

# Röntgenstrukturuntersuchungen an spintronischen Halbleiter- und Halbmetall-Dünnschichtsystemen



Dissertation zur Erlangung des  
naturwissenschaftlichen Doktorgrades  
der Bayerischen Julius-Maximilians-Universität Würzburg

vorgelegt von  
**Andreas Stahl**  
aus Haßfurt

Würzburg 2010

Eingereicht bei der Fakultät für Physik und Astronomie am

Gutachter der Dissertation:

1.: PD Dr. C. Kumpf

2.: Prof. Dr. H. Buhmann

Prüfer im Promotionskolloquium:

1.: PD Dr. C. Kumpf

2.: Prof. Dr. H. Buhmann

3.: Prof. Dr. F. Assad

Tag des wissenschaftlichen Kolloquiums:

Doktorurkunde ausgehändigt am:

*...a crystal is like a class of children  
arranged for drill, but standing at ease,  
so that while the class as a whole  
has regularity both in time and space,  
each individual child is a little fidgety.*  
Kathleen Lonsdale, „Crystals and X-rays“,  
D. van Nostrand, New York 1949.



# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Experimentelle Methoden</b>	<b>6</b>
2.1	Wechselwirkung der Röntgenstrahlung mit Materie . . . . .	7
2.2	Röntgenreflektometrie (XRR) . . . . .	9
2.3	Das Fitprogramm FEWLAY . . . . .	11
2.4	Röntgenbeugung unter streifendem Einfall (GIXRD) . . . . .	14
2.4.1	Beugungsbild eines Dünnschichtsystems . . . . .	14
2.4.2	Line-Scans und Reziproke Gitterkarten . . . . .	18
2.5	Das Sechskreis Diffraktometer am Strahl BW2 des HASYLAB . . . . .	20
2.5.1	vertikale Probengeometrie und Diffraktometerjustage . . . . .	22
2.5.2	horizontale Probengeometrie und Justage . . . . .	24
<b>3</b>	<b>Strukturuntersuchung von <math>\text{Cd}_{0,7}\text{Hg}_{0,3}\text{Te}/\text{HgTe}/\text{Cd}_{0,7}\text{Hg}_{0,3}\text{Te}</math>- Heterostrukturen</b>	<b>25</b>
3.1	Materialsystem und Schichtaufbau . . . . .	26
3.2	Ergebnisse der Reflektivitätsmessungen . . . . .	30
<b>4</b>	<b>Strukturuntersuchung der Halb-Heusler-Phase NiMnSb</b>	<b>35</b>
4.1	Materialsystem und Schichtaufbau . . . . .	36
4.2	Ergebnisse der (001) orientierten Proben ohne Cap . . . . .	38
4.2.1	Messergebnisse der Probenserie U1 . . . . .	38
4.2.2	Messergebnisse der Probenserie U2 . . . . .	44
4.2.3	Vergleich der beiden Probenserien ohne Cap . . . . .	49
4.3	(001) orientierte Proben mit amorphem Au/Ti-Cap . . . . .	50
4.3.1	Messergebnisse der Probenserie C1 . . . . .	50
4.3.2	Messergebnisse der Probenserie C2 . . . . .	56
4.3.3	Vergleich der beiden Probenserien mit amorphem Au/Ti-Cap . . . . .	58
4.4	Vergleich der beiden Probensysteme auf (001)-Substrat . . . . .	62
4.5	Messergebnisse der Proben auf (111)-Substrat . . . . .	66
<b>5</b>	<b>Zusammenfassung / Summary</b>	<b>72</b>
	<b>Literatur</b>	<b>79</b>



# 1 Einleitung

In der elektronisch geprägten Welt von heute sind Halbleiterbauelemente in den unterschiedlichsten Anwendungen nicht mehr wegzudenken. So finden sich z. B. in einem aktuellen Oberklassefahrzeug mehr als 100 Mikrochips, die Airbags, Fahrstabilitätssysteme oder auch die Klimaanlage und das Navigationssystem steuern. Hierbei sind Halbleiterheterostrukturen von besonderer Bedeutung. Durch moderne Epitaxieverfahren wie der Gasphasenepitaxie (MOCVD, metal organic chemical vapour deposition) oder der Molekularstrahlepitaxie (MBE, molecular beam epitaxy) ist ein kristallines Wachstum von Halbleiterheterostrukturen möglich geworden. Die unterschiedlichen Wellenlängenbereiche, die man z. B. für Detektoren oder Lasersysteme benötigt, lassen sich durch eine geeignete Wahl der verwendeten Materialien gut festlegen und durch Variationen der Schichtzusammensetzung oder Schichtdicke meist auch sehr gut einstellen. So kann z. B. durch gezielte Variation der Komponente  $x$  in  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  die elektronische Bandstruktur kontinuierlich zwischen der des GaAs und der des AlAs „eingestellt“ werden. Hieraus ergibt sich die Möglichkeit die Bandlücke zwischen 1,4 eV und 2,2 eV zu variieren. Aufgrund der kleinen Gitterfehlpassung dieser beiden Materialien oder auch der Kombination HgTe und CdTe ist eine hervorragende kristalline Qualität solcher Halbleiterheterostrukturen zu erwarten [1].

Bisher wird für die Eigenschaften der meisten Bauelemente nur die Ladung des Elektrons verwendet. In einem nächsten Schritt wird versucht zusätzlich zur Ladung den Spin der Elektronen zu nutzen. Hierbei sind z. B. Spin-Feldeffekt-Transistoren [2] denkbar, die nicht – wie herkömmlich – durch die Gate-Spannung gesteuert werden, sondern durch den Spin-Zustand der Elektronen. Weiterhin sind Laser mit schaltbarer Polarisation oder auch adressierbare Datenspeicher, die ohne Strom die gespeicherte Information beibehalten (MRAM, magnetoresistive random access memory) [2], und nicht zuletzt die Umsetzung eines Quantencomputers möglich. Voraussetzung für den gezielten Einsatz von spinabhängigen Effekten ist es, eine Aufhebung der Energieentartung der Spin-Niveaus zu erreichen, um so die Besetzung dieser Zustände gezielt beeinflussen zu können. Die intensive Erforschung dieser spinabhängigen Effekte und die Möglichkeit hieraus Anwendungen zu entwickeln wird meist unter dem Begriff „Spintronic“ zusammengefasst.

In dieser Arbeit werden zwei epitaktisch gewachsene Systeme untersucht, die solche spinabhängigen Effekte zeigen. Dies sind zum einen 4 bis 10 nm dicke  $\text{Cd}_{0,7}\text{Hg}_{0,3}\text{Te}/\text{HgTe}/\text{Cd}_{0,7}\text{Hg}_{0,3}\text{Te}$ -Quantentrogstrukturen mit  $\text{CdTe}/\text{Cd}_{0,96}\text{Zn}_{0,04}\text{Te}(001)$ -Substrat. So kann mit dieser Quantentrogstruktur eine Aufhebung der Energieentartung der Spinzustände durch die Rasba-Spin-Bahn-Aufspaltung in 2-dimensionalen Systemen erreicht werden [3, 4]. Ebenso wurde im Jahr 2007 an einem solchen  $\text{HgTe}/\text{CdHgTe}$ -Quantentrogssystem erstmals der Quanten-Spin-Hall-Effekt nachgewiesen [5]. Voraussetzung für den Nachweis war es die Dicke der  $\text{HgTe}$ -Schicht sehr genau zu kennen.

Hierfür stehen prinzipiell mehrere Verfahren zur Verfügung. Neben Methoden, die die Schicht zerstören wie z. B. Transmissions-Elektronen-Mikroskopie (TEM, transmission electron microscopy) sind andere Methoden ohne geeignete Eichung nicht für absolute Schichtdickenmessungen geeignet (z. B. Ellipsometrie). Daher erfolgte die Schichtdickenbestimmung mit Hilfe der Röntgenreflektometrie (XRR, X-ray reflectometry). Mit dieser zerstörungsfreien Methode, deren Datenauswertung hier mit dem Parratt-Formalismus [6] erfolgt, können die Schichtdicken eines Mehrschichtsystems sehr genau bestimmt werden. Voraussetzung hierfür ist ein Kontrast in der Elektronendichte der einzelnen Schichten. Für die Messung gut auswertbarer Reflektivitäten ist aber nicht nur ein hoher Kontrast der Elektronendichte wichtig. Je größer die zu messende Schichtdicke ist, desto schmaler sind deren Schichtdickenoszillationen. Daher ist eine hohe Winkelauflösung des verwendeten Diffraktometers und/oder eine kleine Wellenlänge (bzw. hohe Energie) des verwendeten Röntgenstrahles nötig. Letzteres kann sehr gut am Synchrotron erreicht werden. Ebenso kann durch die hohe Strahlintensität eine, im Vergleich zu Laborquellen, kurze Messzeit erreicht werden. Beide Voraussetzungen sind am Sechskreis-Diffraktometer des Strahls BW2 am HASYLAB in Hamburg gegeben, an dem alle Messungen dieser Arbeit durchgeführt wurden.

Das zweite untersuchte Materialsystem ist  $\text{NiMnSb}$ , ein halbmetallischer Ferromagnet (HMF, half-metallic ferromagnet). Die 4 bis 120 nm dicken  $\text{NiMnSb}$  Halb-Heulser-Dünnschichten wurden auf einem  $\text{InGaAs}/\text{InP}$ -Substrat gewachsen. Bereits 1983 zeigte R. A. de Groot, dass hierfür theoretisch eine Spinpolarisation von 100 % am Fermi-niveau erreicht werden kann [7]. Der große Vorteil dieses Materialsystems gegenüber anderen Spininjektoren (so genannte Spinaligner) auf Halbleiter-Basis [8, 9] ist, dass es nicht nur bei tiefen Temperaturen sondern durch seine hohe Curie-Temperatur von  $T_C = 730 \text{ K}$  auch bei Raumtemperatur genutzt werden kann. Dies macht es für die Realisierung von spininduzierten Bauelementen für Massenanwen-



dungen besonders attraktiv, da eine aufwendige (und auch kostspielige) Kühlung entfällt. Für die Effizienz solcher Bauelemente ist jedoch die kristalline Qualität der aktiven Schichten von besonderer Bedeutung, da jeder Gitterfehler eine Störstelle für die kleinen Spinströme darstellt und somit die Lebensdauer und Stärke der Spinzustände massiv beeinflusst. Daher wurden in dieser Arbeit das Relaxationsverhalten von NiMnSb Halb-Heusler-Dünnschichten auf einem InGaAs/InP-Substrat in Abhängigkeit der Wachstumsparameter, der Substratorientierung und der Schichtdicke untersucht. So kann mit Hilfe einer zusätzlichen Au/Ti-Deckschicht, welche eine Oxidation der NiMnSb-Schicht verhindert, die kritische Schichtdicke, ab der das Kristallgitter relaxiert, deutlich erhöht werden [10].

Gemessen wurde dies mittels Röntgenbeugung unter streifendem Einfall (GIXRD, grazing incidence X-ray diffraction). Unter Anwendung kleiner Einfallswinkel und der sich damit ergebenden kleinen Eindringtiefe der Röntgenstrahlung kann diese Methode zur zerstörungsfreien Strukturuntersuchung von Mehrschichtsystemen verwendet werden. TEM-Aufnahmen an diesem Probensystem zeigen Stufenversetzungen in der (100)- und (110)-Richtung sowie Stapelfehler (Gleitebenen) senkrecht zur Wachstumsrichtung [11], die sich durch die Relaxation der Schicht bilden. Mit der bereits erwähnten Röntgenreflektometrie wurden außerdem die Schichtdicken und die Rauigkeiten der jeweiligen Schichten und Grenzflächen bestimmt.

## 2 Experimentelle Methoden

Die Röntgenbeugung, 1912 von Max von Laue postuliert und durch Walter Friedrich und Paul Knipping experimentell bestätigt, ist eine zerstörungsfreie Methode zur Strukturaufklärung von Festkörpern. „Für seine Entdeckung der Beugung von Röntgenstrahlen beim Durchgang durch Kristalle“ erhielt Max von Laue 1914 den Nobelpreis für Physik und bereits ein Jahr später ebenso William Henry Bragg und sein Sohn William Lawrence Bragg „für ihre Verdienste um die Erforschung der Kristallstrukturen mittels Röntgenstrahlen“. Anfänglich beschränkt auf Quellen mit heute vergleichsweise geringen Intensitäten und Apparaturen bzw. Detektoren mit geringem Auflösungsvermögen ist die Röntgenbeugung durch die stetige Weiterentwicklung der Instrumentierung und der Methodik heute eine Standardtechnik zur Strukturanalyse kristalliner Materialien. Dies erfolgte nicht zuletzt durch den Bau moderner Synchrotronstrahlungsquellen in den 80er Jahren wie z. B. das HASYLAB in Hamburg (1980), das BESSY in Berlin (1981) oder die NSLS in New York (1984), wodurch sich die Quellstärke erheblich erhöhte.

Durch die einstellbare Eindringtiefe der Röntgenstrahlung ist mittels der Röntgenbeugung eine oberflächennahe Untersuchung von Adsorbaten und Messungen an dünnen Schichten oder auch Mehrschichtsystemen und deren (verborgenen) Grenzflächen möglich. Da die Wechselwirkung der Röntgenstrahlung mit der Materie relativ schwach ist, können im Gegensatz zur Elektronenbeugung Mehrfachstreuungsprozesse vernachlässigt werden. Sämtliche Berechnungen können somit in der vergleichsweise einfachen kinematischen Streutheorie erfolgen.

Im folgenden Kapitel 2 werden die in dieser Arbeit genutzten experimentellen Methoden kurz vorgestellt. Nach einer Einführung über prinzipielle Eigenschaften der Röntgenbeugung und deren Wechselwirkung mit Materie (Abschnitt 2.1) werden die beiden verwendeten Methoden Röntgenreflektometrie (XRR, Abschnitt 2.2) und Beugung von Synchrotronstrahlung unter streifendem Einfall (GIXRD, Abschnitt 2.4) erläutert. Bei der Röntgenreflektometrie, wie sie in dieser Arbeit zur Anwendung kommt, wird die spekulare Reflexion der Probe untersucht. Hierbei ist der Einfallswinkel des Röntgenstrahles gleich dem Ausfallswinkel, und man erhält sehr genaue Informationen über die Schichtdicken von Mehrschichtsystemen und über die Rauigkeiten der Grenzflächen. Im Gegensatz hierzu können mit der Röntgenbeugung sowohl laterale als auch vertikale Strukturinformationen aus dem Bragg-gestreuten Röntgenstrahl gewonnen werden. Durch die variable Eindringtiefe der Röntgenstrahlung ist dies zudem auch (begrenzt) tiefenaufgelöst möglich. In Abschnitt 2.3 wird

die für die Reflektivitätsmessungen verwendete Fitsoftware FEWLAY [12] vorgestellt, welche den Parratget-Formalismus [6] für die Berechnung der Reflektivität nutzt. Das Kapitel schließt mit einer Beschreibung des verwendeten Diffraktometers am Strahlrohr BW2 des HASYLAB (Abschnitt 2.5). Alle Experimente dieser Arbeit wurden bei einer Wellenlänge des Röntgenstrahls von  $\lambda = 1,2915 \text{ \AA}$  ( $E = 9,600 \text{ eV}$ ) durchgeführt.

## 2.1 Wechselwirkung der Röntgenstrahlung mit Materie

Für die Beschreibung der Röntgenbeugung kann aufgrund der geringen Wechselwirkung der Röntgenstrahlung mit der Materie die kinematische Beugungstheorie nach Fresnel angewendet werden. Für den komplexen Brechungsindex gilt:

$$n = 1 - \delta + i\beta = 1 - \frac{\lambda^2}{2\pi} r_e \rho_e + i \frac{\lambda}{4\pi} \mu_x. \quad (1)$$

Hierbei sind  $\delta$  und  $\beta$  der Dispersions- und Absorptionskoeffizient. Diese beiden Parameter wiederum hängen von der Wellenlänge  $\lambda$ , der linearen Absorption  $\mu_x$  und von der Streulängendichte  $r_e \rho_e$  ab, also dem Produkt aus klassischem Elektronenradius  $r_e = e^2/(4\pi\epsilon_0 mc^2) = 2,8179 \cdot 10^{-15} \text{ m}$  und der Elektronendichte des Materials  $\rho_e$ . Für Röntgenstrahlung sind dies kleine Werte von z. B.  $\delta_{NiMnSb} = 1,5130 \cdot 10^{-5}$  und  $\beta_{NiMnSb} = 1,3722 \cdot 10^{-6}$  für die Halb-Heusler Phase NiMnSb, jeweils berechnet für eine Wellenlänge von  $\lambda = 1,2915 \text{ \AA}$  [13].

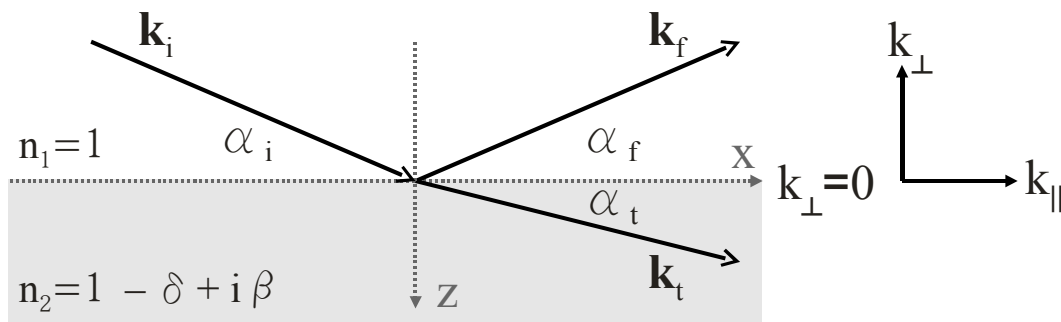


Abbildung 1: Eine unter dem Winkel  $\alpha_i$  einfallende Welle  $\mathbf{k}_i$  wird an der Grenzfläche zwischen den Medien  $n_1 = 1$  (Vakuum) und  $n_2 = 1 - \delta + i\beta$  zum Teil reflektiert ( $\mathbf{k}_f$  unter dem Winkel  $\alpha_f = \alpha_i$ ) und teilweise gebrochen ( $\mathbf{k}_t$  unter dem Winkel  $\alpha_t < \alpha_i$ ).

Wie in Abbildung 1 gezeigt wird die Röntgenwelle vom Lot weggebrochen ( $\text{Re}(n_2) < n_1$ ). Aus dem Brechungsgesetz

$$n_1 \cos \alpha_i = n_2 \cos \alpha_t \quad (2)$$

folgt für  $\alpha_t = 0$  und  $n_1 = 1$  (Vakuum) unter Vernachlässigung von Absorption ( $\beta = 0$ ) in 1. Näherung der kritische Winkel für Totalreflexion  $\alpha_c$ :

$$\alpha_c = \sqrt{2\delta_2} = \lambda \sqrt{\frac{r_e \rho_e}{\pi}}. \quad (3)$$

Der kritische Winkel  $\alpha_c$  ist also direkt proportional zur Wellenlänge der Röntgenstrahlung und zur Wurzel aus der Elektronendichte.

Nach der Fresnelschen Theorie können der Reflexionskoeffizient  $r$  und der Transmissionskoeffizient  $t$  aus den  $k_\perp$ -Komponenten der Wellenvektoren des einfallenden Röntgenlichts  $\mathbf{k}_i = k_i(\cos \alpha_i, 0, \sin \alpha_i)$  und des gebrochenen Röntgenlichts  $\mathbf{k}_t = k_t(\cos \alpha_t, 0, \sin \alpha_t)$  berechnet werden. Es sei vorausgesetzt, dass sich die  $k_\parallel$ -Komponente des Impulsvektors nicht ändert, also elastische Streuung vorliegt ( $k_i \cos \alpha_i = k_f \cos \alpha_f = k_t \cos \alpha_t \Rightarrow k_i = k_f = k_t/n_2$ ). Außerdem sei die Amplitude an der Grenzfläche, d. h. bei  $k_\perp = 0$  stetig ( $A_i + A_f = A_t$ ). Die Fresnel-Formeln ergeben sich für kleine Winkel zu:

$$r = \frac{A_f}{A_i} = \frac{\sin(\alpha_i - \alpha_t)}{\sin(\alpha_i + \alpha_t)} \approx \frac{\alpha_i - \alpha_t}{\alpha_i + \alpha_t} = \frac{k_{i,\perp} - k_{t,\perp}}{k_{i,\perp} + k_{t,\perp}} \quad (4)$$

$$t = \frac{A_t}{A_i} = \frac{2 \sin \alpha_i \cos \alpha_t}{\sin(\alpha_i + \alpha_t)} \approx \frac{2\alpha_i}{\alpha_i + \alpha_t} = \frac{2k_{t,\perp}}{k_{i,\perp} + k_{t,\perp}}. \quad (5)$$

Die Intensitäten der reflektierten Welle  $R = |r|^2$  und die der transmittierten Welle  $T = |t|^2$  ergeben sich in der Näherung für kleine Winkel zu:

$$R = |r|^2 = \frac{(\alpha_i - p_+)^2 + p_-^2}{(\alpha_i + p_+)^2 + p_-^2} \quad (6)$$

$$T = |t|^2 = \frac{4\alpha_i^2}{(\alpha_i + p_+)^2 + p_-^2} \quad (7)$$

mit

$$p_\pm^2 = \frac{1}{2} \sqrt{(\alpha_i^2 - \alpha_c^2)^2 + 4\beta_2^2} \pm (\alpha_i^2 - \alpha_c^2). \quad (8)$$

Es gilt für den (komplexen!) Transmissionswinkel  $\alpha_t = p_+ + ip_-$ .

Anhand der beiden Gleichungen 6 und 7 wurden die in Abbildung 2 gezeigte Reflektivität (links) und Transmission (rechts) am Beispiel einer glatten NiMnSb-Oberfläche berechnet ( $2\delta = 3,0259 \cdot 10^{-5}$ ,  $2\beta = 2,7444 \cdot 10^{-6}$ ). Die Wellenlänge beträgt  $\lambda = 1,2915 \text{ \AA}$ , der kritische Winkel  $\alpha_c = 0,315^\circ$ . Die gestrichelte Kurve wurde unter Vernachlässigung von Absorption ( $\beta = 0$ ) berechnet.

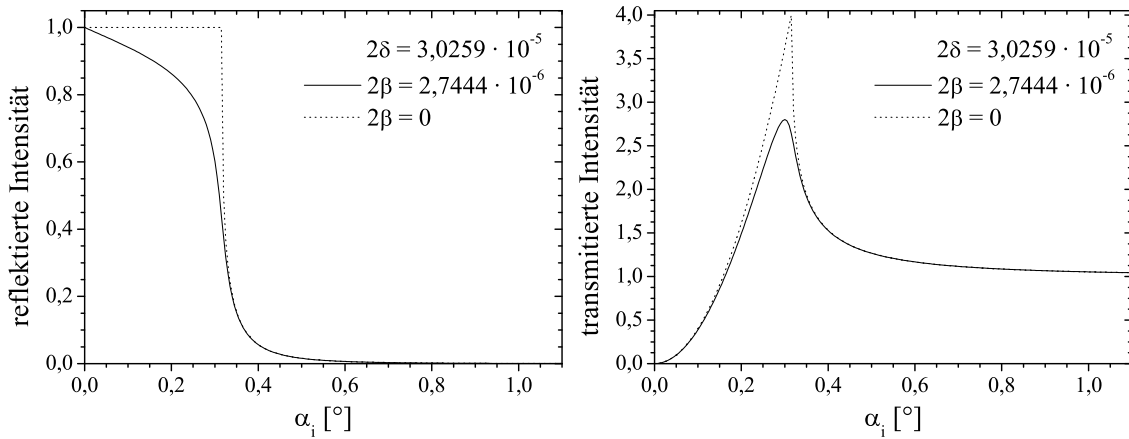


Abbildung 2: Reflektierte und transmittierte Intensität einer glatten  $NiMnSb$ -Oberfläche ( $2\delta = 3,0259 \cdot 10^{-5}$ ,  $2\beta = 2,7444 \cdot 10^{-6}$ ). Die Wellenlänge beträgt  $\lambda = 1,2915 \text{ \AA}$ , der kritische Winkel  $\alpha_c = 0,315^\circ$ . In der gestrichelten Kurve ist die Absorption vernachlässigt.

