld SiO<sub>2</sub>-Ausscheidungen stark beeinflusst wurde. Man sieht in der obigen Abbildung, dass eine beträchtliche Nukleation von der SiO<sub>2</sub>-Ausscheidungen an der berandenden Partialversetzung bzw. Stapelfehler A zu erkennen ist.

Die Spur in der  $[1-10]$ -Richtung ist die Spur von Stapelfehler A. Daher liegt der Stapelfehler A schräg zur Probenoberfläche auf einer  $(11-1)$ -Ebene. Die Spur in der  $[-11-2]$ -Richtung ist die Spur von dem Stapelfehler D, er liegt auf einer  $(-111)$ -Ebene.

Abbildung 3.3.2 zeigt die Orientierung der möglichen Stapelfehlerebenen. In der Abbildung 3.4.2 ist zu sehen, dass Stapelfehler A sich mit der Folie entlang der Spur  $[1-10]$  schneidet, und entlang der  $[1-10]$ -Richtung liegt. Wie in der Abbildung 3.3.1 gezeigt, liegt Stapelfehler A schräg zur der Folieoberfläche auf einer  $(11-1)$ -Ebene und läuft von der Oberseite (top) nach Unterseite der Folie (bottom) durch.

In der Abbildung 3.3.2 sieht man den Stapelfehler A mit der Spur einer  $(11-1)$ -Ebene. Daher schneidet er sich mit der Folie entlang der Spur  $[1-10]$ -Richtung. Daher liegt der Stapelfehler A schräg zur Probenoberfläche auf einer  $(11-1)$ -Ebene. Die Spur in der  $[-11-2]$ -Richtung ist die Spur von Stapelfehler D. Der Stapelfehler D besitzt eine Schnittlinie mit der Folienoberfläche entlang der Spur  $[-11-2]$  und daher liegt er auf einer  $(-111)$ -Ebene. Man sieht in der Abbildung 3.3.2 (b), dass der Vektor  $\vec{g}$  vom dunklen äußeren Streifen weg zeigt und von top des Stapelfehlers nach links des Stapelfehlers orientiert ist.

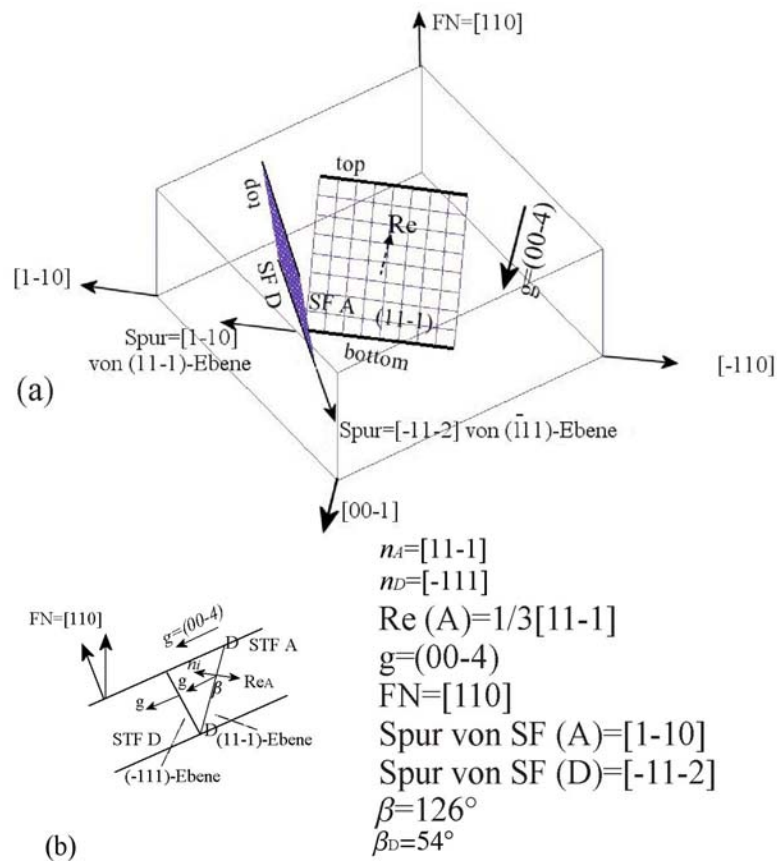


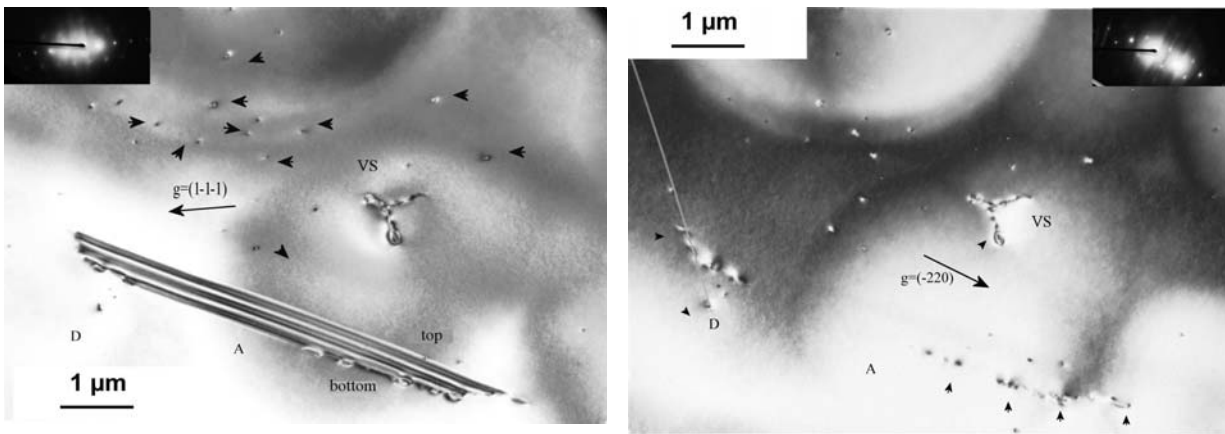
Abbildung 3.3.2; geometrische Darstellung der möglichen Stapelfehlerebenen A bzw. D und die Spuren dieser Stapelfehler mit Foliennormale  $[110]$



$\vec{g} \cdot \vec{R}$ für Stapelfehler A und D		
$\vec{g}$	STF A	STF D
$\vec{g} = (1-1-1)$	-1/3	+1/3
$\vec{g} = (-220)$	0	-4/3
$\vec{g} = (00-4)$	-4/3	4/3
$\vec{g} = (004)$	4/3	-4/3
SF-Ebene	$(11\bar{1})$	$(\bar{1}11)$
$\vec{n}_i$	$(11\bar{1})$	$(\bar{1}11)$
$\vec{R}$	$-1/3[11\bar{1}]$	$-1/3[\bar{1}11]$

Tabelle A-I; die Ergebnisse der Kontrastanalyse Werte  $\vec{g} \cdot \vec{R}$  für verschiedene Reflexen

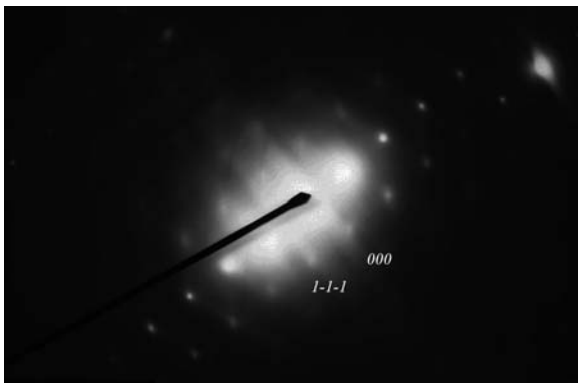
Abbildung 3.3.3 (a) zeigt im Hellfeldbild dieselbe Stapelfehler im Zweistrahlfall in der Nähe des  $[110]$ -Pols. Die Abbildung wurde unter Anregung des  $\vec{g} = (1-1-1)$ -Reflexes im Zweistrahlfall aufgenommen. In der Abbildung 3.3.3 (a) ist zu sehen, dass der Stapelfehler D ausgelöscht ist.



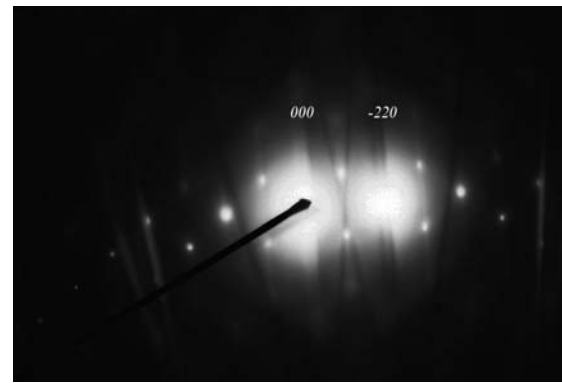
a)

b)

Abbildung 3.3.3 (a); Hellfeldbild Aufnahme dieselbe Stapelfehlern, wobei der Stapelfehler D ausgelöscht ist, im Zweistrahlfall in leicht  $s>0$  unter Anregung des  $\vec{g} = (1-1-1)$ -Reflexes in der Nähe des  $[110]$ -Pols,



c)



d)

b) Hellfeldbild Aufnahme dieselben Stapelfehler, wobei der Stapelfehler A ausgelöscht ist, im Zweistrahlfall unter Anregung von  $\vec{g} = (-220)$ , Vergrößerung 10000x, c, d) HF Beugungsbild im Zweistrahlfall unter Anregung des  $\vec{g} = (1-1-1)$ - bzw.  $\vec{g} = (-220)$ -Reflexes in der Nähe des  $[001]$ -Pols

Daher gilt  $\vec{g} \cdot \vec{R}_D = +1/3$  für Stapelfehler D mit dem  $\vec{g} = (1-1-1)$ -Reflex. Deshalb kann  $\alpha$  für den Stapelfehler D mit  $\vec{g} = (1-1-1)$  und  $R_D$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R}_D = 2\pi/3$  haben. Dagegen im Bild (a) ist der Stapelfehler A mit  $\vec{g} = (1-1-1)$  sichtbar. Es ist zu erkennen, dass der äußere Streifenkontrast des Stapelfehlers A mit dem  $\vec{g} = (1-1-1)$ -Reflex dunkel ist.

Daher ist  $\alpha < 0$ . Deshalb kann  $\alpha$  mit  $\vec{g} = (1-1-1)$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R}_A = -2\pi/3$  haben. Die Abbildung 3.3.3 (b) zeigt dieselbe Stelle unter Anregung des  $\vec{g} = (-220)$ -Reflexes. In der Abbildung 3.3.3 (b) sieht man den Stapelfehler D, welcher auf einer projizierenden (1-11)-Ebene liegt. Mit dem  $\vec{g} = (-220)$ -Reflex ist der Stapelfehler D sichtbar. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R}_D \neq 0$  für den Stapelfehler D. Dagegen ist der Stapelfehler A vollständig ausgelöscht. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R}_A = 0$ . Mit dem  $\vec{g} = (-220)$ -Reflex kann  $\alpha$  für den Stapelfehler D den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R}_D = -2\pi/3$  annehmen. Mit dem gleichen Reflex für den Stapelfehler A gilt  $\alpha = 0$ . Es ist im Bild 3.3.3 (b) zu sehen, dass die berandenden Partialversetzung unter Anregung des  $\vec{g} = (-220)$ -Reflexes auch ausgelöscht ist. Die Ausscheidungen sind aber zu erkennen, die an der ausgelöschter Partialversetzung nukleiert sind.

Aus der Kontrastanalyse (Tabelle A-I) ist zu erkennen, dass für den Stapelfehler A mit dem  $\vec{g} = (00-4)$ -Reflex  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R}_A = -2\pi/3$  ist. Daher ist  $\cos\beta < 0$ . Deshalb ist der Winkel  $\beta$  ein stumpfer Winkel. Wie man in der Abbildung 3.3.2 sieht, ist der Winkel  $\beta$  zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}_A$  stumpf und beträgt  $126^\circ$ , wobei der Verschiebungsvektor des Stapelfehlers A  $\vec{R}_A = -1/3[11\bar{1}]$  ist und nach unten zeigt. Daher liegt der Stapelfehler A schräg zur Probenoberfläche auf einer (11-1)-Ebene. Die Analyse des Streifenkontrasts zeigt, dass für den Stapelfehler A der Kontrast der äußeren Streifen an der Oberseite der Folie (top) und an der Unterseite der Folie (bottom) dunkel ist. Daher gilt mit dem  $\vec{g} = (00-4)$ -Reflex im Hellfeldbild  $\alpha < 0$ . Auch aus der Kontrastkriterium stimmt das  $\alpha = \vec{g} \cdot \vec{R}_A = -2\pi/3$  überein. Dagegen zeigt das Dunkelfeldbild einen komplementären Kontrast an der Oberseite der Folie, (d.h. helle Streifen) und einen gleichen Kontrast an der Unterseite der Folie (an der Unterseite der Folie ist der Kontrast der Streifen dunkel). Aus Tabelle III nach *Gevers, Amelinckx et al.* [23] ist zu erkennen, wenn der Winkel zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}$  stumpf ist und im Hellfeldbild äußeren Streifen dunkel sind, dann handelt es sich um einen *extrinsischen Stapelfehler*.

Die Abbildungen 3.3.4.a, b zeigen im Hellfeld- und Dunkelfeldbild zwei OSF Stapelfehler im Zweistrahlfall. Es wurden die Stapelfehler unter Anregung des  $\vec{g} = (1-1-1)$ -Reflexes in der Nähe des [110]-Pols aufgenommen. In der Abbildung 3.3.4 ist die  $\text{SiO}_2$ -Ausscheidungen zu erkennen, die an der berandenden Partialversetzung nukleiert wurden. Der Stapelfehler I ist mit dem  $\vec{g} = (1-1-1)$ -Reflex abgebildet und sichtbar. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R} \neq 0$ .

Man sieht im Hellfeldbild (Abbildung 3.3.4 a), dass der Kontrast der äußeren Streifen an der Oberseite bzw. Unterseite der Folie (top und bottom) dunkel ist. Daher ist  $\alpha < 0$  für den Stapelfehler I. Daher kann  $\alpha$  mit dem  $\vec{g} = (1-1-1)$ -Reflex den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R} = -2\pi/3$  haben, wobei  $\vec{R}_I = -1/3[111]$  ist.

Die Abbildung 3.3.4 (b) zeigt ein CDF Dunkelfeldbild von zwei Stapelfehlern unter Anregung von  $-\vec{g}$ . Man sieht im Bild, dass der Kontrast der äußeren Streifen an der Oberseite der Folie

(top) komplementären Kontrast zeigt und hell ist. Deshalb liegt der Stapelfehler 1 schräg auf einer (111)-Ebene und läuft von der Oberseite der Folie (top) nach Unterseite der Folie (bottom) durch. In der Abbildung 3.3.4 (c) wurde der Nullstrahl des Hellfeldbildes markiert. Der Stapelfehler II ist mit  $\vec{g} = (1-1-1)$  ausgelöscht. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R} = 0$ .

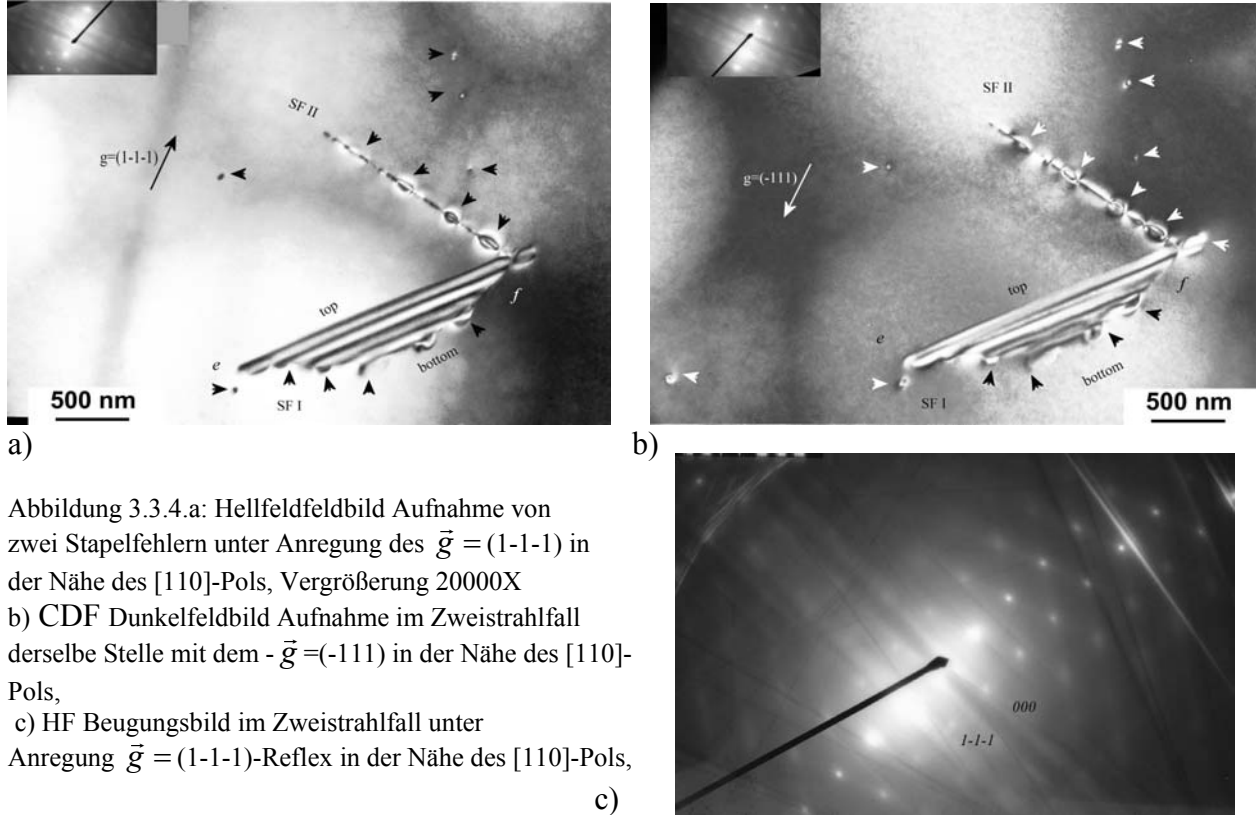


Abbildung 3.3.4.a: Hellfeldfeldbild Aufnahme von zwei Stapelfehlern unter Anregung des  $\vec{g} = (1-1-1)$  in der Nähe des [110]-Pols, Vergrößerung 20000X  
 b) CDF Dunkelfeldbild Aufnahme im Zweistrahlfall derselbe Stelle mit dem  $-\vec{g} = (-111)$  in der Nähe des [110]-Pols,  
 c) HF Beugungsbild im Zweistrahlfall unter Anregung  $\vec{g} = (1-1-1)$ -Reflex in der Nähe des [110]-Pols,

Wie vorher erwähnt ist, sind die Spuren der vier möglichen Stapelfehlerebenen mit der Foliennormale  $FN=(110)$ :

$$[-110], [1-10], [-112], [-11-2].$$

Die Spur in der [-110]-Richtung ist die Spur von Stapelfehler I. Daher liegt er (Stapelfehler I) schräg zur Probenoberfläche auf einer (111)-Ebene. Die Spur in der [-11-2]-Richtung ist die Spur von Stapelfehler II. Stapelfehler II liegt auf einer (-111)-Ebene und sein Verschiebungsvektor ist  $\vec{R}_2 = -1/3[\bar{1}11]$ .

In der Abbildung 3.3.5 sieht man die geometrische Orientierung der möglichen Stapelfehlerebenen. Man sieht im Bild 3.3.5 (b), dass der Vektor  $\vec{g}$  vom dunklen äußeren Streifen weg zeigt und von top des Stapelfehlers nach links orientiert ist (auch im Hellfeldbild 3.3.7 a). Der Winkel zwischen  $\vec{g}$  und SFN (Stapelfehlernormal (111)) ist spitz und beträgt  $54^\circ$ . Daher ist der Winkel  $\beta$  zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}$  stumpf und beträgt  $125^\circ$ . Daher kommt ein möglicher Verschiebungsvektor ist  $\vec{R}_1 = -1/3[111]$  in Frage. Wie in der geometrische Darstellung 3.3.5 dargestellt ist, liegt der Stapelfehler I mit Neigung  $36^\circ$  zur Probenoberfläche auf einer (111)-Ebene. Der Verschiebungsvektor des Stapelfehlers II ist  $\vec{R}_2 = -1/3[-111]$ .

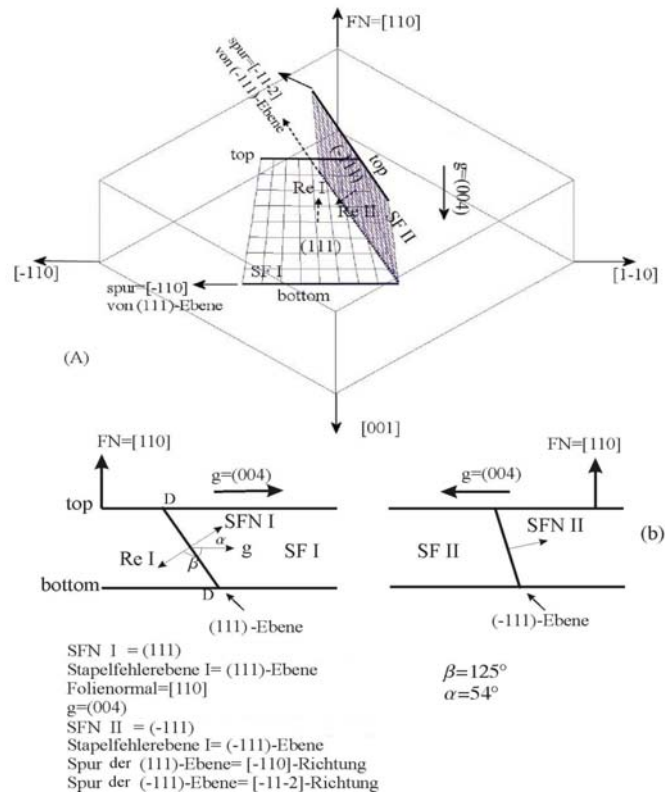
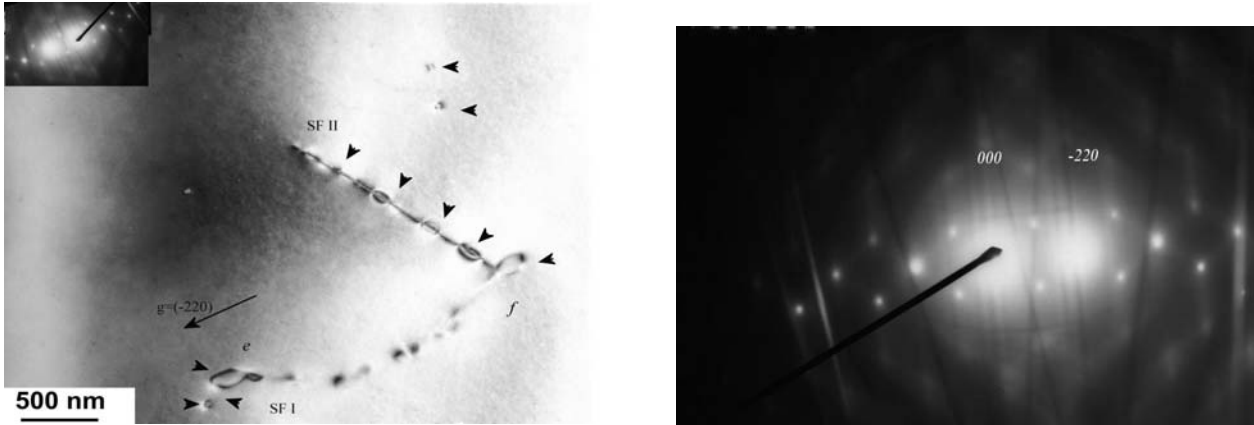


Abbildung 3.3.5; a) geometrische Darstellung der möglichen Stapelfehlerebenen und die Spuren mit Foliennormale [110], b) Querschnittsdarstellung der beiden Stapelfehler und ihre Neigung mit der Oberfläche der Probe.