## 2.2 Röntgenreflektometrie (XRR, X-ray reflectometry)

Der in Abschnitt 2.1 vorgestellte Formalismus wurde 1954 von L. G. Parratt auf ein Mehrschichtsystem ( $N$  Schichten) übertragen [6]. An jeder Grenzfläche ( $m-1, m$ ) des Systems wird die einfallende Welle  $\mathbf{k}_{t,m-1}$  teilweise reflektiert ( $\mathbf{k}_{r,m-1}$ ) und ein Teil gebrochen und in die darunter liegende Schicht transmittiert ( $\mathbf{k}_{t,m}$ ) (vgl. Abbildung 3).

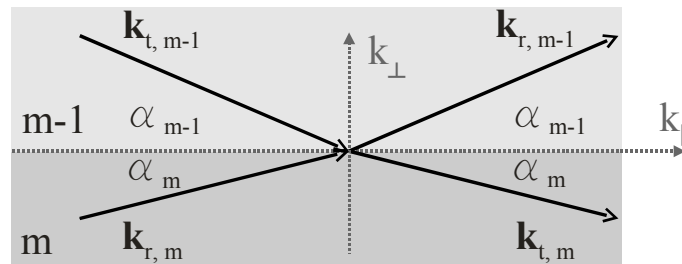


Abbildung 3: Reflektierte und transmittierte elektromagnetische Wellen  $\mathbf{k}_r$  und  $\mathbf{k}_t$  an der Grenzfläche zwischen Medium  $m-1$  und Medium  $m$  eines Mehrschichtsystems.

In die Berechnung der Reflektivität des gesamten Schichtsystems geht die an jeder Grenzfläche reflektierte und transmittierte Amplitude ein. Die an der Grenzfläche  $(m-1, m)$  reflektierte Fresnel-Amplitude einer  $d_m$  dicken Schicht ist nach [6] gegeben durch:

$$R_{m,m-1} = \frac{r_{m-1,m} + R_{m,m+1} \exp(-i\mathbf{k}_m d_m/2)}{r_{m-1,m} R_{m,m+1} \exp(-i\mathbf{k}_m d_m/2) + 1} \quad (9)$$

mit dem Fresnellkoeffizient

$$r_{m-1,m} = \frac{k_{\perp,m-1} - k_{\perp,m}}{k_{\perp,m-1} + k_{\perp,m}} \quad (10)$$

der für  $m = 1$  in Gleichung 4 übergeht und mit

$$k_{\perp,m} = k_m \sin \alpha_m \approx k_0 \sqrt{\sin^2 \alpha_0 - 2\delta_m - 2i\beta_m}. \quad (11)$$

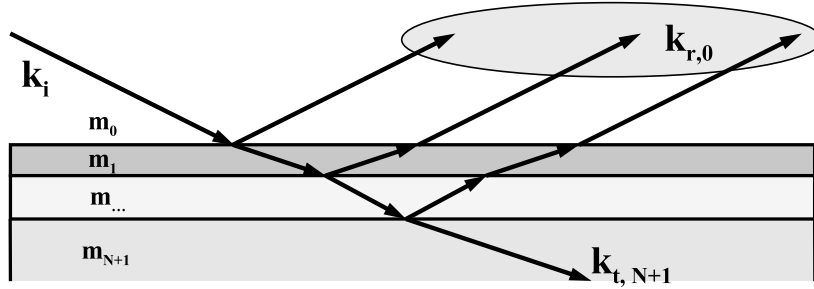


Abbildung 4: Schematische Darstellung der an den unterschiedlichen Grenzflächen reflektierten Teilwellen. Aus der Interferenz der reflektierten Wellen ergibt sich die zu messende Intensität. Die Winkel sind für die Darstellung stark überzeichnet.

Aus der Interferenz sämtlicher reflektierter Teilwellen, wie sie schematisch in Abbildung 4 dargestellt sind, ergibt sich die gesamte reflektierte Intensität. In Analogie zur Braggbeugung (siehe auch Kapitel 2.4) erhält man durch den Gangunterschied der Teilwellen konstruktive und destruktive Interferenz. Die Breite der so entstehenden Schichtdickenszillationen und die Tiefe der Minima geben indirekt Aufschluss über die Dicke der einzelnen Schichten sowie über die Rauigkeiten der Grenzflächen. Hier geht direkt die Elektronendichte der einzelnen Schichten mit ein, denn ein Unterschied im Brechungsindex benachbarter Schichten ist eine maßgebliche Voraussetzung für die Interferenz. Unter Annahme eines halb unendlichen Substrates kann die Reflektivität  $R_0$  rekursiv berechnet werden, da die an der Grenzfläche Schicht /

Substrat transmittierte Welle an keiner weiteren Grenzfläche reflektiert wird. Somit gilt  $R_{N,N+1} = 0$ .

Die so berechnete Reflektivität gilt für den Idealfall eines perfekten Mehrschichtsystems ohne Grenzflächenrauigkeiten. In realen Grenzflächen führen jedoch ein- und mehratomige Stufen zu einer mittleren Rauigkeit  $\sigma_m$ . Um dies zu beschreiben wird ein eindimensionales Dichteprofil in  $z$ -Richtung (Wachstumsrichtung) eingeführt, das meist durch eine Gauß-Verteilung beschrieben wird [14]:

$$G(z) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma_m} \exp\left(-\frac{z^2}{2\sigma_m^2}\right). \quad (12)$$

Die Fresnel-Reflexion, gegeben durch die Gleichung 10, ergibt sich nach [14] dann zu:

$$r_{m-1,m} = \frac{k_{\perp,m-1} - k_{\perp,m}}{k_{\perp,m-1} + k_{\perp,m}} \cdot \exp\left(-2k_{\perp,m-1}k_{\perp,m}\sigma_m^2\right). \quad (13)$$

Das zu messende Signal erstreckt sich meist über 9 Größenordnungen, was hohe Ansprüche an die Quellstärke und auch die Dynamik des verwendeten Detektors voraussetzt. Weiterhin wird meist eine hohe Winkelauflösung benötigt. Durch die großen Schichtdicken der Bufferschichten, die oft für einen guten Wachstumsstart verwendet werden, ergeben sich große Oszillationsfrequenzen und somit kleine Abstände der Minima der Schichtdickenoszillationen. All diese Voraussetzungen sind mit dem Synchrotrondiffraktometer der Beamline BW2 des HASYLAB sehr gut gegeben. Eine Beschreibung des Diffraktometers folgt in Kapitel 2.5.

## 2.3 Das Fitprogramm Fewlay

Das Programm FEWLAY wurde von Andreas Stierle für die Simulation von Reflektivitätsmessungen an Mehrschichtsystemen entwickelt [12]. Es nutzt hierfür den in Kapitel 2.2 vorgestellten Parratt-Formalismus [6] unter Berücksichtigung von Oberflächenrauigkeiten [14] für die Berechnung der Reflektivität. Korrekturfaktoren, wie sie für eine quantitative Auswertung der GIXRD-Daten nötig sind [15, 16], müssen in die Rohdaten nicht eingerechnet werden, da sie bereits in der Software implementiert sind.

Primär ist das Programm für die Auswertung von Daten eines Labordiffraktometers geschrieben. Durch eine Anpassung der implementierten Geometrieparameter kann das Programm aber auch für die Simulation von Messungen am Synchrotron genutzt werden. So ist es möglich den Abstand zwischen Quelle und Probe ( $L_{QP}$ ) sowie zwischen Probe und Detektor ( $L_{PS}$ ) einzustellen. Weiterhin kann die Größe des

Detektorschlitzes ( $D_S$ ) und die Quellgröße ( $L_Q$ ), hier bestimmt durch den Schlitz vor der Probe, festgelegt werden. Als fünften Geometrieparameter benötigt das Programm noch die Probenlänge ( $L_P$ ).

Bei den Reflektivitätsmessungen wurde die Quellgröße durch das Schlitzsystem direkt vor der Probe auf eine Höhe von 0,02 mm festgelegt. Wie in Abbildung 5 schematisch verdeutlicht kommt es hierbei zu einem geometrisch hervorgerufenen Intensitätsverlust für kleine  $\omega$  bzw.  $2\Theta$ -Werte, da nicht der gesamte Primärstrahl zur Reflexion beiträgt. Abhängig von der Probenlänge  $L_P$  wird die Probe bis zu einem Winkel von  $\omega_{max} = \arcsin(L_Q/L_P)$  nicht vom gesamten Primärstrahl beleuchtet. Für die in dieser Arbeit üblichen Probenlängen von 5 bis 10 mm entspricht dies Winkeln von  $\omega_{max} = 0,229^\circ$  und  $2\Theta_{max} = 0,458^\circ$  bzw.  $\omega_{max} = 0,115^\circ$  und  $2\Theta_{max} = 0,229^\circ$  bis zu denen der Primärstrahl nicht komplett zur Reflektivität beiträgt. Dieser Intensitätsverlust braucht nicht aus den Rohdaten heraus gerechnet werden, da er bereits in der Software implementiert ist.

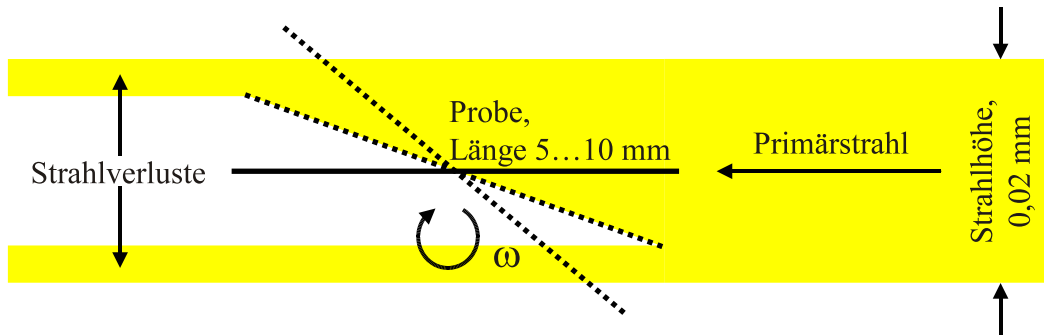


Abbildung 5: Geometrieeffekt bei Reflektivitätsmessungen.

Desweiteren beschreibt der Geometrieparameter  $\alpha_{takeoff}$  ( $\alpha_{to}$ ) die effektive Quellhöhe eines Labordiffraktometers über  $L_{Q,effektiv} = \sin(\alpha_{to}) \cdot L_Q$ . Dieser mitgefittete Parameter ist für Laborquellen nötig, da der Monochromator den Strahl meist unter einem Winkel  $\alpha_{to}$  von der Röntgenröhre abnimmt. Für die in dieser Arbeit durchgeführten Synchrotronmessungen ist dies jedoch nicht der Fall, da ein Schlitzsystem die Quellhöhe bestimmt. Für die Rechnungen ist es jedoch unerheblich ob die effektive Quellhöhe  $L_{Q,eff}$  oder die Probenlänge  $L_P$  mitgefittet wird, da der oben beschriebene Intensitätsverlust für kleine  $2\Theta$ -Winkel vom Verhältnis  $L_{Q,eff}/L_P$  abhängt. In Abbildung 6 ist dies verdeutlicht. Sie zeigt für verschiedene Probenlängen und  $\alpha_{to}$  berechnete Reflektivitäten eines  $Cd_{0,7}Hg_{0,3}Te/HgTe/Cd_{0,7}Hg_{0,3}Te$ -Schichtsystems mit verschwindender Grenzflächenrauigkeit, wie es in Kapitel 3 beschrieben ist (Schicht-



dicken wie Probe Q2231 in Tabelle 1; ohne „Oxid“-Schicht). Die beiden Varianten  $L_P = 3$  mm,  $\alpha_{to} = 90^\circ$  (blaue Kurve) und  $L_P = 5,5$  mm,  $\alpha_{to} = 45^\circ$  (orange Kurve) liegen (fast) perfekt übereinander (siehe Inset in Abbildung 6). Dies kann für einen weiten Bereich von  $L_P$  und  $\alpha_{to}$  erreicht werden.

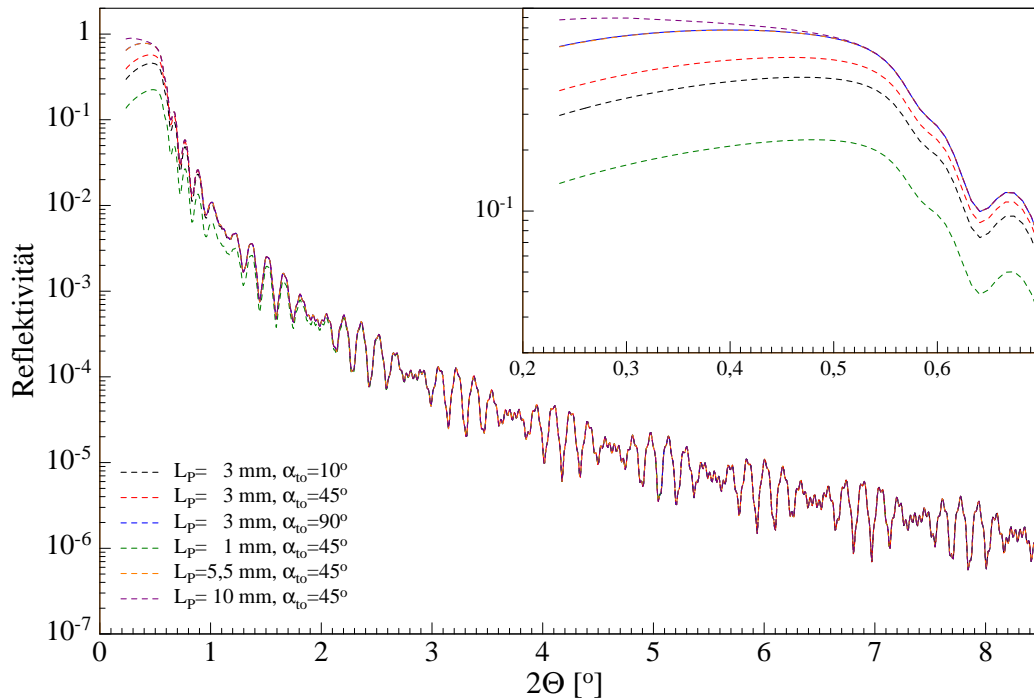


Abbildung 6: Einfluss von Probenlänge  $L_P$  und Einfallswinkel  $\alpha_{to}$  auf die Reflektivitätsmessung.

Für die Simulation der Reflektivität benötigt das Programm pro Schicht bis zu vier Parameter, für das Substrat einen weniger, da hier die Schichtdicke wegfällt. Neben der Dicke der Schicht wird der Dispersionskoeffizient  $\delta$  und der Absorptionskoeffizient  $\beta$  benötigt, welche, wie in Kapitel 2.1 beschrieben, mit dem Brechungsindex  $n$  bzw. der Elektronendichte  $\rho_e$  und der linearen Absorption  $\mu_x$  nach Gleichung 1 verknüpft sind. FEWLAY verwendet hier  $2\delta$  bzw.  $2\beta$  als Fitparameter. Die Dispersion und die Absorption können entweder gefittet oder über eine Materialparameterdatei vorgegeben werden. Die Rauigkeit der Schicht als 4. möglicher Parameter kann optional für jede Lage simuliert werden. Neben der Primärintensität  $I_0$  und dem bereits erwähnten Geometrieparameter  $\alpha_{to}$  werden noch ein konstanter und linearer Untergrund mitberechnet.

## 2.4 Röntgenbeugung unter streifendem Einfall (GIXRD, grazing incidence X-ray diffraction)

Im folgenden Kapitel wird auf die strukturellen Informationen eingegangen, die aus Röntgenbeugung unter streifendem Einfall (GIXRD, grazing incidence X-ray diffraction) gewonnen werden können. Hierzu wird das Beugungsbild eines Schichtsystems ausgehend vom Beugungsbild eines unendlich ausgedehnten Kristalls Schritt für Schritt erläutert. Alle folgenden Betrachtungen beziehen sich nur auf die  $k_{\perp}$ -Richtung (z-Achse) des verwendeten Koordinatensystems. Sie lassen sich leicht mit Hilfe von Symmetrieüberlegungen auf die  $k_{\parallel}$ -Richtung (x- bzw. y-Achse) übertragen.

### 2.4.1 Beugungsbild eines Dünnschichtsystems

Für einen unendlich großen, perfekten Kristall erhält man durch die Translationsinvarianz des Kristallgitters in kinematischer Theorie als Beugungsbild unendlich scharfe Reflexe an Gitterpunkten mit ganzzahligen (hkl)-Werten. Aus dem Betragsquadrat des Strukturformfaktors  $F_{hkl}$  ergibt sich die Intensität  $I_{hkl} \propto |F_{hkl}|^2$  des Braggreflexes. Der Strukturformfaktor wiederum errechnet sich aus der Fouriertransformation der Elektronendichte  $\rho(\mathbf{r})$  einer Einheitszelle. Statt über die gesamte Einheitszelle zu integrieren kann auch über die einzelnen Atome integriert und über alle Atome in der Einheitszelle summiert werden [16]:

$$F(\mathbf{q}) = \int_V \rho(\mathbf{r}) \exp(i\mathbf{q} \cdot \mathbf{r}) dV = \sum_j f_j(|\mathbf{q}|) \exp(i\mathbf{q} \cdot \mathbf{r}_j) \quad (14)$$

mit dem Streuvektor  $\mathbf{q} = \mathbf{k}_f - \mathbf{k}_i$  und den Atomformfaktoren  $f_j$ , die den Fouriertransformierten der Elektronendichte der Atome entsprechen.

Als nächster Schritt soll eine zur  $k_{\perp}$ -Richtung senkrechte Oberfläche eingeführt werden. Aus dem perfekten unendlichen Kristall wird dadurch ein halbunendlicher Kristall. Der Bruch der Translationsinvarianz senkrecht zur Oberfläche verursacht eine Verbreiterung der Bragg-Punkte in der l-Richtung. Nach [17] und [18] ergibt sich die Intensität einer Gitterstange (CTR, crystal truncation rod) aus der Summe der Streuamplituden aller Netzebenen von der Oberfläche bis ins Unendliche:

$$I_{CTR}(\mathbf{q}) \propto \frac{|F(\mathbf{q})|^2}{4 \sin^2(\frac{1}{2} \mathbf{q} a)} \quad (15)$$

wobei  $a$  den Abstand zweier Netzebenen angibt.

Der dritte Schritt stellt die Einführung einer vertikal begrenzten Schicht der Dicke  $d$  dar. Aus dem halb unendlichen Kristall wird ein Kristall mit  $N$  Netzebenen mit Abstand  $a$ . Für die gestreute Intensität erhält man in kinematischer Näherung die Laue-Funktion [17]:

$$I \propto \left| F(\mathbf{q}) \sum_{l=0}^{N-1} \exp(i \mathbf{q} a l) \right|^2 = |F(\mathbf{q})|^2 \frac{\sin^2(\frac{1}{2} N \mathbf{q} a)}{\sin^2(\frac{1}{2} \mathbf{q} a)}. \quad (16)$$

Gleichung 16 gilt für eine Schicht ohne Grenzflächenrauigkeiten. Um diese zu berücksichtigen wird, analog zur Intensitätsberechnung von Reflektivitäten (siehe Abschnitt 2.2), eine Verteilung der kohärent streuenden Netzebenen angenommen. Die gestreute Intensität ergibt sich dann zu:

$$I \propto \sum_{N=0}^{\infty} VTF(N, N_0) \cdot L_N(\mathbf{q}) \quad (17)$$

mit der Laue-Funktion  $L_N$  (Gleichung 16) und der Verteilungsfunktion  $VTF$ . Letztere wird meist durch eine Gauß-Verteilung (Gleichung 12) beschrieben.

Abbildung 7 zeigt das Beugungsbild berechnet nach Gleichung 16 (schwarz) und 17 (rot) für eine Schicht mit 50 Netzebenen. Die rote Kurve wurde mit einer „strukturellen Rauigkeit“, definiert als die Standardabweichung der Fluktuationen von  $N$  um den Mittelwert  $N_0$ , von  $\sigma_N = 5$  berechnet. Für  $VTF(N, N_0)$  wurde eine Gauß-Verteilung angenommen. Durch diese „strukturelle Rauigkeit“ ergibt sich die in der Abbildung 7 sichtbare Dämpfung der Laue-Oszillationen.

Für ein Schichtsystem muss letztlich die Überlagerung mehrerer der oben erläuterten Effekte betrachtet werden. Hierbei ist aber zu beachten, dass sich durch die unterschiedlichen Gitterkonstanten der einzelnen Schichten die Lage der Reflexpositionen deutlich voneinander unterscheiden können.

Im folgenden soll die Streuung einer Doppellage mit  $N_1$  und  $N_2$  Netzebenen und Netzebenenabständen von  $a_1$  und  $a_2$  auf einem einkristallinen Substrat (Netzebenenabstand  $a_3$ ) betrachtet werden (siehe Abbildung 8).

Zur Berechnung der Intensität muss die Überlagerung der Laue-Funktionen der beiden Schichten und des CTR des Substrates betrachtet werden. Hierbei ergibt sich

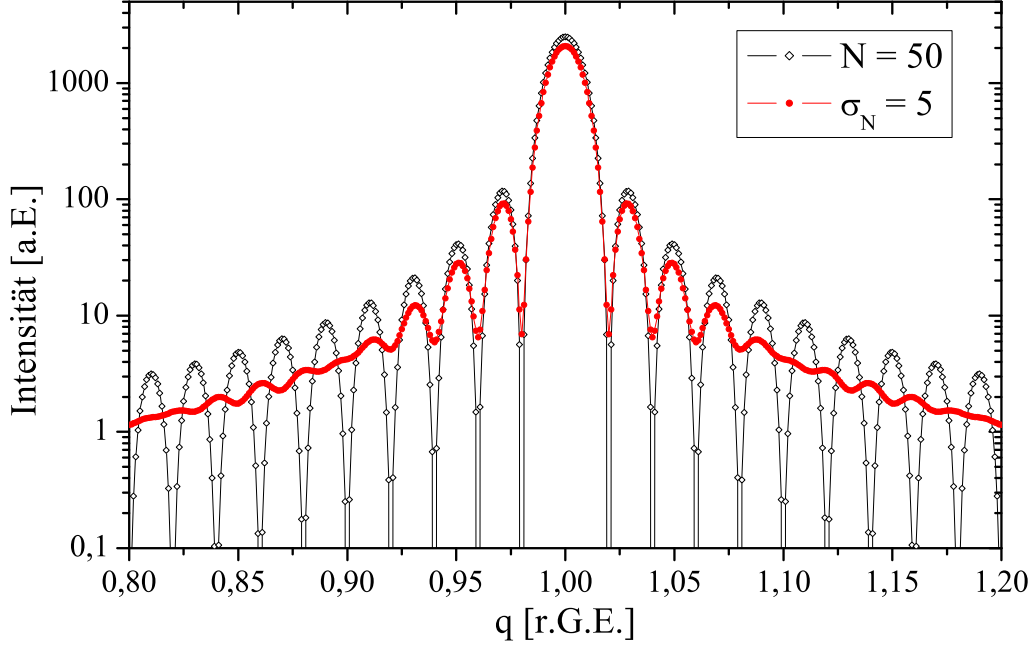


Abbildung 7: Laue-Funktion für 50 Netzebenen (schwarz) und unter Berücksichtigung einer „strukturellen Rauigkeit“ von  $\sigma_N = 5$  (rot). Der Streuvektor  $q$  ist in Einheiten des reziproken Gittervektors  $G_0 = 2\pi/d$  aufgetragen.