$\vec{g} \cdot \vec{R}$ für Stapelfehler I und II		
$\vec{g}$	STF I	STF II
$\vec{g}_1 = (1-1-1)$	1/3	-1
$\vec{g}_2 = (-220)$	0	-4/3
$\vec{g}_3 = (00-4)$	4/3	4/3
$\vec{g}_4 = (004)$	-4/3	-4/3
SF-Ebene	(111)	( $\bar{1}$ 11)
$\vec{R}$	$-1/3[111]$	$-1/3[\bar{1} 11]$

Tabelle A-II; die Ergebnisse der Kontrastanalyse für die Stapelfehler I und II

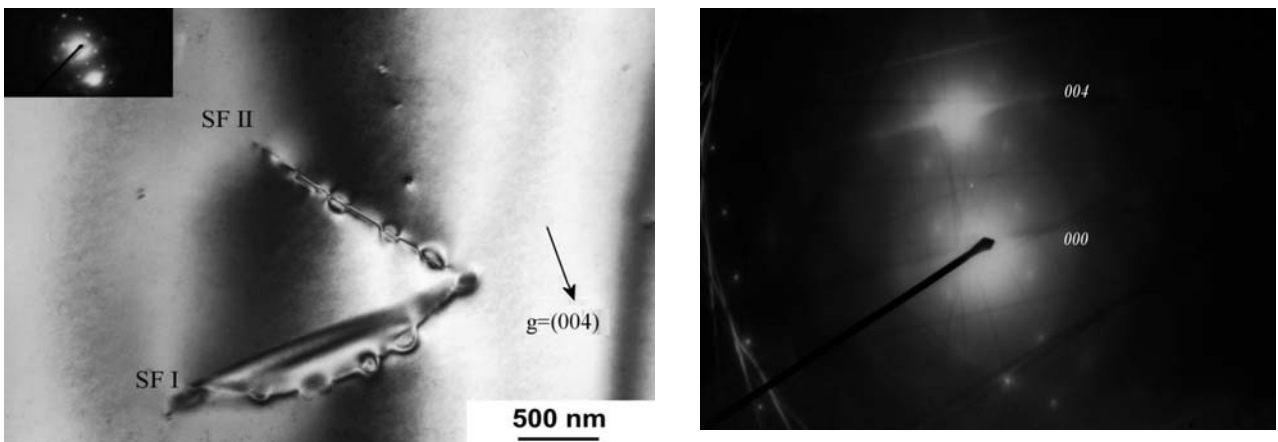
Abbildung 3.3.6 (a) zeigt Stapelfehler unter Anregung des  $\vec{g} = (-220)$ -Reflexes mit  $\bar{s} \geq 0$  in der Nähe des [110]-Pols. Man sieht im Bild 3.3.6.a, dass der Stapelfehler I mit dem  $\vec{g} = (-220)$ -Reflex vollständig ausgelöscht ist. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R} = 0$  für den Stapelfehler 1. Deshalb kann  $\alpha$  mit dem  $\vec{g} = (-220)$ -Reflex nur den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R} = 0$  haben, wobei  $\vec{R}_1 = -1/3[111]$  ist. Dagegen ist der Stapelfehler II sichtbar unter Anregung des gleichen Reflexes. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R}_2 \neq 0$ . Deshalb kann  $\alpha$  mit dem  $\vec{g} = (-220)$ -Reflex und  $\vec{R}$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R} = -2\pi/3$  haben, wobei  $\vec{R}_2 = -1/3[\bar{1} 11]$  ist.



a) b)  
 Abbildung 3.3.6 (a); Hellfeldbild im Zweistrahlfall unter Anregung des  $\vec{g} = (-220)$ -Reflexes in der Nähe des [110]-Pols, 20000X fache Vergrößerung, b) HF Beugungsbild im Zweistrahlfall unter Anregung des  $\vec{g} = (-220)$ -Reflexes bei  $\vec{s} \geq 0$  in der Nähe des [110]-Pols.

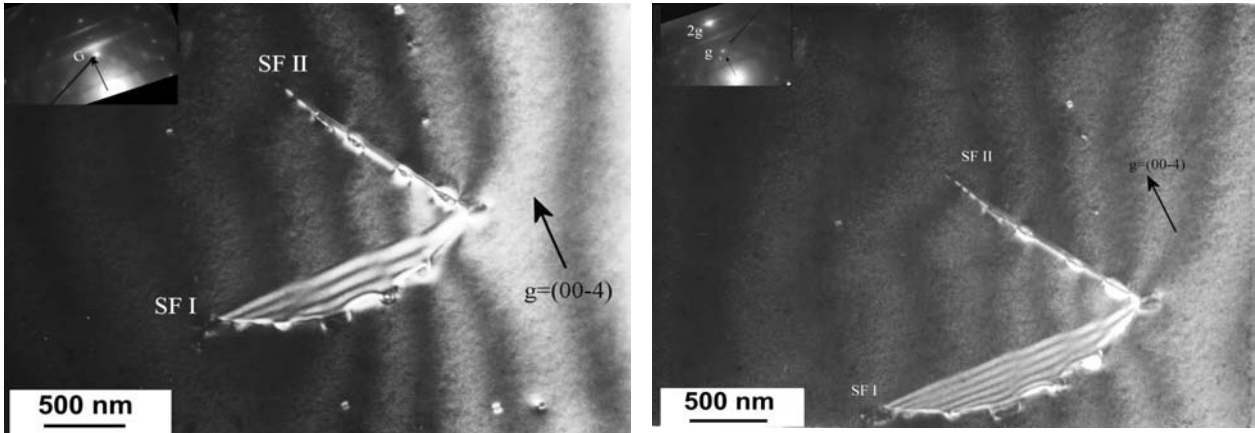
In der Abbildung 3.3.6 (b) wurde der Nullstrahl des Hellfeldbildes mit dem Zeiger markiert. In der Abbildung 3.3.6 (a) ist deutlich die starke Anlagerung der  $\text{SiO}_2$ -Ausscheidungen an den projizierenden OSF Stapelfehlern zu erkennen.

Die Abbildungen 3.3.7 (a, b) zeigen im Hellfeld- und Beugungsbild dieselben OSF Stapelfehler, die unter Anregung des  $\vec{g} = (004)$ -Reflexes abgebildet sind. Die beiden Stapelfehler sind mit dem  $\vec{g} = (004)$ -Reflex sichtbar und zeigen einen starken Kontrast bei  $\vec{s} = 0$ . Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R} \neq 0$ . Deshalb kann  $\alpha$  mit dem  $\vec{g} = (004)$ -Reflex und  $\vec{R}_i$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R} = -2\pi/3$  haben, wobei  $\vec{R}_1 = -1/3[111]$  und  $\vec{R}_2 = -1/3[\bar{1}11]$  sind. In dieser Abbildung ist die Ausweichen der Dickekонтuren, die durch das Spannungsfeld zwischen den beiden Stapelfehler beeinflusst werden, zu erkennen. Man sieht im Bild diese Verschiebung des Dickekонтurkontrasts, wo die Dickekонтuren von  $\vec{s} = 0$  abgewichen.



a) b)  
 Abbildung 3.3.7 a) Hellfeldfeldbild dieselbe Stapelfehlern mit dem  $\vec{g} = (004)$ -Reflex in der Nähe [110]-Pol, Vergrößerung 20000X, b) HF Beugungsbild im Zweistrahlfall unter Anregung von  $-\vec{g}$  in der Nähe des [110]-Pols

Abbildung 3.3.7 (a) zeigt eine weak-beam Aufnahme von einen solchen Stapelfehlern bei  $\bar{s} \ll 0$ . Es wurde der Beugungsvektor  $\bar{g}$  mit  $\bar{g}/1.5 \bar{g}$ , wobei  $\bar{g}=(00-4)$ -Reflex ist, angeregt. Abbildung 3.3.7.b zeigt eine weak-beam Aufnahme. Es wurde der Beugungsvektor  $\bar{g}$  mit  $\bar{g}/2 \bar{g}$  angeregt. In der Abbildung 3.3.7 (b) ist zu erkennen, dass die Verschiebung der Dickenkonturen bis zum vierten Maximum ergibt.



a) Abbildung 3.3.7 (a, b); weak-beam Aufnahme, dieselbe Stapelfehlerkonfiguration unter Anregung von  $\bar{g}/1.5 \bar{g}$ , wobei  $\bar{g}=(00-4)$ -Reflex ist, Vergrößerung 20000X, b) weak-beam Aufnahme, dieselbe Stelle unter Anregung von  $\bar{g}/2 \bar{g}$ ,



c) DF Beugungsbild unter Anregung von  $\bar{g}/2 \bar{g}$ , wobei  $-\bar{g}=(00-4)$ -Reflex ist, bei  $\bar{s}=0$  in der Nähe des  $[110]$ -Pols,

Mit dem  $\bar{g}=(004)$ -Reflex sind die beide Stapelfehler sichtbar (Abbildung 3.3.7). Daher ist  $\bar{g} \cdot \bar{R} \neq 0$ . Aus den Ergebnissen der Kontrastanalyse (Tabelle A-I) ist für den Stapelfehler 1 zu erkennen, dass  $\alpha$  mit dem  $\bar{g}=(004)$ -Reflex und  $\bar{R}_1$  folgende Werte  $\alpha = 2\pi\bar{g} \cdot \bar{R} = -2\pi/3$  haben kann, wobei  $\bar{R}_1 = -1/3[111]$  und  $\bar{R}_2 = -1/3[\bar{1}11]$  sind. Daher ist  $\cos\beta < 0$ . Deshalb ist der Winkel  $\beta$  ein stumpfer Winkel. Der Stapelfehler 2 ist mit  $\bar{g}=(220)$  vollständig ausgelöscht. Wie man im Bild 3.3.6 sieht, ist der Stapelfehler 2 mit dem gleichem Reflex sichtbar. Daher ist  $\bar{g} \cdot \bar{R}_1 = 0$  für den Stapelfehler 1. Aus den Ergebnissen der Kontrastanalyse ist für den Stapelfehler 1 zu erkennen, dass  $\alpha$  mit dem  $\bar{g}=(220)$ -Reflex den Wert  $\alpha = 2\pi\bar{g} \cdot \bar{R} = 0$  haben kann, wobei  $\bar{R}_1 = -1/3[111]$  ist. Für den Stapelfehler 2 ist  $\bar{g} \cdot \bar{R}_2 \neq 0$  und deshalb kann  $\alpha$  mit

dem  $\vec{g} = (-220)$ -Reflex und  $\vec{R}$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R} = -2\pi/3$  haben, wobei  $\vec{R}_2 = -1/3[\bar{1}11]$  ist. Man sieht im Hellfeldbild (Abbildung 3.3.4 a), dass der Kontrast der äußeren Streifen an der Oberseite bzw. Unterseite der Folie (top und bottom) dunkel ist. Daher ist  $\alpha < 0$  für den Stapelfehler 1. Dagegen zeigt im CDF Dunkelfeldbild der Stapelfehler 1 einen komplementären Kontrast in der äußeren Streifen an der Oberseite der Folie (top) Kontrast und ist hell.  $\alpha$  kann mit dem  $\vec{g} = (1-1-1)$ -Reflex den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R} = -2\pi/3$  haben, wobei  $\vec{R}_1 = -1/3[111]$  ist. Daher ist  $\cos\beta < 0$ . Deshalb ist der Winkel  $\beta$  ein stumpfer Winkel. Wie man in der Abbildung 3.3.5 sieht, ist der Winkel  $\beta$  zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}_1$  stumpf und beträgt  $126^\circ$ , wobei der Verschiebungsvektor des Stapelfehlers 1  $\vec{R}_1 = -1/3[111]$  ist und nach unten zeigt. Deshalb liegt der Stapelfehler 1 schräg auf einer (111)-Ebene und läuft von der Oberseite der Folie (top) nach Unterseite der Folie (bottom) durch. Aus der Kontrastanalyse ist für den projizierenden Stapelfehler 2 zu erkennen, dass  $\alpha$  mit  $\vec{g} = (1-1-1)$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R} = -2\pi$  haben kann, wobei  $\vec{R}_2 = -1/3[\bar{1}11]$  ist. Man sieht im Bild 3.4.4, dass der Stapelfehler 2 mit  $\vec{g} = (1-1-1)$  ausgelöscht ist. Daher ist der einzige mögliche Verschiebungsvektor  $\vec{R}_2 = -1/3[\bar{1}11]$ . Deshalb liegt der Stapelfehler auf einer projizierenden (-111)-Ebene. Weil Winkel zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}$  stumpf ist, handelt es sich um einen *extrinsischen Stapelfehler*.

Die Partialversetzungen  $e$  und  $f$ , welche den STF 1 berandet haben, wurden als Frank-Partialversetzungen identifiziert. Der Stapelfehler 1 liegt auf einer (111)-Ebene und besitzt einen Verschiebungsvektor  $\vec{R}_1 = -1/3[111]$ . Deshalb treten folgende mögliche Partialversetzungen in einer (111)-Ebene auf,  $\vec{b}_1 = 1/6[\bar{2}11]$ ,  $\vec{b}_2 = 1/6[11\bar{2}]$ ,  $\vec{b}_3 = 1/6[1\bar{2}1]$ ,  $\vec{b}_4 = -1/3[111]$ .

Wie man im Bild 3.3.4(a) sieht, sind die Partialversetzungen  $e$  und  $f$  mit  $\vec{g} = (1-1-1)$  sichtbar und zeigen Kontrast. Deshalb ist  $\vec{g} \cdot \vec{b} = -1/3$ . Im Bild 3.4.6.a ist zu erkennen, dass die Versetzungen  $e$  und  $f$  mit  $\vec{g} = (-220)$  und  $\vec{b}$  ausgelöscht sind. Daher gilt  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ . Im Bild 3.3.7.a sind die Partialversetzungen  $e$  und  $f$  mit  $\vec{g} = (-400)$  sichtbar und zeigen einen starken Kontrast. Deshalb ist  $\vec{g} \cdot \vec{b} = +4/3$ . Durch das angegebenen  $\vec{g} \cdot \vec{b}$ -Kontrastkriterien kommt nur ein möglicher Burgersvektor  $\vec{b}_4 = -1/3[111]$  für die Partialversetzungen  $e$  und  $f$  in Frage. Daher wurde die Partialversetzungen  $e$  und  $f$  als Frank-Partialversetzung identifiziert.

### 3.4 Probenserie SiOx1 (plan-view)

In der geätzten Proben SiOx1 wurden Stapelfehler mit begrenzenden Teilversetzungen und Ausscheidungen beobachtet. Die Präzipitate treten nicht dicht in der Umgebung der Defekte im Vergleich mit der andere Probenserie auf und ist ihre Durchmesser kleiner als Ausscheidungen in der nichtgeätzte SiOx1 (plan-view) Proben.

Abbildung 3.4.1 zeigt zwei Stapelfehler, welche mit der STF 1 und STF 2 gekennzeichnet sind, in den verschiedenen  $\{111\}$ -Ebenen im Zweistrahlfall mit  $\vec{g} = (-220)$  in der Nähe des  $[001]$ -Pols. Es wurden die Hellfeld- und die Dunkelfeldbilder unter Anregung der verschiedenen  $\vec{g}$ -Reflexe aufgenommen. Aus den Abbildungen ist zu erkennen, dass die beiden Stapelfehler durch Partialversetzungen berandet sind.

Aus der Abbildung 3.4.1.a sieht man, dass beide Stapelfehler unter Anregung des  $\vec{g} = (-220)$ -Reflexes sichtbar sind. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R} \neq 0$ . Es ist zu erkennen, dass die äußere Streifenkontraste der STF 1 und STF 2 unterschiedlich sind. Der Stapelfehler 1 zeigt im Bild (a) im Hellfeld einen dunklen Kontrast an der äußeren Streifen. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R}_1 \neq 0$  für den Stapelfehler 1 und  $\alpha$  mit  $\vec{g} = (-220)$  und  $\vec{R}_1$  kann den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R}_1 = -2\pi/3$  haben, wobei  $\vec{R}_1 = -1/3[\bar{1}11]$  ist.

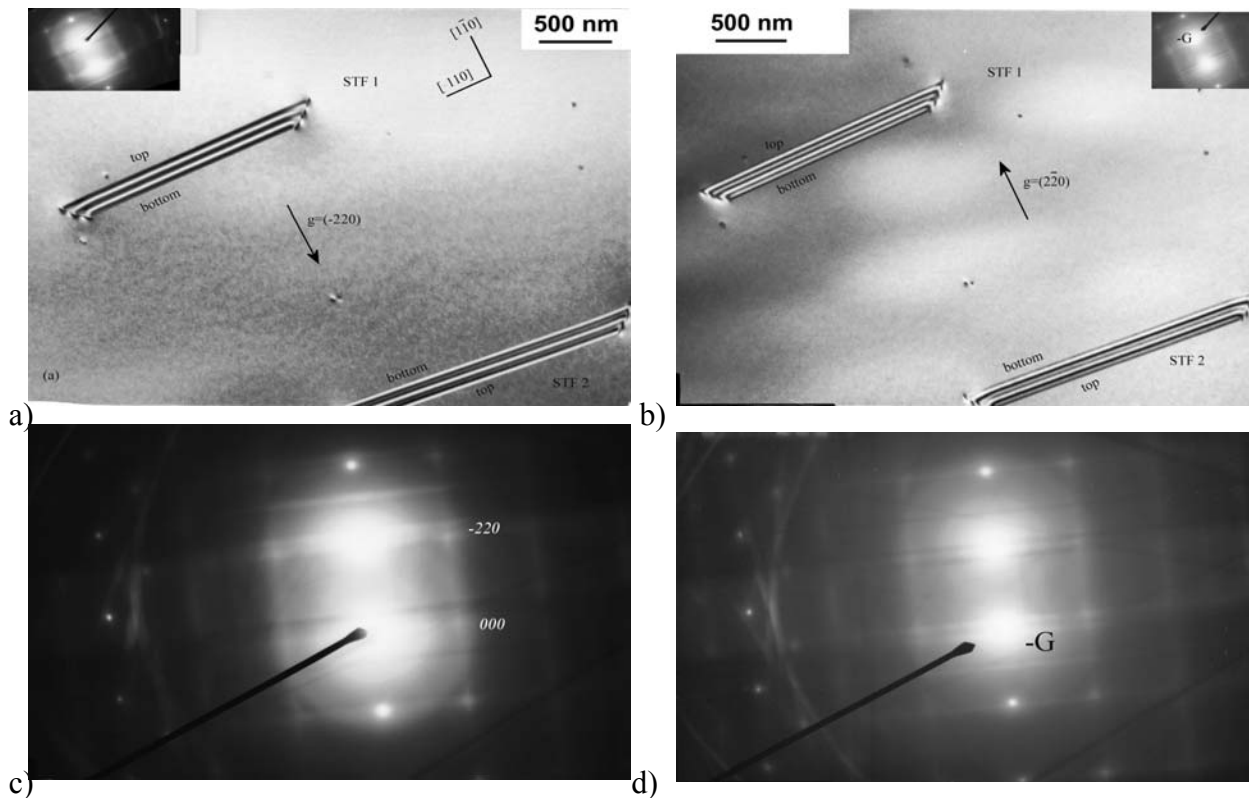


Abbildung 3.4.1 (a): Hellfeldbild Aufnahme von zwei Stapelfehlern im Zweistrahlfall mit  $\vec{g} = (-220)$  in der Nähe des  $[001]$ -Pols, b) CDF Dunkelfeldbild im Zweistrahlfall bei  $s > 0$  mit  $-\vec{g}$ , wobei  $\vec{g} = (2-20)$  ist, in der Nähe des  $[001]$ -Pols. c) HF Beugungsbild unter Anregung des  $\vec{g} = (-220)$ -Reflexes im Zweistrahlfall in der Nähe des  $[001]$ -Pols, d) DF Beugungsbild im Zweistrahlfall mit  $-\vec{g} = (2-20)$  in der Nähe des  $[001]$ -Pols

Außerdem ist im Bild (a) zu erkennen, dass auch der Stapelfehler 2 unter Anregung des  $\vec{g} = (-220)$ -Reflexes sichtbar ist. Man sieht, dass die äußeren Streifenkontraste des Stapelfehlers 2



im Hellfeld einen hellen Kontrast zeigen. Daher gilt  $\alpha > 0$  für den Stapelfehler 2. Deshalb kann  $\alpha$  mit  $\bar{g} = (-220)$  und  $\bar{R}_2$  den Wert  $\alpha = 2\pi\bar{g}\cdot\bar{R}_2 = +2\pi/3$  haben, wobei  $\bar{R}_2 = -1/3[1\bar{1}1]$  ist.

Abbildung 3.4.1 (b) zeigt ein CDF Dunkelfeldbild mit  $-\bar{g}$ , wobei  $-\bar{g} = (2-20)$  ist, im Zweistrahlfall in der Nähe des [001]-Pols. Es ist zu erkennen, dass der Streifenkontrast des Stapelfehlers 1 einen komplementären Kontrast an der Oberseite der Folie hat. Die Analyse des Streifenkontrasts zeigt für den Stapelfehler 1 im Dunkelfeld, dass der Kontrast der äußeren Streifen an der Oberseite der Folie (top) hell ist und dagegen ein gleicher Kontrast an der Unterseite der Folie, (d.h. dunkle Streifen), wie im Hellfeldbild 3.4.1 (a) existiert.

Abbildungen 3.4.1.c und d zeigen HF und DF Beugungsbilder im Zweistrahlfall in der Nähe des [001]-Pols. Der Nullstrahl des Hellfeldbildes wurde im Beugungsbild 3.4.1.c mit dem Zeiger markiert. Im Dunkelfeld Beugungsbild 3.4.1.d wurde der -G-Strahl mit dem Zeiger markiert. Die Ergebnisse der Kontrastanalyse sind in Tabelle D-I aufgelistet.

$\bar{g} \cdot \bar{R}$ für die Stapelfehler 1 und 2					
Bild	$\bar{g}$	STF 1	STF 2	$\beta_1$	$\beta_2$
3.4.1-4a	$\bar{g} = (-220)$	$-4/3$	$+4/3$	$35^\circ$	$144^\circ$
3.4.5.b	$\bar{g} = (-1-11)$	$-1/3$	$-1/3$	$70^\circ$	$70^\circ$
3.4.5.a	$\bar{g} = (11-1)$	$+1/3$	$-1/3$	$109^\circ$	$109^\circ$
3.4.7.b	$\bar{g} = (3-1-1)$	$+5/3$	$-1$	$150^\circ$	$58^\circ$
3.4.7.a	$\bar{g} = (3-1-1)$	$+5/3$	$-1$	$29^\circ$	$121^\circ$
3.4.8.a	$\bar{g} = (-311)$	$-5/3$	$+1$	$58^\circ$	$150^\circ$
3.4.8.b	$\bar{g} = (-13-1)$	$+1$	$+5/3$	$121^\circ$	$29^\circ$
	$\bar{g} = (1-31)$	$-1$	$+5/3$		
STF -Ebene		$(\bar{1}11)$	$(1\bar{1}1)$		
$\bar{R}$		$\bar{R} = -1/3[\bar{1}11]$	$\bar{R} = -1/3[1\bar{1}1]$		

Tabelle D-I, Die Ergebnisse der Kontrastanalyse für verschiedene Reflexen beim Pol [001] und beim Pol [112] und Winkel zwischen den Verschiebungsvektoren der STF 1 und STF 2 und  $\bar{g}$ .

wobei  $\beta_1, \beta_2$  der Winkel zwischen  $\bar{g}$  und Stapelfehlernormale 1 (STFN 1= $(-111)$ ) und Stapelfehlernormale 2 (STFN 2= $(1-11)$ ) ist. Die Spuren dieser Stapelfehlerebenen mit der Foliennormale FN= $(001)$  sind parallel zu  $[110]$ .

Die Spuren von Stapelfehler I und II liegen beide parallel zu  $[110]$ , daher kommen die Ebenen  $(\bar{1}11)$  und  $(1\bar{1}1)$  für diese Stapelfehler in Frage. Aus dem Vergleich mit Hellfeldbild und Dunkelfeldbild zeigt die Lage von top und bottom, und so die genaue Zuordnung der Ebenen.

Abbildung 3.4.2 zeigt die geometrische Orientierung der möglichen Stapelfehlerebenen und deren Spuren mit der Foliennormale  $(001)$ . In der Abbildung 3.4.2 ist zu sehen, dass der Stapelfehler 2 sich mit der Folie entlang der Spur  $[-1-10]$  schneidet. Daher liegt der Stapelfehler 2 schräg zur Probenoberfläche auf einer  $(1-11)$ -Ebene. Außerdem sieht man, dass der Stapelfehler 1 die Spur  $[110]$  besitzt. Daher ist zu erkennen, dass der Stapelfehler 1 schräg zur Probenoberfläche auf einer  $(-111)$ -Ebene liegt.