Abbildung 8: Schematische Darstellung einer Doppellage auf einem Substrat mit  $N_{1,2}$  Netzebenen und dem Netzebenenabstand  $a_{1,2}$  der beiden Schichten.  $a_3$  gibt den Netzebenenabstand des halbunendlichen Substrates an. Eine an den Grenzflächen mögliche Phasenverschiebung wird durch  $\Phi_{12,23}$  angegeben.

die Amplitude unter Berücksichtigung von Interferenztermen zu [12]:

$$\begin{aligned}
 A &\propto F_1 \sum_{l_1=0}^{N_1-1} \exp(i\mathbf{q}a_1l_1) + \exp(i(\mathbf{q}N_1l_1 + \Phi_{12})) F_2 \sum_{l_2=0}^{N_2-1} \exp(i\mathbf{q}a_2l_2) \\
 &+ \exp(i(\mathbf{q}(N_1l_1 + N_2l_2) + \Phi_{23})) F_3 \sum_{l_3=0}^{\infty} \exp(i\mathbf{q}a_3l_3) \\
 &= A_1 + A_2 + A_3
 \end{aligned} \tag{18}$$

mit den Struktur Faktoren  $F_{1,2,3}$  und den Phasen  $\Phi_{12,23} = \mathbf{q}\Delta a_{1-2,2-3}$ , welche die Phasenverschiebung aufgrund unterschiedlicher Netzebenenabstände an den Grenzflächen beschreiben.

Die Intensität ergibt sich damit zu:

$$\begin{aligned}
|A|^2 &\propto |A_1|^2 + |A_2|^2 + |A_3|^2 + 2 \operatorname{Re}(A_1 \cdot A_2) + 2 \operatorname{Re}(A_2 \cdot A_3) + 2 \operatorname{Re}(A_3 \cdot A_1) \\
&= F_1^2 \frac{\sin^2(N_1 \mathbf{q} a_1 / 2)}{\sin^2(\mathbf{q} a_1 / 2)} + F_2^2 \frac{\sin^2(N_2 \mathbf{q} a_2 / 2)}{\sin^2(\mathbf{q} a_2 / 2)} + F_3^2 \frac{1}{2 \sin^2(\mathbf{q} a_3 / 2)} \\
&\quad - F_1 F_3 \frac{\sin(N_1 \mathbf{q} a_1 / 2)}{\sin(\mathbf{q} a_1 / 2)} \cdot \frac{\sin(\mathbf{q}(a_1(N_1 + 1) + 2a_2 N_2 - a_3) / 2 + 2\Phi_{23})}{\sin(\mathbf{q} a_3 / 2)} \\
&\quad - F_2 F_3 \frac{\sin(N_2 \mathbf{q} a_2 / 2)}{\sin(\mathbf{q} a_2 / 2)} \cdot \frac{\sin(\mathbf{q}(a_2(N_2 + 1) - a_3) / 2 + 2\Phi_{12})}{\sin(\mathbf{q} a_3 / 2)} \\
&\quad - F_1 F_2 \frac{\sin(N_1 \mathbf{q} a_1 / 2)}{\sin(\mathbf{q} a_1 / 2)} \cdot \frac{\sin(N_2 \mathbf{q} a_2 / 2)}{\sin(\mathbf{q} a_2 / 2)} \\
&\quad \cdot \cos(\mathbf{q}((N_1 + 1)a_1 + (N_2 - 1)a_2) / 2 + 2\Phi_{12}).
\end{aligned} \tag{19}$$

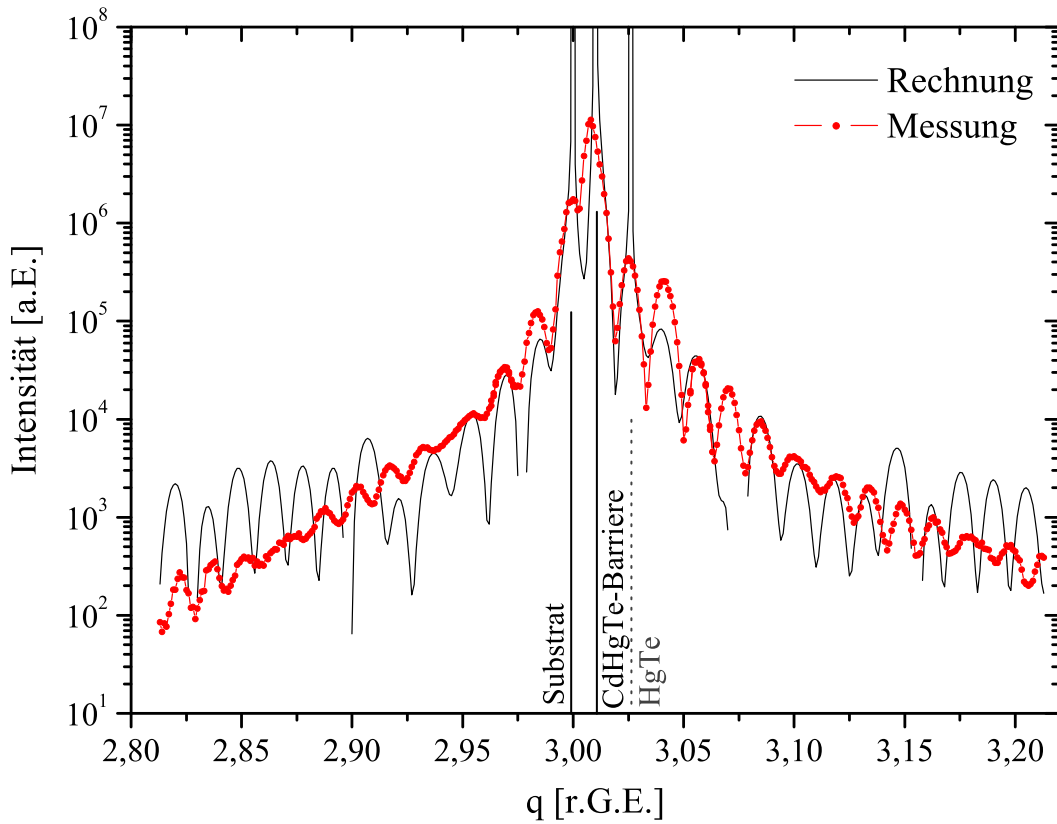


Abbildung 9: Interferenzfunktion eines Doppellagenschichtsystems.

Abbildung 9 zeigt die nach Gleichung 19 berechnete Intensität (schwarze Linie) für ein CdHgTe/HgTe-Doppelschichtsystem mit Schichtdicken von 43,6 nm (CdHgTe) und 7,95 nm (HgTe) auf einem CdTe-Substrat und die Messung der in Kapitel 3 beschriebenen Probe ( $\approx 43,6$  nm CdHgTe / 7,95 nm HgTe / 120nm CdHgTe/CdTe). Wie man sehr gut sieht, lässt sich mit bekannter Schichtdicke und der relativen Lage der jeweiligen Reflexe die Messkurve ansatzweise berechnen ( $N_i = d_i/a_i$  und  $a_i = q_s/q_i$ ). Die Position der Reflexe stimmt gut mit denen der Messung überein und die Breite der Schichtdickenoszillationen der berechneten Kurve passt ebenfalls sehr gut zu den Messdaten. Allerdings sind die Reflexe gegenüber der Messung deutlich zu schmal und die Intensität zu hoch. Die Amplitude der Schichtdickenoszillationen ist zu groß und die Minima sind zu tief und scharf. Dies liegt daran, dass für die Berechnung keine Rauigkeit der einzelnen Grenzflächen angenommen wurde, wie sie in Gleichung 17 beschrieben und in Abbildung 7 dargestellt ist. Außerdem wurden für die Intensitätsberechnungen Absorptionseffekte nicht berücksichtigt.

#### 2.4.2 Line-Scans und Reziproke Gitterkarten

Im Folgenden soll beschrieben werden, welche Informationen aus der Lage und Form der Braggreflexe eines Schichtsystems mit unterschiedlichen Gitterkonstanten der einzelnen Schichten gewonnen werden können. So gibt die Form der Reflexe Aufschluss über die Qualität der Schichten, wie z. B. die Ausprägung der Schichtdickenoszillationen über die Rauigkeit und die Abstände der Minima über die Schichtdicke. Beide Parameter ergeben sich aus der Laue-Funktion (Gleichung 16 und Abbildung 7). Aus der relativen Lage der Reflexe im reziproken Raum können die laterale und die vertikale Gitterkonstante jeder einzelnen Schicht im Bezug zu einer bekannten Gitterkonstante, meist der des Substrats, berechnet werden und somit Aussagen zum Relaxationsverhalten des Systems getroffen werden.

Wächst man eine epitaktische Schicht mit der Gitterkonstante  $a_R$  auf ein Substrat mit einer geringfügig anderen Gitterkonstante  $a_S$  auf, so kommt es zu pseudomorphem Wachstum.  $P$  steht im folgenden für eine pseudomorph verspannte,  $R$  für eine relaxierte Schicht und  $S$  für das Substrat. Die laterale Struktur der neuen Schicht passt sich dem Substrat an, so dass  $a_{\parallel,P} = a_{\parallel,S}$  gilt. Diese Gitterverzerrung der Schicht wird durch eine Änderung der vertikalen Gitterkonstante  $a_{\perp,P}$  zum Teil ausgeglichen. Diesen Zustand nennt man pseudomorph verspannt. Ab einer kritischen Schichtdicke bilden sich Versetzungen in der Kristallstruktur und die Schicht beginnt zu relaxieren. Für sehr große Schichtdicken wächst die Schicht mit der eigenen Git-

terkonstante  $a_R$  weiter. Je nach Gitterfehlانpassung zwischen den beiden Schichten und der damit verbundenen Energie der Gitterverzerrung beginnt dieser Prozess bei unterschiedlichen Schichtdicken.

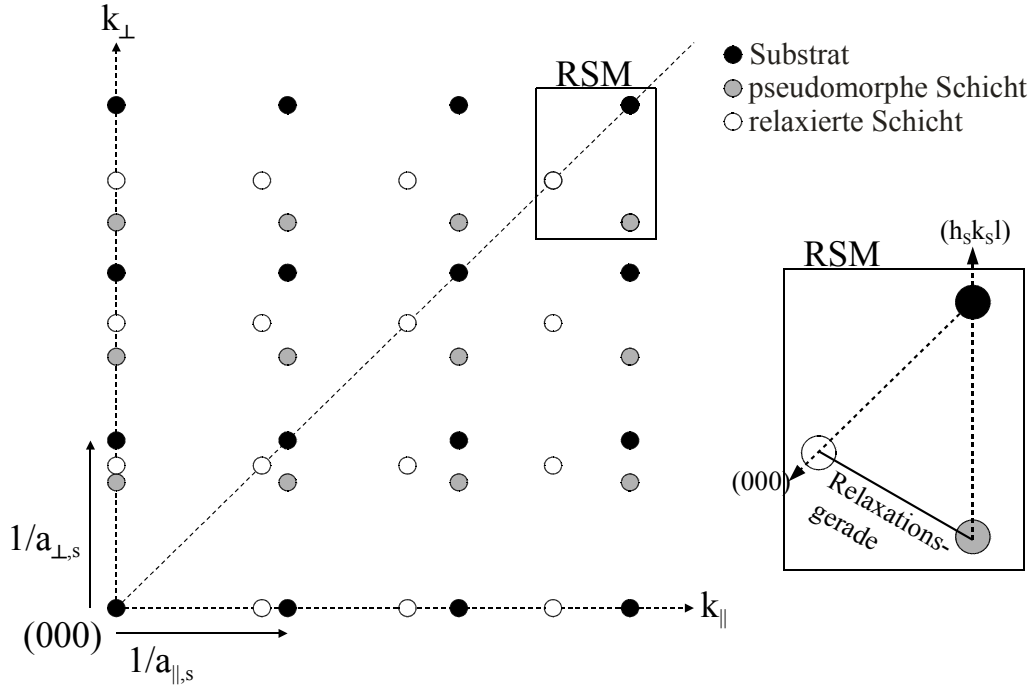


Abbildung 10: Schematische Darstellung der Reflexpositionen im reziproken Raum einer kubischen Heterostruktur ( $a_R > a_S$ ).

Durch die Messung einer reziproken Gitterkarte (RSM, reciprocal space map) können die unterschiedlichen Gitterkonstanten des Substrats und der pseudomorphen bzw. (teil)relaxierten Schicht aufgelöst werden (Abbildung 10). Vom Substrat kann ein sehr scharfer Braggreflex gemessen werden. Für die pseudomorphe Schicht gilt:  $a_{\parallel,P} = a_{\parallel,S}$  und  $a_{\perp,P} \neq a_{\perp,S}$ . Somit kann für diesen Reflex ein identischer  $k_{\parallel}$ -Wert wie für das Substrat, aber ein von  $k_{\perp,S}$  verschiedener Wert gemessen werden. Eine vollständig relaxierte Schicht zeigt einen Braggreflex für  $hk$ -Werte mit  $k_{\parallel,R} = a_{\parallel,S}/a_R \cdot k_{\parallel,S}$ , analog für  $k_{\perp}$ , also einen Reflex auf der Verbindungsachse Ursprung – Substratreflex. Zwischen einer pseudomorph verspannten und einer relaxierten Schicht kann es alle Zwischenstufen einer teilweise relaxierten Schicht geben. Eine solche Schicht besitzt einen Reflex meist auf der Verbindungsgeraden zwischen den Reflexen der beiden Grenzfälle. Diese Verbindungsgerade wird als Relaxationsgerade bezeichnet, wie sie rechts in Abbildung 10 dargestellt ist.

Abbildung 10 zeigt schematisch in welche Richtung im reziproken Raum die einzelnen Braggreflexe für  $a_R > a_S$  verschoben sind, wie es für das in Kapitel 4 untersuchte System NiMnSb/InGaAs/InP(001) gilt ( $a_{NiMnSb} = 5,903 \text{ \AA} > a_{InP} = 5,869 \text{ \AA}$ ). Das heißt in einer RSM liegt der Reflex der pseudomorph verspannten Schicht bei kleineren  $k_{\perp}$ -Werten und der der relaxierten Schicht bei kleineren  $k_{\perp}$ - und  $k_{\parallel}$ -Werten, wobei hier der  $k_{\perp}$ -Wert größer ist als der der pseudomorph verspannten Schicht. Je weiter man vom Ursprung entfernt die RSM aufnimmt, desto größer wird der Abstand der verschiedenen Reflexe. Das heißt je höher indizierte Reflexe gemessen werden, desto besser lassen sich Relaxationseffekte auflösen. Die Achsen sämtlicher reziproker Gitterkarten dieser Arbeit sind auf reziproke Gittereinheiten (r.G.E.) des Substrates normiert. Im folgenden entfallen daher die Einheiten bei Koordinatangaben von Reflexpositionen der Art (h, k, l).

## 2.5 Das Sechskreis Diffraktometer am Strahl BW2 des HASYLAB

Sämtliche Reziproken Gitterkarten (RSM) und Reflektivitätsmessungen (XRR) dieser Arbeit wurden am Sechskreis-Diffraktometer der Beamline BW2 des Hamburger Synchrotronstrahlungslabors (HASYLAB) aufgenommen. Die Abbildungen 11 und 12 zeigen ein Foto und eine schematische Zeichnung des Diffraktometers (beide aus [16]), letztere mit den wichtigsten am Messplatz gebräuchlichen Motorbezeichnungen. Die Winkel und Translationsrichtungen lassen sich grob in drei Funktionsbereiche einteilen:

1. Detektor- ( $2ts$  und  $ftr$ ) und Probenrotation  $\omega$  ( $oms$ ).

Aus diesen drei Winkeln berechnen sich mit dem festgehaltenen Einfallswinkel  $\alpha_i$  ( $alf$ ) die reziproken Koordinaten. Um  $\alpha_i$  einzustellen wird das gesamte Diffraktometer mittels Luftkissen gegenüber dem Röntgenstrahl verdreht.

2. Diffraktometertranslation ( $m1, m2, m3, dty$ ), Detektorposition ( $ftt$ ), Probengoniometerposition (Translation:  $stu, stl$ ; Rotation:  $sgu, sgl$ ) und Quellposition ( $moz$  und  $moy$ ).

Diese Diffraktometereinstellungen sorgen dafür, dass der Schnittpunkt der Proben- ( $\omega$ ) und Detektordrehachsen ( $2ts$  und  $ftr$ ) im Intensitätsmaximum des Primärstrahls steht und die Drehachsen sich während der Messung nicht gegeneinander verschieben.



3. Quell- (*sll*, *slr*, *slu*, *sld*) und Detektorschlitze (*fts*, *dsh*, *dsv*).

Hiermit wird die Quell- und Detektorgröße bestimmt. Die Auflösung der Reflektivitätsmessungen wird durch die Quellgröße festgelegt, die der reziproken Gitterkarten durch die Detektorgröße.



Abbildung 11: Foto des Sechskreis-Diffraktometers an der Beamline BW2 am HASYLAB (aus [16]).

Detaillierte Informationen über das Diffraktometer und dessen Justage kann in der Dissertation von Oliver Bunk [16] und in der Bedienungsanleitung [19] nachgelesen werden. Für eine quantitative Auswertung der Daten ist es nötig Korrekturfaktoren zu berücksichtigen. Diese sind in [20], [15] und speziell für das verwendete Diffraktometer in [16] beschrieben. Da in der vorliegenden Arbeit keine quantitative Analyse der Reflexintensitäten der reziproken Gitterkarten erfolgt, wird hier nicht näher darauf eingegangen. In der Fitsoftware FEWLAY, welche für die Auswertung der Reflektivitätsdaten verwendet wurde, sind die nötigen Korrekturfaktoren bereits implementiert (siehe Kapitel 2.3).

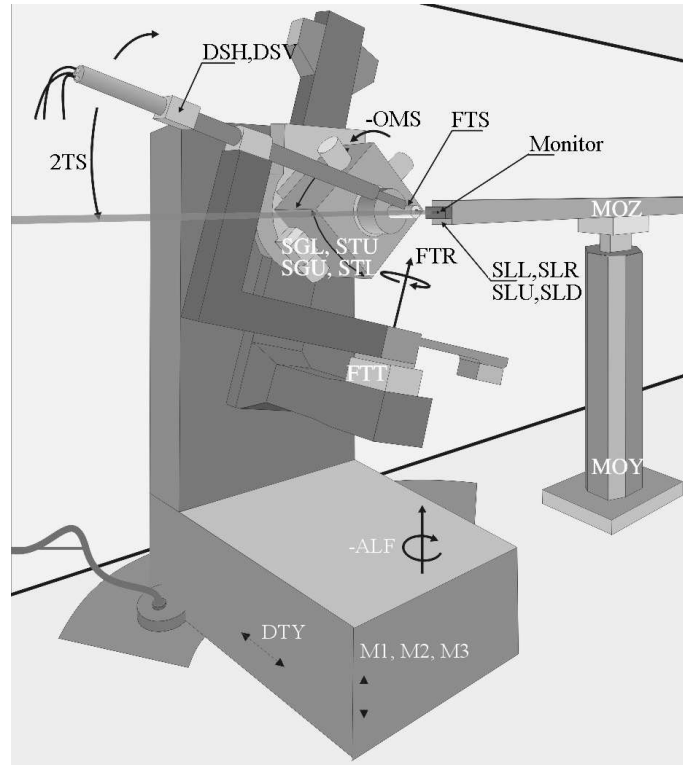


Abbildung 12: Schematische Darstellung des Sechskreis-Diffraktometers an der Beamline BW2 am HASYLAB. Die wichtigsten Motorenbezeichnungen und deren Drehsinn sind in der am Messplatz üblichen Notation angegeben (aus [16]).

### 2.5.1 vertikale Probengeometrie und Diffraktometerjustage

Für die Messungen von reziproken Gitterkarten (RSM) wurde eine vertikale Probengeometrie gewählt, wie sie in Abbildung 13 gezeigt ist. Man beachte, dass in dieser Abbildung sowohl reale als auch reziproke Einheiten zusammen dargestellt sind.  $\alpha_i$  ist der Winkel zwischen der Probenoberfläche und dem einfallenden Röntgenstrahl mit Wellenvektor  $\mathbf{k}_i$ . Der Detektor misst den gebeugten Strahl mit Wellenvektor  $\mathbf{k}_f$  unter dem Winkel  $\alpha_f$  relativ zur Probenoberfläche. Die Projektionen der beiden Vektoren  $\mathbf{k}_i$  und  $\mathbf{k}_f$  auf die Oberfläche bilden den Zwischenwinkel  $2\Theta$ . Der Impulsübertrag oder Streuvektor ist durch  $\mathbf{q} = \mathbf{k}_f - \mathbf{k}_i$  gegeben.

Bevor mit der eigentlichen Messung begonnen werden kann, insbesondere nach einer Änderung der Photonenenergie und der damit verbundenen Änderungen der Beamlineoptik, ist es nötig das Diffraktometer zu justieren. Die Nullpunktstellung der Diffraktometerhöhe, gegeben durch die Motoren  $m_1$ ,  $m_2$  und  $m_3$  (vgl. Abbildung

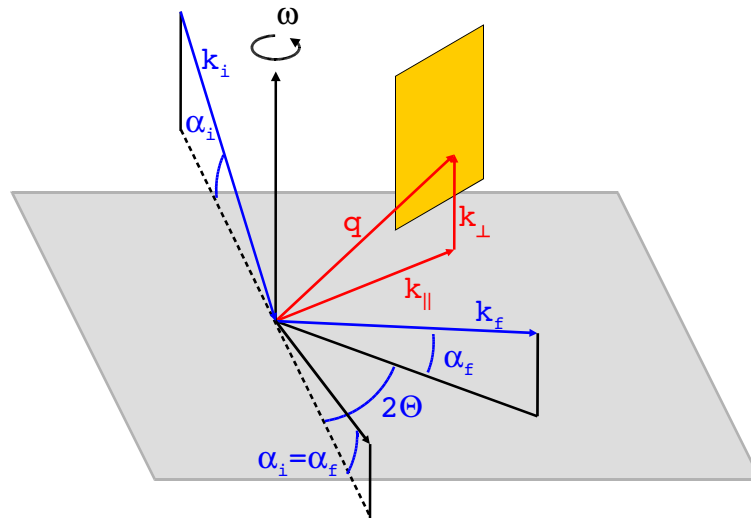


Abbildung 13: Vertikale Probengeometrie mit Winkelbezeichnungen und Wellenvektoren für die Messung einer RSM im reziproken Raum. Es muss beachtet werden, dass in dieser Abbildung direkte und reziproke Einheiten zusammen dargestellt sind.

12) und die Detektorposition  $ftt$  muss neu bestimmt werden, so dass die  $\omega$ -Achse ( $oms$ ) und der Detektor im Intensitätsmaximum des Röntgenstrahls sind. Danach kann die Probe justiert werden. Die Probentranslationen  $stu$  und  $stl$  bestimmen die relative Lage der Probe gegenüber der  $\omega$ -Achse ( $oms$ ), die Goniometerwinkel  $sgu$  und  $sgl$  stellen die Probenoberfläche senkrecht zur  $\omega$ -Drehachse ein.

Sobald die Probe auf dem Diffraktometer justiert ist, wird das reziproke Gitter für die Steuersoftware bestimmt. Die Position eines out-of-plane-Substratreflexes ( $l \neq 0$ ) und die Lage der Probenoberfläche legen die Orientierungsmatrix fest. Diese beschreibt den Zusammenhang zwischen reziproken Einheiten und den Winkeln des Diffraktometers. Somit können die Winkel  $alf$ ,  $ptr$ ,  $2ts$  und  $oms$  in die reziproken Einheiten  $h$ ,  $k$  und  $l$  und umgekehrt umgerechnet werden. Die Formeln können in [16] nachgeschlagen werden. Durch die Programmierung eines Messrasters entstehen so genannte „Line-Scans“ welche wiederum zu den reziproken Gitterkarten zusammengefügt werden. So können beliebige Schnitte durch den reziproken Raum gelegt werden. Für jeden einzelnen Messpunkt müssen nur drei Winkel variiert werden. Der Einfallswinkel  $\alpha_i$  wird fest gehalten, um eine konstante Eindringtiefe des Röntgenstrahls (siehe Kapitel 2.4) zu gewährleisten. Dies ermöglicht es die Intensitäten unterschiedlicher Reflexe vergleichen zu können, da Absorptionseffekte durch unterschiedliche Eindringtiefen vernachlässigt werden können.