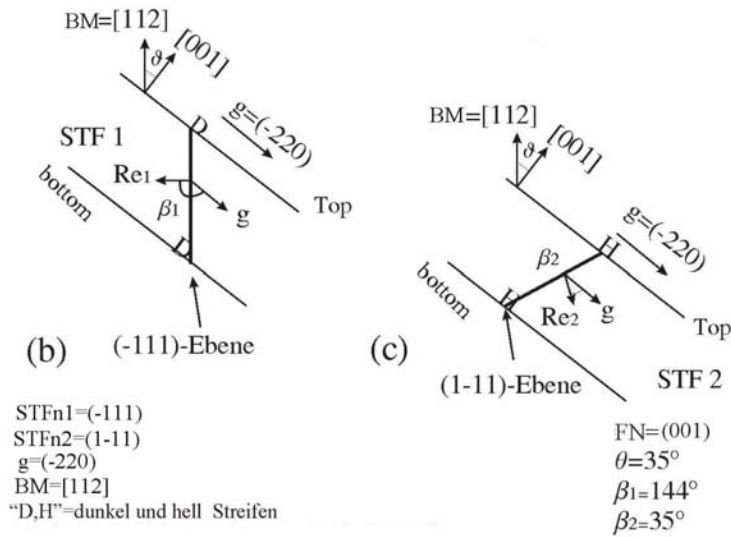
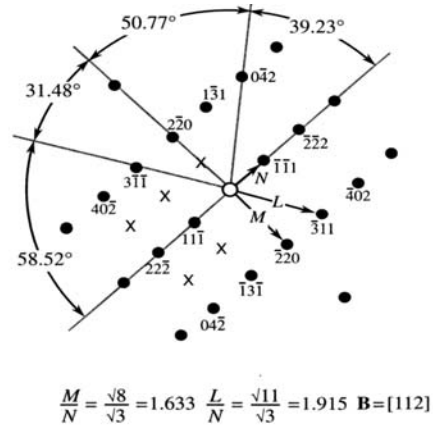
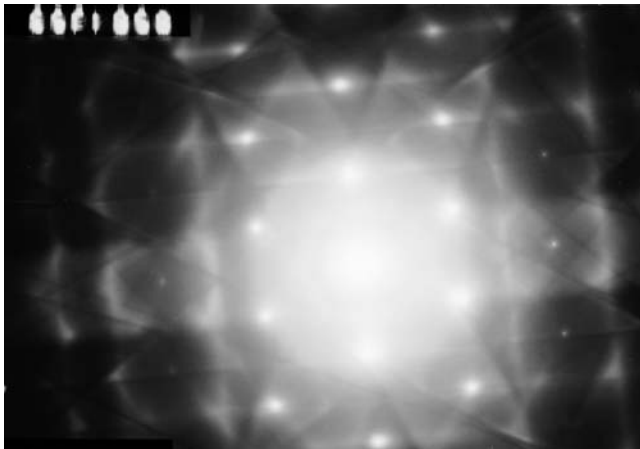


Abbildung 3.4.2; b, c) Querschnitt Darstellung Entstehung der beiden Stapelfehler und ihre Neigung mit der Oberfläche der Probe mit dem  $\vec{g} = (-220)$ -Reflex.

Es wurde die Probe etwa  $10^\circ$  entlang der (-220)-Reflex bis zum nächsten Pol ([112]-Pol) verkippt. Die Abbildungen 3.4.3 (a, b) zeigen die Beugungsbilder des [112]-Pols und theoretische Beugungsdiagramm des [112]-Pols. Die Ergebnisse der Kontrastanalyse sind für die Reflexe beim [112]-Pol in der Tabelle D-I angeführt.

Die Spur IV in der [-3-12]-Richtung ist die Spur von Stapelfehler 2 (STF 2), welcher sich mit der Folie entlang der Spur [-3-12] schneidet. Die Spur III in der [13-2]-Richtung ist die Spur von Stapelfehler 1 (STF 1), welcher sich mit der Folie entlang der Spur [13-2] schneidet.



a) b)   
Abbildung 3.4.3 (a): Beugungsbild des [112]-Pols, b): Beugungsdiagramm des [112]-Pols

Abbildungen 3.4.4 bis 3.4.9 zeigen Hellfeld- und Dunkelfeldbild (CDF) dieselbe Stelle im Zweistrahlfall in der Nähe des [112]-Pols. Es wurde dieselbe Stelle unter Anregung verschiedene Reflexen abgebildet.

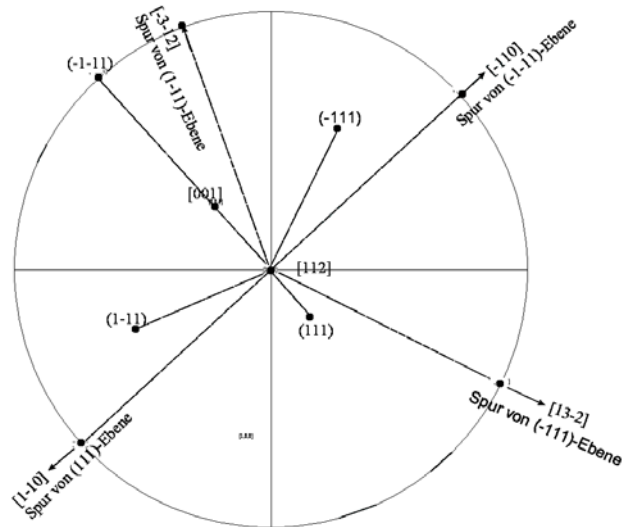


Abbildung 3.4.3.c: Stereographische Projektion der vier möglichen Stapelfehlerebenen von [112]-Pol

Abbildung 3.4.4 a und b zeigen ein Hellfeld- und ein Dunkelfeldbild dieselbe Stapelfehler im Zweistrahlfall, welche mit  $\vec{g} = (-220)$ -Reflex abgebildet sind, in der Nähe des [112]-Pols. Aus (a) sieht man, dass die beide Stapelfehler unter Anregung des  $\vec{g} = (-220)$ -Reflexes sichtbar sind, und zeigen Kontrast. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R} \neq 0$ . Der Stapelfehler 1 zeigt im Bild (a) im Hellfeld einen dunklen Kontrast an der äußeren Streifen. Daher gilt für den Stapelfehler 1  $\alpha < 0$ . Deshalb kann  $\alpha$  mit  $\vec{g} = (-220)$  und  $\vec{R}_1$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R}_1 = -2\pi/3$  haben, wobei  $\vec{R}_1 = -1/3[\bar{1}11]$  ist. Abbildung 3.4.4 (b) zeigt ein CDF Dunkelfeldbild mit  $-\vec{g}$ , wobei  $-\vec{g} = (220)$  ist, im Zweistrahlfall ( $\vec{s} = 0$ ) in der Nähe des [112]-Pols. Der Nullstrahl des Hellfeldbildes wurde im Beugungsbild 3.4.4.c mit dem Zeiger markiert. Im Dunkelfeld-Beugungsbild 3.4.4.d wurde der -G-Strahl mit dem Zeiger markiert.

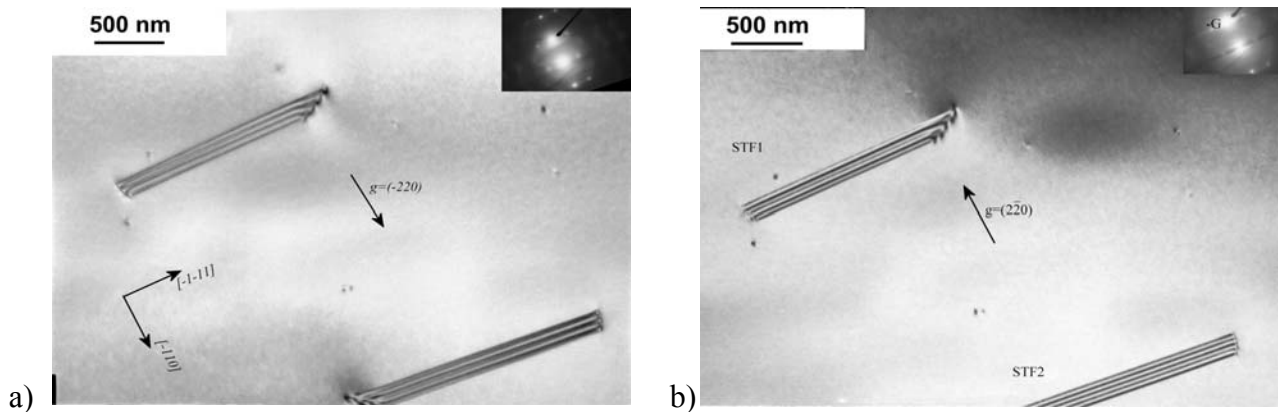
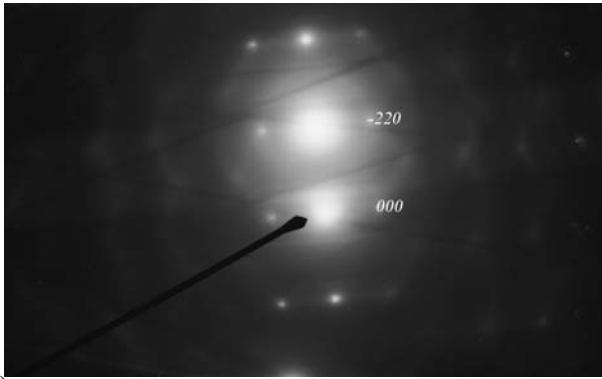
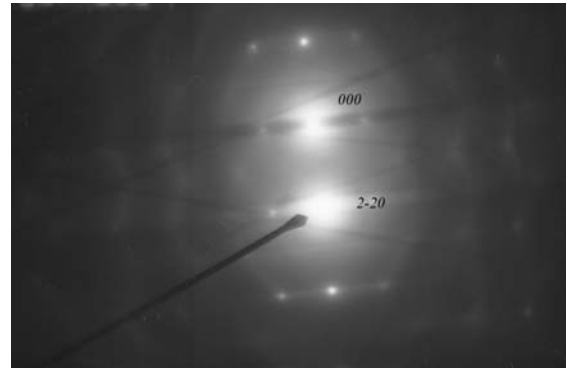


Abbildung 3.4.4.a: Hellfeldbild Aufnahme zwei Stapelfehler im Zweistrahlfall mit  $\vec{g} = (-220)$  in der Nähe des [112]-Pols, Vergrößerung 20000X b) Dunkelfeldbild Aufnahme (CDF) dieselbe Stelle im Zweistrahlfall in  $\vec{s} = 0$  mit  $-\vec{g}$ , wobei  $-\vec{g} = (220)$ -Reflex ist, in der Nähe des [112]-Pols.



c)



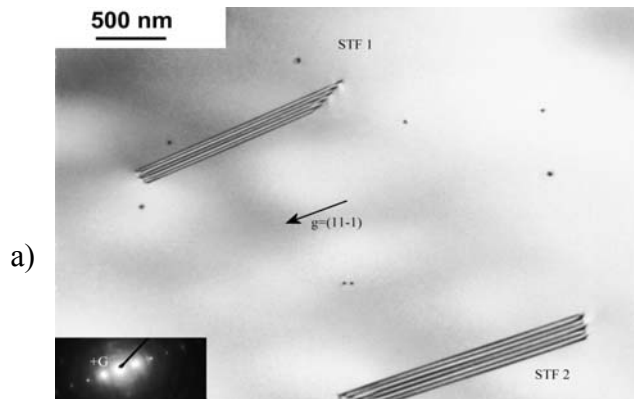
d)

Abbildung 3.4.4.c; HF Beugungsbild zu Bild 3.5.4.a im Zweistrahlfall mit  $-\vec{g}$ , wobei  $\vec{g} = (-220)$ -Reflex ist, in der Nähe des  $[112]$ -Pols. Abbildung 3.5.4.d DF Beugungsbild zu Bild 3.5.4.b im Zweistrahlfall ( $\vec{s} = 0$ ) unter Anregung des  $-\vec{g} = (2-20)$ -Reflex in der Nähe des  $[112]$ -Pols.

Die Abbildung 3.4.5.a, b zeigen Hellfeldbild Aufnahmen derselben Stapelfehler im Dreistrahlfall, welche mit dem  $\vec{g} = (11-1)$ - bzw.  $\vec{g} = (-1-11)$ -Reflex abgebildet sind, in der Nähe des  $[112]$ -Pols. Es wurde hier die Stelle unter Anregung des  $\pm G$ -Reflexes aufgenommen. Aus (a) sieht man, dass die beide Stapelfehler unter Anregung des  $\vec{g} = (11-1)$ -Reflexes sichtbar sind. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R} \neq 0$ . Der Stapelfehler 1 zeigt im Bild (a) im Hellfeld einen dunklen Kontrast an der äußere Streifen. Daher gilt für den Stapelfehler 1  $\alpha < 0$ . Deshalb kann  $\alpha$  mit  $\vec{g} = (11-1)$  und  $\vec{R}_1$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R}_1 = -2\pi/3$  haben, wobei  $\vec{R}_1 = -1/3[\bar{1}11]$  ist. Das gilt genauso für den Stapelfehler 2. Der Stapelfehler 2 zeigt im Bild (a) im Hellfeld einen dunklen Kontrast an der äußere Streifen. Daher gilt für den Stapelfehler 2  $\alpha < 0$ . Deshalb kann  $\alpha$  mit  $\vec{g} = (11-1)$  und  $\vec{R}_2$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R}_2 = -2\pi/3$  haben, wobei  $\vec{R}_2 = -1/3[1\bar{1}1]$  ist. Abbildung 3.4.5. b zeigt ein Hellfeldbild derselben Stapelfehler im Dreistrahlfall, welche hier mit dem  $\vec{g} = (-1-11)$ -Reflex abgebildet sind. Aus (b) sieht man, dass die beide Stapelfehler unter Anregung des  $\vec{g} = (-1-11)$ -Reflexes sichtbar sind, und zeigen Kontrast. Daher ist für beiden Stapelfehler  $\vec{g} \cdot \vec{R} \neq 0$ . Abbildung 3.4.5.c zeigt ein CDF Dunkelfeldbild des Bildes 3.4.5.b mit  $-\vec{g}$ , wobei  $-\vec{g} = (-1-11)$  ist, im Dreistrahlfall in der Nähe des  $[112]$ -Pols. Der Nullstrahl des Hellfeldbildes wurde im Beugungsbild 3.4.5.d mit dem Zeiger markiert. Im Beugungsbild 3.4.5.d zeigt der  $\vec{g} = (-1-11)$ -Reflex nach links und der  $\vec{g} = (11-1)$ -Reflex nach rechts.

Es wurde hier  $\pm \vec{g}$  angeregt.

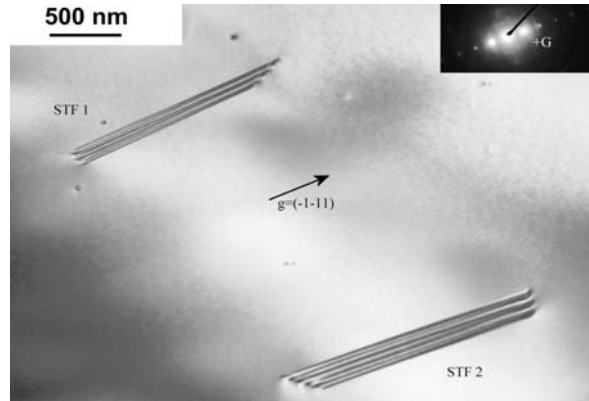
Abbildung 3.4.5.a; Hellfeldbild Aufnahme dieselben Stapelfehler im Dreistrahlfall mit  $\vec{g} = (11-1)$  in der Nähe des  $[112]$ -Pols, Vergrößerung 20000X



a)

b) Hellfeldbild Aufnahme dieselbe Stelle im Dreistrahlfall mit  $\vec{g} = (-1-11)$  in der Nähe des  $[112]$ - Pols. In der Abbildung 3.4.6.b ist  $\vec{g}$  nach rechts orientiert.

b)



d) HF Beugungsbild im Dreistrahlfall unter Anregung des  $\vec{g} = (11-1)$ - bzw.  $\vec{g} = (-1-11)$ - Reflexes in der Nähe des  $[112]$ -Pols. Es wurde hier  $\pm g$  angeregt. Der Nullstrahl des Hellfeldbildes wurde im Beugungsbild 3.4.5.d mit dem Zeiger markiert. Im Beugungsbild 3.4.5.d orientiert der  $\vec{g} = (-1-11)$ -Reflex nach links und der  $\vec{g} = \vec{g} = (11-1)$ -Reflex nach rechts.

d)

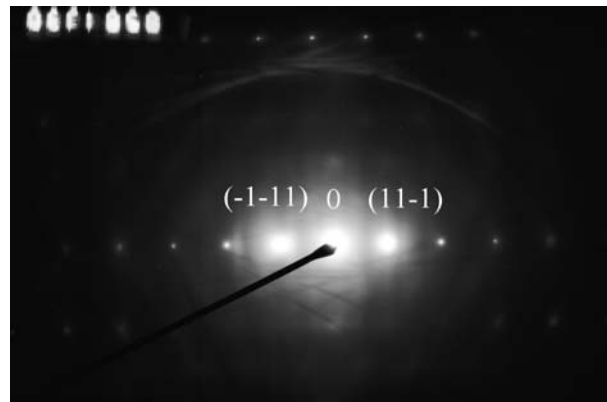


Abbildung 3.4.5.c; (CDF) Dunkelfeldbild Aufnahme dieselbe Stelle im Dreistrahlfall unter Anregung des  $-\vec{g} = (-1-11)$ -Reflexes in der Nähe des  $[112]$ -Pols, Vergrößerung 20000X

Hier wurde der  $\vec{g}$ -Reflex nach links orientiert.

c)

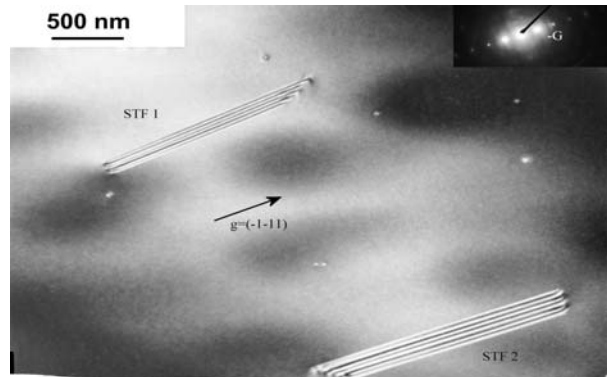
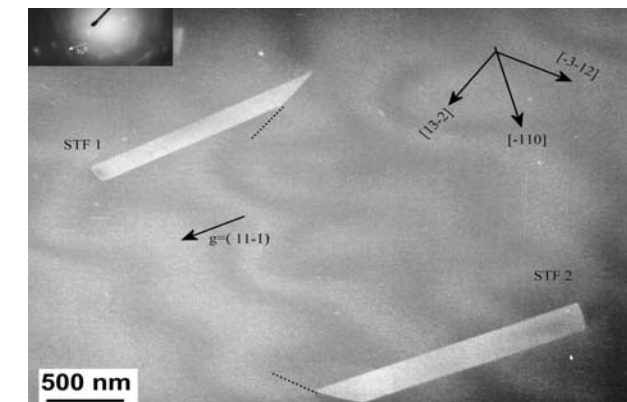


Abbildung 3.4.6.a bis d zeigen weak-beam Aufnahmen von den zwei Stapelfehlern unter Anregung der  $\vec{g} = (11-1)$ - und  $\vec{g} = (-1-11)$ -Reflexe, wobei  $\vec{g} / 5 \vec{g}$  angeregt ist.

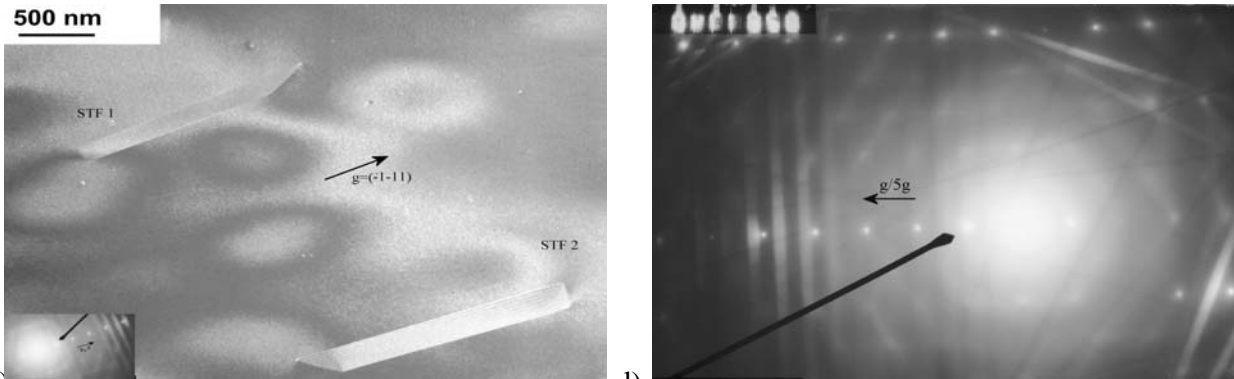


a)



b)

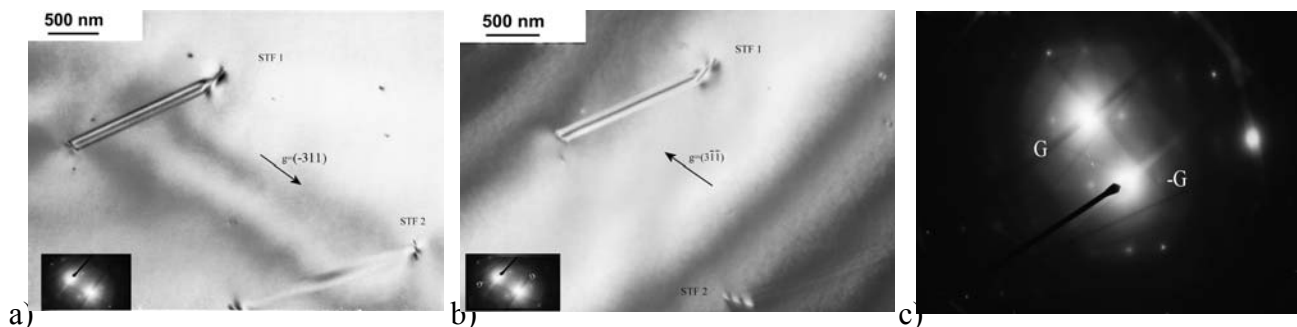
Abbildung 3.4.6.a zeigt eine weak-beam- Aufnahme derselben Stelle mit  $\vec{g}/5\vec{g}$ , wobei  $\vec{g}=(11-1)$  ist, in der Nähe des [112]-Pols mit 20000 facher Vergrößerung. Abbildung 3.4.6.b zeigt das Beugungsbild unter Anregung des  $\vec{g}=(11-1)$ -Reflexes in der Nähe des [112]-Pols.



c) Abbildung 3.4.6.c zeigt eine weak-beam- Aufnahme derselben Stelle mit  $\vec{g}/5\vec{g}$ , wobei  $\vec{g}=(-1-11)$  ist, in der Nähe des [112]-Pols. Abbildung 3.4.6.d zeigt das Beugungsbild unter Anregung des  $\vec{g}=(-1-11)$ -Reflexes, wobei  $\vec{g}/5\vec{g}$  angeregt ist, in der Nähe des [112]-Pols. Im Bild 3.4.6.d ist  $\vec{g}$  nach links orientiert. In den weak-beam-Aufnahmen 3.4.6 a, c ist zu erkennen, dass die rechte Partialversetzung des Stapelfehlers 1 entlang der [13-2]-Richtung liegt. Auch liegt die linke Partialversetzung des Stapelfehlers 2, welche auf einer (1-11)-Ebene liegt, liegt parallel zur [-3-12]-Richtung.

Als nächstes wurden die Stapelfehler mit den  $\vec{g}$ -Reflexen vom Typ  $\langle 311 \rangle$  und  $\langle 131 \rangle$  abgebildet. Abbildungen 3.4.7.a und b zeigen das Hell- und das Dunkelfeldbild dieser Stapelfehler im Zweistrahlfall.

Aus (a) sieht man, dass der Stapelfehler 1 unter Anregung des  $\vec{g}=(-311)$ -Reflexes sichtbar ist. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R}_1 \neq 0$  für den Stapelfehler 1. Deshalb kann  $\vec{g} \cdot \vec{R}$  mit  $\vec{g}=(-311)$  und  $\vec{R}_1$  den Wert  $\vec{g} \cdot \vec{R} = +5/3$  haben, wobei  $\vec{R}_1 = -1/3[\bar{1}11]$  ist. Dagegen ist der Stapelfehler 2 mit dem gleichen Reflex ( $\vec{g}=(-311)$ ) ausgelöscht. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R}_2 = \text{ganzzahlig}$  ( $\vec{g} \cdot \vec{R}_2 = -1$ ) für den STF2. Deshalb gilt  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R} = -2\pi$ .



a) Abbildungen 3.4.7.a, b: Hellfeld- und Dunkelfeldbild Aufnahmen derselben Stapelfehler unter Anregung des  $\vec{g}=(-311)$ -Reflexes im Zweistrahlfall in der Nähe des [112]-Pols

c) DF Beugungsbild Aufnahme unter Anregung des  $-\vec{g}=(3-1-1)$ -Reflexes im Zweistrahlfall in der Nähe des [112]-Pols.

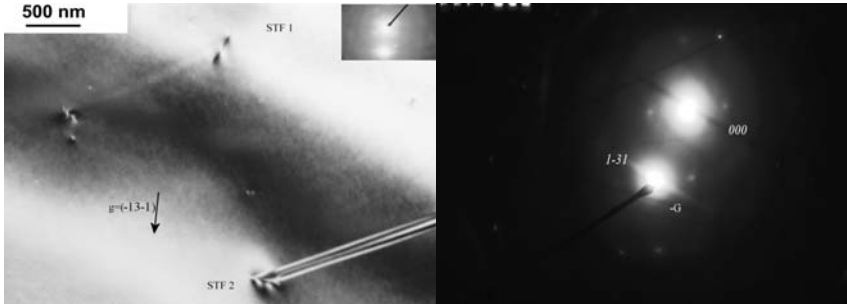
Auch die Abbildungen 3.4.8.a, b zeigen das Hellfeldbild und Beugungsbild dieser Stapelfehler im Zweistrahlfall. Es wurde die Stapelfehler mit dem  $\vec{g}=(-13-1)$ -Reflex abgebildet.

Aus (a) sieht man, dass der Stapelfehler 1 unter Anregung des  $\vec{g} = (-13-1)$ -Reflexes ausgelöscht ist. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R}_1 = \text{ganzzahlig}$  für den STF 1. Deshalb kann  $\alpha$  mit  $\vec{g} = (-13-1)$  und  $\vec{R}_1$  nur den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R} = +2\pi$  haben, wobei  $\vec{R}_1 = -1/3[\bar{1}11]$  ist.

Dagegen ist der Stapelfehler 2 mit dem gleichen Reflex ( $\vec{g} = (-13-1)$ ) sichtbar. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R}_2 \neq 0$  für den Stapelfehler 2. Aus (a, d) ist zu erkennen, dass der äußeren Streifenkontrast der Stapelfehler 2 im Hellfeld hell ist. Daher ist  $\alpha > 0$  für den STF 2. Aus Tabelle D-1 ist für den Stapelfehler 2 zu erkennen, dass  $\alpha$  mit  $\vec{g} = (-13-1)$  und  $\vec{R}_2 = -1/3[1\bar{1}1]$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R} = +\pi/3$  hat.

Abbildung 3.4.8.a zeigt das Hellfeldbild dieser Stapelfehler im Zweistrahlfall mit dem  $\vec{g} = (-13-1)$  in der Nähe des  $[112]$ -Pols.

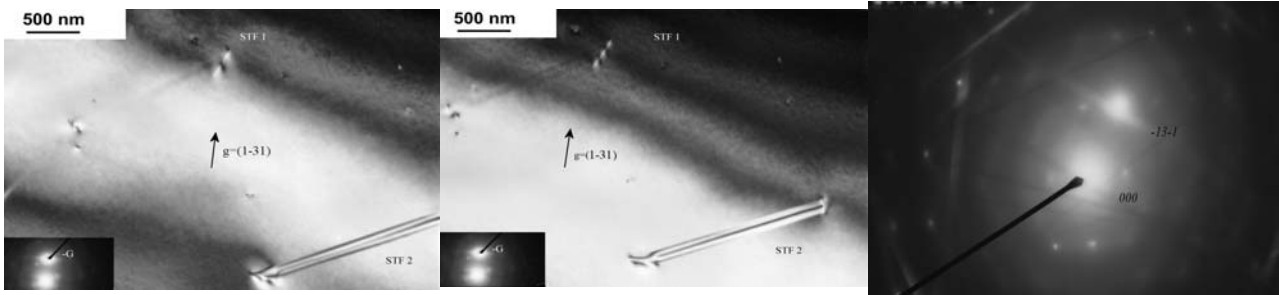
b) HF Beugungsbild mit  $\vec{g} = (-13-1)$  im Zweistrahlfall



a)

b)

Im Beugungsbild (Bild 3.4.8.b) ist zu sehen, dass der Null-Reflex mit dem Zeiger markiert.



d)

e)

f)

Abbildung 3.4.8.d zeigt das Dunkelfeldbild Aufnahme dieser Stapelfehler unter Anregung des  $-\vec{g} = (1-31)$ -Reflexes im Zweistrahlfall mit leicht positiven  $\vec{s} > 0$  in der Nähe des  $[112]$ -Pols.

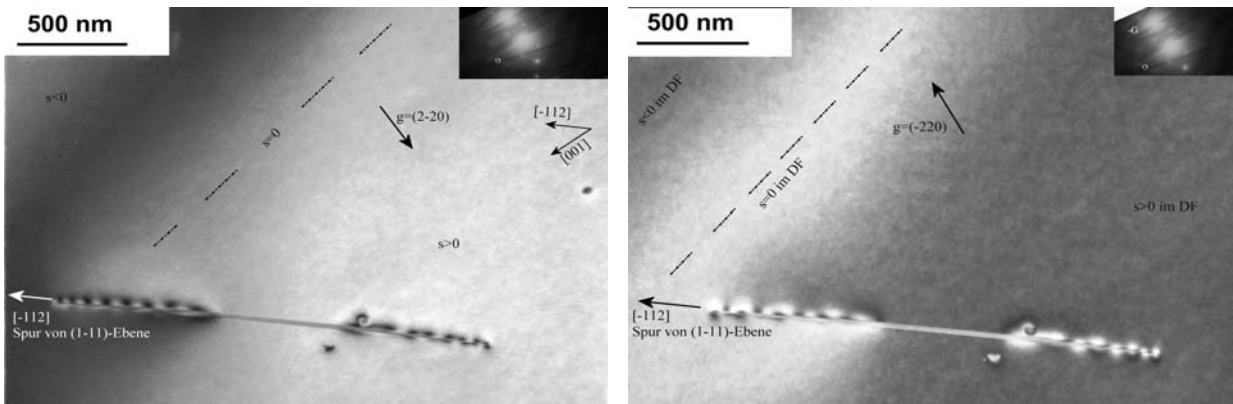
Abbildung 3.4.8.e zeigt das Dunkelfeldbild Aufnahme dieser Stapelfehler mit  $-\vec{g} = (1-31)$  in  $\vec{s} \cong 0$ . Abbildung 3.4.8.f zeigt das DF Beugungsbild mit  $-\vec{g} = (1-31)$  im Zweistrahlfall. Im DF Beugungsbild wurde der  $-\vec{g}$ -Strahl des Dunkelfeldbildes Beugungsbild 3.4.8.f mit dem Zeiger markiert. Aus (d, e) ist zu erkennen, dass der äußeren Streifenkontrast des Stapelfehlers 2 im Dunkelfeld dunkel ist. Daher ist  $\alpha < 0$  für den STF 2. Aus Tabelle D-1 ist für den Stapelfehler 2 zu erkennen, dass  $\alpha$  mit  $\vec{g} = (1-31)$  und  $\vec{R}_2 = -1/3[1\bar{1}1]$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R} = -\pi/3$  hat.

Diese ausführliche Kontrastanalyse der beiden Stapelfehler führt zu den Ergebnissen, die in Tabelle D-I zusammengefasst wurden. Beide Stapelfehler sind wieder vom *extrinsischen* Typ, liegen auf  $(\bar{1}11)$  und  $(1\bar{1}1)$ -Ebenen. Durch den Vergleich der Bilder in der Nähe des  $[001]$  und  $[112]$ -Pols mit den Reflexen vom Typ  $(-220)$ ,  $\pm(-1-11)$ ,  $\pm(3-1-1)$  und  $\pm(1-31)$  ist sowohl die genaue Orientierung als auch die genaue Richtung und Größe der Verschiebungsvektoren  $\vec{R}_1$ ,  $\vec{R}_2$  bestimmt werden. Alle bisher identifizierten Stapelfehler sind vom *extrinsischen* Typ, d.h. sie können nur durch Agglomeration von Si-Zwischengitteratomen entstanden sein.

### 3.5. Probenserie SiOx1 (XTEM)

In der geätzten Probe SiOx1 (XTEM) wurden Stapelfehler mit begrenzender Partialversetzung und Ausscheidungen beobachtet. In diesen Proben wurden auch einzelne Versetzungsschleifen, welche sechseckige Form hatten, beobachtet. Die Probendicke ist in Bereich etwa 462 nm ( $5 \xi_g$ ), wobei  $\xi_g = 924 \text{ \AA}$  und  $\vec{g} = (220)$  ist.

Abbildung 3.5.1 zeigt eine Hellfeld- und eine Dunkelfeldbild-Aufnahme eines projizierenden Stapelfehlers, der durch eine Teilversetzung berandet ist. Der Stapelfehler wurde mit  $\vec{g} = (2-20)$  im Zweistrahlfall abgebildet. Aus Bild (a) ist zu erkennen, dass die Versetzung im Kontrast ist. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R} \neq 0$ , weil  $\vec{g} \cdot \vec{R} = 4/3$  für  $\vec{g} = (2-20)$  ist. Außerdem sieht man im Hellfeldbild 3.5.1 (a), dass die dunkle Linie  $\vec{s} \cong 0$  entspricht. Wie im Bild 3.5.1 (a) ist zu sehen, die linke Seite des Stapelfehlers liegt bei  $\vec{s} \cong 0$  und liegt die rechte Seite des Stapelfehlers bei  $\vec{s} > 0$ , wo im Bild heller Kontrast ist. In der Abbildung ist zu erkennen, dass der Stapelfehler auf einer projizierenden (1-11)-Ebene liegt. Wie im Bild mit dem Pfeil gezeigt ist, ist die Spur von dieser Ebene ((1-11)-Ebene) entlang der [-112]-Richtung. Der Winkel  $\alpha$  zwischen  $\vec{g} = (2-20)$  und die Spur [-112] beträgt  $125^\circ$ .



a) Abbildung 3.5.1 a): Hellfeldbild eines Stapelfehlers in  $s=0$ , mit  $\vec{g} = (2-20)$  in der Nähe des [110]-Pols  
 b) CDF Dunkelfeldbild in leicht  $s > 0$  mit  $-\vec{g}$ , wobei  $-\vec{g} = (-220)$  ist, in der Nähe des [110]-Pols, Vergrößerung 30000X, c) HF Beugungsbild im Zweistrahlfall unter Anregung des  $\vec{g} = (2-20)$ -Reflexes in der Nähe des [110]-Pols.

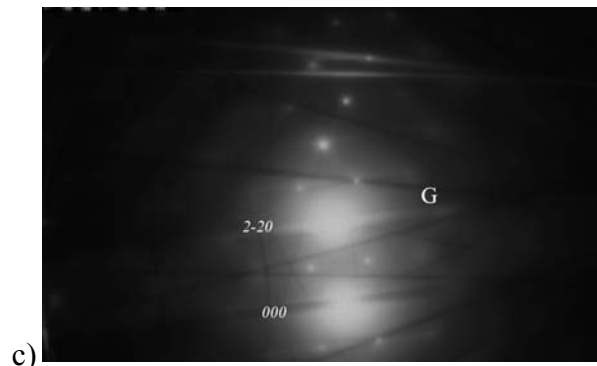


Abbildung 3.5.1 (b) zeigt das CDF Dunkelfeldbild mit  $-\vec{g}$ , wobei  $-\vec{g} = (-220)$  ist. Aus Bild (b) ist zu erkennen, dass der Stapelfehler hellen Kontrast zeigt. Man sieht im CDF Dunkelfeldbild 3.5.1 (b), dass die helle Linie  $\vec{s} \cong 0$  entspricht.



Abbildung 3.5.2 (a) zeigt die stereographische Projektion der möglichen Spuren der  $\{111\}$ -Ebenen mit der Foliennormale  $FN=[110]$  und diese sind:

die Spur I= $[-110]$  von der (111)-Ebene, die Spur II= $[1-10]$  von der (11-1)-Ebene, die Spur III= $[-112]$  von der (1-11)-Ebene und die Spur IV= $[-11-2]$  von der (-111)-Ebene wobei die (111) und (11-1) nicht projizierende Ebene sind. Die Ebene (-111) und (1-11) sind projizierende Ebenen im  $[110]$ -Pol. Die Spur in der  $[-112]$ -Richtung ist die Spur von dem Stapelfehler. Der Stapelfehler liegt auf einer projizierenden (1-11)-Ebene.

Man sieht in beiden Abbildungen 3.5.1 das Spannungsfeld von der Partialversetzungen. Abbildung 3.5.3 (a) zeigt das Hellfeldbild eines Versetzungsdipols. Der Versetzungsdipol wurde mit  $\vec{g}=(-111)$  im Zweistrahlfall abgebildet. Man sieht in der Abbildungen (3.5.3 a, b) den oszillierenden Kontrast der beiden Versetzungen. Es ist zu erkennen, dass der Kontrast der Versetzungen periodisch entlang der Versetzungen wechselt. Aufgrund der Inversion der Kontraste der Versetzung I und Versetzung II ist zu erkennen, dass die beiden Burgersvektoren antiparallel sein müssen.

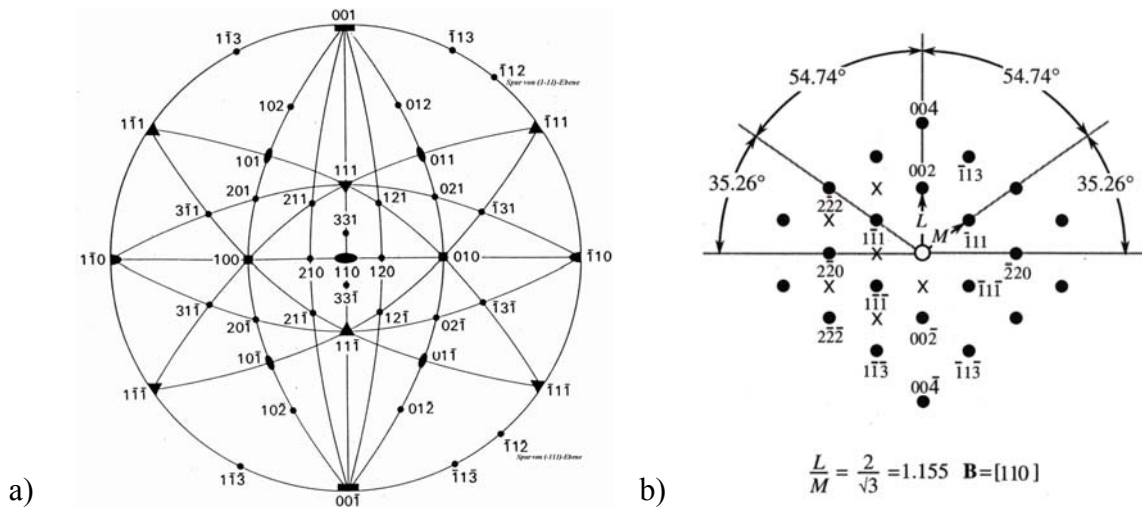
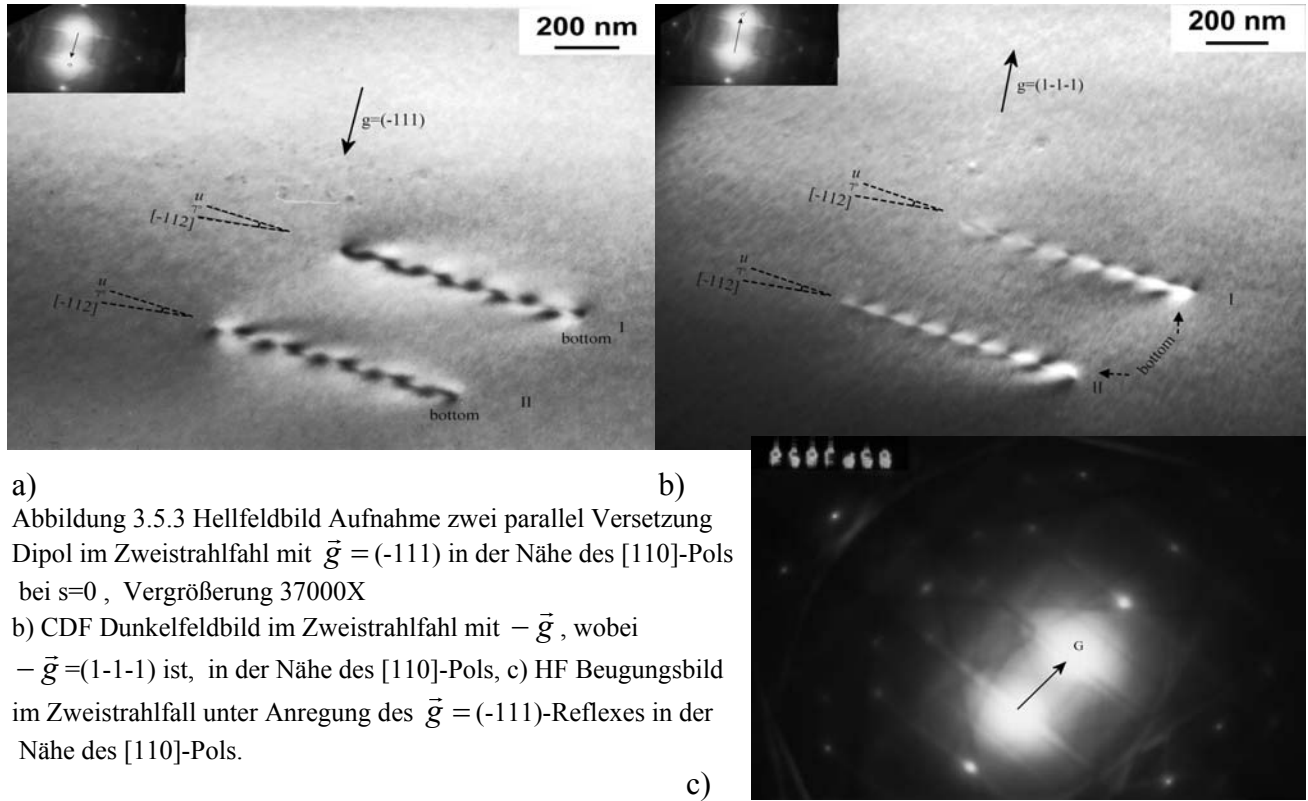


Abbildung 3.5.2 (a); Stereographische Projektion der möglichen  $\{111\}$ -Ebenen und ihre Spuren mit dem  $[110]$ -Pol. (b) Beugungsdiagramm des  $[110]$ -Pols

Abbildung 3.5.4.b zeigt das Dunkelfeldbild derselben Versetzungen mit  $-\vec{g}=(1-1-1)$ . Beim Vergleich vom Hell- und Dunkelfeldbild ist zu erkennen, dass der Versetzungsdipol auf seiner Gleitebene von der Oberseite der Folie zur Unterseite der Folie (im Bild ist dies mit bottom gekennzeichnet) läuft. Der Versetzungsdipol liegt parallel zur  $[-112]$ -Richtung, welche die Spur einer (1-11)-Ebene ist. Deshalb liegen die Versetzungen I und II auf einer projizierenden (1-11)-Ebene. Der Winkel zwischen den projizierende Versetzungsrichtungen  $\vec{u}_1$  bzw.  $\vec{u}_2$  und die Spur  $[-112]$  beträgt  $7^\circ$ .

In der Abbildung 3.5.3 (a) ist zu erkennen, dass die beide Versetzungen Kontrast zeigen. Deshalb ist  $\vec{g} \cdot \vec{b} \neq 0$ . Für den  $\vec{g}=(-111)$  ist  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 1$ , wobei  $\vec{b} = 1/2[\bar{1}01]$  ist. Abbildung 3.5.4 zeigt die schematische Darstellung von Versetzung I und II. Die Abbildungen 3.5.5.a, b zeigen ein Hellfeld- und ein Dunkelfeldbild einer geschlossenen Versetzungsschleife in Form einer sechseckigen Schleife im Zweistrahlfall. Die Versetzung wurde unter Anregung des  $\vec{g}=(-111)$ -Reflexes abgebildet. Die geraden Versetzungssegmente AC bzw. BB der Versetzungsschleife liegen entlang der  $[-110]$ -Richtung, welche die Spur einer (111)-Ebene ist. Die geraden Versetzungssegmente AB der Versetzungsschleife liegt entlang der  $[-112]$ -Richtung, welche die Spur von einer (111)-Ebene ist.



a) Abbildung 3.5.3 Hellfeldbild Aufnahme zwei parallel Versetzung Dipol im Zweistrahlfall mit  $\vec{g} = (-111)$  in der Nähe des  $[110]$ -Pols bei  $s=0$ , Vergrößerung 37000X  
 b) CDF Dunkelfeldbild im Zweistrahlfall mit  $-\vec{g}$ , wobei  $-\vec{g} = (1-1-1)$  ist, in der Nähe des  $[110]$ -Pols, c) HF Beugungsbild im Zweistrahlfall unter Anregung des  $\vec{g} = (-111)$ -Reflexes in der Nähe des  $[110]$ -Pols.

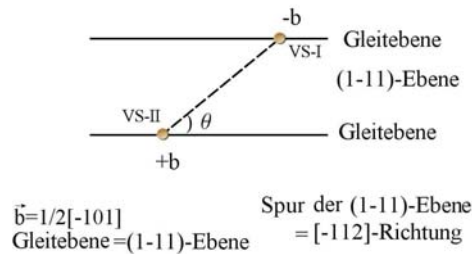
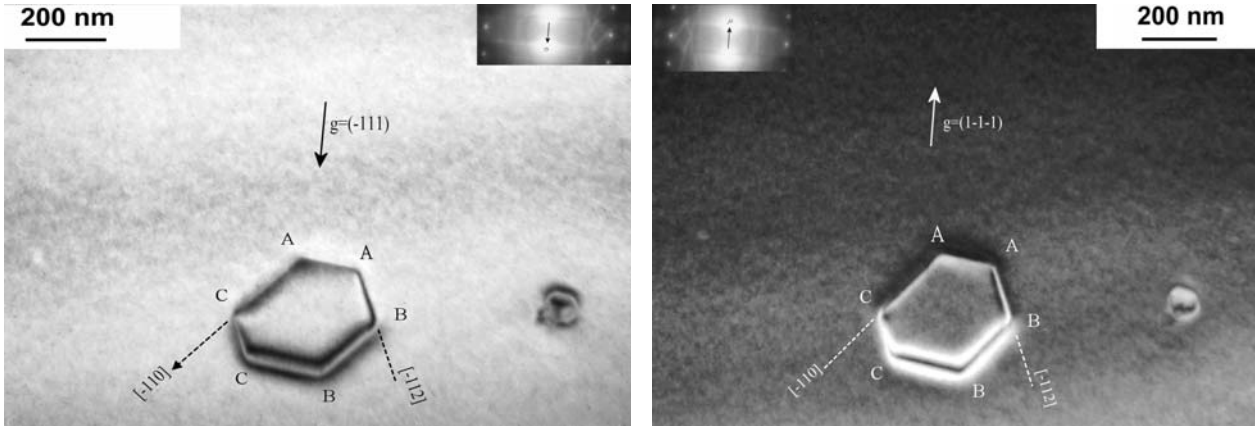
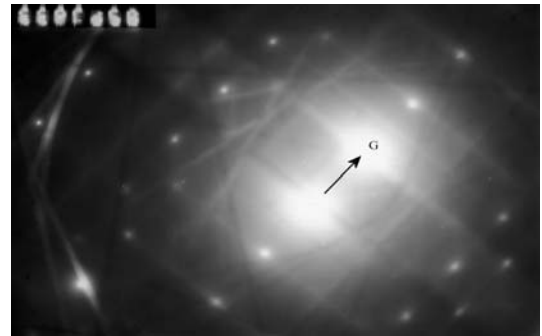


Abbildung 3.5.4, schematische Darstellung der Lage von Versetzung I und II auf einer (1-11)-Gleitebene  
 Versetzungen treten nach dem Peierls-Modell bevorzugt in der Richtung auf, in denen die Peierls-Energie minimal ist. Für gleitfähige Versetzungen ist die energetisch günstige Lage („Peierls-Tal“) in Silizium parallel zur den  $\langle 110 \rangle$ -Richtungen. Die Burgervektoren der gleitfähigen Vollversetzungen liegen entweder parallel zur Versetzungslinie (Schraubenversetzung) oder schließen mit dieser einen Winkel von  $60^\circ$  ein ( $60^\circ$ -Versetzung). Die Burgervektoren der Versetzungssegment AC liegt parallel zur Versetzungslinie. Entsprechend der Lage von Versetzungslinierichtungen der Segmente AC und BB und des Burgervektors  $\vec{b}$  besteht der Loops aus vier  $60^\circ$ -Versetzungssegmente und zwei antiparallele Schraubenversetzungssegmenten. Für die gleitfähigen Versetzungssegmente AA, AB, BC und CC wurde angenommen, dass sie  $60^\circ$ -Versetzungssegmente sind. Der Winkel zwischen den  $\vec{g} = (-111)$ -Reflex und der Spur  $[-110]$  beträgt  $40^\circ$ . Dieser Winkel stimmt mit dem theoretischen Wert überein, wie im Beugungsdiagramm 3.5.2 (b) zu sehen ist. Daher wird angenommen, dass die Versetzungsrichtung des Segments AC  $\vec{u}_{AC} = [\bar{1}10]$  ist. Die  $[-110]$ -Richtung ist auch die Spur

der (111)-Ebene. Deshalb liegt dieser geraden Versetzungssegmente (Segment AC und BB) auf einer (111)-Ebene.



a) Hellfeldbild einer sechseckigen Versetzung im Zweistrahlfall mit  $\vec{g} = (-111)$  in der Nähe des  $[110]$ -Pols  
 b) CDF Dunkelfeldbild derselben Versetzung mit  $-\vec{g} = (1-1-1)$  Vergrößerung 50000X  
 c) HF Beugungsbild im Zweistrahlfall mit dem  $\vec{g} = (-111)$ -Reflex in der Nähe des  $[110]$ -Pols



c)

Außerdem liegen die Versetzungssegmente AB entlang der  $[-112]$ -Richtung, welche die Spur von einer  $(1-11)$ -Ebene ist. Der gemessene Winkel zwischen  $\vec{g} = (-111)$ -Reflex und der Spur  $[-112]$  beträgt  $20.3^\circ$ . Dieser Winkel stimmt mit dem theoretischen Wert ( $19.4^\circ$ ) überein. Daher wird angenommen, dass das Segment AB auf einer projizierende  $(1-11)$ -Ebene liegt, und ihre projizierende Versetzungsrichtung  $\vec{u}_{AB} = [\bar{1}12]$  ist. Man sieht in der Abbildung 3.5.5 (a), dass die Versetzungsschleife mit  $\vec{g} = (-111)$  Kontrast zeigt und sichtbar ist. Daher ist unter dieser Bedingung (mit  $\vec{g} = (-111)$ )  $\vec{g} \cdot \vec{b} \neq 0$ . Mit  $\vec{g} = (-111)$  und  $\vec{b} = 1/2[\bar{1}10]$  ist  $\vec{g} \cdot \vec{b} = -1$ . Abbildung 3.5.5 (b) zeigt im Dunkelfeldbild (CDF) dieselbe Versetzung mit  $-\vec{g}$ , wobei  $-\vec{g} = (1-1-1)$  ist. Aus dem Bild ist zu erkennen, dass die geraden Versetzungssegmente BB und BC der Versetzungsschleife starken Kontrast zeigen.