### 2.5.2 horizontale Probengeometrie und Justage

Für Reflektivitätsmessungen kommt es auf eine hohe Winkelauflösung des einfallenden bzw. reflektierten Röntgenstrahls an. Um bei einer Wellenlänge von  $\lambda = 1,2915 \text{ \AA}$  ( $E = 9600 \text{ eV}$ ) 5 Messpunkte zwischen zwei Minima einer 200 nm dicken Schicht messen zu können ist eine Auflösung von  $\Delta q = 0,005 \text{ \AA}^{-1}$  nötig, was für dieses Diffraktometer einer Winkelauflösung von  $\Delta 2ts = 0,006^\circ$  bzw.  $\Delta oms = 0,003^\circ$  entspricht. Eine ständige Änderung der gesamten Position des Diffraktometers ist äußerst umständlich und vor allem nicht präzise genug. (Das Anheben und Absenken des Diffraktometers mittels Luftkissen ist sehr zeitaufwendig und ungenau, Anfahrngenauigkeit von  $alf = alf \pm 0,02^\circ$ .) Daher verwendet man für diese Experimente eine horizontale Probengeometrie.

Der Einfallswinkel wird in diesem Fall durch  $oms$  und die Position des Detektors durch  $2ts$  bestimmt. Für die Messung gilt  $2ts = 2 \cdot oms$ , also Einfallswinkel gleich Ausfallswinkel. Die Nullpunktlage des Diffraktometers und die Justage der Probenoberfläche erfolgen analog zur vertikalen Geometrie. Hierbei ändert sich nur die Funktion der einzelnen Motoren. Die Probenoberfläche wird über  $oms$  und  $sgu$  bzw.  $sgl$  parallel zum Röntgenstrahl eingestellt. Der Motor  $stu$  bzw.  $stl$  legt die Probenhöhe fest.

Um eine möglichst hohe Auflösung zu erreichen wird die Quellhöhe durch das Schlitzsystem vor der Probe auf 0,02 mm eingeschränkt. Die Quellbreite beträgt 0,5 mm. Die beiden vertikalen Detektorschlitze werden auf die kleinsten verfügbaren Schlitze von jeweils 0,5 mm Höhe eingestellt. Der horizontale Detektorschlitz wird auf 2 mm Breite gesetzt. Trotz der kleinen Quellhöhe von nur 0,02 mm kommt es für kleine Reflexionswinkel zu einem Intensitätsverlust, weil der Primärstrahl größer als die Projektion der Probe ist und somit nicht die volle Primärintensität zur Reflexion beiträgt (siehe Abschnitt 2.3).

### 3 Strukturuntersuchung von $\text{Cd}_{0,7}\text{Hg}_{0,3}\text{Te}/\text{HgTe}/\text{Cd}_{0,7}\text{Hg}_{0,3}\text{Te}$ -Heterostrukturen

Im folgenden Kapitel werden die Messergebnisse an 4 bis 10 nm dicken epitaktischen HgTe-Quantentrogsschichten eingebettet in  $\text{Cd}_{0,7}\text{Hg}_{0,3}\text{Te}$  vorgestellt. Als Substrat wurde  $\text{Cd}_{0,96}\text{Zn}_{0,04}\text{Te}(001)$  verwendet. Ziel der Untersuchungen an diesen Schichtsystemen war sowohl die Schichtdicke der HgTe-Schicht als auch die Rauigkeiten der Grenzflächen zu bestimmen.

An diesem System wurde erstmals der Quanten-Spin-Hall-Effekt gemessen [5], dessen Existenz eine invertierte Bandlücke voraussetzt. Da aber die Subbandstruktur von HgTe stark von der Schichtdicke des Quantentrogs abhängt, ist deren genaue Kenntnis für die Interpretation der Hall-Daten unerlässlich. Auf die elektronischen Eigenschaften und die Subbandstruktur von HgTe wird in [21], [22] und [23] näher eingegangen. Hier soll nur ein kurzer Abriss über die grundsätzliche Form der (Sub-)Bandstruktur geliefert werden. HgTe, ein Halbmetall, besitzt als Volumenmaterial eine negative Bandlücke von  $E_g = -0,303$  eV [24]. CdHgTe ist im Gegensatz dazu ein Halbleitermaterial mit positiver Energielücke, die über das Mischungsverhältnis in  $\text{Cd}_x\text{Hg}_{1-x}\text{Te}$  über einen weiten Bereich variiert werden kann ( $E_g(\text{CdTe}) = 1,606$  eV). In einem CdHgTe/HgTe/CdHgTe-Schichtsystem bildet sich aufgrund der besonderen Bandstrukturen ein so genannter Typ III-Quantentrog aus, der sich durch eine Überlappung von Valenz- und Leitungsband auszeichnet. Die Subbandstruktur des Quantentroges ist jedoch maßgeblich von der Schichtdicke der HgTe-Schicht abhängig, wie sie in Abbildung 14 (aus [23]) dargestellt ist. Sie zeigt die Subbandstruktur eines 40 Å (a) bzw. 150 Å (c) dicken HgTe-Quantentroges. Der mittlere Teil (b) der Abbildung zeigt den Verlauf der Subbandkanten als Funktion der Trogbreite. Hierbei sind das Subband H1 mit schwerlochartigem Charakter und das elektronenartige Subband E1 von besonderer Bedeutung. Oberhalb einer Dicke der HgTe-Schicht von etwa 60 Å liegt eine invertierte Bandlücke vor. Das H1-Subband bildet ab dieser Schichtdicke das Leitungsband.

In Abschnitt 3.1 wird das Materialsystem HgTe und das Wachstumsverhalten zusammengefasst und das pseudomorphe Kristallwachstum mit Hilfe einer RSM bestätigt. Die gut ausgeprägten Schichtdickenoszillationen weisen auf glatte Grenzflächen hin, welche im Abschnitt 3.2 näher untersucht werden. Dort werden die Reflektivitätsmessungen und die sich daraus ergebenden Parameter wie Schichtdicken, Grenzflächenrauigkeiten sowie Elektronendichten diskutiert.

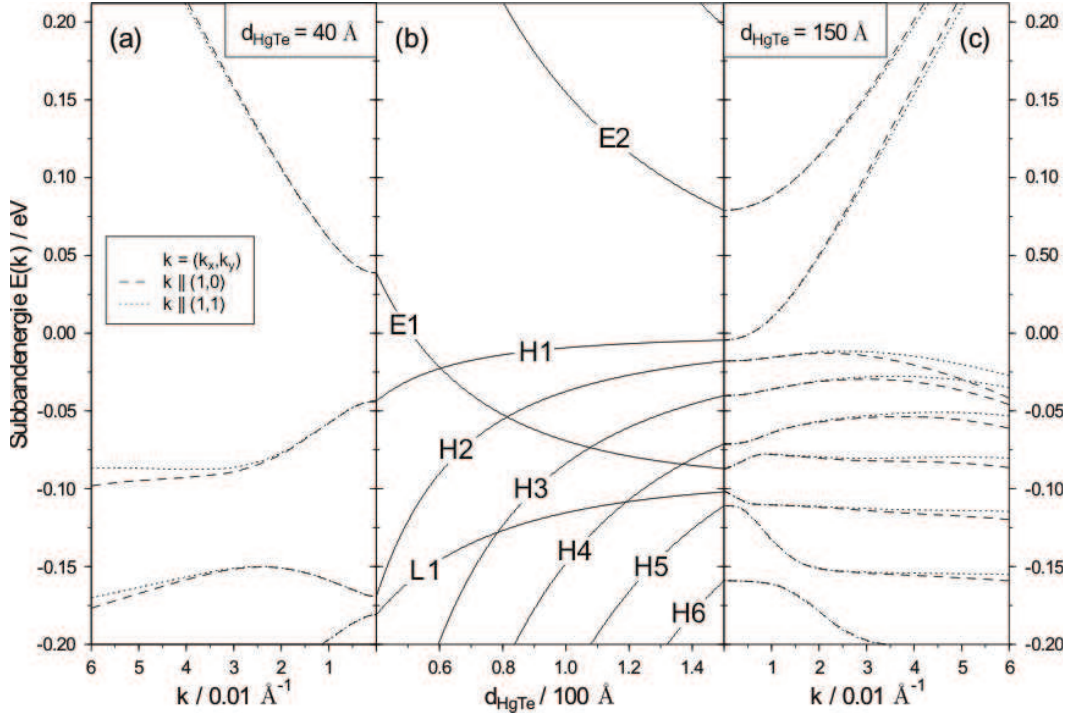


Abbildung 14: (a) Bandstruktur eines 40 Å dicken HgTe-Quantentroges. (b) Verlauf der Subbandkanten als Funktion der Trogbreite. (c) Bandstruktur eines HgTe-Quantentroges mit 150 Å Schichtdicke. Der Nullpunkt der Energieskala fällt mit der Valenzbandoberkante  $\Gamma_8$  von HgTe zusammen (aus [23]).

### 3.1 Materialsystem und Schichtaufbau

Das halbmetallische HgTe kristallisiert in der kubischen Zinkblendestruktur. Die Gitterkonstante des Volumenmaterials beträgt  $a_0 = 6,460 \text{ \AA}$  [21]. Gegenüber dem ebenfalls in Zinkblendestruktur kristallisierenden CdTe ( $a_0 = 6,485 \text{ \AA}$ ) [21] beträgt die Gitterfehlانpassung 0,4 %. Somit ermöglicht die beliebige Mischbarkeit der beiden Materialien zur Legierung von  $\text{Cd}_x\text{Hg}_{1-x}\text{Te}$  ein gitterangepasstes Wachstum von Heterostrukturen.

Für die in dieser Arbeit untersuchten Proben wurde  $\text{Cd}_{0,96}\text{Zn}_{0,04}\text{Te}(001)$  als Substrat verwendet, welches eine nahezu identische Gitterkonstante wie das Buffer- und Trogmateriale aufweist. Somit ist pseudomorphes Wachstum auch für große Schichtdicken gewährleistet. Auf das Substrat wird eine etwa 60 nm dicke CdTe-Buffererschicht aufgewachsen, um für die folgenden Schichten eine möglichst glatte und defektfreie Startoberfläche zu haben. Die erste Barrierenschicht ist etwa 120 nm

dick, wobei die Schicht teilweise mit Iod dotiert wird (so genannte Modulationsdotierung). Durch das Iod wird eine n-Dotierung erreicht. Die so bereitgestellten Elektronen bilden das zweidimensionale Elektronengas im Quantentrog. Darauf wird die HgTe-Quantentrogsschicht und eine weitere teilweise Iod dotierte Barrierenschicht aufgewachsen. Das genaue Probenwachstum kann in [25], [26] und [21] nachgelesen werden. Die Abbildung 15 zeigt auf der linken Seite die Schichtabfolge sowie deren nominellen Schichtdicken. Auf der rechten Seite der Abbildung ist die für die Reflektivitätsmessungen angenommene Schichtabfolge dargestellt. Eine Reflektivitätsmessung ist sensitiv auf den Unterschied in der Elektronendichte der einzelnen Schichten. Somit können die mit Iod dotierten Schichten nicht von den undotierten unterschieden werden. Der Unterschied in der Elektronendichte des Substrates und des Buffers ist ebenfalls zu gering, als dass er mit Hilfe des verwendeten Diffraktometers bei dieser Wellenlänge aufgelöst werden könnte. Da die Grenzflächen zwischen den dotierten und undotierten Bereichen der beiden Barrierschichten sowie zwischen Buffer und Substrat für diese Arbeit nicht von Interesse sind, kann diese Vereinfachung problemlos durchgeführt werden.

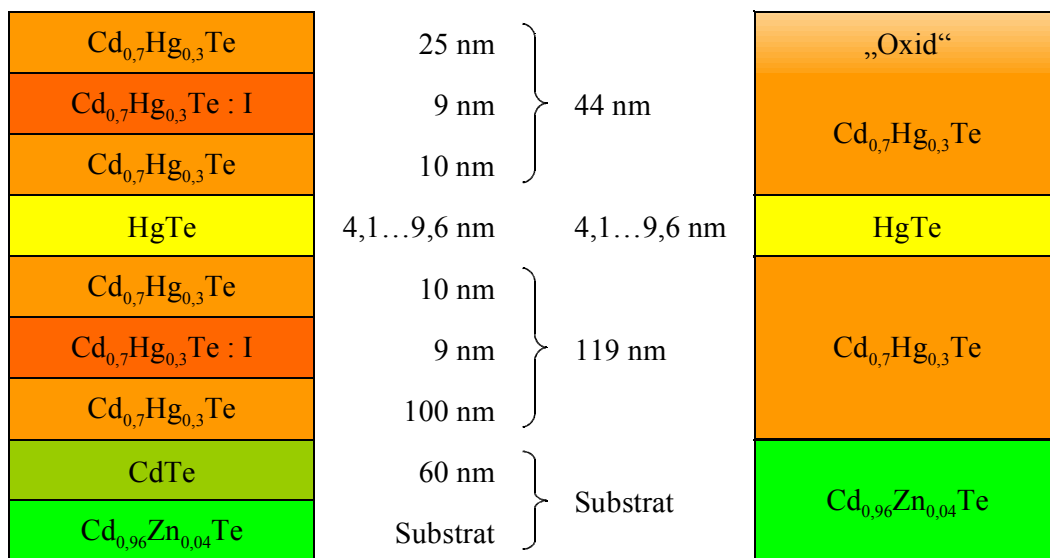


Abbildung 15: Schichtaufbau der HgTe-Proben wie gewachsen (links) mit Iod dotierten  $\text{Cd}_{0,7}\text{Hg}_{0,3}\text{Te}$ -Schichten und CdTe-Buffer und für die Fits der XRR-Daten angenommener vereinfachter Schichtaufbau (rechts).

Aufgrund der Gitterfehlanpassung von nur 0,4 % erwartet man für die vorliegenden kleinen Schichtdicken des HgTe von weniger als 10 nm ein rein pseudomorphes Wachstum. Dies wurde durch die Messung einer reziproken Gitterkarte am (333)-Reflex einer Probe mit 8 nm dicker HgTe-Schicht (Probe Q2231) bestätigt (siehe Abbildung 16). Die Achsen sind, wie für alle RSM dieser Arbeit, auf reziproke Gittereinheiten (r.G.E.) des Substrates normiert. Man beachte auch die stark verbreiterte Darstellung durch unterschiedliche Skalierungen der  $h$ - und  $l$ -Achse. In der RSM ist keine erhöhte Intensität für  $(hkl) > (hkl)_{\text{Substrat}} = (333)$  festzustellen. Für eine relaxierte HgTe-Schicht würde man durch die 0,4 % kleinere Gitterkonstante gegenüber dem Substrat einen Reflex bei 0,4 % erhöhten  $(hkl)$ -Werten, also bei den Koordinaten (3,012, 3,012, 3,012) erwarten. Somit liegt wie erwartet ein rein pseudomorphes Wachstum der Kristallstruktur vor.

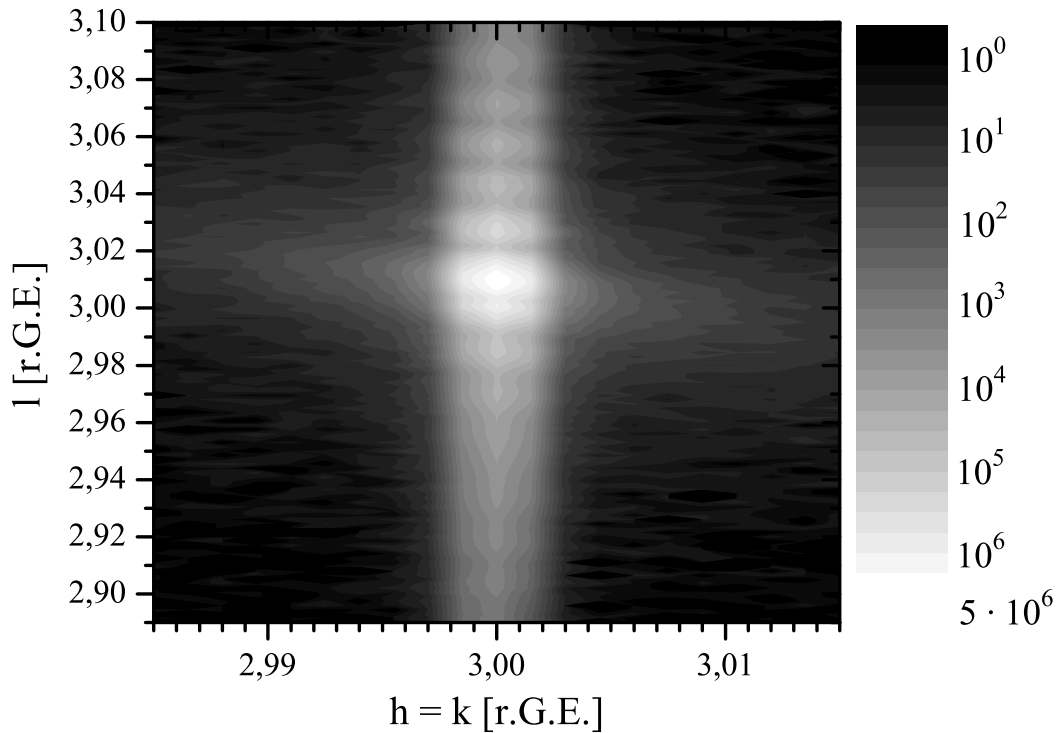


Abbildung 16: Reziproke Gitterkarte einer Probe mit 8 nm dicker HgTe-Schicht am (333)-Reflex, Einfallswinkel  $\alpha_i = 0,30^\circ$ .

Auffällig sind die Schichtdickenoszillationen der RSM, welche noch deutlicher in einem  $l$ -Scan mit besserer Auflösung und für einen größeren  $l$ -Bereich zu sehen sind (Abbildung 17). Neben dem schmalen Substratreflex bei  $l = 3,000$  r.G.E. fällt sofort ein breiterer und intensiverer Reflex bei  $l = 3,009$  r.G.E. auf, welcher der



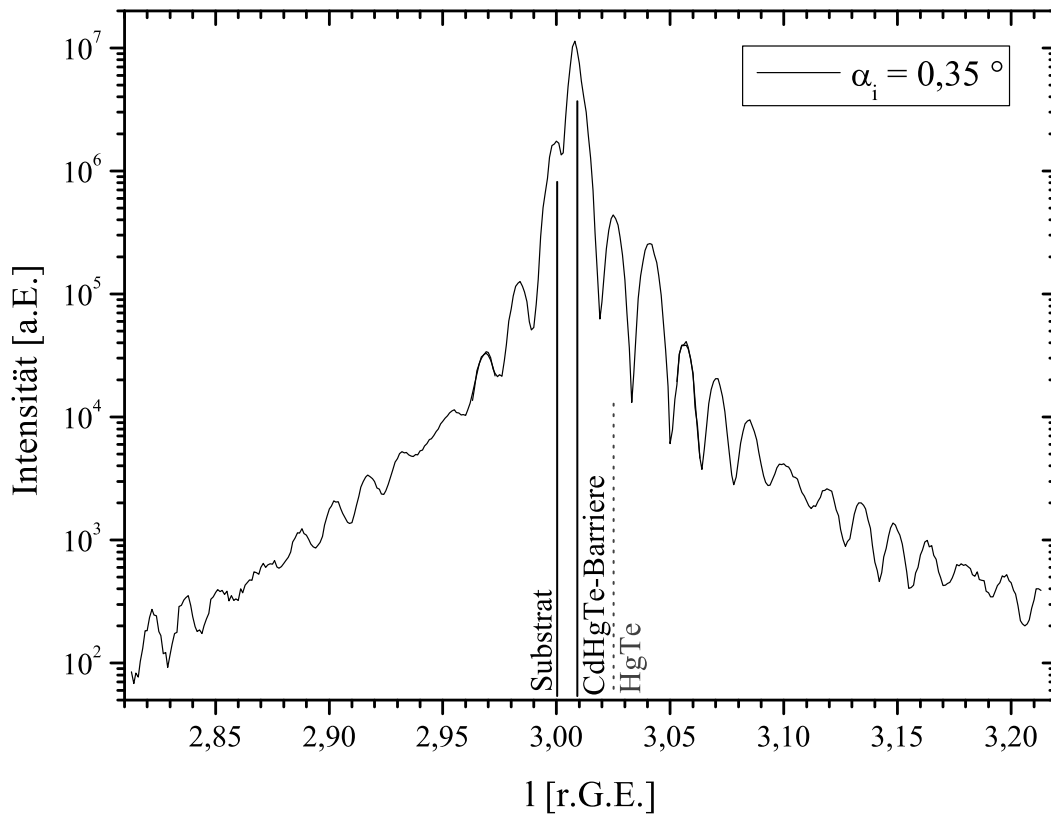


Abbildung 17: Line-Scan einer Probe mit 8 nm dicker HgTe-Schicht am (333)-Reflex, Einfallswinkel  $\alpha_i = 0,35^\circ$ .

oberen pseudomorph verspannten  $\text{Cd}_{0,7}\text{Hg}_{0,3}\text{Te}$  Barriere zugeordnet werden kann. Zur besseren Übersichtlichkeit ist daher die Lage der beiden Reflexe in der Abbildung 17 mit schwarzen Linien markiert. Die Schichtdickenoszillationen dieser CdHgTe-Barriere sind deutlich sichtbar. Aus einem mittleren Abstand der Minima von  $\Delta l = 0,0148$  r.G.E. ergibt sich eine Schichtdicke von 43,6 nm. Einige dieser Oszillationen, bei  $l \approx 2,868, 2,947, 3,105$  und  $3,184$  r.G.E., weisen einen vergrößerten Abstand der Minima auf. Der Abstand dieser verbreiterten Oszillationen beträgt etwa  $\Delta l \approx 0,079$  r.G.E., woraus sich eine Schichtdicke von 7,95 nm berechnet. Somit kann diese Schwebung der HgTe-Schicht zugeordnet werden. Das Maximum der zugehörigen Laue-Funktion kann nicht aufgelöst werden, sollte aber in der Mitte der beiden linken und rechten Verbreiterungen liegen, also bei  $l \approx 3,026$  r.G.E.. Diese abgeschätzte Reflexposition ist sehr gut mit der vorliegenden Gitterfehlانpassung zwischen HgTe und CdTe von 0,4 % vereinbar. Da der Reflex der HgTe-Schicht nicht direkt messbar war, ist seine Position in Abbildung 17 grau gestrichelt darge-

stellt. Schichtdickenoszillationen der unteren CdHgTe-Barriere sind nicht messbar. Bei einer nominellen Schichtdicke von 119 nm würde man Oszillationen mit einem Abstand der Minima von  $\Delta l = 0,0054$  r.G.E. erwarten.

## 3.2 Ergebnisse der Reflektivitätsmessungen

Aus den in Kapitel 3.1 Abbildung 17 gezeigten Schichtdickenoszillationen lassen sich die verschiedenen Schichtdicken gut bestimmen. Um quantitative Aussagen über die exakten Schichtdicken und vor allem die Rauigkeiten der einzelnen Grenzflächen sowie die Elektronendichten der verschiedenen Schichten treffen zu können, sind Reflektivitätsmessungen (XRR), wie sie im folgenden Kapitel 3.2 beschrieben sind, besser geeignet. Daher wurde auf eine quantitative Auswertung (Fitrechnung) des I-Scans verzichtet.