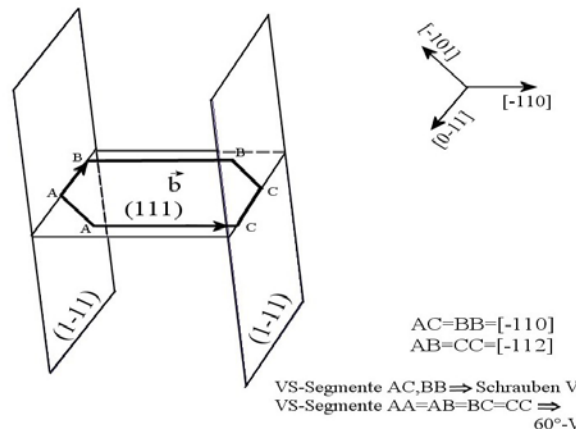


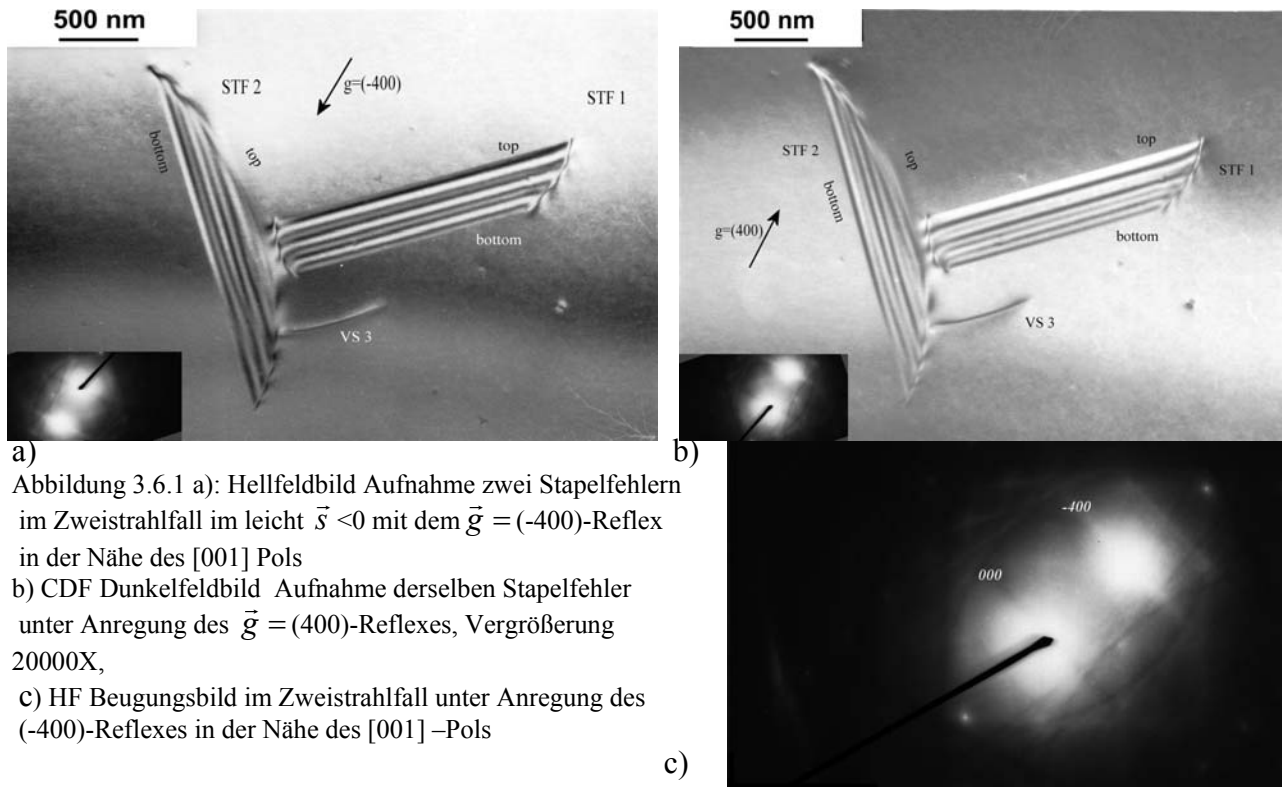
Abbildung 3.5.6, schematische Darstellung der Entstehung von Versetzungsschleife auf einer Gleitebene (111)

### 3.6. Probenserie geätzte SiOx4 (plan-view)

In der Probenserie geätzte SiOx4 (plan-view) wurden Stapelfehler mit begrenzenden Teilversetzungen und Ausscheidungen beobachtet. Die Präzipitate treten nicht dicht in der Umgebung der Defekte in Vergleich mit der andere Probenserie auf.

In Abbildung 3.6.1 sind zwei Stapelfehler, welche mit STF 1 und STF 2 gekennzeichnet sind, auf die verschiedenen Ebenen zu sehen. Es wurden Hellfeld- und die Dunkelfeldbilder unter Anregung der verschiedenen  $\vec{g}$ -Reflexe aufgenommen. Beiden Stapelfehler sind durch Partialversetzungen berandet. Abbildung 3.6.1.a und b zeigen die Hellfeld- und Dunkelfeldbild-Aufnahmen, die mit dem  $\vec{g} = (-400)$ -Reflex mit leicht negativem  $\vec{s} < 0$  abgebildet sind. Man sieht im Bild (a), dass die beiden Stapelfehler unter Anregung des  $\vec{g} = (-400)$ -Reflexes sichtbar sind.

Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R} \neq 0$  für beide Stapelfehler. Aus dem Bild 3.6.1 (a) ist zu erkennen, dass die äußeren Streifen beide Stapelfehler (STF 1 und STF 2) im Hellfeldbild unter Anregung des  $\vec{g} = (-400)$ -Reflexes dunkel sind. Daher ist  $\alpha < 0$ . Deshalb kann  $\alpha$  mit  $\vec{g} = (-400)$  und  $\vec{R}_i$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R} = -2\pi/3$  haben, wobei  $\vec{R}_1 = -1/3[\bar{1}\bar{1}1]$  und  $\vec{R}_2 = -1/3[\bar{1}11]$  sind. Außer den zwei Stapelfehler in der Abbildung 3.6.1 ist eine Versetzung, die mit der VS 3 gekennzeichnet ist, zu sehen. Es ist zu erkennen, dass die Versetzung VS 3 unter Anregung des  $\vec{g} = (-400)$ -Reflexes sichtbar ist. Man sieht in der Mitte des Bildes (a) die dunkle Linie, welcher die Extinktionslinie  $\vec{s} \cong 0$  entspricht (auch dagegen im Bild (b) eine helle Linie).



a) Abbildung 3.6.1 a): Hellfeldbild Aufnahme zwei Stapelfehlern im Zweistrahlfall im leicht  $\vec{s} < 0$  mit dem  $\vec{g} = (-400)$ -Reflex in der Nähe des  $[001]$  Pols

b) CDF Dunkelfeldbild Aufnahme derselben Stapelfehler unter Anregung des  $\vec{g} = (400)$ -Reflexes, Vergrößerung 20000X,

c) HF Beugungsbild im Zweistrahlfall unter Anregung des  $(-400)$ -Reflexes in der Nähe des  $[001]$  -Pols

Abbildung 3.6.2 zeigt die geometrische Orientierung der möglichen Stapelfehlerebenen und deren Spuren mit der Foliennormale  $[001]$ . In der Abbildung 3.6.2 ist zu sehen, dass der Stapelfehler 1 die Spur  $[-110]$  und der Stapelfehler 2 die Spur  $[110]$  besitzen.

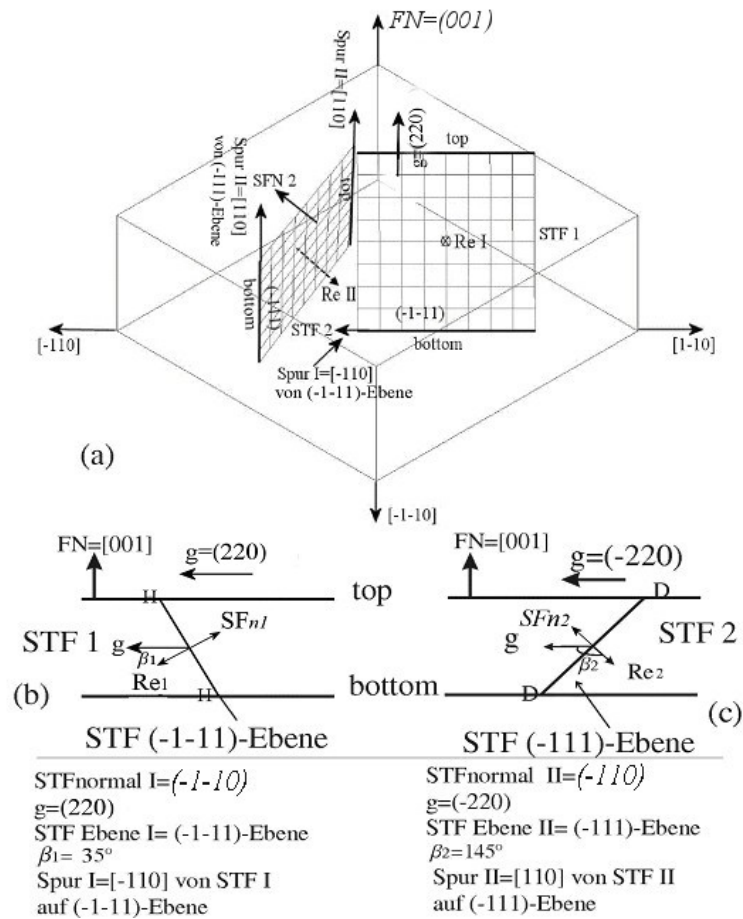


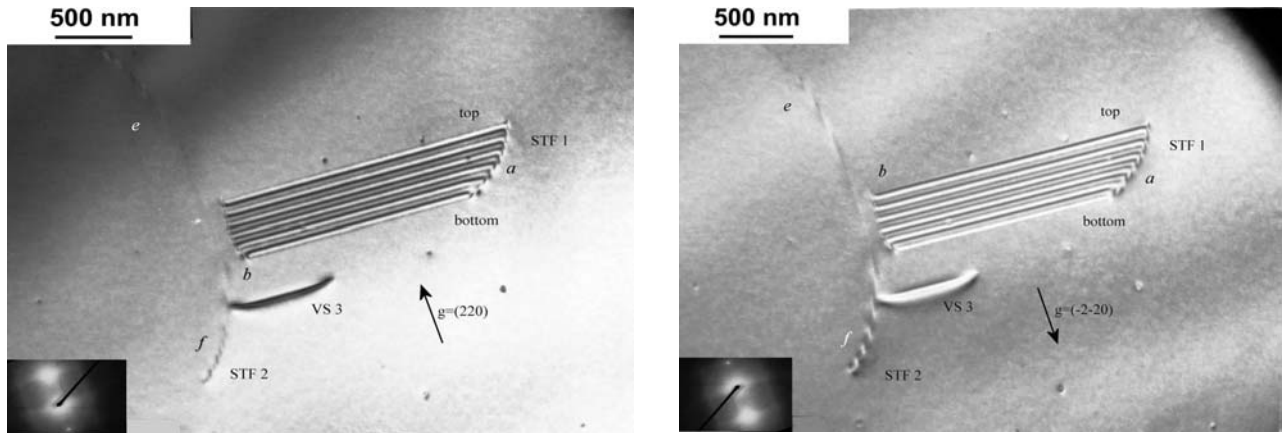
Abbildung 3.6.2; a) geometrische Darstellung der Orientierung der möglichen Stapelfehlerebenen und die Spuren mit Foliennormale  $[001]$ , b, c) Querschnitt Darstellung Entstehung der beiden Stapelfehler und ihre Neigung mit der Oberfläche der Probe mit dem  $\vec{g} = (-2-20)$ - bzw.  $\vec{g} = (-220)$ -Reflex.

Die Spuren die Stapelfehlerebenen mit der Foliennormale  $FN=(001)$  sind:

Spur I= $(-110)$  von der  $(-1-11)$ -Ebene, Spur II= $(1-10)$  von der  $(111)$ -Ebene,

Spur III= $(110)$  von der  $(-111)$ -Ebene, Spur IV= $(-1-10)$  von der  $(1-11)$ -Ebene

Die Spur I in der  $[-110]$ -Richtung ist die Spur von Stapelfehler I (STF I), welcher mit der Foliennormale entlang der Spur  $[-110]$  schneidet. Daher liegt der Stapelfehler I schräg zur Probenoberfläche auf einer  $(-1-11)$ -Ebene. Die Spur III in der  $[110]$ -Richtung ist die Spur von Stapelfehler II (STF II), welcher schräg auf einer  $(-111)$ -Ebene liegt. Abbildung 3.6.3.a, b zeigen ein Hellfeld- und ein Dunkelfeldbild bei  $\vec{s}=0$  im Zweistrahlfall. Es wurden die Stapelfehler I und II mit dem  $\vec{g} = (220)$ -Reflex abgebildet. In der Abbildungen sieht man, dass der Stapelfehler 2 (STF 2) vollständig ausgelöscht ist. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R}_2 = 0$ . Aus der Kontrastanalyse (Tabelle B-I) ist zu erkennen, dass  $\alpha$  für den Stapelfehler 2 mit  $\vec{g} = (220)$  und  $\vec{R}_2 = -1/3[\bar{1}\bar{1}1]$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R}_2 = 0$  haben kann. Dagegen ist der Stapelfehler 1 sichtbar und  $\vec{g} \cdot \vec{R}_1 \neq 0$ . Aus dem Hellfeldbild 3.6.3 (a) ist zu sehen, dass Kontrast der äußeren Streifen des Stapelfehlers (STF 1) unter Anregung des  $\vec{g} = (220)$ -Reflexes hell ist. Daher gilt für den Stapelfehler 1  $\alpha > 0$  und  $\alpha$  kann für den Stapelfehler 1 mit  $\vec{g} = (220)$  und  $\vec{R}_1 = -1/3[\bar{1}\bar{1}1]$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R}_1 = 2\pi/3$  haben.



a) Abbildung 3.6.3 a): Hellfeldbild STF 1 mit dem  $\vec{g} = (220)$  im Zweistrahlfall in der Nähe des [001]-Pols,  
 b) CDF Dunkelfeldbild dieselben Stapelfehler unter Anregung des  $\vec{g} = (-2-20)$ -Reflexes, Vergrößerung 20000X  
 c) HF Beugungsbild im Zweistrahlfall unter Anregung des  $\vec{g} = (220)$ -Reflexes in der Nähe des [001]-Pols,

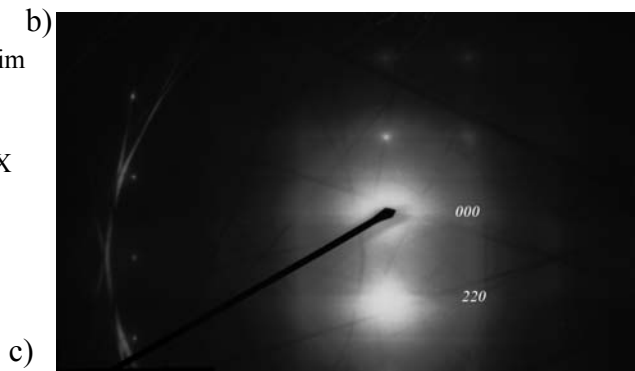
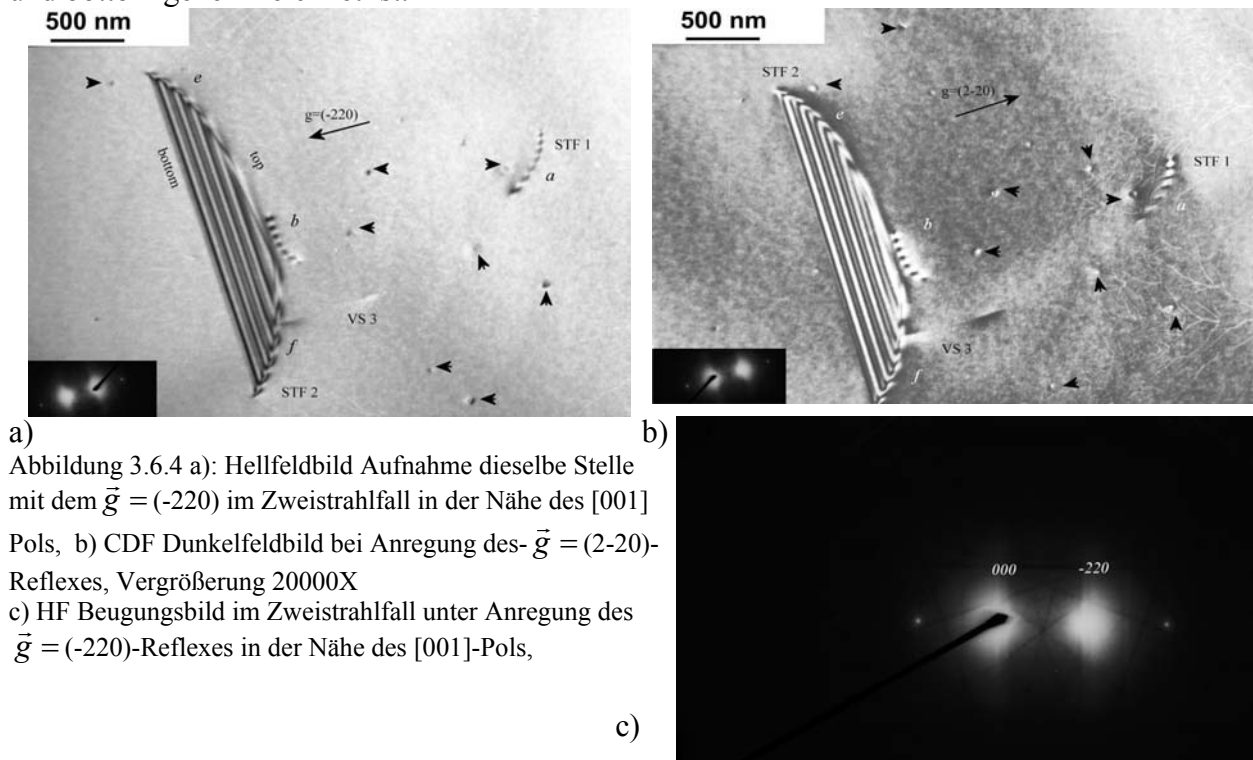


Abbildung 3.6.3.b zeigt ein CDF Dunkelfeldbild des Stapelfehlers 1 unter Anregung des  $\vec{g} = (-2-20)$ -Reflexes. Das Dunkelfeldbild zeigt einen komplementären Kontrast (dunkler Streifen) an der Oberseite der Folie (top), und einen gleichen Kontrast an der Unterseite der Folie im Vergleich zum Hellfeldbild 3.6.3.a. Wie im Bild mit top und bottom gekennzeichnet ist, ist der Kontrast des STF 1 im Dunkelfeldbild an der Unterseite (bottom) der Folie hell. In der Abbildung 3.6.3 ist eine Versetzung (VS-3) zu erkennen, die unter Anregung des  $\vec{g} = (220)$ -Reflexes nicht ausgelöscht ist. Man sieht, dass das gerade Versetzungssegment VS-3 eine projizierende  $\vec{u} = [-110]$ -Richtung hat. Daher sollte es auf einer  $(-111)$ -Ebene oder  $(1-11)$ -Ebene liegen. Die Abbildungen 3.6.4 (a, b) zeigen ein Hellfeld- und ein Dunkelfeldbild derselben Stapelfehler unter Anregung des  $\vec{g} = (-220)$ -Reflexes bzw. des  $\vec{g} = (2-20)$ -Reflexes im Zweistrahlfall. Der Stapelfehler 2 (STF 2) ist mit dem  $\vec{g} = (-220)$ -Reflex sichtbar. Daher ist für den STF 2 mit dem  $\vec{g} = (-220)$ -Reflex  $\vec{g} \cdot \vec{R}_2 \neq 0$ . In der Abbildung 3.6.4 (a) sieht man, dass die äußeren Streifenkontrast des Stapelfehlers (STF 2) unter Anregung des  $\vec{g} = (220)$ -Reflexes dunkel ist. Daher gilt für den STF 2  $\alpha < 0$ . Aus der Kontrastanalyse (Tabelle B-I) ist zu erkennen, dass  $\alpha$  für den Stapelfehler 2 mit  $\vec{g} = (-220)$  und  $\vec{R}_2 = -1/3[\bar{1}\bar{1}1]$  den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R}_2 = -2\pi/3$  haben kann. Man sieht im Bild 3.6.4, dass der Stapelfehler 1 unter Anregung des  $\vec{g} = (-220)$ -Reflexes ausgelöscht ist. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R}_1 = 0$  für den Stapelfehler 1. Aus der Tabelle B-I zu erkennen, dass  $\vec{g} \cdot \vec{R}$  für den Stapelfehler 1 (STF 1) mit dem  $\vec{g} = (-220)$ -Reflex und  $\vec{R}_1 = -1/3[\bar{1}\bar{1}1]$  nur den Wert  $\vec{g} \cdot \vec{R}_1 = 0$  haben kann. Die Ergebnisse der Kontrastanalyse sind in Tabelle B-I aufgelistet.

Bild	$\vec{g} \cdot \vec{R}$ für Stapelfehler		$\vec{g} \cdot \vec{b}$ für Versetzung	
	$\vec{g}$	STF-1	STF-2	VS-3
3.7.1	$\vec{g}=(-400)$	4/3	4/3	-2
3.7.3	$\vec{g}=(220)$	-4/3	0	2
3.7.4	$\vec{g}=(-220)$	0	4/3	0
STF Ebene		$(\bar{1} \bar{1} 1)$	$(\bar{1} 1 1)$	$(\bar{1} 1 1)$ oder $(1 \bar{1} 1)$
$\vec{R}$		$\vec{R}_1 = -1/3[\bar{1} \bar{1} 1]$	$\vec{R}_2 = -1/3[\bar{1} 1 1]$	$\vec{b} = 1/2[110]$
Versetzungslinie				$\vec{u} = [-110]$

Tabelle B-I; Ergebnisse der Kontrastanalyse von Abbildungen 3.7.1 bis 3.7.4

Abbildung 3.6.4.b zeigt ein CDF Dunkelfeldbild. Die beiden Stapelfehler wurden unter Anregung des  $-\vec{g}$ -Reflexes abgebildet. Die Analyse des Streifenkontrasts zeigt, dass für den STF 2 der Kontrast der äußeren Streifen an der Oberseite der Folie (top) und an der Unterseite der Folie (bottom) dunkel ist. Dagegen zeigt das CDF Dunkelfeldbild einen hellen Streifenkontrast (komplementären Kontrast) an der Oberseite der Folie, und einen gleichen Kontrast an der Unterseite der Folie (an der Unterseite der Folie (bottom) ist der Kontrast der Streifen dunkel). Daher liegt der STF 2 schräg zur Probenoberfläche auf einer  $(-111)$ -Ebene, wie im Bild mit top und bottom gekennzeichnet ist.



a) Abbildung 3.6.4 a): Hellfeldbild Aufnahme dieselbe Stelle mit dem  $\vec{g} = (-220)$  im Zweistrahlfall in der Nähe des  $[001]$  Pols, b) CDF Dunkelfeldbild bei Anregung des-  $\vec{g} = (2-20)$ -Reflexes, Vergrößerung 20000X  
c) HF Beugungsbild im Zweistrahlfall unter Anregung des  $\vec{g} = (-220)$ -Reflexes in der Nähe des  $[001]$ -Pols,

Der Nullstrahl des Hellfeldbildes wurde im Beugungsbild 3.6.4.c mit dem Zeiger markiert. In der Abbildung 3.7.4 ist zu erkennen, dass die Versetzung VS-3 unter Anregung des  $\vec{g} = (-220)$ -Reflexes ausgelöscht ist. Daher für die Versetzung VS-3 gilt  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ . In Tabelle B-I ist zu erkennen, dass die Versetzung VS-3 unter Anregung des  $\vec{g} = (220)$ - und  $\vec{g} = (-400)$ -

Reflexes den Wert  $\vec{g} \cdot \vec{b} = \pm 2$  annimmt. Deshalb ist sie in der Abbildungen 3.6.1 und 3.6.3 sichtbar. Dagegen ist ihr Kontrast Anregung des  $\vec{g} = (-220)$ -Reflexes in der Abbildung 3.6.4 ausgelöscht. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ . Aus den  $\vec{g} \cdot \vec{b}$ -Kriterium (Tabelle B-I) besitzt die Versetzung VS-3 einen Burgersvektor  $\vec{b} = 1/2[110]$ . Weil eine Schraubenversetzung unsichtbar wird, wenn  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$  ist, sollte sie entlang einer  $\langle 110 \rangle$ -Richtung liegen. Wie vorher erwähnt wurde, liegt die Versetzung VS-3 entlang einer projizierende  $[-110]$ -Richtung auf einer  $(\bar{1}11)$ -Ebene.

In der Abbildung 3.6.1 ist zu sehen, dass die beide Stapelfehler mit  $\vec{g} = (-400)$ -Reflex sichtbar sind und zeigen starke Kontraste. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R}_1 \neq 0$  bzw.  $\vec{g} \cdot \vec{R}_2 \neq 0$ . Aus den Ergebnissen der Kontrastanalyse ist zu erkennen, dass  $\alpha$  für die Stapelfehler 1 und 2 mit  $\vec{g} = (-400)$  und  $\vec{R}_i$  den Wert  $\alpha = \vec{g} \cdot \vec{R} = -2\pi/3$  ( $\alpha < 0$ ) haben kann, wobei  $\vec{R}_1 = -1/3[\bar{1}\bar{1}1]$  und  $\vec{R}_2 = -1/3[\bar{1}11]$  sind. Aus dem Bild 3.6.3 ist zu sehen, dass der Stapelfehler 1 mit dem  $\vec{g} = (220)$ -Reflex sichtbar ist. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R}_1 \neq 0$ . Dagegen wurde im Bild 3.6.3 der Kontrast des Stapelfehlers 2 mit  $\vec{g} = (220)$ -Reflex vollständig ausgelöscht. Deshalb kann  $\alpha$  mit dem  $\vec{g} = (220)$ -Reflex und  $\vec{R}_1 = -1/3[\bar{1}\bar{1}1]$  bzw.  $\vec{R}_2 = -1/3[\bar{1}11]$  folgende Werte haben. Aus der Tabelle B-I ist für den Stapelfehler I  $\alpha = \vec{g} \cdot \vec{R}_1 = 2\pi/3$  ( $\alpha > 0$ ). Man sieht auch im Bild 3.6.3.a, dass der Kontrast der äußeren Streifen des Stapelfehlers 1 am top der Folie und am bottom der Folie hell ist. Daher ist  $\cos \beta_1 > 0$ . Deshalb ist der Winkel  $\beta_1$  zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}_1$  spitz und beträgt  $35.2^\circ$ . Für den Stapelfehler II ist  $\vec{g} \cdot \vec{R}_2 = 0$  mit gleichem Reflex. Aus dem Bild 3.6.4 ist zu sehen, dass der Stapelfehler 2 unter Anregung des  $\vec{g} = (-220)$ -Reflexes sichtbar ist. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R}_2 \neq 0$ . Deshalb kann  $\alpha$  mit  $\vec{g} = (-220)$  und  $\vec{R}_1 = -1/3[\bar{1}\bar{1}1]$  bzw.  $\vec{R}_2 = -1/3[\bar{1}11]$  den Wert haben. Aus der Ergebnisse der Kontrastanalyse (Tabelle B-I) gilt  $\alpha = \vec{g} \cdot \vec{R}_2 = -2\pi/3$  ( $\alpha < 0$ ) für den Stapelfehler 2. Daher ist  $\cos \beta_2 < 0$ . Deshalb ist der Winkel  $\beta_2$  zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}_2$  stumpf und beträgt  $144^\circ$ .

Außerdem wurde im Bild 3.6.4 der Kontrast des Stapelfehlers 1 unter Anregung des  $\vec{g} = (220)$ -Reflexes vollständig ausgelöscht. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R}_1 = 0$ . Durch das angegebenen Kontrastskriterien kann für die beide Stapelfehler (1 und 2) die möglichen Verschiebungsvektoren  $\vec{R}_1 = -1/3[\bar{1}\bar{1}1]$  und  $\vec{R}_2 = -1/3[\bar{1}11]$  in Frage kommen. Wie im geometrischen Bild 3.7.2.a, b zu erkennen ist, ist der Winkel  $\beta_1$  zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}_1$  spitz und beträgt  $35.2^\circ$ , wobei  $\vec{g} = (220)$  und der Verschiebungsvektor des Stapelfehlers 1  $\vec{R}_1 = -1/3[\bar{1}\bar{1}1]$  ist. Der Verschiebungsvektor des Stapelfehlers 1 ist  $\vec{R}_1 = -1/3[\bar{1}\bar{1}1]$  und er liegt schräg zur Probenoberfläche auf einer  $(-1-11)$ -Ebene. In der Abbildung 3.6.1-3 und 3.6.1.4 zu erkennen, dass im Dunkelfeldbild der Streifenkontrast des Stapelfehlers 1 an der Oberseite der Folie dunkel ist. Aus den Hellfeldbilder ist zu erkennen, dass die äußeren Streifenkontraste des Stapelfehlers 1 am top und am bottom hell ist. Aus Tabelle C-II nach Gevers, Amelinckx et al. [23] kann man daher schließen, wenn der Winkel zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}$  spitz ist und im Hellfeldbild die äußeren Streifen hell sind, dann handelt es sich um einen *extrinsischen Stapelfehler*.



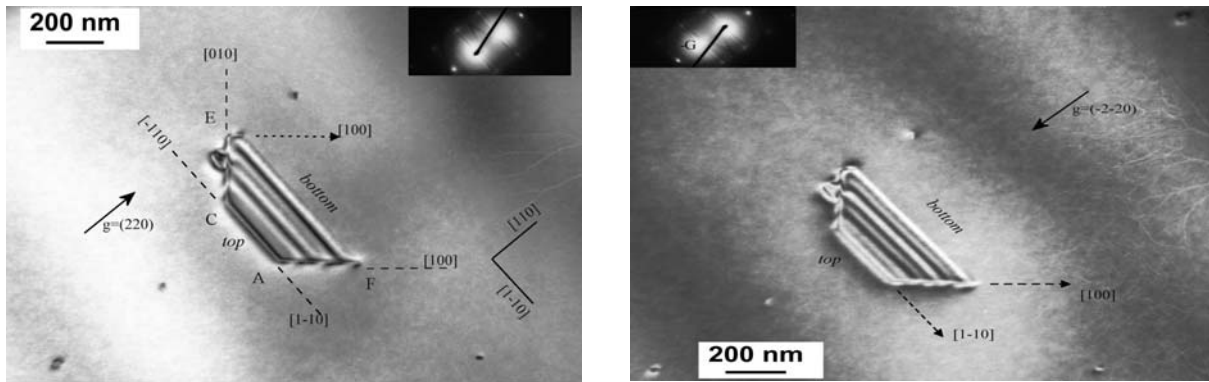
Der Winkel  $\beta_2$  zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}_2$  ist stumpf und beträgt  $145^\circ$ , wenn  $\vec{g}=(-220)$  und der Verschiebungsvektor des Stapelfehlers 2  $\vec{R}_2=-1/3[\bar{1}\bar{1}1]$  ist. Daher liegt STF 2 schräg zur Probenoberfläche auf einer (-111)-Ebene. In der Abbildung 3.6.1-3 und 4 ist zu erkennen, dass im Dunkelfeldbild der Streifenkontrast des Stapelfehlers 2 an der Oberseite der Folie hell ist. Aus dem Hellfeldbild ist zu erkennen, dass der äußeren Streifenkontrast des Stapelfehlers 1 an der Oberseite (top) und Unterseite der Folie (bottom) dunkel ist. Aus Tabelle C-II nach *Gevers, Amelinckx et al.* [23] kann man daher schließen, wenn der Winkel zwischen  $\vec{g}$  und  $\vec{R}$  stumpf ist und im Hellfeldbild die äußeren Streifen dunkel sind, handelt es sich um einen *extrinsischen Stapelfehler*.

Die Partialversetzungen  $a$  und  $b$ , welche der STF 1 berandet haben, wurden als Frank-Partialversetzungen identifiziert. Der Stapelfehler 1 liegt auf einer (-1-11)-Ebene und besitzt ein Verschiebungsvektor  $\vec{R}_1 = -1/3[\bar{1}\bar{1}1]$ . Deshalb treten folgende mögliche Partialversetzungen in einer (-1-11)-Ebene auf,  $\vec{b}_1 = 1/6[\bar{1}2\bar{1}]$ ,  $\vec{b}_2 = 1/6[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$ ,  $\vec{b}_3 = 1/6[2\bar{1}1]$ ,  $\vec{b}_4 = -1/3[\bar{1}\bar{1}1]$ .

Wie man im Bild 3.6.3(a) sieht, sind die Partialversetzungen  $a$  und  $b$  mit  $\vec{g}=(220)$  sichtbar und zeigen Kontrast. Deshalb ist  $\vec{g} \cdot \vec{b} = -4/3$ . Im Bild 3.6.4.a ist zu erkennen, dass die Versetzungen  $a$  und  $b$  mit  $\vec{g}=(-220)$  ausgelöscht sind. Deshalb ist  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ . Im Bild 3.6.1.a sind die Partialversetzungen  $a$  und  $b$  mit  $\vec{g}=(-400)$  sichtbar und zeigen einen starken Kontrast. Deshalb ist  $\vec{g} \cdot \vec{b} = +4/3$ . Durch das  $\vec{g} \cdot \vec{b}$ -Kontrastkriterien kommt nur ein möglicher Burgersvektor  $\vec{b}_4 = -1/3[\bar{1}\bar{1}1]$  für die Partialversetzungen  $a$  und  $b$  in Frage. Daher wurde die Partialversetzungen  $e$  und  $f$  als Frank-Partialversetzung identifiziert. Die Partialversetzungen  $e$  und  $f$  berandet der Stapelfehler 1, welchem auf einer (-111)-Ebene liegt, und besitzt ein Verschiebungsvektor  $\vec{R}_2 = -1/3[\bar{1}\bar{1}1]$ . Deshalb treten folgende mögliche Partialversetzungen in einer (-111)-Ebene auf:  $\vec{b}_1 = 1/6[12\bar{1}]$ ,  $\vec{b}_2 = 1/6[2\bar{1}\bar{1}]$ ,  $\vec{b}_3 = 1/6[1\bar{1}2]$ ,  $\vec{b}_4 = -1/3[\bar{1}\bar{1}1]$ . Ebenfalls ist zu erkennen, dass die Partialversetzungen  $e$  und  $f$ , welche der Stapelfehler 2 berandet haben, mit  $\vec{g}=(220)$  ausgelöscht sind. Deshalb ist  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$  (Bild 3.6.3). Wie man im Bild 3.6.4 (a) sieht, sind die Partialversetzungen  $e$  und  $f$  mit  $\vec{g}=(-220)$  und  $\vec{b}$  sichtbar. Deshalb ist  $\vec{g} \cdot \vec{b} = +4/3$ . Im Bild 3.6.1.a sind die Partialversetzungen  $e$  und  $f$  mit  $\vec{g}=(-400)$  sichtbar und zeigen einen starken Kontrast. Deshalb ist  $\vec{g} \cdot \vec{b} = +4/3$ . Durch das  $\vec{g} \cdot \vec{b}$ -Kontrastkriterien kommt ein möglicher Burgersvektor  $\vec{b}_4 = -1/3[\bar{1}\bar{1}1]$  für die Partialversetzungen  $e$  und  $f$  in Frage. In die Proben wurden auch vereinzelt Versetzungsschleifen (Loops) beobachtet, die eine nahezu sechseckige Form hatten. Abbildung 3.6.5 (a, b) zeigt eine Versetzungsschleife in Form eines Polygons unter Anregung der  $\vec{g}=(220)$ - bzw.  $\vec{g}=(-2-20)$ -Reflexe. Die Aufnahme entstand in der Nähe des [001]-Pols. Außerdem in der Abbildungen 3.6.5 sieht man auch Ausscheidungen als schwarze und weiße punktförmige Kontrast, die sich in der Umgebung der Versetzungsschleife befinden. Der Loops zeigt in der Abbildung 3.6.5 (a) mit  $\vec{g}=(220)$  Kontrast. Die geraden Versetzungssegmente AC (Kante AC) des Loops liegen entlang der [-110]-Richtung. Mit dem  $\vec{g}=(220)$ -Reflex ist  $\vec{g} \cdot \vec{b} \neq 0$ , daher ist die Versetzungsschleife sichtbar.

Die Schleife im Bildern (a) und (b) zeigt einen Stapelfehlerkontrast mit geraden Streifen. Abbildung 3.6.5.b zeigt ein Dunkelfeldbild (CDF) desselben Loops mit  $-\vec{g}$ , wobei  $-\vec{g}=(-2-20)$

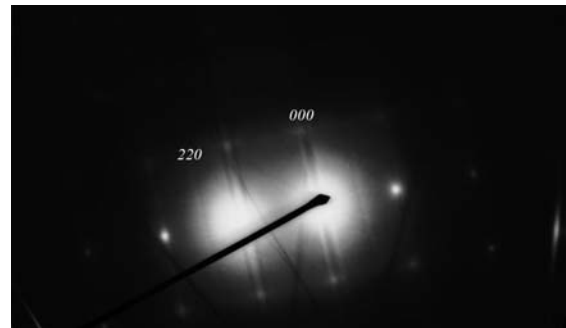
ist. Aus den Bildern ist zu erkennen, dass die geraden Versetzungssegmente AF und CE der Versetzungsschleife entlang [100] und [010]-Richtungen liegen. Aus dem Bild 3.6.5 (a) ist zu erkennen, dass der Kante AF entlang der [100]-Richtung liegt. Daher wurde angenommen, dass ihre projizierende Richtung  $\vec{u}_{AF} = [100]$  ist. Der Winkel zwischen die geraden Versetzungssegmente AF und AC ist  $44^\circ$ . Außerdem liegt die Kante CE entlang der [101]-Richtung. Der Winkel zwischen den geraden Versetzungssegmenten CE und AC ist  $37^\circ$ . Ergebnisse der Kontrastanalyse sind in Tabelle B-II aufgelistet.



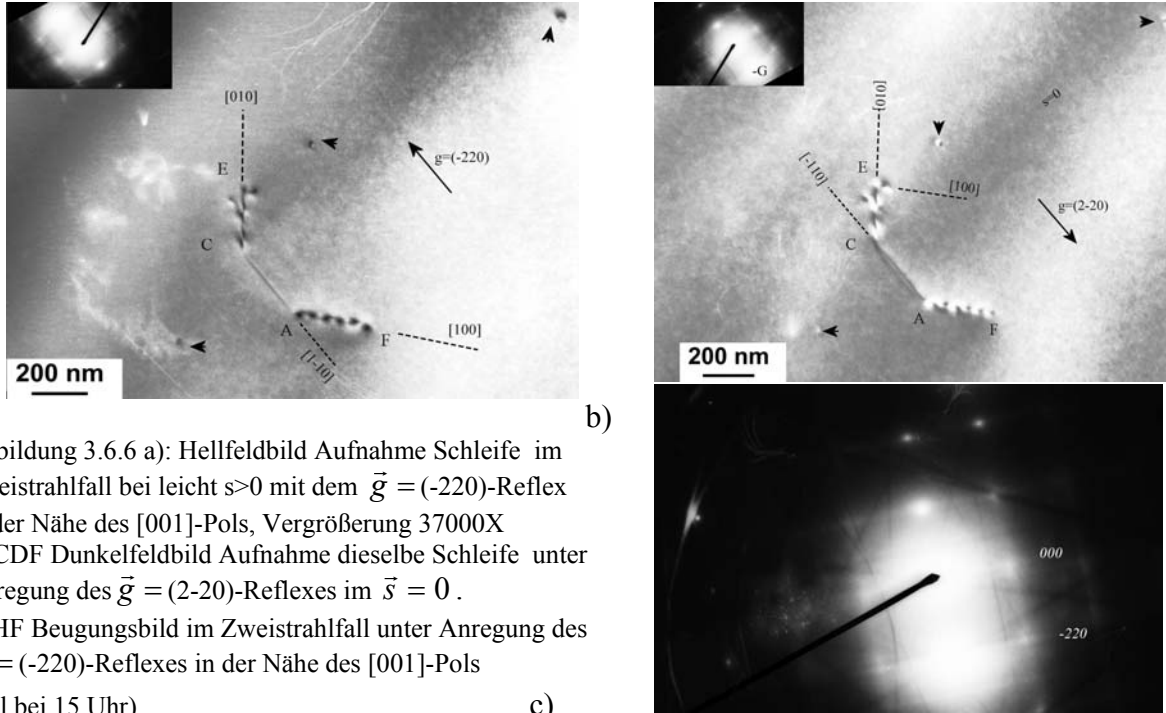
a) Abbildung 3.6.5 a): Hellfeldbild Aufnahme einer Versetzungsschleife im Zweistrahlfall mit dem  $\vec{g} = (220)$ -Reflex in der Nähe des [001]-Pols, Vergrößerung 37000X  
 b) CDF Dunkelfeldbild Aufnahme derselben Stelle mit  $-\vec{g} = (-2-20)$ -Reflex

c) HF Beugungsbild im Zweistrahlfall unter Anregung des  $\vec{g} = (220)$ -Reflexes in der Nähe des [001]-Pols

c)



Abbildungen 3.6.6 zeigen ein Hell- und Dunkelfeldbild dieselbe Versetzungsschleife. Es wurde diese Stelle unter Anregung des  $\vec{g} = (-220)$ -Reflexes in der Nähe des [001]-Pols abgebildet. Aus Tabelle B-II gilt für den  $\vec{g} = (-220)$ -Reflex  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ , daher ist die Versetzungsschleife vollständig ausgelöscht. Man sieht, dass auch das gerade Versetzungssegment CE mit  $\vec{g} = (-220)$  ausgelöscht ist, weil dieses Segment entlang der [010]-Richtung liegt. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{u}_{AC} = 0$ . Dagegen ist zu erkennen, dass die Kanten AF und CE nicht vollständig ausgelöscht sind. daher zeigen sie hellen und dunklen Kontrast entlang der Versetzungssegmente. Außerdem sieht man, dass der Kontrast des Stapelfehlers innerhalb der Schleife ausgelöscht ist. Abbildung 3.6.6 (b) zeigt ein Dunkelfeldbild (CDF) desselben Loops mit  $-\vec{g}$ , wobei  $-\vec{g} = (2-20)$  ist, im  $\vec{s} = 0$ . Aus den Bildern ist zu erkennen, dass heller und dunkler Kontrast entlang der Versetzungssegmente periodisch abwechseln. Außerdem wurden die Ausscheidungen, welche mit Pfeilen gezeichnet sind, hier auch in der Umgebung der Versetzungsschleife beobachtet.



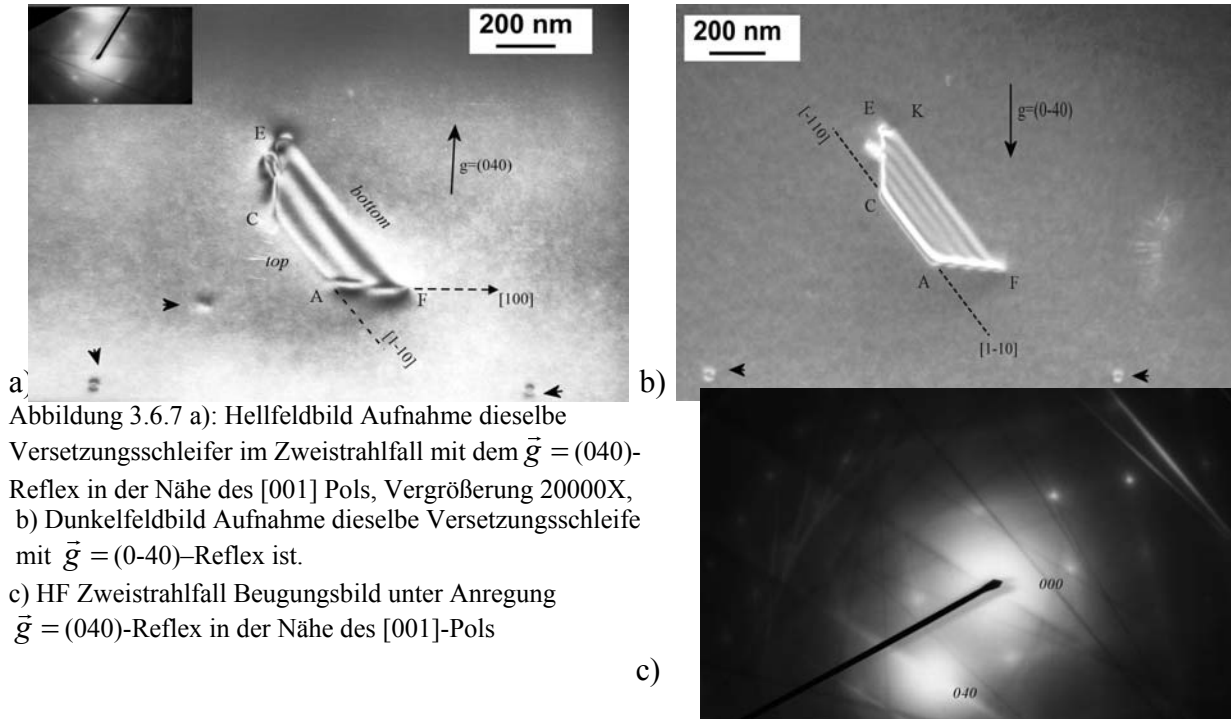
a) Abbildung 3.6.6 a): Hellfeldbild Aufnahme Schleife im Zweistrahlfall bei leicht  $s > 0$  mit dem  $\vec{g} = (-220)$ -Reflex in der Nähe des  $[001]$ -Pols, Vergrößerung 37000X  
 b) CDF Dunkelfeldbild Aufnahme dieselbe Schleife unter Anregung des  $\vec{g} = (2-20)$ -Reflexes im  $\vec{s} = 0$ .  
 c) HF Beugungsbild im Zweistrahlfall unter Anregung des  $\vec{g} = (-220)$ -Reflexes in der Nähe des  $[001]$ -Pols (Pol bei 15 Uhr)

Die Abbildungen 3.6.7 (a, b) zeigen ein Hellfeldbild und ein Dunkelfeldbild von einer Versetzungsschleife mit dem  $\vec{g} = (040)$ -Reflex. Man sieht, dass die Schleife mit dem  $\vec{g} = (040)$ -Reflex einen starken Kontrast zeigt. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{b} \neq 0$ . Es ist zu erkennen, dass der äußere Streifenkontrast der Schleife mit  $\vec{g} = (040)$  hell ist. Daher kann  $\alpha$  mit  $\vec{g} = (040)$  und  $\vec{R}$  für die Versetzungsschleife den Wert  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R} = 2\pi/3$  haben, wobei  $\vec{R} = 1/3[\bar{1} \bar{1} 1]$  ist. Man sieht klar im Bild 3.6.7 (b), dass die Schleife eindeutig Stapelfehlerkontrast zeigt. Allerdings ist zu erkennen, dass die Schleife eine Stapelfehlerkontrast mit geraden Streifen zeigt. Außerdem ist zu sehen, dass die geraden Versetzungssegmente AF, AC und CE mit  $\vec{g} = (040)$ -Reflex einen starken Kontrast zeigen.