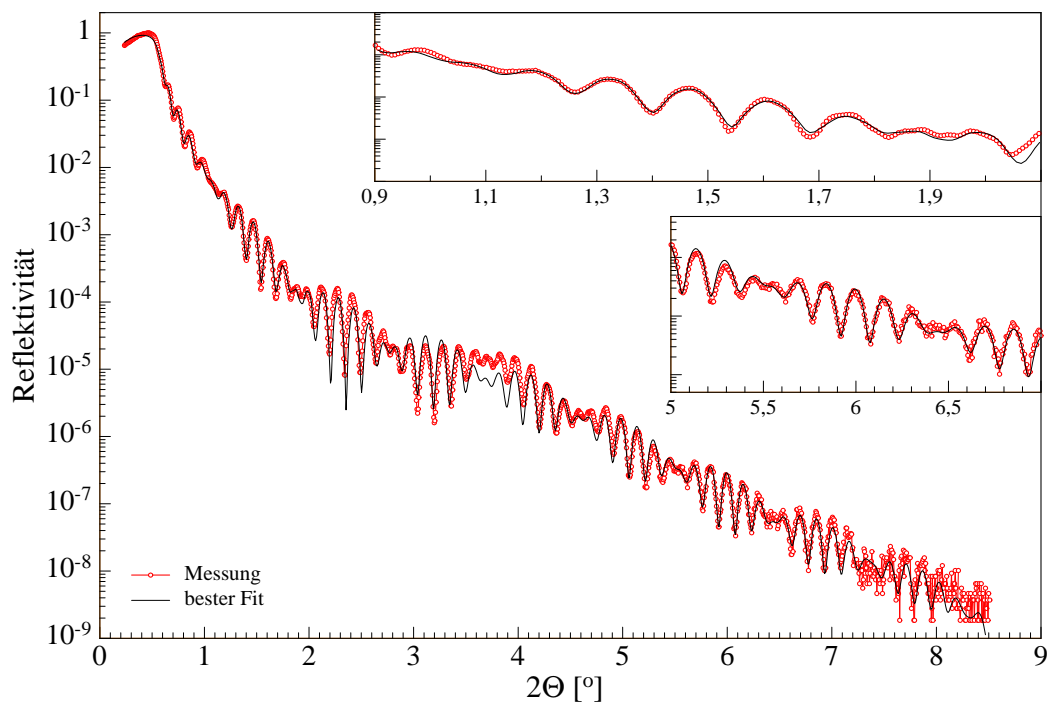


Abbildung 18: *Reflektivitätsmessung einer Probe mit 8 nm dicker HgTe-Schicht.*

Abbildung 18 zeigt sowohl die Reflektivitätsmessung (rote Kreise) als auch den dazugehörigen besten Fit (schwarze Linie) der bereits in Kapitel 3.1 vorgestellten Probe mit einer 8 nm dicken HgTe-Schicht. Es lassen sich sehr gut zwei Oszillationen unterscheiden, eine mit einem Abstand der Minima von etwa  $\Delta 2\theta \approx 0,142^\circ$

( $\Delta q \approx 0,0123 \text{ \AA}^{-1}$ ) und deren Einhüllende mit  $\Delta 2\theta \approx 0,66^\circ$  ( $\Delta q \approx 0,079 \text{ \AA}^{-1}$ ). Eine Analyse der Werte ( $d = 2\pi/\Delta q$ ) liefert Schichtdicken von 7,95 nm bzw. 51,1 nm. Diese beiden Oszillationen können also der nominell 8 nm dicken HgTe-Schicht und der oberen Barrierenschicht mit geplanten 44 nm zugeordnet werden (vgl. Abbildung 15).

Die obere Barrierenschicht selbst musste, wie auch für die anderen Proben dieser Serie, in eine dünne Oberflächenschicht ( $d = 1,41 \text{ nm}$ ) und in die eigentlichen Barrierenschicht ( $d=41,8 \text{ nm}$ ) aufgeteilt werden (für Parameter der anderen Proben siehe Tabelle 1). Dies ist nötig, da ohne eine Oberflächenschicht mit verminderter Elektronendichte keine guten Rechnungen erstellt werden konnten. Alle Proben wurden an Luft gelagert und gemessen. Als Erklärung kann eine Oxidation der Probenoberfläche angenommen werden. Im folgenden wird daher die oberste Schicht jeweils als „Oxid“ bezeichnet. Zur Bestimmung der Schichtdicke der oberen CdHgTe-Schicht müssen beide Schichtdicken addiert werden. Die Elektronendichte stimmt für fast alle Proben sehr gut mit den Werten eines Einkristalls überein, mit einer Tendenz zu etwas kleineren Werten. Ein Plot der Elektronendichte, aufgetragen gegen die Schichtdicke (Abbildung 19), zeigt deutlich einen Gradienten in den ersten 2 ... 3 nm der Oberflächenschicht. In rot (durchgezogene Linie) ist die aus den Parametern des Fits berechnete Elektronendichte der gemessenen Probe dargestellt, in schwarz (gestrichelt) die Elektronendichte wie sie sich aus Einkristallwerten mit verschwindender Grenzflächenrauigkeit ergibt.

Für die HgTe-Schicht liefert der Fit eine Schichtdicke von 7,97 nm. Vergleicht man die abgeschätzten Schichtdicken der HgTe-Schicht und der oberen Barriere von 7,95 nm bzw. 51,1 nm mit den Parametern des Fits (siehe Tabelle 1) erhält man eine exzellente Übereinstimmung:  $d = 1,41 \text{ nm}$  („Oxid“) +  $41,82 \text{ nm}$  ( $\text{Hg}_{0,3}\text{Cd}_{0,7}\text{Te}$ ) +  $7,97 \text{ nm} = 51,20 \text{ nm}$ . Weiterhin ergibt sich die Rauigkeit der HgTe-Schicht zur oberen Barrierschicht zu 0,55 nm. Die Elektronendichte wird zu  $1,84 \cdot 10^{30} \text{ m}^{-3}$  bestimmt, was einer Reduktion um 8,8 % gegenüber einem Einkristall (im folgenden auch Bulk genannt) mit  $\rho_e = 2,019 \cdot 10^{30} \text{ m}^{-3}$  entspricht. Ob diese Schicht tatsächlich eine verminderte Elektronendichte besitzt oder ein Artefakt der Rechnung ist, kann letztlich nicht zweifelsfrei festgestellt werden. Fast alle Proben mit einer verminderten Elektronendichte an der Oberfläche (siehe auch Kapitel 4.2) weisen auch verminderte Elektronendichten der folgenden Schichten auf. Die Methode ist vor allem sensitiv auf den Unterschied in der Elektronendichte der einzelnen Schichten (vgl. Kapitel 2.2). Daher führt eine für die Oberfläche zu niedrig abgeschätzte Elektronendichte zur Reduzierung der darauf folgenden Dichten.

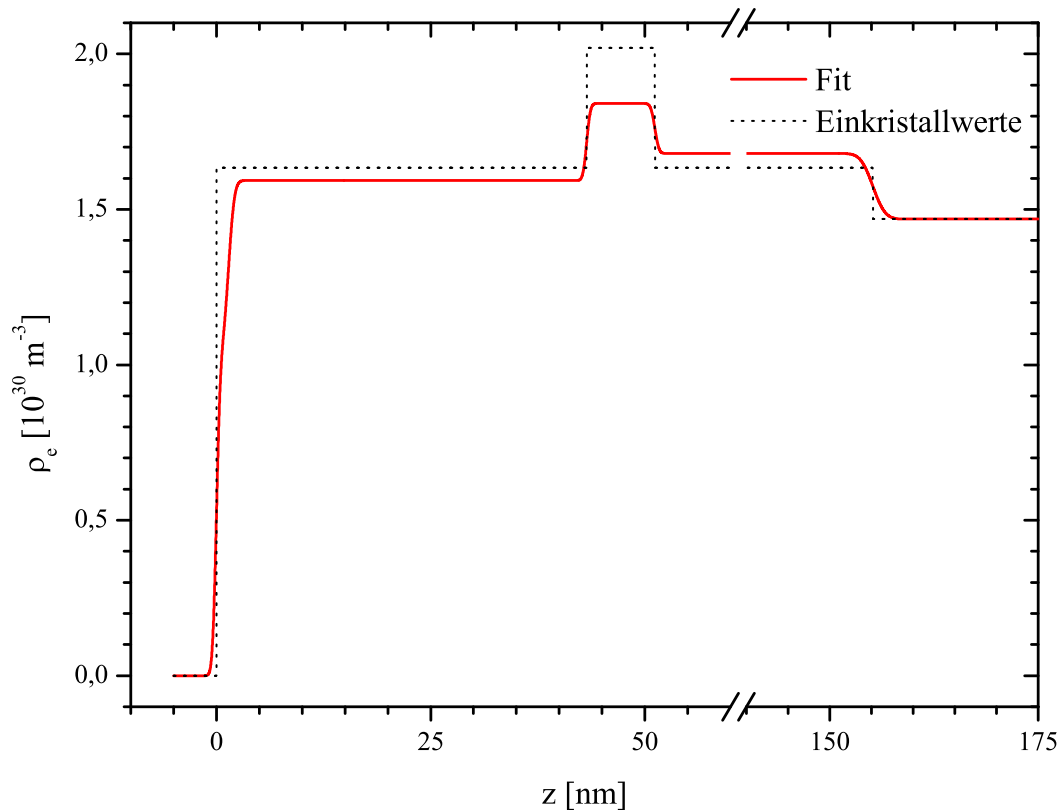


Abbildung 19: Elektronendichteprofil einer Probe mit 8 nm dicker HgTe-Schicht aufgetragen gegen die Schichtdicke. Rot (Linie) berechnet aus den Parametern des Fits, schwarz (gestrichelt) berechnet aus Einkristallwerten mit verschwindender Grenzflächenrauigkeit.

Eine quantitative Analyse der unteren Barrierenschicht ist nur schwer möglich. Im oberen Inset der Abbildung 18 kann man zwischen  $2\Theta = 1,7^\circ$  und  $2,05^\circ$  schwach ausgeprägte Oszillationen mit einem Abstand von  $\Delta 2\theta \approx 0,045^\circ$  erkennen, was einer Schichtdicke von etwa 162 nm entspricht, also deutlich größer als die nominelle Schichtdicke von 119 nm. Ein Vergleich mit den Parametern aus Tabelle 1 zeigt auch hier, dass sich die Schichtdicke näherungsweise aus der Summe aller Schichten oberhalb des Substrates ergibt. Allerdings ist der Fehler für die Schichtdicke der unteren Barrierenschicht aufgrund des fehlenden Kontrastes als hoch einzuschätzen, was sich auch in den hohen Schwankungen der einzelnen Schichtdicken der verschiedenen Proben (siehe Tabelle 1) widerspiegelt. Die Elektronendichten stimmen, analog zur oberen Barrierenschicht, sehr gut mit den Werten eines Einkristalls überein, wobei auch hier die Werte meist kleiner sind.

Die Rauigkeit zur HgTe-Schicht ist jeweils, wie auch für die bisher diskutierten Grenzflächen, deutlich kleiner als 1 nm. Zum Substrat ist die Rauigkeit jeweils etwas größer, aber für den Großteil der Proben immer noch deutlich unter 1 nm. Aufgrund des fehlenden Unterschieds in der Elektronendichte wurde für die Fits die CdTe-Schicht und das eigentliche Substrat  $\text{Cd}_{0,96}\text{Zn}_{0,04}\text{Te}$  zusammengefasst.

### **Zusammenfassung der Messergebnisse an den $\text{Cd}_{0,7}\text{Hg}_{0,3}\text{Te}/\text{HgTe}/\text{Cd}_{0,7}\text{Hg}_{0,3}\text{Te}$ -Heterostrukturen:**

Insgesamt konnten für die  $\text{Cd}_{0,7}\text{Hg}_{0,3}\text{Te}/\text{HgTe}/\text{Cd}_{0,7}\text{Hg}_{0,3}\text{Te}$ -Proben mittels der Röntgenreflektometrie die jeweilige Schichtdicke der oberen CdHgTe-Barrierenschicht und der HgTe-Quantentrogsschicht sehr genau bestimmt werden, die der unteren Barrierenschicht mit einem größeren Fehler. Die weiterhin sehr kleinen Grenzflächenrauigkeiten bestätigen zusammen mit der reziproken Gitterkarte ein „perfektes“ pseudomorphes Wachstum der Heterostruktur. Somit wurde eine sehr hohe kristalline Qualität mit dem verwendeten Wachstumsprozess erreicht.

Die Rauigkeit der HgTe-Schicht zur oberen Barrierenschicht liegt bei allen untersuchten Proben zwischen 0,29 nm und 0,55 nm, die der darunterliegenden Grenzfläche bei bis zu 0,73 nm. Beide Grenzflächen der HgTe-Schicht weisen Grenzflächenrauigkeiten in der Größenordnung der Volumengitterkonstante von 6,460 Å auf. D.h. im Mittel gibt es über die gesamte Probenfläche in der Kristallstruktur lateral nur sehr kleine Stufen. Die Elektronendichte der HgTe-Schicht wird im Mittel 7,2 % kleiner abgeschätzt als der Volumenkristallwert von  $\rho_{e,Bulk}(\text{HgTe}) \approx 2,0190 \cdot 10^{30} \text{ m}^{-3}$ . Wahrscheinlich ist dies ein Effekt der reduzierten Elektronendichte an der Oberfläche. Mit dem verwendeten Parratt-Formalismus kann kein Gradient in der Elektronendichte simuliert werden. Für die oberste Schicht wird eine vermutlich zu kleine mittlere Elektronendichte bestimmt, was zu einer Reduktion der Elektronendichten der darunter liegenden Schichten führt, da die Methode vor allem sensitiv auf den Unterschied in der Elektronendichte ist. Für die beiden Barrierenschichten ergeben sich hier im Mittel Reduktionen der Elektronendichten von 3,8 % (oben) und 2,9 % (unten). Neben den bereits erläuterten kleinen Grenzflächenrauigkeiten der Barrierenschichten zur HgTe-Schicht weisen beide Schichten zur Oberfläche bzw. zum Substrat hin leicht höhere Grenzflächenrauigkeiten von 0,93 nm bis 1,56 nm (Oberfläche) und von 0,43 nm bis 2,51 nm (Substrat) auf.

	Q2258	Q2259	Q2013	Q2261	Q2267	Q2199	Q2231	Q2268	Q2211	Q2208
„Oxid“										
d [nm]	3,74	0,99	0,81	1,77	0,25	0,10	1,41	0,67	1,18	1,76
$\sigma$ [nm]	1,03	0,64	0,43	0,70	1,09	1,57	0,36	0,57	0,83	1,21
$\rho_e$ [ $10^{30} m^{-3}$ ]	1,24	1,35	1,40	1,30	1,30	1,20	1,02	1,14	0,93	1,56
Cd <sub>0,7</sub> Hg <sub>0,3</sub> Te										
d [nm]	46,19	46,74	39,10	46,96	50,28	46,96	41,82	51,99	48,03	49,18
$\sigma$ [nm]	0,46	0,29	0,47	0,49	0,37	0,45	0,55	0,43	0,51	0,47
$\rho_e$ [ $10^{30} m^{-3}$ ]	1,46	1,62	1,57	1,62	1,63	1,65	1,59	1,61	1,59	1,62
$\rho_{e,Bulk}$ [ $10^{30} m^{-3}$ ]	1,6338									
HgTe										
d [nm]	4,10	5,24	5,45	6,25	7,04	7,52	7,97	8,47	8,71	9,57
$\sigma$ [nm]	0,54	0,52	0,39	0,41	0,55	0,41	0,34	0,44	0,25	0,46
$\rho_e$ [ $10^{30} m^{-3}$ ]	2,07	1,83	1,81	1,83	1,82	1,90	1,84	1,86	1,96	1,82
$\rho_{e,Bulk}$ [ $10^{30} m^{-3}$ ]	2,0190									
Cd <sub>0,7</sub> Hg <sub>0,3</sub> Te										
d [nm]	148,85	159,57	179,65	125,27	162,73	109,70	120,53	124,11	189,34	192,43
$\sigma$ [nm]	0,30	0,58	0,34	0,13	0,73	0,25	0,38	0,27	0,43	0,23
$\rho_e$ [ $10^{30} m^{-3}$ ]	1,53	1,53	1,57	1,63	1,57	1,61	1,67	1,57	1,55	1,64
$\rho_{e,Bulk}$ [ $10^{30} m^{-3}$ ]	1,6338									
CdTe/Cd <sub>0,96</sub> Zn <sub>0,04</sub> Te										
$\sigma$ [nm]	0,43	0,70	2,09	1,47	0,98	0,48	0,80	0,47	0,67	2,51
$\rho_{e,Bulk}$ [ $10^{30} m^{-3}$ ]	1,4687*									

Tabelle 1: Fitparameter für die XRR-Messungen der HgTe-Proben. Die Parameter der im Text diskutierten Probe sind grau hervorgehoben. \*Für das Substrat CdTe/CdZnTe wurde die Elektronendicht nicht angepasst. Die Berechnung der Reflektivität erfolgte mit dem Wert eines Einkristalls.

## 4 Strukturuntersuchung der Halb-Heusler-Phase NiMnSb in Dünnschichtsystemen

An NiMnSb/InGaAs/InP(001 und 111)-Dünnschichtsystemen wurden, analog zu den Strukturuntersuchungen an HgTe-Quantentrögen (Kapitel 3), sowohl Röntgenreflektivitäten (XRR) zur Bestimmung der Grenzflächenrauigkeiten und Schichtdicken als auch Reziproke Gitterkarten (RSM) zur Untersuchung des Relaxationsverhaltens gemessen. Für kleine Schichtdicken des NiMnSb erwartet man zunächst pseudomorphes Wachstum und ab einer kritischen Schichtdicke von etwa 70 nm (für ein 001-Substrat) eine Relaxation der NiMnSb-Schicht [11]. In dieser Arbeit wird das Relaxationsverhalten in Abhängigkeit von der Schichtdicke, einer zusätzlichen amorphen Gold-Titan-Deckschicht und der Substratorientierung untersucht [10].

NiMnSb-Schichtsysteme finden Anwendung im Bereich der Spintronic. Hierbei wird statt der Ladung des Elektrons der Spin genutzt, um die binären Zustände 0 und 1 darzustellen. Für die Realisierung einer effizienten Spininjektion ist es aber nötig Materialien zu entwickeln, die am Kontakt annähernd 100 % Spinpolarisation besitzen [27]. R. A. de Groot zeigte bereits 1983, dass für das halbmetallische NiMnSb theoretisch eine Spinpolarisation von 100 % am Fermi-niveau erreicht werden kann [7]. Durch seine hohe Curie-Temperatur von  $T_C = 730 \text{ K}$  ist dies auch bei Raumtemperatur möglich, was eine mögliche kommerzielle Anwendung begünstigt. Experimentell konnte bisher an Oberflächen nur eine Spinpolarisation von 44 % [28],  $58 \pm 2,3 \%$  [29] bzw.  $67 \pm 9 \%$  [30] nachgewiesen werden. Die unvollständige Spinpolarisation kann darauf zurückgeführt werden, dass durch den Symmetriebruch der Oberfläche der Halbmetall-Charakter nicht immer erhalten ist [31]. Weiterhin zeigen sich deutliche Unterschiede in der Spinpolarisation für Mn/Sb bzw. Ni terminierte Oberflächen [32].

Die magnetischen Eigenschaften eines NiMnSb-Schichtsystems hängen jedoch maßgeblich von der kristallinen Qualität der Schicht ab. An NiMnSb-Dünnschichtsystemen auf InGaAs/InP(001) zeigte sich mit wachsender Schichtdicke und der damit verbundenen Relaxation und Erhöhung der Defektdichte eine uniaxiale Anisotropie und eine winkelabhängige Zwei-Magneton-Streuung [11, 33]. Daher ist es wichtig die strukturellen Eigenschaften der Schichtsysteme genau zu charakterisieren, um so ein besseres Verständnis der magnetischen Eigenschaften in Abhängigkeit von der Schichtdicke, des Schichtaufbaus und der Substratorientierung zu bekommen.

Im Folgenden werden nach einer kurzen Erläuterung der Kristallstruktur und des Probenwachstums (Abschnitt 4.1) die Messergebnisse diskutiert. Für Proben mit (001)-orientiertem Substrat teilt sich dies auf in Proben ohne (Abschnitt 4.2) und Proben mit amorphen Au/Ti-Cap (Abschnitt 4.3) sowie in den Abschnitt 4.4, der die beiden vorangehenden Probensysteme anhand einer dreigeteilten Probe vergleicht. Abschnitt 4.5 behandelt die Proben mit (111)-orientiertem InP-Substrat.

#### 4.1 Materialsystem und Schichtaufbau

NiMnSb ist ein halbmolekularer Ferromagnet, der in der kubischen Halb-Heusler-Struktur  $C1_b$  kristallisiert. Die Gitterkonstante der Volumenkristalle beträgt  $5,903 \text{ \AA}$  [34, 35]. Bei dieser Kristallstruktur handelt es sich um drei, mit unterschiedlichen Atomsorten besetzte, ineinander verschachtelte fcc-Gitter mit den Atompositionen Ni(0,0,0), Mn( $1/4, 1/4, 1/4$ ) und Sb( $3/4, 3/4, 3/4$ ) innerhalb der Einheitszelle. In Abbildung 20 ist die Kristallstruktur schematisch dargestellt. Die durchgezogenen Linien umranden die Einheitszelle, die gestrichelten Linien sollen lediglich die räumliche Anordnung der Atome verdeutlichen. Ein viertes mögliches fcc-Kristallgitter X( $1/2, 1/2, 1/2$ ) ist in diesem Fall unbesetzt, kann aber z.B. durch Ni aufgefüllt werden. Dies führt zur (Voll-)Heusler-Struktur  $L1_2$  ( $\text{Ni}_2\text{MnSb}$ ).

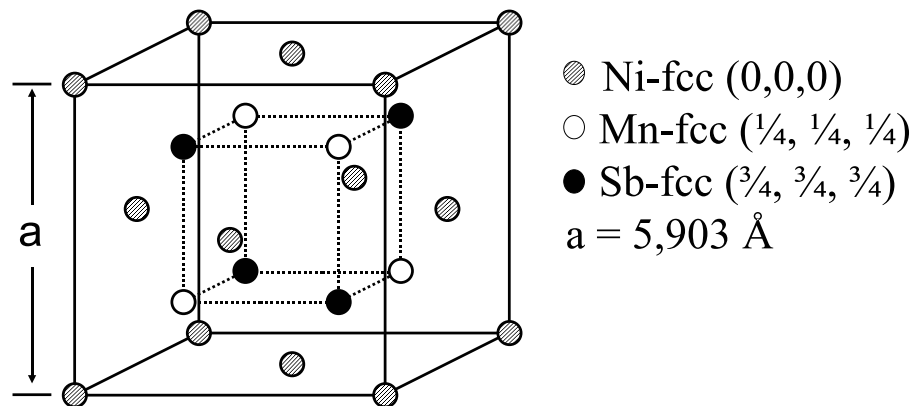


Abbildung 20: Schematische Darstellung der Kristallstruktur  $C1_b$  von NiMnSb.

Die starke Ähnlichkeit zur fcc-Struktur begünstigt ein gutes epitaktisches Schichtwachstum auf konventionellen Halbleitern mit Zinkblendestruktur. Im Gegensatz zu früher untersuchten Substraten wie z.B. GaAs [36] oder GaAs(111)B [37] bietet sich vor allem InP an. Mit einer Gitterkonstante von  $5,8687 \text{ \AA}$  [38] beträgt die Gitterfehlpassung nur 0,6 % und ein gitterangepasstes Wachstum kann erwartet werden.



Die verwendeten kommerziell erhältlichen InP-Substrate, welche mit In auf die MBE-Probenhalter geklebt sind, weisen nach dem Abheizen der schützenden Oxidschicht eine raue Oberfläche auf. Da die genutzte MBE-Anlage aus technischen Gründen keine Phosphor-Quelle besitzt, und somit kein InP gewachsen werden kann, kommt zur Substratglättung ein gitterangepasster  $\text{In}_{0,53}\text{Ga}_{0,47}\text{As}$ -Buffer zum Einsatz. Auf das so vorbereitete Substrat wird dann die eigentliche NiMnSb-Schicht gewachsen. Die NiMnSb-Schicht wird im folgenden auch als Heuslerschicht bezeichnet. Näheres zum Wachstum der Proben kann in [39, 40] sowie in der Dissertation von Peter Bach [38] nachgelesen werden. In der Tabelle 2 sind die Wachstumsparameter (Substrattemperatur und relative Flüsse) der untersuchten Proben aufgelistet. Der Unterschied zwischen den Proben H363/H375 und H429/H430 ergibt sich aus einer defekten Ni-Zelle, nach deren Einbau mit deutlich kleineren absoluten Flüssen gearbeitet wurde. Abschließend wurde ein Teil der Proben mit einem je 10 nm dicken amorphen Titan- und Gold-Film, im folgenden „Cap“ genannt, beschichtet um eine Oxidation der Proben zu verhindern.