$\vec{g} \cdot \vec{R}$ für den Loops		
Bild	$\vec{g}$	$\vec{g} \cdot \vec{R}$
3.6.7	$\vec{g} = (040)$	$-4/3 = 2\pi/3$
3.6.5	$\vec{g} = (220)$	$-4/3 = 2\pi/3$
3.6.6	$\vec{g} = (-220)$	0
Loop Ebene		$(\bar{1} \bar{1} 1)$
$\vec{R}$		$\vec{R} = -1/3[\bar{1} \bar{1} 1]$

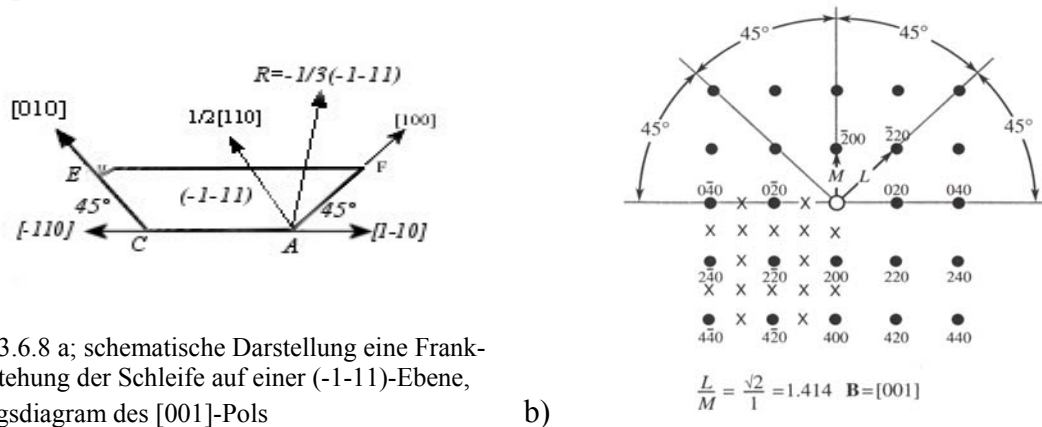
Tabelle B-II; Ergebnisse der Kontrastanalyse von Abbildungen 3.6.5 bis 3.6.7

Aus den Ergebnissen der Kontrastanalyse (Tabelle B-II) ist zu erkennen, dass  $\alpha$  mit  $\vec{g} = (220)$  und  $\vec{R}$  für die Versetzungsschleife  $\alpha = 2\pi\vec{g} \cdot \vec{R} = 2\pi/3$  haben kann, wobei  $\vec{R} = -1/3[\bar{1} \bar{1} 1]$  ist. Mit  $\vec{g} = (-220)$  ist  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ . Daher kommt ein möglicher Verschiebungsvektor  $\vec{R} = -1/3[\bar{1} \bar{1} 1]$  in Frage.



a) Abbildung 3.6.7 a): Hellfeldbild Aufnahme dieselbe Versetzungsschleife im Zweistrahlfall mit dem  $\vec{g} = (040)$ -Reflex in der Nähe des  $[001]$  Pols, Vergrößerung 20000X, b) Dunkelfeldbild Aufnahme dieselbe Versetzungsschleife mit  $\vec{g} = (0-40)$ -Reflex ist. c) HF Zweistrahlfall Beugungsbild unter Anregung  $\vec{g} = (040)$ -Reflex in der Nähe des  $[001]$ -Pols

Für diese Versetzungsschleife wurde die Tatsache, dass Frank-Schleife nur in der Ebene senkrecht zu ihrem Burgervektor liegen können, zur Ermittlung der Loopebene benutzt. Daher liegt sie auf einer  $(\bar{1}\bar{1}1)$ -Ebene. Die Kontrastauslöschung lässt eine eindeutige Bestimmung als *Frank-Loop* zu.



a) Abbildung 3.6.8 a); schematische Darstellung eine Frank-Loops Entstehung der Schleife auf einer  $(-1-11)$ -Ebene, b) Beugungsdiagramm des  $[001]$ -Pols

Wie man im Bild 3.6.8 sieht, steht der Vektor  $\vec{R}$  senkrecht auf die von der Loopebene abweichende  $(-1-11)$ -Ebene, die die Schleifenebene in der Versetzungslinie schneidet. Daher weist der Verschiebungsvektor  $\vec{R}$  aus der Versetzungsschleife hinaus. Der Verschiebungsvektor  $\vec{R} = -1/3[\bar{1}\bar{1}1]$  schneidet die Loopebene an die Versetzungslinie  $[110]$ . Der Winkel zwischen dem Versetzungssegment CA, welches entlang der  $[1-10]$ -Richtung liegt, und das Versetzungssegment AF, welches entlang der  $[100]$ -Richtung ist, wurde gemessen und beträgt  $45^\circ$ . Dieser Winkel stimmt mit dem theoretische Wert (siehe Bild 3.7.8 (b), der Winkel zwischen  $[220]$ - und  $[040]$ -Richtungen beträgt  $45^\circ$ ) überein. Der Winkel zwischen dem Versetzungssegment AC, welches entlang der  $[-110]$ -Richtung liegt, und dem Versetzungssegment CE, das entlang der  $[010]$ -Richtung ist, beträgt  $38^\circ$ . Der theoretische Wert ist (siehe Abbildung 3.6.8 (b), der Winkel zwischen  $[-220]$ - und  $[040]$ -Richtungen)  $45^\circ$ .

#### 4. Häufigkeitsverteilung der Präzipitate und Stapelfehler

In diesem Abschnitt wurde die Häufigkeitsverteilung der Präzipitate und Stapelfehler innerhalb eines bestimmten Volumens bestimmt. Es wurde die Defektverteilung in den untersuchten Proben quantitativ bestimmt. Wenn die Proben unterschiedlich dick sind, wird auf diese Weise eine hohe bzw. niedrige Defektdichte vorgetäuscht. Daher müssen die Defekte auf die Dicke der Proben bezogen werden, um eine statistische Aussage zuzulassen.

Um eine quantitative Defektdichte zu bestimmen, müssen die Kontrast bestimmenden Faktoren wie angeregte Reflexe, und deren zugehörige Extinktionslänge, Größe der Defekte und Dicke der Probe berücksichtigt werden. Die Dicke der Proben wurden mit Hilfe der Dickenkonturen bestimmt. Vor einer quantitativen Bestimmung der Defektdichte müssen die Abbildungen, die zur quantitative Auswertung verwendet wurden und in ihrer Aussagekraft bewertet werden.

Daher wurden Hellfeldbilder und Dunkelfeldbilder und bestimmte  $\vec{g}$ -Reflexe verwendet. Der Kontrast für  $\vec{g}=(220)$  bzw.  $\vec{g}=(111)$  lässt eine deutliche Unterscheidung der einzelnen kleinen Ausscheidungen zu. Während der Kontrast für  $\vec{g}=(111)$  eine deutliche Unterscheidung der einzelnen Stapelfehler zulässt, ist er für  $\vec{g}=(220)$  teilweise unsichtbar und einer quantitativen Auszählung nur schwer zugänglich (weil  $\vec{g} \cdot \vec{R}$  mit  $\vec{g}=(220)$  und  $\vec{R}$  den Wert Null haben kann). Bei Abbildung mit dem gewählten  $\vec{g}=(220)$ -Reflex sind die Stapelfehler mit  $\vec{R} = -1/3[111]$  und  $\vec{R} = -1/3[11\bar{1}]$  ausgelöscht. Daher werden nur 50% der Stapelfehler abgebildet, für eine quantitative Bestimmung muss die Anzahl der ausgezählten Stapelfehler verdoppelt werden.

Ein XTEM-Präparat (Querschnitts- Präparat) wird verwendet, um eine Tiefeninformation von der Oberfläche aus zu erhalten. Es wurde ein Bereich, der eine genügend große durchstrahlbare Fläche hat, mit einer mittleren Dicke von etwa  $5\xi_g$  bis  $6\xi_g$  ausgewählt und eine Serie von TEM-Aufnahmen von der Oberfläche der Proben in steigende Probentiefen gemacht. Dazu wurden 6 Hellfeldbilder in einer Serie von Aufnahmen unter Anregung des  $\vec{g}=(220)$ -Reflexes aufgenommen. In der zweiten Reihe von Aufnahmen wurden 10 Hellfeldbilder mit Anregung des  $\vec{g}=(111)$ -Reflexes abgebildet.

Abbildung 4.1 zeigt die Ergebnisse der Auszählung für die Probe SiOx1 (XTEM). Die gesamte durchstrahlbare Fläche ist  $4 \times 10^{-5} \text{ cm}^2$ . Die mittlere Probendicke wurde mit etwa  $0.3 \mu\text{m}$  gemessen und das gesamte Volumen ist  $1.2 \times 10^{-9} \text{ cm}^3$ . Die Ausscheidungsichte in der Probenserie SiOx1 (XTEM) für den  $\vec{g}=(220)$ -Reflex beträgt im gesamten Volumen  $\rho_{Aus} \cong 3.4 \times 10^{10} / \text{cm}^3$ . Die Stapelfehlerdichte beträgt für den  $\vec{g}=(111)$ -Reflex  $\rho_{SF} \cong 1.9 \times 10^{10} / \text{cm}^3$ . In dieser Probenserie wurden in eine Tiefe von etwa  $100 \mu\text{m}$  von der Oberfläche aus im Durchschnitt 2 Stapelfehler pro Aufnahme beobachtet. Die Abbildung 4.1 zeigt das Ergebnis dieser Auszählungen.

Probendicke	$\cong 280 \text{ nm}$
Extinktionslänge bei $\vec{g} = (111)$ -Reflex	$\xi_{\vec{g}=(111)} = 76.1 \text{ nm}$
Extinktionslänge bei $\vec{g} = (220)$ - Reflex	$\xi_{\vec{g}=(220)} = 92.4 \text{ nm}$
Anzahl Präzipitate in 1. Serie	125
Anzahl Präzipitate in 2. Serie	161
Anzahl Präzipitate in 3. Serie	305

In Abbildung 4.1 ist die Defektverteilung in der Probe der Serie SiOx1 (cross section) zu sehen. Die Anzahl der gezählten Ausscheidungen und Stapelfehler wurde für jede Aufnahme bestimmt. Die Dicke der Probe wurde in diesem Fall mit Hilfe der Dickekonturen bestimmt und beträgt etwa 300 nm. Ab einer Tiefe von etwa 60  $\mu\text{m}$  ist beim  $\vec{g} = (111)$ -Reflex bzw.  $\vec{g} = (220)$ -Reflex in dieser Probenserie die Dichte der Ausscheidungsverteilung jedoch höher als in der Nähe der Oberfläche der Proben(wie in Abbildungen 4.1 zu erkennen ist).

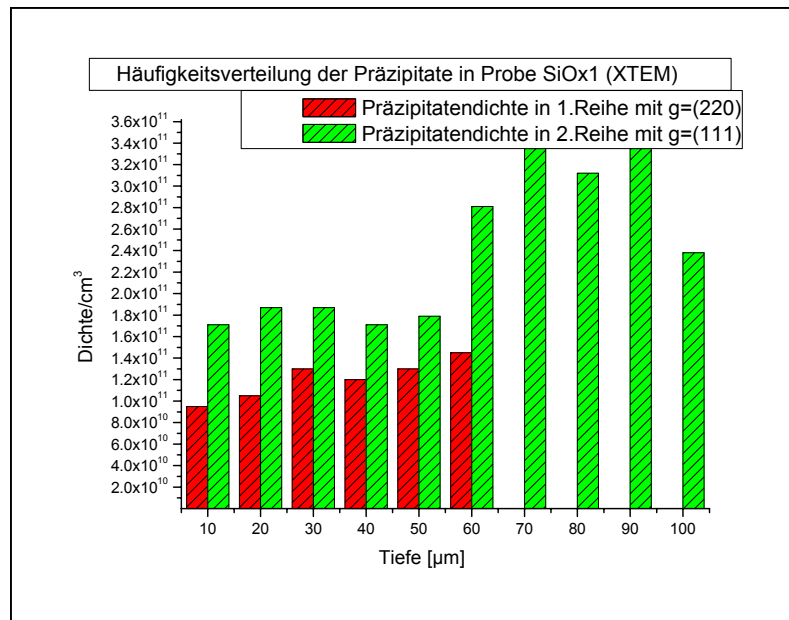


Abbildung 4.1; Dichte der Ausscheidungen als Funktion des Abstandes von der Oberfläche in der Probenserie SiOx1

Die Ausscheidungsdichte sinkt in der Nähe der Oberfläche deutlich und liegt bei  $8.5 \times 10^{10} / \text{cm}^3$ . Abbildung 4.2 zeigt das Ergebnis der Auszählungen für die geätzte Probenserie SiOx1 (XTEM). Dazu wurden 7 Hellfeldbilder unter Anregung des  $\vec{g} = (111)$ -Reflexes aufgenommen. In der zweite Serie von Aufnahmen wurden 9 Hellfeldbilder mit Anregung des  $\vec{g} = (220)$ -Reflexes abgebildet. Die gesamte durchstrahlbare Fläche ist  $2.8 \times 10^{-5} \text{ cm}^2$ . Die mittlere Probendicke beträgt etwa 0.3  $\mu\text{m}$  und das gesamte Volumen ist  $8.4 \times 10^{-10} \text{ cm}^3$ . Die Ausscheidungsdichte in die Probenserie geätzte SiOx1 (XTEM) für den  $\vec{g} = (220)$ -Reflex beträgt im gesamten Volumen  $\rho_{Aus} \cong 2.2 \times 10^{11} / \text{cm}^3$ . In dieser Probenserie wurden bis in eine Tiefe von 90  $\mu\text{m}$  von der Oberfläche aus im Durchschnitt 1 bis 2 Stapelfehler pro Negativ beobachtet. In der Nähe der Oberfläche der Probe ist in dieser Probenserie die Dichte der Ausscheidungen bis in eine Tiefe von etwa 70  $\mu\text{m}$  gleich verteilt. Daher ist zu erkennen, dass die Ausscheidungsdichte in dieser

Probenserie deutlich sinkt. Die Stapelfehlerdichte beträgt für den  $\vec{g} = (220)$ -Reflex  $\rho_{SF} \cong 6.1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ . Die Anzahl gezählter Präzipitate und Stapelfehler wurde anschließend verdoppelt. Abbildung 4.2 zeigt das Ergebnis der Auszählungen.

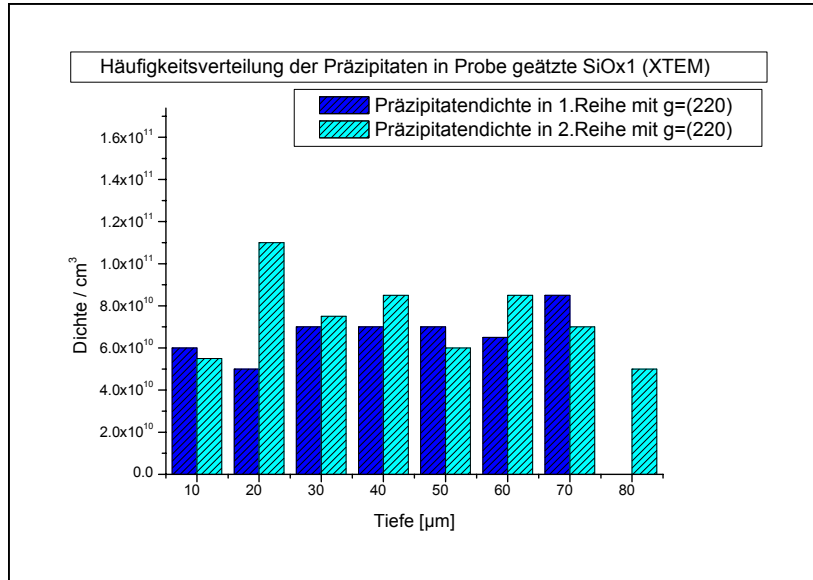


Abbildung 4.2; Dichte der Ausscheidungen als Funktion des Abstandes von der Oberfläche in der geätzte SiOX1 (XTEM)

Beide Proben (SiOX1 und geätzte SiOX1) besitzen im Rahmen der Meßgenauigkeit (die Fehlerschranke beträgt etwa den Faktor 2) gleiche Ausscheidungsichte bis in eine Tiefe von etwa 100 µm.

Anzahl Präzipitate in 1. Serie	94
Anzahl Präzipitate in 2. Serie	156
Anzahl Stapelfehler mit dem $\vec{g} = (220)$ -Reflex	11

Abbildung 4.3 zeigt das Ergebnis der Auswertung für die Probenserie SiOX4 (XTEM). Dazu wurden 10 Hellfeldbilder in einer Reihe von Aufnahmen unter Anregung des  $\vec{g} = (111)$ -Reflexes ausgewertet. Die Anzahl der gezählten Ausscheidungen und Stapelfehler wurde für jede Aufnahme bestimmt. Die Dicke der Probe wurde in diesem Fall mit Hilfe der Dickekonturen bestimmt und beträgt 560 nm. Die gesamte durchstrahlbare Fläche ist  $4 \times 10^{-5} \text{cm}^2$ . Die mittlere ist 0.3 µm und das gesamte Volumen ist  $1.2 \times 10^{-9} \text{cm}^3$ . Die Ausscheidungsichte in der Probenserie SiOX4 (XTEM) für den  $\vec{g} = (111)$ -Reflex beträgt im gesamten Volumen  $\rho_{Aus} \cong 7.62 \times 10^{11} / \text{cm}^3$ . Die Stapelfehlerdichte für den  $\vec{g} = (111)$ -Reflex beträgt im gesamten Volumen  $\rho_{SF} \cong 2.6 \times 10^{10} / \text{cm}^3$ . In dieser Probenserie wurden in eine Tiefe von etwa 100 µm von der Oberfläche aus im Durchschnitt 3 bis 4 Stapelfehler pro Negativ beobachtet. Ab einer Tiefe von etwa 60 µm ist in dieser Probenserie die Dichte der Ausscheidungsverteilung jedoch höher, als Nähe der Oberfläche der Probe (wie in der Abbildungen zu erkennen ist). Die Dichte der

Präzipitate war in dieser Probenserie die höchste, die gemessen wurde. Es wurde wieder die Fehlerschranke in dieser Proben berücksichtigt und beträgt sie etwa den Faktor 2. Abbildung 4.4 zeigt das Ergebnis dieser Auszählungen.

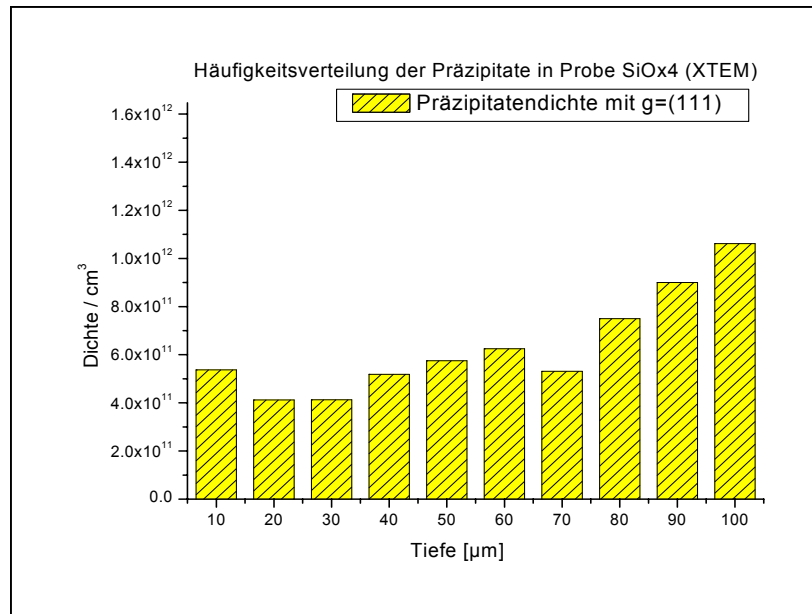
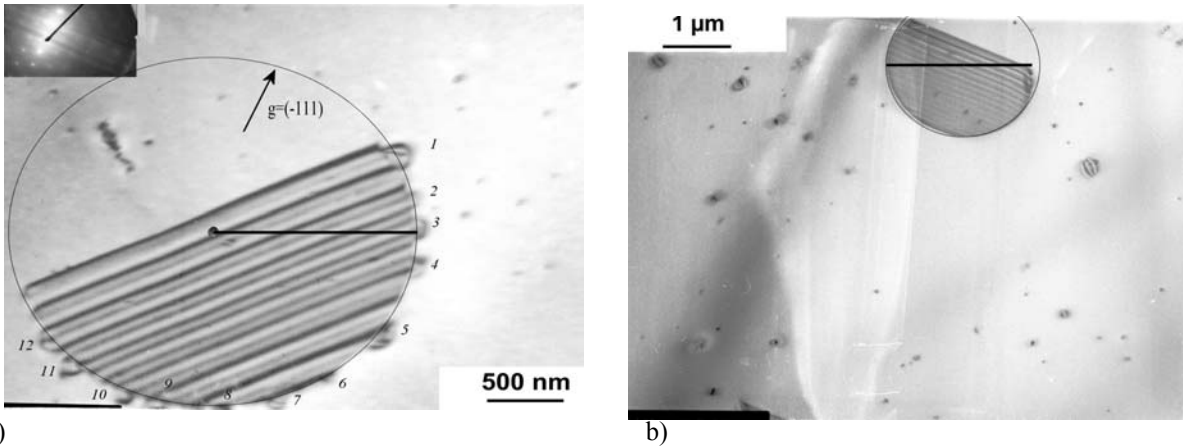


Abbildung 4.3; Dichte der Ausscheidungen als Funktion des Abstandes von der Oberfläche in der Probenserie SiOx4 (XTEM)

Probendicke	560 nm
Extinktionslänge bei $\vec{g} = (111)$ -Reflex	$\xi_{\vec{g}=(111)} = 76.1 \text{ nm}$
ausgezählte Präzipitate	1220
ausgezählte Stapelfehler	41

Eine quantitative Defektanalyse muss neben der Dichte der Defekte auch ihre Größe berücksichtigen. Ein sinnvolles Maß ist das relative Volumen der Defekte. Für diese Analyse wurde das Volumen der Defekte bestimmt, indem der Durchmesser in den Bildern gemessen wurde. Aus dem Durchmesser der Versetzungsschleifen (Loops) wurde unter Annahme runder Form die Fläche des Loops berechnet. Multiplikation mit dem Betrag des Burgersvektor, der stets senkrecht auf die Loopsebene, ergibt das Defektvolumen. In der Probenserie SiOX4 und SiOX1 wurden große halbkreisförmige Stapelfehler (Frank-Loops) beobachtet. In der Abbildung 4.4.1,a sieht man ein Beispiel einer solchen Frank-Schleife, die einen Durchmesser von ca. 2.5 µm hat. Der Stapelfehler wurde in der Probeserie SiOX4 unter Anregung des  $\vec{g} = (111)$ -Reflexes mit der Vergrößerung 20000X aufgenommen. Der Stapelfehler ist mit dem  $\vec{g} = (111)$ -Reflex sichtbar. Daher ist  $\vec{g} \cdot \vec{R} \neq 0$ . Man sieht im Bild 4.4.1, dass an der berandenden Partialversetzung 12 Ausscheidungen agglomeriert sind und sie besitzen einen Abstand von ca. 76 nm zueinander. In der Abbildung 4.4.1.b ist auch einer solchen Frank-Schleife, die in der Probenserie SiOX1 mit der Vergrößerung 10000X aufgenommen wurde, zu sehen. Der Schleifendurchmesser beträgt von etwa 2.5 µm. Die Stapelfehlerfläche beträgt ca.  $F_{SF} = 3.8 \times 10^{-8} \text{ cm}^2$  und daher ergibt das Stapelfehlervolumen von  $Vol_{SF} = 6.58 \times 10^{-12} \text{ cm}^3$ .





a) b) Abbildung 4.3.1; Hellfeldbild Aufnahme einen Stapelfehler mit  $\vec{g} = (111)$  im Zweistrahlfall beim Pol [110]

Abbildung 4.4 zeigt das Ergebnis der Auszählungen für die Probenreihe geätzte SiOX4 (XTEM). Dazu wurden 11 Hellfeldbilder unter Anregung des  $\vec{g} = (220)$ -Reflexes aufgenommen. In der zweiten Serie von Aufnahmen wurden 11 Hellfeldbilder unter Anregung des  $\vec{g} = (111)$ -Reflexes angefertigt. Die Anzahl der gezählten Ausscheidungen und Stapelfehler wurde für jede Aufnahme bestimmt. Die Dicke der Probe wurde mit Hilfe der Dickekonturen bestimmt und beträgt 560 nm. Die gesamte durchstrahlbare Fläche ist  $4.4 \times 10^{-5} \text{ cm}^2$ . Die mittlere Probendicke beträgt 0.3 μm und das gesamte Volumen ist  $1.32 \times 10^{-9} \text{ cm}^3$ .