	T-Sub [°C]	Sb/Ni Fluss	Mn/Ni Fluss
Proben mit (001)-Substrat			
Probenserie U1	300	12,94	2,59
Probenserie U2	250	12,35	2,65
Probenserie C1	250	12,35	2,65
Probenserie C2	250	12,35	2,65
dreigeteilte Probe	250	12,35	2,65
Proben mit (111)-Substrat			
H363 und H375	250	10	2,84
H429 und H430	250	10	2,57

Tabelle 2: *Substrattemperatur und Flussverhältnisse für Sb/Ni und Mn/Ni der untersuchten Proben.*

## 4.2 Ergebnisse der (001) orientierten Proben ohne Cap

Im folgenden Abschnitt werden die Messergebnisse an zwei Serien von Heusler-Proben ohne ein amorphes Au/Ti-Cap erläutert. Die Schichtdicken der beiden Serien variieren von 42,87 nm bis 110,38 nm (Probenserie U1) und 8,26 nm bis 59,91 nm (Probenserie U2). Der wesentliche Unterschied zwischen den beiden Probenserien ist eine beim Wachstum unterschiedliche Substrattemperatur von 250 °C (Serie U1) und 300 °C (Serie U2). Die Sb/Ni- und Mn/Ni-Flussverhältnisse unterscheiden sich kaum (siehe Tabelle 2). In allen Abbildungen von reziproken Gitterkarten sind die Proben von links nach rechts nach aufsteigender Schichtdicke der Heuslerschicht sortiert.

### 4.2.1 Messergebnisse der Probenserie U1

Die drei Proben der Serie U1 besitzen eine NiMnSb-Schichtdicke von 42,87 nm (H72), 71,67 nm (H80) und 110,38 nm (H78) (vgl. Auswertung der XRR-Daten unten und Tabelle 4). In Abbildung 21 sind die reziproken Gitterkarten der Proben aufgenommen am (533)-Reflex dargestellt. Die verwendeten Einfallswinkel der Röntgenstrahlung variieren von 0,25° (linke Probe), 0,35° (rechte Probe) bis 0,44° (mittlere Probe). Hierbei nutzt man die unterschiedlichen Eindringtiefen des Röntgenstrahles bei verschiedenen Einfallswinkeln um die Intensität der Heuslerschichtreflexe zu maximieren und um gleichzeitig den Substratreflex und gegebenenfalls hiervon den Bufferreflex getrennt auflösen zu können. Zur Identifikation des Substratreflexes wurden bei unterschiedlichen Einfallswinkeln Messungen analog zu Abbildung 22 an allen Proben durchgeführt.

Neben dem zur Achsennormierung verwendeten und in l-Richtung asymmetrischen Substratreflex bei  $l = 3,000$  r.G.E. und  $k = 3/5 \cdot h = 3,000$  r.G.E. weisen alle Proben einen Reflex bei kleineren l-Werten, aber identischem h- bzw. k-Wert wie das Substrat auf. Dieser Reflex kann einer pseudomorph verspannten Heuslerschicht zugeordnet werden (siehe auch Abbildung 22). Hierbei zeigen die beiden dünneren Proben in der RSM eine deutliche Reflexverbreiterung der pseudomorph verspannten Schicht zu kleineren h- bzw. k-Werten auf, das heißt es liegt eine Teilrelaxation der NiMnSb-Schicht vor. Für die dickste Probe mit 110,38 nm NiMnSb-Schichtdicke ist ein separater Reflex bei  $l = 2,976$  r.G.E. und  $h = 3/5k = 2,971$  r.G.E. sichtbar, der einem relaxierten NiMnSb-Schichtanteil zugeordnet werden kann. Zwischen den Reflexen der pseudomorphen und der relaxierten Schichtanteile ist eine deutlich erhöhte Intensität messbar.

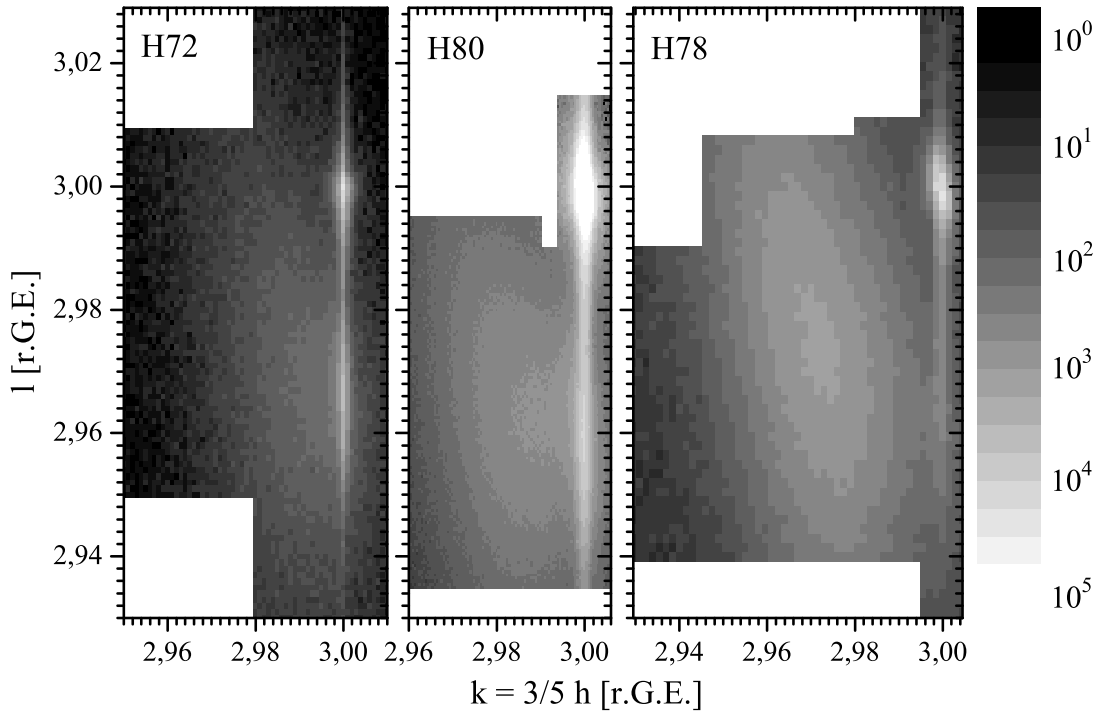


Abbildung 21: Reziproke Gitterkarten am (533)-Reflex für die Proben der Serie U1 mit Schichtdicken von 42,87 nm, 71,67 nm und 110,38 nm (Abbildung von links nach rechts).

Eine quantitative Analyse der einzelnen Reflexpositionen (vgl. Tabelle 3) zeigt eine stetige Reflexverschiebung der relaxierten Schicht zu kleineren  $h$ - bzw.  $k$ -Werten und, relativ zum Reflex der pseudomorph verspannten Schicht, zu größeren  $l$ -Werten (vgl.  $l_{\text{relaxiert}} - l_{\text{pseudomorph}}$  in Tabelle 3). Daraus folgt, dass für diese Probenserie eine kontinuierliche Relaxation der Heuslerschicht vorliegt. Die Gitterverspannung für diese Probenserie wird kontinuierlich durch den Einbau von Kristallfehlern abgebaut und abhängig von der Schichtdicke ergeben sich die gemessenen Reflexpositionen der (teil-)relaxierten Schichtanteile. Den Reflex einer vollständig relaxierten einkristallartigen Heuslerschicht würde man in der vorliegenden Achsennormierung bei  $h = k = l = 2,983$  r.G.E erwarten. Das bedeutet, dass für die 110 nm dicke Probe H78 mit einer Reflexposition der relaxierten Heuslerschicht von  $h = 3/5 = 2,971$  r.G.E. und  $l = 2,976$  r.G.E. eine Überrelaxation der Heuslerschicht vorliegt. Eine mögliche Ursache hierfür könnte eine andere Schichtzusammensetzung als  $\text{Ni} : \text{Mn} : \text{Sb} = 1 : 1 : 1$  sein.

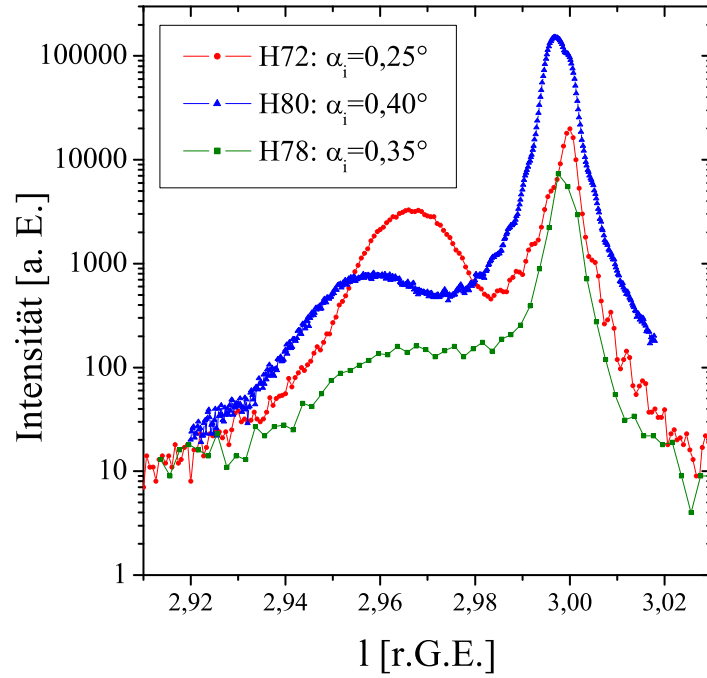


Abbildung 22: Line-Scans am (533)-Reflex der Proben H72, H80 und H78. Die Asymmetrie des Substratreflexes bei  $l=3,000$  r.G.E. kann dem Buffer zugeordnet werden. Der Reflex bei kleinen  $l$ -Werten stammt von pseudomorph verspannten Schichtanteilen des NiMnSb.

	H72	H80	H78
Schichtdicke [nm] (Tab. 4)	42,87	71,67	110,38
Buffer			
$l_b$ [r.G.E.]	2,9965	2,9967	2,9976
pseudomorph verspannte Heuslerschicht			
$l_p$ [r.G.E.]	2,9666	2,9582	2,9714
relaxierte Heuslerschicht			
$l_r$ [r.G.E.]	2,9675	2,9614	2,9763
$k_r=3/5h$ [r.G.E.]	2,9918	2,9882	2,9714
$l_r-l_p$ [r.G.E.]	$0,9 \cdot 10^{-3}$	$3,2 \cdot 10^{-3}$	$4,9 \cdot 10^{-3}$

Tabelle 3: Reflexpositionen für die RSM-Messungen an den Proben der Serie U1.  $l_{\text{relaxiert}}-l_{\text{pseudomorph}}$  gibt den  $l$ -Abstand zwischen dem relaxierten und pseudomorph verspannten Heuslerschichtanteil an.

Neben reziproken Gitterkarten wurden an dieser Probenserie auch Röntgenreflektivitäten (XRR) gemessen. Die roten, blauen und grünen Kreise in Abbildung 23 zeigen die Reflektivitätsmessungen der drei Proben und die schwarzen Linien jeweils den besten Fit mit der Software FEWLAY. Hierbei sind die Kurven für eine bessere Übersichtlichkeit in der y-Achse um jeweils 2 Größenordnungen gegeneinander verschoben. Die beiden dünneren Proben H72 und H80 zeigen deutliche Schichtdickenzillationen der Heuslerschicht mit einem Abstand der Minima von etwa  $\Delta 2\Theta = 0,13^\circ$  (H72) bzw.  $\Delta 2\Theta = 0,09^\circ$  (H80). Zusätzlich können auch die wesentlich schmalere Schichtdickenzillationen des Buffers aufgelöst werden (siehe Inset in Abbildung 23). Im Gegensatz hierzu zeigt die dickste Probe dieser Serie (H78) nur schwach ausgeprägte Schichtdickenzillationen der Heuslerschicht. Dies deutet auf relativ hohe Rauigkeiten der jeweiligen Grenzflächen hin, was sich durch den Fit der Messdaten bestätigt (siehe Tabelle 4). Die Rauigkeit der Heuslerschicht steigt mit zunehmender Schichtdicke von 0,88 nm auf 1,24 nm. Dies gilt ebenfalls für den Buffer und auch für das Substrat. Hier steigen die Rauigkeiten mit wachsender Schichtdicke von 0,41 nm auf 0,79 nm (Buffer) bzw. von 0,77 nm auf 1,80 nm (Substrat).

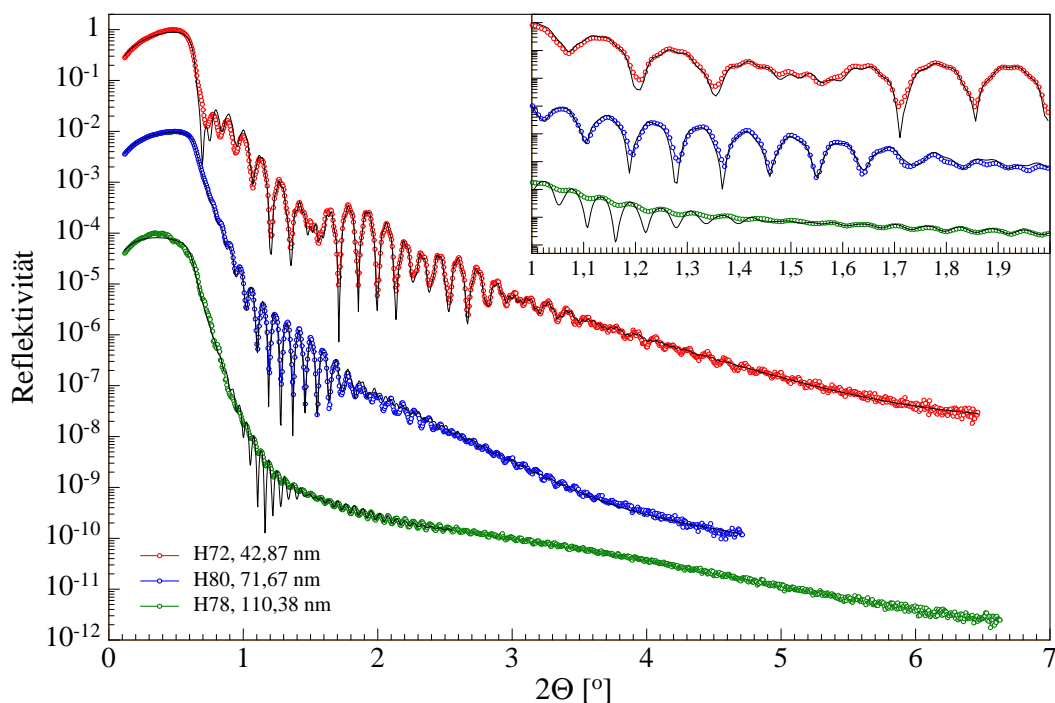


Abbildung 23: Reflektivitätsmessungen an den Proben der Serie U1.

Um die Reflektivitätsdaten auswerten zu können, mussten für die Fits der drei Proben zwei zusätzliche oberflächennahe Schichten mit verminderter Elektronendichte eingefügt werden. Dass diese zusätzlichen Schichten nötig sind, zeigt sich schon in den Messdaten. Am deutlichsten ist dies für die dünnste Probe H72 zu sehen. Nach dem Intensitätsabfall am kritischen Winkel für Totalreflektion weisen die Schichtdickenoszillationen der Heuslerschicht von  $2\Theta \approx 0,7^\circ$  bis  $2\Theta \approx 3^\circ$  eine Variation ihrer Amplitude auf. Diese Schwebung kann diesen zusätzlichen Schichten zugeordnet werden. Da die Proben an Luft gelagert und gemessen wurden, liegt es nahe eine Oxidation als Ursache für die verminderte Elektronendichte der Oberflächenschicht anzunehmen. Analog zu den HgTe-Proben (vgl. Kapitel 3) wird diese zusätzliche Schicht als „Oxid“ bezeichnet. Sie ist für alle in dieser Arbeit untersuchten Heuslerproben ohne Cap für die Auswertung der Reflektivitätsdaten nötig.

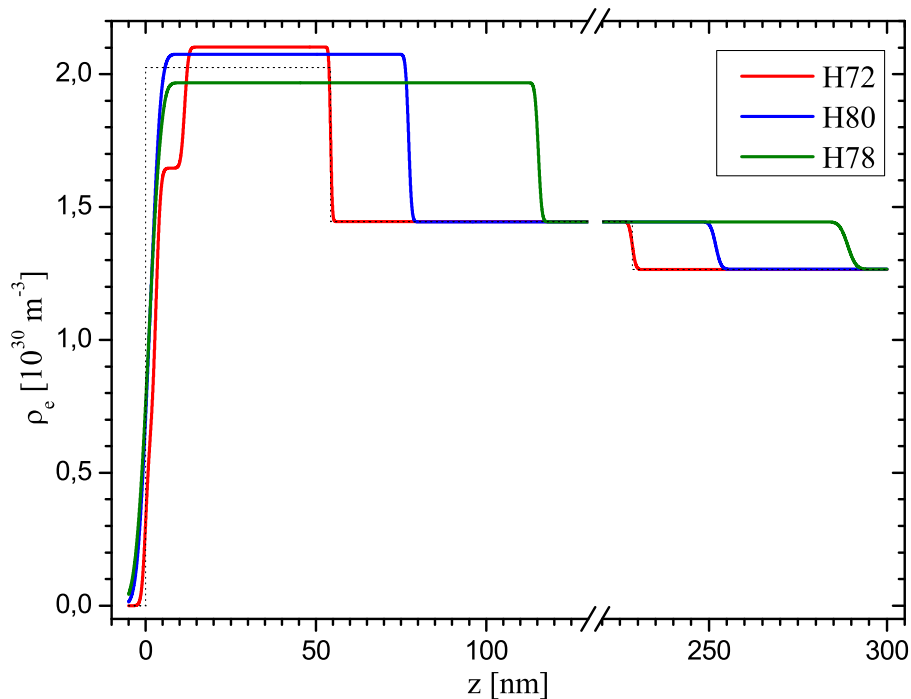


Abbildung 24: Elektronendichteprofile der Proben der Serie U1.

Eine graphische Darstellung der Elektronendichte in Abhängigkeit der Schichtdicke (siehe Abbildung 24) zeigt deutlich, dass es sich bei der zusätzlichen Oxidschicht nicht um eine scharf abgegrenzte Schicht, sondern um eine kontinuierliche Reduktion der Elektronendichte der Heuslerschicht zur Oberfläche hin handelt. Dies ist besonders für die beiden Proben H80 und H78 zu sehen. Der Anstieg der Elektronendichte an der Oberfläche ist über die ersten 15 nm verbreitert. Im Gegensatz

hierzu ist der Übergang zwischen Heusler-Schicht und Buffer mit einer Breite von 3 nm deutlich schärfer. Die Rauigkeiten der Oxidschichten sind in der Größenordnung ihrer jeweiligen Schichtdicke. Für solch hohe Rauigkeiten im Vergleich zur Schichtdicke stößt der Parrat-Formalismus an seine Grenzen. Die zur Beschreibung der Grenzflächenrauigkeit verwendete Gaußverbreiterung kann keinen echten Gradienten beschreiben. Daher sind die Rauigkeiten und Elektronendichten der Oxidschichten als Abschätzung zu verstehen. Die für die Probe H72 in Abbildung 24 ersichtliche Stufe in der Elektronendichte bei  $z \approx 8$  nm zeigt dies deutlich. Sie ist höchstwahrscheinlich ein Artefakt des Fits und keine wahre Beschreibung der Oberflächenbeschaffenheit.

	H72	H80	H78
Oxidschichten			
d [nm]	3,05 + 8,39	3,00 + 2,56	2,43 + 2,51
$\sigma$ [nm]	0,94 + 1,06	2,15 + 1,50	2,64 + 1,72
$\rho_e$ [ $\cdot 10^{30} m^{-3}$ ]	0,63 + 1,65	1,40 + 2,03	1,47 + 1,85
NiMnSb			
d [nm]	42,87	71,67	110,38
$\sigma$ [nm]	0,88	1,18	1,24
$\rho_e$ [ $\cdot 10^{30} m^{-3}$ ]	2,10	2,08	1,97
$\rho_{e,Bulk}$ [ $\cdot 10^{30} m^{-3}$ ]	2,025		
InGaAs-Buffer			
d [nm]	174,17	174,67	173,66
$\sigma$ [nm]	0,41	0,71	0,79
$\rho_{e,Bulk}$ [ $\cdot 10^{30} m^{-3}$ ]	1,444*		
InP-Substrat			
$\sigma$ [nm]	0,77	1,18	1,80
$\rho_{e,Bulk}$ [ $\cdot 10^{30} m^{-3}$ ]	1,266*		

Tabelle 4: *Fitparameter für die XRR-Messungen der Probenserie U1. \*Für das Substrat InGaAs/InP wurden die Elektronendichten nicht angepasst. Es wurden die Werte eines Volumenkristalls verwendet.*

### 4.2.2 Messergebnisse der Probenserie U2

Die zweite Probenserie ohne amorphes Au/Ti-Cap und mit Schichtdicken zwischen 11,48 nm und 63,64 nm zeigt im Gegensatz zu den Proben der Serie U1 bei den Reflektivitätsmessungen deutlich stärker ausgeprägte Schichtdickenoszillationen (Abbildung 25 und 26). Dies spiegelt sich in den Grenzflächenrauigkeiten wieder. Sie ist für alle Proben für die jeweilige Heuslerschicht kleiner als 1 nm und steigt, wie auch für die Probenserie U1, mit zunehmender Schichtdicke an. Für einen guten Fit ist ebenfalls eine zusätzliche Oxidschicht mit verminderter Elektronendichte nötig. Im Gegensatz zur Probenserie U1 wurde der beste Fit mit einer statt zwei zusätzlichen Schichten erreicht und die Streuung der einzelnen Parameter untereinander ist im Vergleich zu den bisher diskutierten Proben deutlich kleiner. Die Oberflächenschicht zeigt analog zur Heuslerschicht einen Rauigkeitsanstieg mit wachsender Heuslerschichtdicke. Die Elektronendichte liegt im Mittel 39% unter den Werten, welche für die Heuslerschichten ermittelt wurden. Diese stimmen nahezu mit dem Wert eines Einkristalls überein. Auch hier zeigt eine graphische Darstellung der in Tabelle 5 zusammengefassten Fitparameter der Reflektivitätsdaten einen kontinuierlichen Anstieg der Elektronendichte über die ersten paar Nanometer der Schicht (Abbildung 27).

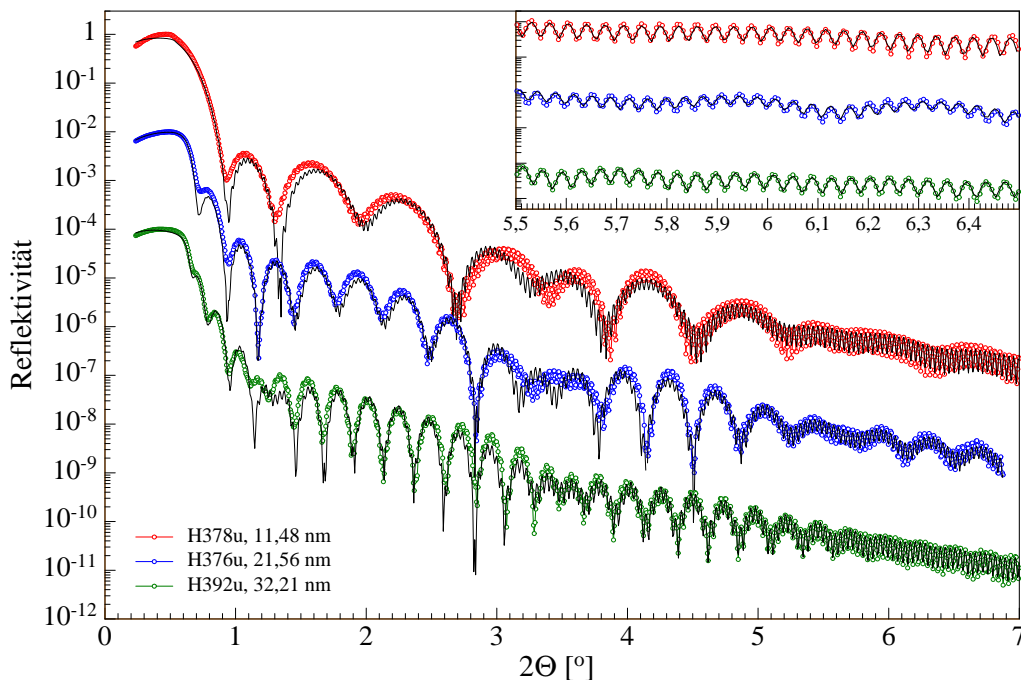


Abbildung 25: Reflektivitätsmessungen der Probenserie U2. Probe 1-3.



Hierbei muss angemerkt werden, dass die Oberflächenschicht zusammen mit der eigentlichen Heuslerschicht die Messdaten nicht perfekt wieder gibt. Für die Probe H378u zeigt sich dies besonders für  $2\Theta$ -Winkel von etwa  $1^\circ$  bis  $2^\circ$  und von  $3^\circ$  bis  $4^\circ$  (siehe Abbildung 25). Die Breite der Schichtdickenszillationen, die der Heuslerschicht und der Oberflächenschicht zugeordnet werden können, variieren in den genannten Winkelbereichen einhergehend mit der deutlich sichtbaren Abweichung der Fitrechnung. Für alle anderen Proben finden sich ebenfalls solche Abweichungen zwischen Fitrechnung und Messung (siehe Abbildung 25 und 26). Dies zeigt analog zu den Ergebnissen der Probenserie U1 die Grenzen des Parrat-Formalismus.

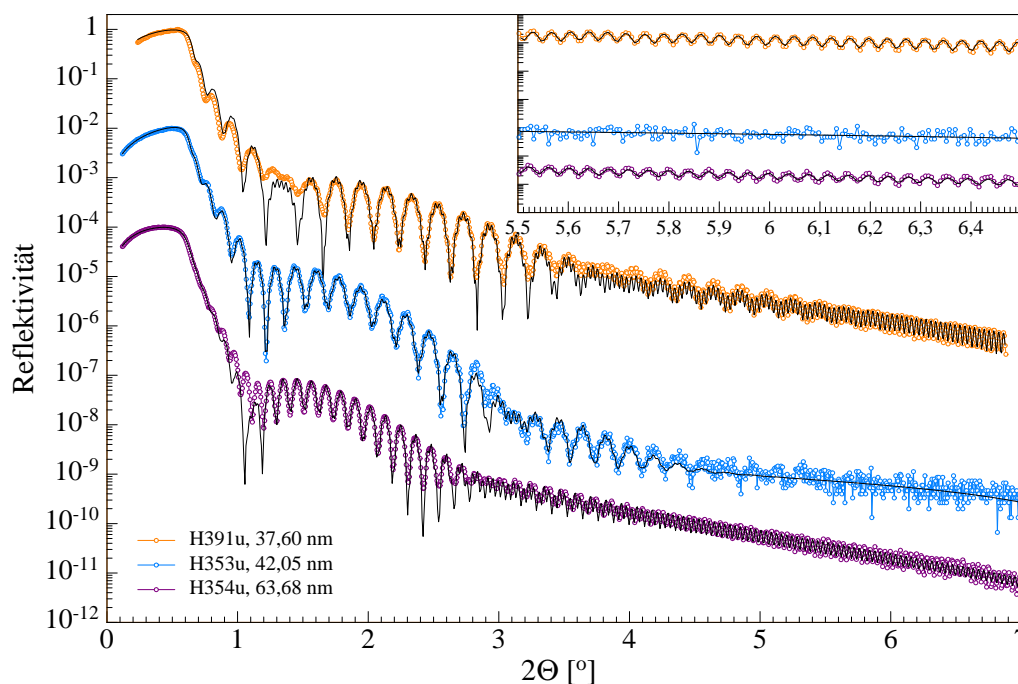


Abbildung 26: Reflektivitätsmessungen der Probenserie U2. Probe 4-6.

Die Rauigkeiten der Bufferschicht und des Substrates sind bis auf eine Ausnahme (5. Probe, H353u) kleiner als  $0,33$  nm und somit deutlich besser als bei der Probenserie U1. Diese gegenüber den anderen fünf Proben deutlich erhöhte Rauigkeit zeigt sich sehr gut in den Reflektivitätsdaten. Ab einem Winkel von  $2\Theta \approx 4,5^\circ$  sind sowohl in den Messdaten als auch im Fit keine Oszillationen des Buffers mehr zu sehen (siehe Inset in Abbildung 26). Die anderen Proben zeigen im Gegensatz hierzu sehr gut ausgeprägte Schichtdickenszillationen für  $2\Theta$ -Winkel bis  $7^\circ$  und teilweise auch darüber hinaus (ohne Abbildung). Die einzelnen Fitparameter sind in Tabelle 5 zu finden.

	H378u	H376u	H392u	H391u	H353u	H354u
Oxidschicht						
d [nm]	3,22	3,25	2,97	2,75	3,61	3,78
$\sigma$ [nm]	0,58	0,58	0,61	0,71	0,88	0,94
$\rho_e [\cdot 10^{30} m^{-3}]$	1,29	1,30	1,03	1,10	1,34	1,27
NiMnSb						
d [nm]	8,26	18,31	29,24	34,85	38,44	59,90
$\sigma$ [nm]	0,52	0,45	0,64	0,66	0,78	0,82
$\rho_e [\cdot 10^{30} m^{-3}]$	2,02	1,94	1,96	2,05	2,00	1,96
$\rho_{e,Bulk} [\cdot 10^{30} m^{-3}]$	2,025					
InGaAs-Buffer						
d [nm]	201,60	202,49	192,72	198,90	178,34	185,71
$\sigma$ [nm]	0,16	0,11	0,13	0,12	0,63	0,19
$\rho_{e,Bulk} [\cdot 10^{30} m^{-3}]$	1,444 (kein Fit, Volumenkristallwert)					
InP-Substrat						
$\sigma$ [nm]	0,19	0,28	0,19	0,20	0,72	0,32
$\rho_{e,Bulk} [\cdot 10^{30} m^{-3}]$	1,266 (kein Fit, Volumenkristallwert)					

Tabelle 5: Fitparameter für die XRR-Messungen der Probenserie U2.

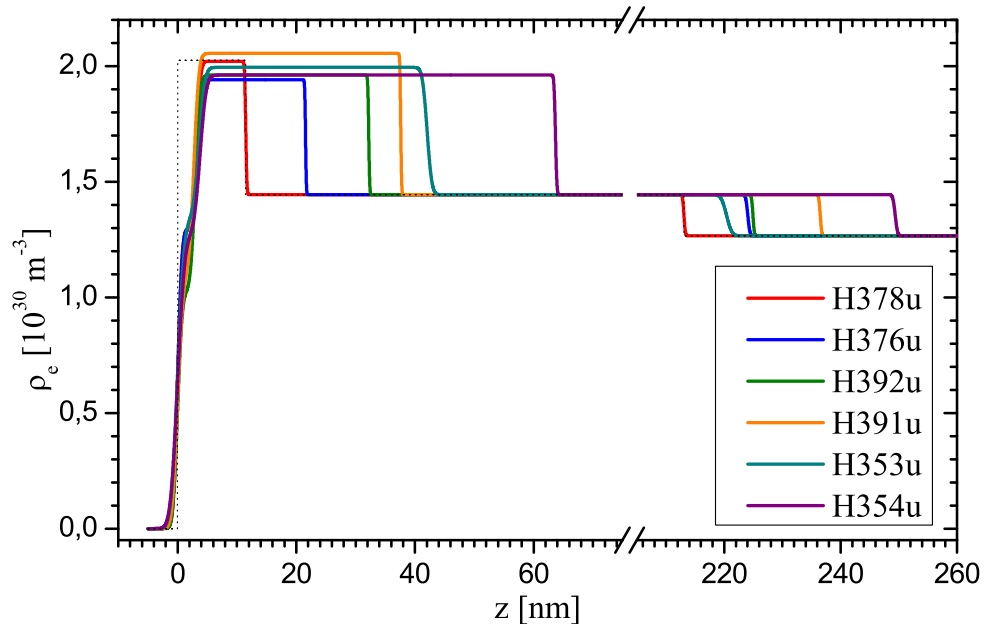


Abbildung 27: Elektronendichteprofile der Probenserie U2.

Die Proben der Serie U2 zeigen ein etwas anderes Relaxationsverhalten wie die der Serie U1. In den reziproken Gitterkarten, aufgenommen am (533)-Reflex (Abbildung 28), ist eine deutliche Relaxation der Heuslerschicht ab einer Schichtdicke von 34,85 nm (4. Probe, H391u) zu sehen. Die beiden nächst dünneren Proben mit 18,31 nm und 29,24 nm Schichtdicke zeigen eine leicht erhöhte Intensität für hk-Werte, für die der Reflex einer relaxierten Schicht zu erwarten ist.

Jedoch ist für die beiden Proben das Signal-Rausch-Verhältnis der einzelnen Line-Scans, aus denen die jeweilige RSM aufgebaut ist, für eine direkte Auswertung des relaxierten Schichtanteiles zu klein. Integriert man die Intensitäten der einzelnen Messungen entlang der hk-Achse (bis  $k = 2,994$  r.G.E.) bzw. l-Achse (von  $l = 2,940$  r.G.E. bis  $l = 3,020$  r.G.E.) und trägt die Daten gegenüber  $l$  bzw.  $k=3/5h$  auf, kann aus diesen Daten die Reflexposition bestimmt werden. Die in Abbildung 29 dargestellten integralen Scans zeigen jeweils deutliche Anteile des Substratreflexes bei  $l = 3,000$  r.G.E. bzw.  $k > 2,99$  r.G.E.. Die aus der integralen Auswertung ermittelten Werte sind in der Tabelle 6 mit (i) gekennzeichnet. Trotz einer deutlich sichtbaren Asymmetrie des Substratreflexes der Proben H392, H391 und H353 im Bereich, in dem das Signal einer pseudomorph verspannten Schicht liegen würde, ist es nicht gelungen die Position eines solchen Peaks in der Flanke des Substratreflexes durch die Fitrechnung zu bestimmen. Die entsprechenden Tabellenzellen sind daher mit n.f. (kein Fit/no fit) benannt. Eine Trennung der Substrat- und Bufferreflexe kann nicht beobachtet werden. Es fehlt daher ein entsprechender Eintrag in Tabelle 6 und auf eine Darstellung der Line-Scans entlang der (331)-Achse wurde verzichtet.

	H378	H376	H392	H391	H353	H354
Schichtdicke [nm] (Tab. 5)	8,26	18,31	29,24	34,85	38,44	59,90
pseudomorph verspannte Heuslerschicht						
$l_p$ [r.G.E.]	2,980	n.f.	2,994	n.f.	n.f.	2,973
relaxierte Heuslerschicht						
$l_r$ [r.G.E.]	–	–	2,986 (i)	2,986 (i)	2,981	2,984
$k_r=3/5h$ [r.G.E.]	–	–	2,980 (i)	2,978 (i)	2,980	2,978

Tabelle 6: Reflexpositionen für die RSM-Messungen an den Proben der Serie U2. Werte mit (i) stehen für eine integrale Auswertung.

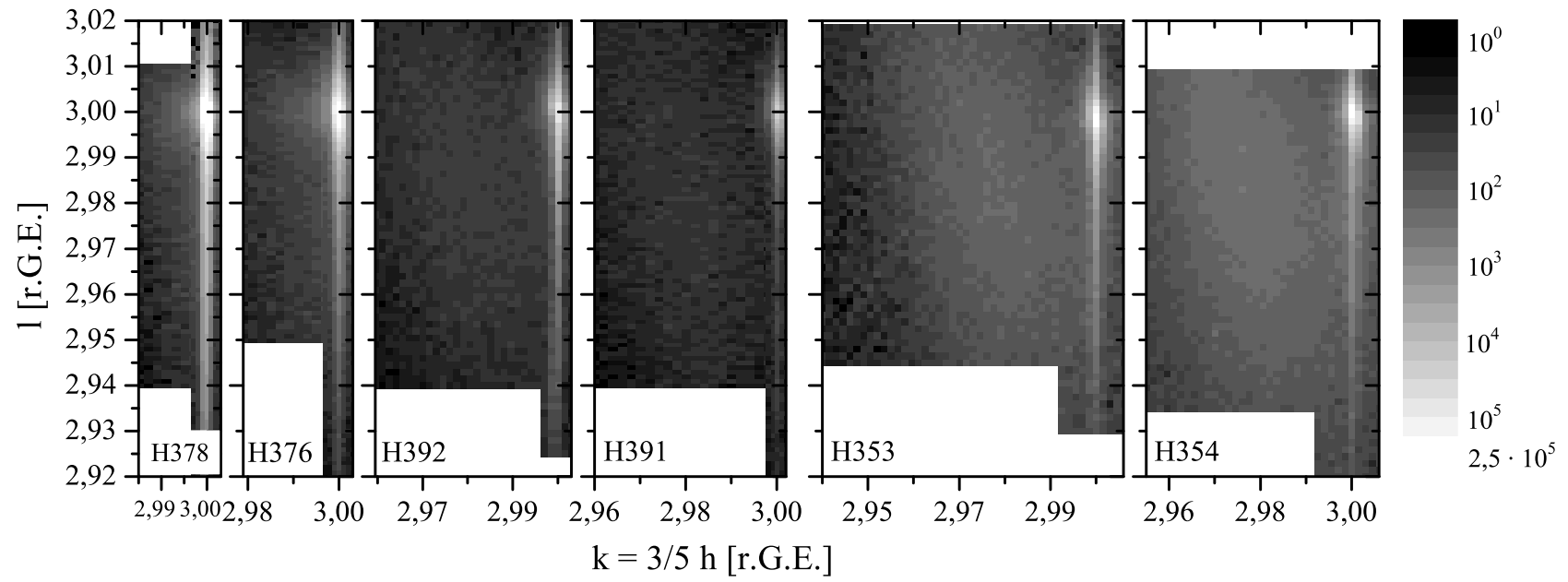


Abbildung 28: Reziproke Gitterkarten am (533)-Reflex der Proben der Serie U2.

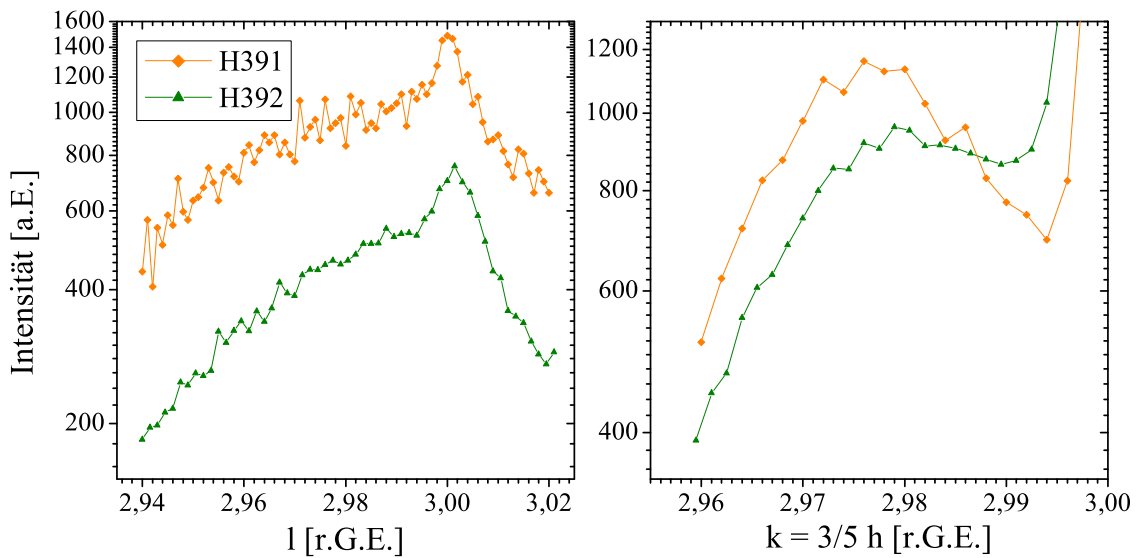


Abbildung 29: Integrierte Intensitäten der einzelnen  $hk$ -Scans (links) und  $l$ -Scans (rechts) der jeweiligen reziproken Gitterkarten der Probe H392 und H391 (vgl. Abb. 28) aufgetragen gegen  $l$  bzw.  $k=3/5h$ .

#### 4.2.3 Vergleich der beiden Probenserien ohne Cap

Vergleicht man die beiden Probenserien U1 und U2 fallen die stärker ausgeprägten Schichtdickenoszillationen der Probenserie U2 im Gegensatz zur Serie U1 auf, die auf kleinere Grenzflächenrauigkeiten zurück zu führen sind. Hierbei sind die unterschiedlichen abgedeckten Schichtdickenbereiche von 43 nm bis 110 nm (U1) und von 8 nm bis 60 nm (U2) der beiden Serien zu bedenken. Die Grenzflächenrauigkeiten nehmen mit steigender Dicke der Heuslerschicht zu und sind für vergleichbare Schichtdicken ähnlich groß, wobei die der Probenserie U2 stets kleiner als die der Serie U1 sind. Weiterhin wurde für alle Proben eine zusätzliche Schicht (Oxid) eingeführt, die einen zur Oberfläche hin abnehmenden Elektronendichtegradient beschreibt. Diese Schicht musste zudem für die Proben der Serie U1 zweigeteilt werden.

Aus den reziproken Gitterkarten kann ein unterschiedliches Relaxationsverhalten der beiden Probenserien bestimmt werden. Ab 40 nm ist in beiden Serien eine deutliche Relaxation der Heuslerschicht zu sehen, wobei für die Probenserie U2 bereits für eine Schichtdicke von 29 nm eine Relaxation aus einer integralen Auswertung feststellbar ist. Weiterhin ist für die Proben der Serie U2 eine Trennung des Reflexes der relaxierten Teilschicht vom Reflex der pseudomorphen Schicht zu sehen. Für die Proben der Serie U1 ist dies erst für eine Schichtdicke von 100 nm zu beobachten,

während für kleinere Schichtdicken eine deutliche Reflexverbreiterung zu kleineren  $hk$ -Werten besteht. Das heißt, bei der Probenserie U1 findet eine kontinuierliche Relaxation mit steigender Schichtdicke statt. Bei der Serie U2 kommt es hingegen zu einer sprunghaften Relaxation, sobald die kritische Schichtdicke für pseudomorphes Wachstum erreicht ist. Diese liegt bei beiden Probensystemen knapp unter 40 nm.

### 4.3 (001) orientierte Proben mit amorphem Au/Ti-Cap

Analog zu Abschnitt 4.2 wurden auch für Proben mit Au/Ti-Cap zwei Probenserien gewachsen und analysiert. Eine Serie C1 mit dünnen Proben (Schichtdicke < 40 nm) und eine mit Schichtdicken zwischen 40 nm und 120 nm (Serie C2). Die Wachstumsparameter der Proben unterscheiden sich bis auf das zusätzliche Cap, dass in einer zusätzlichen Kammer der MBE-Anlage gewachsen wurde, nicht von denen der Probenserie U2 (siehe Abschnitt 4.1). Ziel des Caps war es die Oxidation der Proben, wie sie in Abschnitt 4.2 beschrieben ist, zu verhindern und dessen Auswirkung auf die kritische Schichtdicke für pseudomorphes Wachstum zu untersuchen. Es zeigt sich hierbei eine deutliche Vergrößerung der kritischen Schichtdicke der Proben mit Au/Ti-Cap im Gegensatz zu den beiden bisher diskutierten Probenserien (Abschnitt 4.2). Bei den Reflektivitätsmessungen ergeben sich nur kleine Unterschiede der Fitparameter zwischen den Proben mit und ohne Cap. Hier fällt besonders die bei vergleichbarer Schichtdicke jeweils etwas kleinere Grenzflächenrauigkeit zwischen Heuslerschicht und Au/Ti-Cap im Vergleich zur Oberflächenrauigkeit der Proben ohne Cap auf (nur bei Probenserie C1).

#### 4.3.1 Messergebnisse der Probenserie C1

Für die drei Proben der Serie C1 betragen die Schichtdicken der Heuslerschicht 14,98 nm, 29,41 nm und 38,00 nm (siehe Auswertung der Reflektivitätsdaten unten und Tabelle 8). Line-Scans entlang der  $l$ -Achse um den (533)-Substratreflex und für einen Einfallswinkel der Röntgenstrahlung von  $\alpha_i = 0,30^\circ$  zeigen für alle drei Proben eine deutliche Trennung des Substratreflexes und des Bufferreflexes (Abbildung 30), das heißt der Buffer wurde im Gegensatz zu den Probenserien U1 und U2 (vgl. Abschnitt 4.2.1 und 4.2.2) nicht exakt gitterangepasst gewachsen. Mit steigender Schichtdicke ist der Reflex der Bufferschicht zu größeren  $l$ -Werten verschoben. Weiterhin ist die Breite des zum Fit verwendeten Gauß-Profiles für die Probe H104 1,5x größer im Vergleich zu den beiden anderen Proben. Als Ursachen sind hierfür eine kleinere Schichtdicke der Bufferschicht und Absorptionseffekte durch

die größere Heuslerschichtdicke aufzuführen (siehe Tabelle 8). Die Zuordnung der beiden Reflexe kann aus der Reflexbreite und, wie hier erfolgt, aus einer Variation des Einfallswinkels und der sich damit ändernden Reflexintensität bestimmt werden (ohne Abbildung).

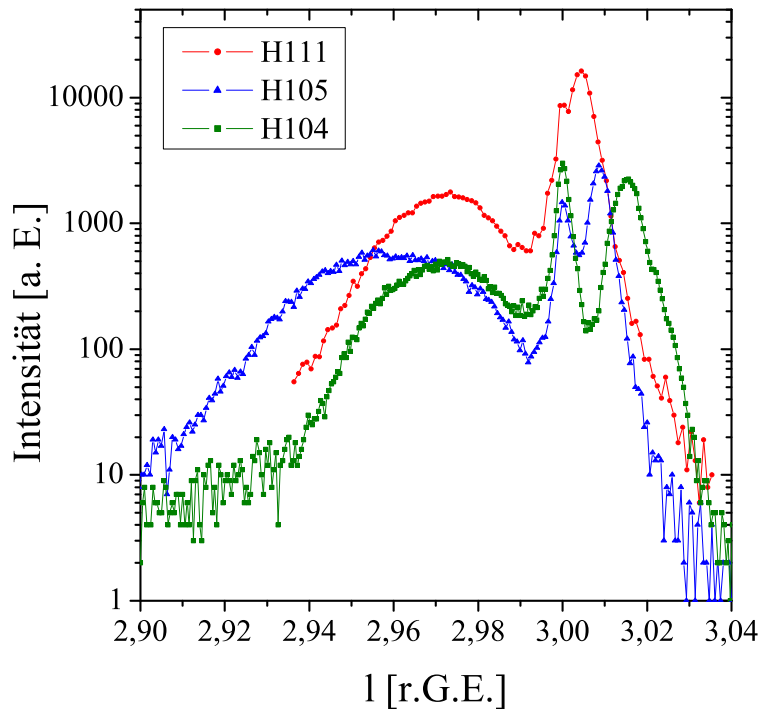


Abbildung 30: *Line-Scans am (533)-Reflex der Proben der Serie C1 bei einem Einfallswinkel von  $\alpha_i = 0,30^\circ$ .*

Wie in Abschnitt 2.4.1 erläutert, erwartet man für das Substrat einen Reflex eines halbumendlichen Kristalls, wie er durch Gleichung 15 beschrieben ist. Für den Buffer ist die Reflexform durch die Lauefunktion (Gleichung 16) beschrieben. Daher erwartet man für das Substrat einen schmalen Reflex im Vergleich zum Buffer (siehe Abbildung 8). Hierbei sind allerdings noch Reflexverbreiterungen durch das Auflösungsvermögen des Diffraktometers und durch Absorptionseffekte zu berücksichtigen. Für Einfallswinkel kleiner dem kritischen Winkel für Totalreflexion und hohen Bufferschichtdicken kann es durch die endliche Eindringtiefe des Röntgenlichts dazu kommen, dass für die Reflexintensität des Substrates nur eine begrenzte Zahl an Atomlagen beitragen. In einem solchen Fall kann der Reflex des Buffers schmaler als der des Substrates sein. Durch eine Variation des Einfallswinkels kann der erläuterte Absorptionseffekt ausgenutzt werden, wodurch vor allem die Reflexintensität des Substrates stark beeinflusst werden kann.

	H111	H105	H104
Schichtdicke [nm] (Tab. 8)	14,98	29,41	38,00
Buffer			
$l_b$ [r.G.E.]	3,005	3,010	3,016
pseudomorph verspannte Heuslerschicht			
$l_p$ [r.G.E.]	2,973	2,960	2,971
H105: fit mit 2 Gauß-Fkt.		2,954 u. 2,974	
relaxierte Heuslerschicht			
$l_r$ [r.G.E.]	–	–	2,982 (i)
$k_r=3/5h$ [r.G.E.]	–	–	2,980 (i)

Tabelle 7: Reflexpositionen für die RSM-Messungen an den Proben der Serie C1. (i): Werte aus integraler Auswertung bestimmt.