Die Ausscheidungsdichte in der Probenreihe geätzte SiOX4 (XTEM) für den  $\vec{g} = (111)$ -Reflex beträgt im gesamten Volumen  $\rho_{Aus} \cong 9.9 \times 10^{11} / \text{cm}^3$ . Die Stapelfehlerdichte für den  $\vec{g} = (111)$ -Reflex beträgt im gesamten Volumen  $\rho_{SF} \cong 1.4 \times 10^{10} / \text{cm}^3$ . In dieser Probenreihe wurden in eine Tiefe von etwa 110 μm von der Oberfläche aus im Durchschnitt 2 Stapelfehler pro Negativ mit  $\vec{g} = (111)$  beobachtet. Die Ausscheidungsdichte in der geätzten Probenreihe SiOX4 (XTEM) für den  $\vec{g} = (220)$ -Reflex beträgt  $\rho_{Aus} \cong 1.8 \times 10^{11} / \text{cm}^3$  und die Stapelfehlerdichte für denselben Reflex beträgt  $\rho_{SF} \cong 6.3 \times 10^8 / \text{cm}^3$ .

Abbildung 4.5 zeigt das Ergebnis die Auszählungen.

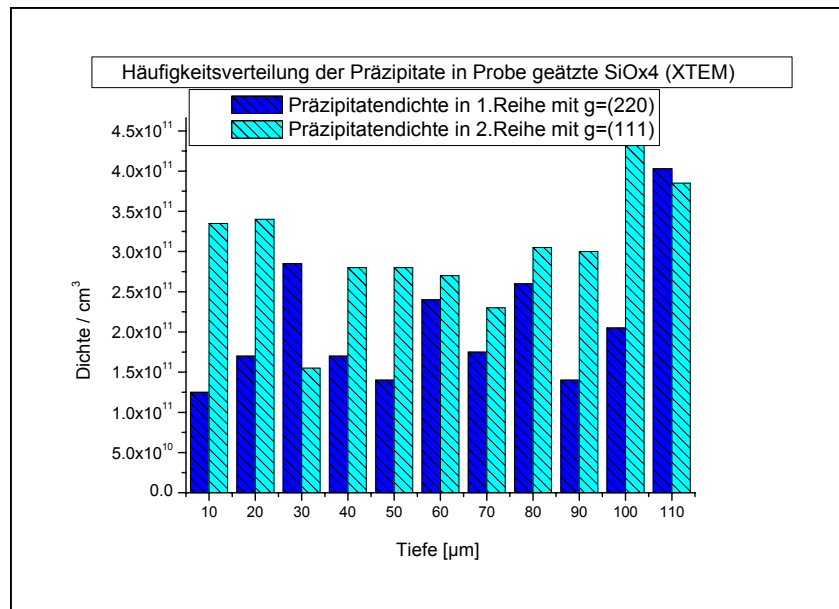


Abbildung 4.4; Dichte der Ausscheidungen als Funktion des Abstandes von der Oberfläche in der Probenserie SiOx4 (XTEM)

Anzahl Präzipitate in 1. Serie	406
Anzahl Präzipitate in 2. Serie	657
Anzahl Stapelfehler mit dem $\vec{g} = (111)$ -Reflex	31
Anzahl vertikale Stapelfehler	23
Anzahl horizontale Stapelfehler	29

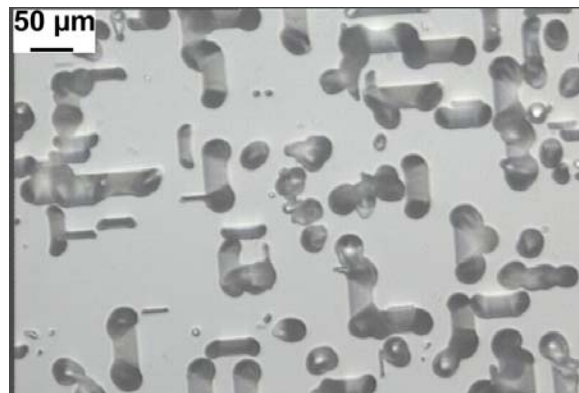


Abbildung 4.5; Lichtmikroskopische Aufnahme einer SiOX4 Probe

## 5. Diskussion

In der vorliegenden Arbeit wurden Kristallgitterdefekte in Czochralski-Silizium-Wafer Proben mittels Transmissionselektronmikroskopie untersucht. An der Wachstumsgrenzfläche werden während des Ziehens des Kristalls Defekte wie Siliziumzwischengitteratome, Leerstellen, Flächendefekte und Volumendefekte wie  $\text{SiO}_{2-x}$ -Ausscheidungen erzeugt. Diese Ausscheidungen führen in weiterer Folge zur Generation von Versetzungen bzw. Partialversetzungen und Oxidationsstapelfehlern. Die Agglomeration von Si-Zwischengitteratomen bewirkt, dass eine zusätzliche Ebene ins Gitter eingeschoben wird. Die Stapelfehler liegen auf einer  $\{111\}$ -Ebene.

Durch Analyse und statistische Auswertung von  $\text{SiO}_{2-x}$ -Ausscheidungen der Einfluss der Prozessparameter auf die Sauerstoffpräzipitation und das Wachstum der Oxidationsstapelfehler (OSF) studiert. Im Siliziumgitter wird nach der Nukleation von Sauerstoffpräzipitaten Überschuss an Silizium-Zwischengitteratomen erzeugt, der sich in Form von Interstitiellen OSF's ausschneidet. Am Rand der Stapelfehler kommt es unter dem Einfluss des dort vorhandenen Spannungsfeldes zur Nukleation weiterer  $\text{SiO}_{2-x}$ -Präzipitate. Entsprechend eines verstärkten Diffusionsstromes bei höheren Prozesstemperaturen wurden in den Proben eine höhere Defektdichten beobachtet und die größere Zahl der an den Partialversetzungen heterogen nukleierten sekundären Präzipitate ist dadurch verständlich. Die Zahl der Defekte ist über das beobachtete Wafervolumen nicht ganz gleich sondern nimmt mit zunehmenden Abstand von der Waferoberfläche ab. Ab einer Tiefe von 50  $\mu\text{m}$  ist dieser Effekt einer Sauerstoffärmeren Zone (*denuded zone*) jedoch nicht mehr zu bemerken.

Es wurden der Typ der auftretenden Stapelfehler und die Natur des Stapelfehlers in allen Proben aus Kontrastanalysen von TEM-Hellfeld- und Dunkelfeldbildern analysiert und es konnten als *extrinsische Stapelfehler* klassifiziert werden. Durch Anwendung der Sichtbarkeitskriterien wurde der Verschiebungsvektor der Stapelfehler in verschiedenen Zweistrahlfällen bestimmt. Der Typ der auftretenden Versetzungen wurde nur in einigen Fällen analysiert. Mit Hilfe der stereographischen Projektion konnten die Richtungen von Versetzungen und deren Gleitebene bestimmt werden. Ebenfalls konnte der Burgervektor bei der Anwendung der Sichtbarkeit des Versetzungs kontrasts in verschiedenen Zweistrahlfällen bestimmt werden.

Die Häufigkeitsverteilung der Präzipitate und Stapelfehler wurde innerhalb eines bestimmten Volumens ausgezählt. Bei der Auszählung der Stapelfehler war es notwendig zu beachten, dass die einige Stapelfehler bei bestimmten Reflexen unsichtbar sind. Deshalb kann man nicht alle auftretenden Stapelfehler bzw. Defekte auf solchen Ebenen beobachten und damit auch nicht die genaue Zahl der Stapelfehler und deren Dichte bestimmen. Für die Auszählung muss wegen möglicher Fehler bei der Unsichtbarkeit der Defekte mit einem Faktor 2 gerechnet werden. Auf der anderen Seite lässt der Kontrast für  $\bar{g}=(220)$  bzw.  $\bar{g}=(111)$  eine deutliche Unterscheidung der einzelnen kleinen Ausscheidungen zu. Während der Kontrast für  $\bar{g}=(111)$  eine deutliche Unterscheidung der einzelnen Stapelfehler zulässt, ist er für  $\bar{g}=(220)$  unsichtbar und eine quantitative Auszählung nur schwer erreichbar (weil  $\bar{g} \cdot \bar{R}$  mit  $\bar{g}=(220)$  und  $\bar{R}$  den Wert Null haben kann). Deshalb wurde als Fehlerschranke ein Faktor 2 angegeben. Diese Schranke wurde durch eine Abschätzung der Unsichtbarkeit ermittelt.

In der Probenserie SiOx1 wurden häufig Stapelfehler, die durch Partialversetzungen berandet sind, beobachtet. Die Natur der beobachteten Stapelfehler in dieser Probenserie wurde analysiert und als *extrinsische Stapelfehler*, die durch die Agglomeration von Si-Zwischengitteratomen

beim Abkühlungsprozess erzeugt wurden, identifiziert. Die Stapelfehler liegen auf einer  $\{111\}$ -Ebene. Aus der Kontrastanalyse und wegen der Lage der Partialversetzungen wurde festgestellt, dass es sich um Frank-Partialversetzungen mit Burgervektoren vom Typ  $\vec{b} = 1/3 \langle 111 \rangle$  handelt. Die Dichte der Ausscheidungen in die Probenserie SiOx1 beträgt im gesamten Volumen  $\rho_{Aus} \cong 3.4 \times 10^{10} / \text{cm}^3$ . Die Stapelfehlerdichte beträgt für den  $\vec{g} = (111)$ -Reflex  $\rho_{SF} \cong 1.9 \times 10^{10} / \text{cm}^3$ . Die meisten Ausscheidungen wiesen runde Formen auf. In dieser Probenserie wurden im Durchschnitt 2 Stapelfehler pro Aufnahme beobachtet. Ab einer Tiefe von etwa 60  $\mu\text{m}$  ist die Zahl der Ausscheidungen jedoch höher als in der Nähe der Oberfläche der Probe.

In der Serie der geätzten SiOx1-Proben wurden der Stapelfehler, die durch Frank-Partialversetzungen mit den Burgervektoren vom Typ  $\vec{b} = 1/3 \langle 111 \rangle$  berandet sind, beobachtet. Die Natur der beobachteten Stapelfehler in dieser Probenserie wurde analysiert und als *extrinsischer Stapelfehler* identifiziert. Außerdem wurde in solchen Proben die Versetzungsschleife ohne Stapelfehler, welche die Form eines Sechsecks in der  $\{111\}$ -Ebene aufweisen, beobachtet. Die beobachteten Loops wiesen alle die gleiche Orientierung auf. Die Ausscheidungsichte in der geätzten Probenserie SiOx1 (XTEM) beträgt im gesamten Volumen  $\rho_{Aus} \cong 2.2 \times 10^{11} / \text{cm}^3$ . Die Stapelfehlerdichte beträgt für den  $\vec{g} = (220)$ -Reflex  $\rho_{SF} \cong 6.1 \times 10^9 / \text{cm}^3$ . In dieser Probenserie wurden bis 90  $\mu\text{m}$  Tiefe von der Oberfläche im Durchschnitt 1 bis 2 Stapelfehler pro Negativ beobachtet. In der Nähe der Oberfläche der Probe ist in dieser Probenserie die Zahl der Ausscheidungen bis zu einer Tiefe von etwa 70  $\mu\text{m}$  jedoch gleich geblieben. Das leichte Sinken der Ausscheidungsichte ist in dieser Probenserie erkennbar. Die SiOx4 (XTEM) Proben zeigen eine beträchtliche Agglomeration von  $\text{SiO}_{2-x}$ -Ausscheidungen an den Defekten. In den Proben SiOx4 (XTEM) wurde häufig die Agglomeration von  $\text{SiO}_{2-x}$ -Ausscheidungen an den Stapelfehlern bzw. an der berandenden Partialversetzungen beobachtet. Es wurden in dieser Probe die Stapelfehler beobachtet, deren Streifenkontrast durch starke Dekoration von  $\text{SiO}_{2-x}$ -Ausscheidungen zerstört wurde.

Die meisten Ausscheidungen wiesen runde Form auf und ihre Durchmesser sind im Vergleich mit andere SiOx- Proben groß. In der Probenserie SiOx4 (XTEM) wurden häufig große OSF Stapelfehler (**o**xidationsinduzierte Stapelfehler), welche durch Frank-Partialversetzungen berandet sind, beobachtet. Sie liegen auf  $\{111\}$ -Ebenen und besitzen Verschiebungsvektoren vom Typ  $\vec{R} = -1/3 \langle 111 \rangle$ . Die Natur der beobachteten Stapelfehler in dieser Probenserie wurde analysiert und als *extrinsische Stapelfehler* identifiziert. Die kleinen Frank-Loops (Frank-Versetzungsschleifen) wachsen durch Diffusion der Silizium-Zwischengitteratome und erzeugen sehr große extrinsische oxidationsinduzierte Stapelfehler OSF. Es wurden großen halbkreisförmige OSF Stapelfehler (große kreisförmige Frank-Loops) in solchen Proben mit Durchmesser von ca. 2.3 bis 2.7  $\mu\text{m}$  beobachtet. Es wurde die Zahl der  $\text{SiO}_{2-x}$ -Ausscheidungen, welche an der berandenden Partialversetzungen agglomeriert sind, ausgezählt und die Auszählung ergab etwa 8 bis 12  $\text{SiO}_{2-x}$ -Ausscheidungen. In dieser Probenserie wurden bis 100  $\mu\text{m}$  Tiefe von der Oberfläche im Durchschnitt 4 bis 5 Stapelfehler pro Negativ beobachtet. Die Dichte der Ausscheidungen in der Probenserie SiOx4 (XTEM) beträgt im gesamten Volumen  $\rho_{Aus} \cong 2.03 \times 10^{12} / \text{cm}^3$ . Die Stapelfehlerdichte für den  $\vec{g} = (111)$ -Reflex beträgt im gesamten Volumen  $\rho_{SF} \cong 6.8 \times 10^{10} / \text{cm}^3$ . Ab einer Tiefe von etwa 60  $\mu\text{m}$  ist in dieser Probenserie die Dichte der Ausscheidungsverteilung jedoch höher, als nahe der Probenoberfläche der (wie in der Abbildungen 4.2 zu erkennen ist). Die Zahl der Präzipitate pro Negativ war in dieser Probenserie die höchste, die ausgezählt wurde. Dagegen wurde keine Agglomeration von  $\text{SiO}_{2-x}$ -

Ausscheidungen an den Stapelfehlern bzw. an den berandenden Partialversetzungen in den SiO<sub>x</sub>4 (Plan-view) Proben beobachtet. In der Probenserie SiO<sub>x</sub>4 (Plan-view) wurden große Stapelfehler beobachtet. Sie liegen auf die {111}-Ebenen und besitzen die Verschiebungsvektoren vom Typ  $\vec{R} = -1/3 \langle 111 \rangle$ . Die Natur der beobachteten Stapelfehler in dieser Probenserie wurde analysiert und als *extrinsische Stapelfehler* identifiziert. Außerdem wurden in den SiO<sub>x</sub>4 (Plan-view) Proben vereinzelt Versetzungsschleifen mit Stapelfehler, die noch einen Stapelfehler erhalten, beobachtet. Sie wiesen sechseckige Form auf und liegen in die {111}-Ebene.

Die Natur der beobachteten Stapelfehler in den geätzten SiO<sub>x</sub>4 Proben wurde analysiert und als *extrinsische Stapelfehler* identifiziert. Der Stapelfehler liegen auf die {111}-Ebene. Aus Kontrastanalyse und Sichtbarkeitskriterien konnten ausschließlich berandenden Partialversetzungen vom Typ Frank Partialversetzungen festgestellt werden. In den geätzten SiO<sub>x</sub>4 (Plan-view) Proben wurden auch vereinzelt Versetzungsschleifen mit Stapelfehlern, die noch einen Stapelfehler erhalten, beobachtet. Diese Versetzungsschleifen mit Stapelfehlern konnten mittels Kontrastanalyse als Frank-Loops identifiziert werden. Es ist zu erkennen, dass der Stapelfehler sich in einem typischen Kontrast innerhalb der Versetzungsschleife befindet. Die Versetzungsschleifen wiesen polygonförmig Züge auf und lagen in den {111}-Ebenen. Die Präzipitate befinden sich in der Umgebung der Defekte (vergleichen mit der anderen Probenserie) und ihr Durchmesser ist geringer als in der SiO<sub>x</sub>4 Probenserie (XTEM). In dieser Probenserie wurden bis 110 µm Tiefe von der Oberfläche in Durchschnitt 2 Stapelfehler pro Negativ beobachtet. Die Dichte der SiO<sub>2-x</sub>-Ausscheidungen in der geätzte Probenserie SiO<sub>x</sub>4 (XTEM) beträgt im gesamten Volumen  $\rho_{Aus} \cong 9.9 \times 10^{11} / cm^3$ . Die Stapelfehlerdichte für den  $\vec{g} = (111)$ -Reflex beträgt im gesamten Volumen  $\rho_{SF} \cong 1.4 \times 10^{10} / cm^3$ .

## 6. Zusammenfassung

Ausgedehnte Defekte in CZ- Silizium, d.h. Versetzungen, Stapelfehler und Sauerstoffpräzipitate aus amorphem  $\text{SiO}_2$  wurden nach verschiedenen zweistufigen Temperungsprozessen der Wafer im Transmissionselektronenmikroskop (TEM) analysiert.

Die Ergebnisse zeigen, dass der Einfluß der Prozessparameter auf die Zahl und die Größe der Defekte von der im Siliziumgitter bei diesen Temperaturen in Übersättigung vorhandenen Sauerstoffatomen abhängt, deren Diffusion zur homogenen und heterogenen Keimbildung von  $\text{SiO}_2$  Ausscheidungen führt. Dabei werden aus der Siliziummatrix herausgedrückte Si-Zwischengitteratome erzeugt, wodurch einerseits alle Diffusionsprozesse beschleunigt werden, andererseits sogenannte Oxidationsstapelfehler durch Agglomeration dieser Si-Interstitials nukleieren.

Die Analyse der Stapelfehler im TEM wurde mit den Methoden der Beugungskontrastanalyse und der dynamischen Beugungstheorie durchgeführt. Dabei wurden die extrinsische Natur der Stapelfehler bestätigt und ihre Dichte und Größe und ihre Verteilung im Wafervolumen bestimmt. Entsprechend den bei der höheren Prozesstemperatur deutlich rascheren Diffusionsströmen konnte die Zahl und Größe der Stapelfehler und die Dichte der Präzipitate mit den Prozessparametern korreliert werden. Mittels Querschnittspräparation der Proben wurde eine etwa 10  $\mu\text{m}$  tiefe Zone unterhalb der Waferoberfläche als Verarmungszone (*denuded zone*) identifiziert, in der die Dichte der Präzipitation etwas geringer als im Rest des Wafervolumens ist. In den Proben mit der höheren Prozesstemperatur wurden weiters an den Partialversetzungen heterogen nukleierte kleine Präzipitate gefunden, die das weitere Wachstum der Stapelfehler durch einen Kletterprozeß der Frankschen Partialversetzungen behindern. Die Menge des dadurch ausgeschiedenen Sauerstoffs ist also deutlich höher.

Ein Vergleich mit den geätzten Proben bestätigt die Tatsache, dass an der Oberfläche eine geringere Defektdichte existiert als im Inneren der Wafer, wodurch die Charakterisierung mittels Ätzrübchen allein zu einer zu geringen Abschätzung der Defektdichte führen wird.

### Literaturverzeichnis

- [1] G. Harbeke, M.J. Schulz, Semiconductor Silicon, Materilas Science & Technology, Springer-Verlag Berlin Heidelberg 1989
- [2] Ludwig Reimer, Transmission Electron Microscopy , Physic of Image Formation and Microanalysis , Springer-Verlag 1984
- [3] P.j. Goodhew / F.j. Humphreys, Elektronmikroskopie ; Grundlagen und Anwendung, McGraw-Hill, 1990
- [4] H. Alexander , Physikalische Grundlagen der Elektronmikroskopie ;Stuttgart, Teubner 1997
- [5] M.H.Loretto & R. E. Smallman; Defect Analysis in Elektron Microscopy ; 1975 Chapman and Hall Ltd. , Science Paperback edition
- [6] G. Thomas, M.J. Goringe; Transmission Electron Microskopsy of Materials ; John Wiley & Sons, Inc. 1979
- [7] D. B. Williams and C.B. Carter, Transmission Electron Microscopy, Plenum press, New York, 1996
- [8] J.W. Edington ; PHILIPS Technical Library
- [9] Hirsch P.B., Howie A., Nicloson R.B. , Pashley D.W. und Whelan M.J.; Electron Microscopy of Electron Diffraction in the Electron Microscope ; Monograph 2, MaCmillan Thin Crystals (Butterworths 1965)
- [10] Manfred von Heimendahl, Einführung in die Elektronmikroskopie, Vieweg Verlag (1970)
- [11] JEOL-200CX Transmissionselektronenmikroskops, instruction manual No. IEM 200CX-
- [12] P. Pongratz, Skriptum Hochauflösende Elektronenmikroskopie von Festkörpern ,TU WIEN 2003
- [13] Lectures, Theory of imperfect Crystalline Solids, the International Center for Thoretical Physics, Trieste 1970
- [14] A.K. Head, P. Humble, A.J. Morton, Computed Electron Micrographs and Defect Indentification, Series DEFECTS IN CRYSLINE SOLID ,Volume 7, S. Amelinckx ,R. Gevers and, J.Nihoul, North-Holland publishing company-Amsterdam ,NY, London 1973
- [15] Thompson N. , Trieste Proc. Physics . Soc. B66 ,1953
- [16] Inogolf RUGE, Czochralski Technologie, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, NY, 1984
- [17] D. Widmann, H. Mader, H. Friedrich, Technologie hochintegrierter Schaltungen, 2 Auflage, Springer
- [18] W. Zulehner, Wacker-Chemitronic GmbH, Growth of Silicon
- [19] W. Bergholz, in *Oxygen in Silicon*, Semiconductors and Semimetals 42, F. Shimura. (ed.), p.513, Academic Press Inc., Boston (1994)
- [20] Elektrische und optische Charakterisierung von multikristallinen Silizium-Solarzellen und Sauerstoff-korrelierten Defekten in Silizium, D. Karg, Erlangen-Nürnberg
- [21] R. Gevers, The determination of the type of stacking fault in face centered cubic alloys by means of contrast effects in the electron microscope, Phys. Stat. Sol. **3**, 697 (1963)
- [22] H. Hashimoto, A. Howie and M.J. Whelan, Proc. Roy. Soc.. A269, 80, (1962).
- [23] R. Gevers, A. Art, and S. Amelinckx, phys. stat. sol.,. 3, 1563 (1963).
- [24] Cottrell (1953), Dislocations and Plastic Flow in Crystals, Oxford Unversity Press.
- [25] S. Amelinckx, The direct observation of Dislocations, Academic Press, NY and London 1964