Für alle drei Proben ist ein deutlicher Reflex einer pseudomorph verspannten Heuslerschicht sichtbar, wobei dieser für Probe H105 mit 29,41 nm Schichtdicke deutlich breiter und zu kleineren  $l$ -Werten verschoben scheint ( $l = 2,960$  r.G.E.). Ein alternativer Fit mit zwei Gaußprofilen liefert Reflexpositionen von  $l_1 = 2,954$  r.G.E. und  $l_2 = 2,974$  r.G.E.. Im Vergleich zu den Reflexpositionen der beiden anderen Proben (siehe Tabelle 7) gibt es mit  $l_2$  eine gute Übereinstimmung. Weiterhin ist für die Probe H105 bei  $l \approx 2,96$  r.G.E. eine kleine Intensitätsstufe zu sehen, so dass von zwei Reflexen ausgegangen werden kann. Mögliche Ursachen für die beiden pseudomorph verspannten Schichtanteile können eine Veränderung oder ein Gradient in der Stöchiometrie der Heuslerschicht sein. Auch veränderte Bindungsverhältnisse innerhalb der Heusler-Schicht kommen als Ursache in Frage.

Reziproke Gitterkarten, ebenfalls am (533)-Reflex aufgenommen (Abbildung 31), zeigen in der  $hk$ -Richtung keine asymmetrische Verbreiterung des Reflexes der pseudomorph verspannten Heuslerschicht. Für die beiden dünneren Proben kann weiterhin keine Intensität bei kleineren  $hk$ - und  $l$ -Werten gemessen werden. Sie sind vollständig pseudomorph verspannt. Die dickste Probe der Serie zeigt hingegen in einem Bereich um  $k = 3/5h \approx 2,98$  r.G.E. und  $l \approx 2,97$  r.G.E. eine leicht erhöhte Intensität, die auf eine sehr dünne relaxierte Schicht hindeutet. Das Signal/Rausch-Verhältnis ist aber zu klein, um aus den einzelnen Messungen, aus denen die RSM aufgebaut ist, eine genaue Reflexposition bestimmen zu können. Aus einer analog zur Probenserie U2 durchgeführten integralen Aus-



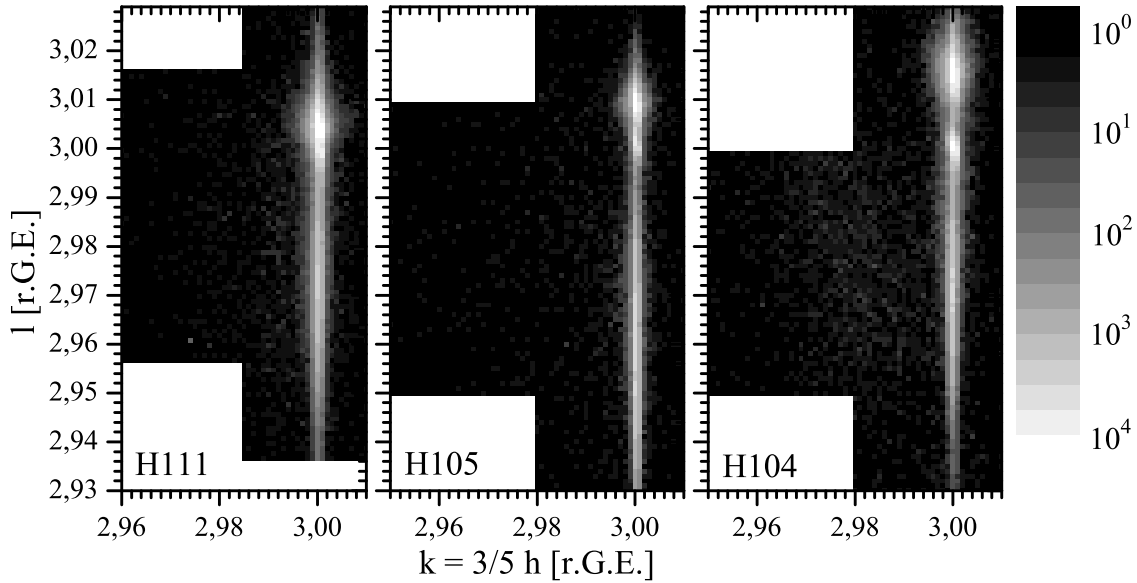


Abbildung 31: Reziproke Gitterkarten am (533)-Reflex der Proben der Serie C1 mit Schichtdicken von 14,98 nm, 29,41 nm und 38,00 nm bei einem Einfallswinkel des Röntgenstrahls von  $\alpha_i = 0,3^\circ$ .

wertung (hk-Achse bis  $k = 3/5 h = 2,995$  r.G.E., l-Achse von  $l = 2,95$  r.G.E. bis  $l = 3,00$  r.G.E., vgl. Abschnitt 4.2.2) kann die Reflexposition einer relaxierten Teilschicht zu  $k = 3/5h = 2,980$  r.G.E. und  $l = 2,982$  r.G.E. bestimmt werden, wie sie näherungsweise auch für die Proben der zweiten Serie ohne Cap bestimmt werden konnte (siehe Abschnitt 4.2.2, Tabelle 6). Die beiden dünneren Proben weisen in der integralen Auswertung ebenfalls eine asymmetrische Verbreiterung zu kleineren hk-Werten auf. Dieser Verbreiterung kann aber aufgrund des zu geringen Signal/Rausch-Verhältnis keine genaue Reflexposition zugeordnet werden (siehe Abbildung 32).

Die Reflektivitätsmessungen der Proben-Serie C1, dargestellt in Abbildung 33, zeigen deutlich ausgeprägte Schichtdickenoszillationen der Heuslerschicht mit Abständen der Minima von  $\Delta 2\theta \approx 0,30^\circ$  bis  $\Delta 2\theta \approx 0,15^\circ$ . Das Signal-Rausch-Verhältnis und die Amplitude nimmt hierbei jedoch mit steigender Schichtdicke und  $2\theta$ -Winkel ab. Dies deutet bereits darauf hin, dass die Grenzflächenrauigkeit zwischen der Heuslerschicht und dem Au/Ti-Cap mit steigender Schichtdicke zunimmt, was durch die Fits bestätigt wird. Die Grenzflächenrauigkeit steigt stetig von 0,26 nm für die dünnste Probe mit einer Schichtdicke von 14,98 nm auf 0,63 nm für die Probe mit einer 38,00 nm dicken NiMnSb-Schicht an (siehe Tabelle 8).

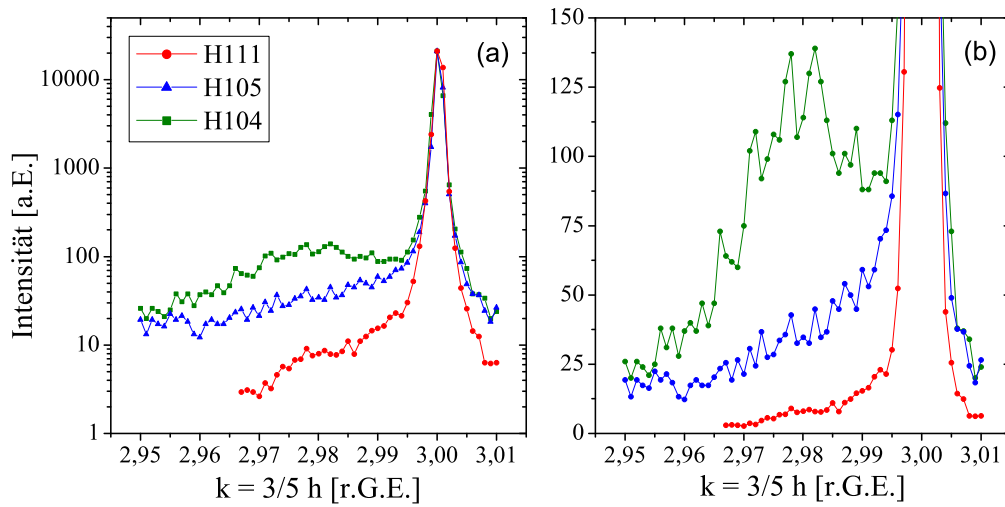


Abbildung 32: Integrierte Intensitäten aus  $l$ -Scans der RSMs der Proben H104, H105 und H111 (vgl. Abb. 31) aufgetragen gegen  $k = 3/5h$  und normiert auf die maximale Intensität der Probe H104. (a) logarithmische, (b) lineare Darstellung.

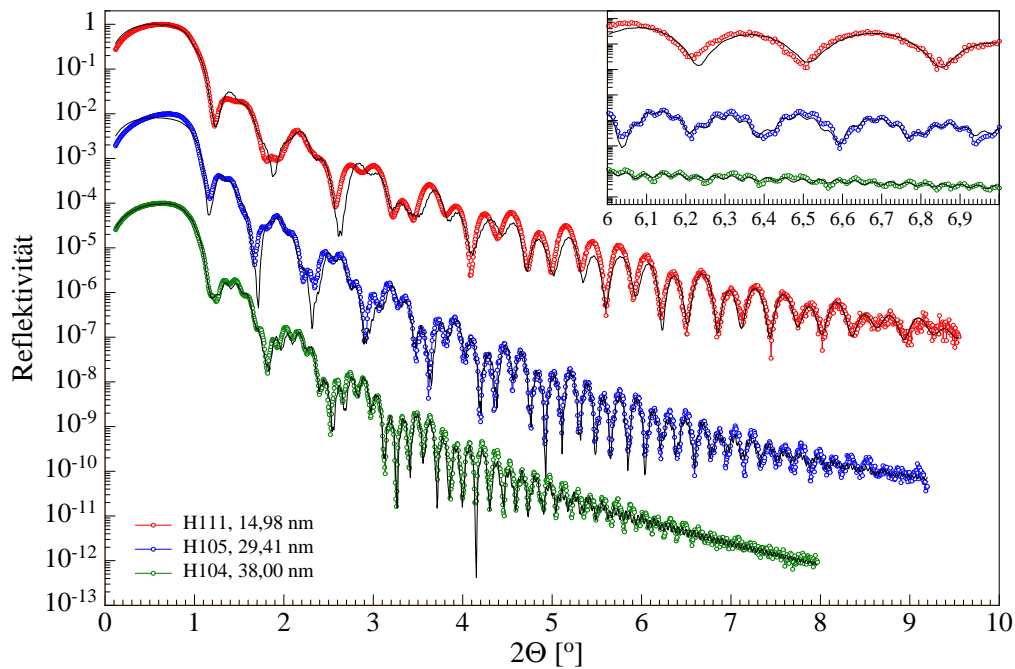


Abbildung 33: Reflektivitätsmessungen an den Proben der Serie C1. Die roten, blauen und grünen Kreise zeigen die Messdaten und die schwarzen Linien den jeweils besten Fit.

	H111	H105	H104
Au-cap ( $\rho_{e,Bulk} = 4,659 \cdot 10^{30} m^{-3}$ )			
d [nm]	4,28 + 4,80	3,89 + 6,59	4,51 + 5,03
$\sigma$ [nm]	0,52 + 1,74	0,72 + 4,62	0,94 + 1,88
$\rho_e [\cdot 10^{30} m^{-3}]$	3,26 + 4,69	3,16 + 4,67	3,34 + 4,54
Ti-cap ( $\rho_{e,Bulk} = 1,247 \cdot 10^{30} m^{-3}$ )			
d [nm]	9,50	10,69	11,58
$\sigma$ [nm]	0,33	0,51	0,67
$\rho_e [\cdot 10^{30} m^{-3}]$	1,33	1,21	1,28
NiMnSb ( $\rho_{e,Bulk} = 2,025 \cdot 10^{30} m^{-3}$ )			
d [nm]	14,98	29,41	38,00
$\sigma$ [nm]	0,26	0,45	0,63
$\rho_e [\cdot 10^{30} m^{-3}]$	2,05	2,00	2,01
InGaAs-Buffer ( $\rho_{e,Bulk} = 1,444 \cdot 10^{30} m^{-3}$ )*			
d (InGaAs) [nm]	179,37	171,64	164,49
$\sigma$ (InGaAs) [nm]	0,041	0,25	0,27
InP-Substrat ( $\rho_{e,Bulk} = 1,266 \cdot 10^{30} m^{-3}$ )*			
$\sigma$ [nm]	0,39	0,31	0,38

Tabelle 8: *Fitparameter für die XRR-Messungen der Probenserie C1.*  
*\*Für das Substrat InGaAs/InP wurden die Elektronendichten nicht angepasst. Es wurden die Werte eines Volumenkristalls verwendet.*

Für das Ti- und Au-Cap setzt sich dies jeweils fort. Hier steigen die Rauigkeiten von 0,33 nm auf 0,67 nm (Ti) und von 0,52 nm auf 0,94 nm (Au). Analog zu den Proben ohne Cap ist es für einen guten Fit der Daten nötig die oberste Schicht, also die Goldschicht, in zwei etwa 5 nm dicke Schichten mit zur Oberfläche hin abnehmender Elektronendichte aufzuteilen. Durch die hohe Rauigkeit zwischen den beiden Au-Schichten, steigt die Elektronendichte wie in Abschnitt 4.2.1 über die Schicht an (vgl. Abbildung 34) und spiegelt einen Elektronendichtegradient wider. Eine mögliche Ursache hierfür ist die amorphe Struktur des Au/Ti-Caps.

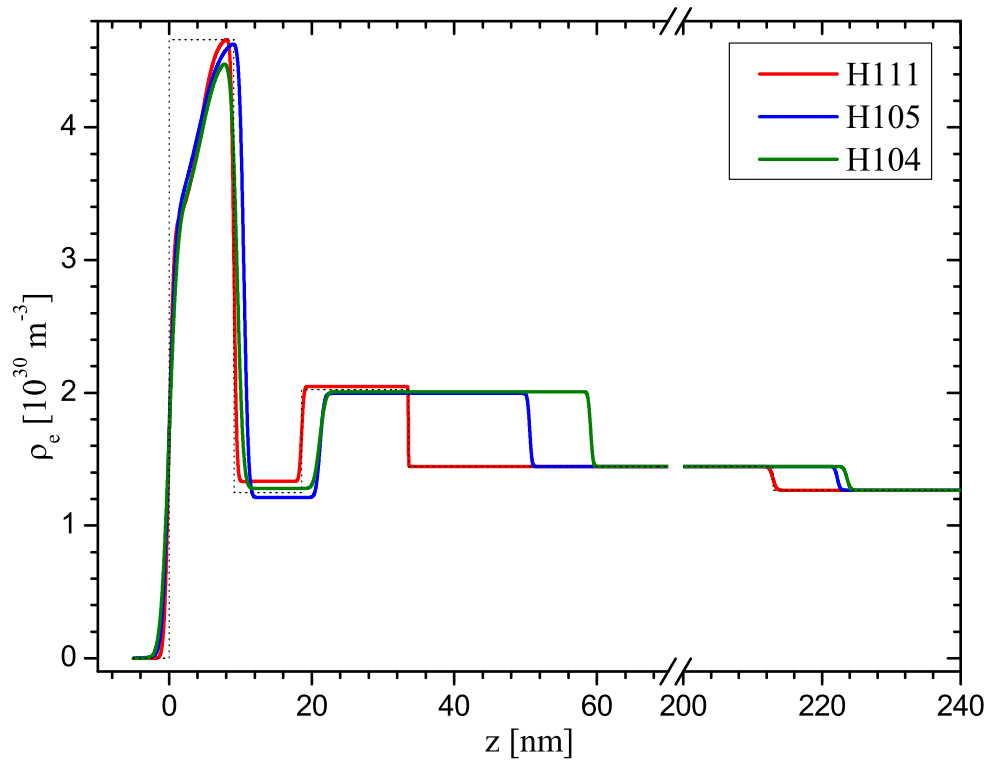


Abbildung 34: Elektronendichteprofile der Proben der Serie C1. Die gestrichelte Kurve zeigt ein Elektronendichteprofil berechnet aus Einkristallwerten.

#### 4.3.2 Messergebnisse der Probenserie C2

Abbildung 35 zeigt die reziproken Gitterkarten der zweiten Probenserie C2 mit einem amorphen Au/Ti-Cap und Schichtdicken von 42,00 nm, 61,91 nm, 81,25 nm und 120,31 nm (von links nach rechts). Erst ab einer Schichtdicke von 80 nm ist eine Relaxation der Heuslerschicht in der RSM sichtbar, wobei nur für die dickste Probe die Intensität des Schichtreflexes ausreicht, um seine Position direkt aus den einzelnen Scans zu bestimmen (siehe Tabelle 9 für die Reflexpositionen).

Eine integrale Auswertung, wie sie bei den Probenserien U2 und C1 angewendet wurde, zeigt für die Proben H354c und H355c mit Schichtdicken von 42,00 nm bzw. 61,91 nm eine schwach ausgeprägte Relaxation. Für einen guten Fit der l-Position (besonders bei Probe H354c) reicht das Signal/Rauschverhältnis bzw. die Länge des Scans nicht aus, da nicht weit genug in den Untergrund für große l-Werte hinein gemessen wurde. Dies spiegelt sich in der Größe des Fehlers der jeweiligen Probe wider (siehe Tabelle 9). Mit wachsender Schichtdicke und somit steigender

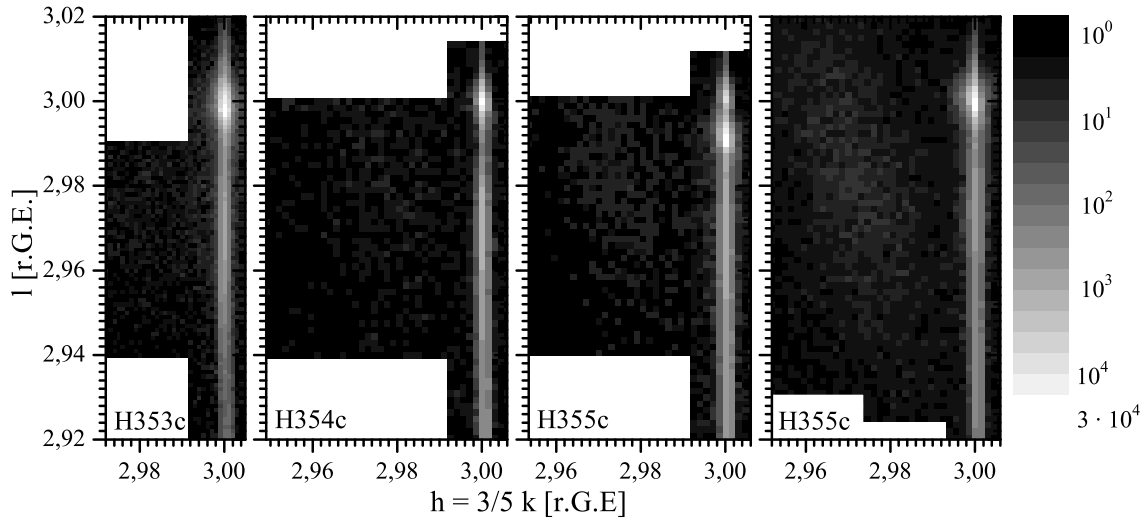


Abbildung 35: Reziproke Gitterkarten am (353)-Reflex der Probenserie C2.

Intensität des Reflexes der relaxierten Teilschicht nimmt der Fehler deutlich von  $\pm 0,013$  r.G.E. auf  $\pm 0,0005$  r.G.E. ab, d.h. sichere Aussagen über  $l_p(H354c)$  sind nicht möglich. Die  $hk$ -Position des Relaxationsreflexes stimmt sehr gut mit den Reflexpositionen der Probenserie U2 überein, somit erfolgt auch hier eine sprunghafte Relaxation. Durch den wesentlich kleineren Einfluss des ansonsten dominanten Substratreflexes, kann diese Reflexposition deutlich besser bestimmt werden.

Die Reflektivitätsdaten der Probenserie C2, dargestellt in Abbildung 36, zeigen sehr gut ausgeprägte Schichtdickenzillationen auch für große  $2\Theta$ -Winkel ( $2\Theta > 7^\circ$ ). Neben den Schichtdickenzillationen des Au/Ti-Caps mit einer Breite von  $\Delta\Theta \approx 0,6^\circ$  sind auch die der Heuslerschicht ( $\Delta\Theta \approx 0,12^\circ \dots 0,05^\circ$ , linkes Inset) und der Bufferschicht ( $\Delta\Theta \approx 0,04^\circ$ , rechtes Inset) sehr gut sichtbar, was auf kleine Grenzflächenrauigkeiten schließen lässt. Eine quantitative Analyse der Daten liefert wie erwartet sehr kleine Grenzflächenrauigkeiten des Substrates und der Bufferschicht von jeweils  $\sigma < 0,3$  nm. Die Heuslerschicht hat eine deutlich höhere Grenzflächenrauigkeit zwischen 1,07 nm und 2,19 nm. Die Rauigkeiten der beiden Cap-Schichten sind jeweils etwas kleiner als die der zugehörigen Heuslerschicht und steigen mit zunehmender Schichtdicke der Heuslerschicht. Die Elektronendichten der Heuslerschichten stimmen gut mit den Werten einer Volumenstruktur überein. Für die Au- bzw. Ti-Schicht ergeben die Simulationen mit Ausnahme der Probe H388c jeweils kleinere Werte als für volumenartige Strukturen. Abbildung 37 zeigt eine graphische Darstellung der erläuterten Parameter, die desweiteren in Tabelle 10 zusammengefasst

	H353c	H354c	H355c	H388c
Schichtdicke [nm]	42,00	61,91	81,25	120,31
Buffer				
$l_b$ [r.G.E.]	2,998 $\pm 0,0002$	–	2,990 $\pm 3 \cdot 10^{-5}$	–
pseudomorph verspannte Heuslerschicht				
$l_p$ [r.G.E.]	2,970 $\pm 0,0003$	2,970 $\pm 0,001$	2,969 $\pm 0,002$	2,974 $\pm 0,001$
relaxierte Heuslerschicht				
$l_r$ [r.G.E.]	–	[2,996 (i) $\pm 0,013]$	2,987 (i) $\pm 0,002$	2,985 (i: 2,983) $\pm 0,001$ (i: $\pm 0,0005$ )
$h_r=3/5k$ [r.G.E.]	–	2,978 (i) $\pm 0,001$	2,977 (i) $\pm 0,001$	2,972 (i: 2,971) $\pm 0,002$ (i: $\pm 0,0004$ )

Tabelle 9: Reflexpositionen für die RSM-Messungen an den Proben der Serie C2. (i): Werte bestimmt aus integralen Auswertung.

sind. Die farbigen Linien ergeben sich jeweils aus den Parametern der vier Proben. Für eine volumenartige Schichtabfolge mit verschwindender Grenzflächenrauigkeit ( $\sigma = 0,001$  nm) ergibt sich die gestrichelte Kurve.

#### 4.3.3 Vergleich der beiden Probenserien mit amorphem Au/Ti-Cap

Die Proben der Serie C2 sind als direkte Weiterführung der Serie C1 zu sehen, was aufgrund der identischen Wachstumsbedingungen auch zu erwarten ist (siehe Tabelle 2). Zwischen den beiden Probenserien gibt es nur wenige Unterschiede. Für die meisten Proben wurde der Buffer nicht perfekt gewachsen. Es ist in den reziproken Gitterkarten (Abbildung 31 und 35) ein vom Substrat getrennter Reflex zu sehen. Weiterhin ist die Reflexlage des jeweiligen pseudomorph verspannten Schichtanteils gleich. Die Probe H105 zeigt hier eine Besonderheit. Der Reflex der Heuslerschicht wird von zwei pseudomorphen Anteilen gebildet. Mögliche Ursachen für diese Zerteilung sind Veränderungen oder ein Gradient in der Stöchiometrie. Es kommen auch veränderte Bindungsverhältnisse als Ursache in Frage. Das Relaxationsverhalten ist ebenfalls vergleichbar. Für beide Probenserien ist eine integrale Auswertung der Reflexpositionen nötig, die sich zudem kaum unterscheiden ( $h_r$  bzw.  $k_r \approx 2,98$  r.G.E. und  $l_r \approx 2,98$  r.G.E.). Erst ab einer Schichtdicke von 120 nm reicht die Intensität

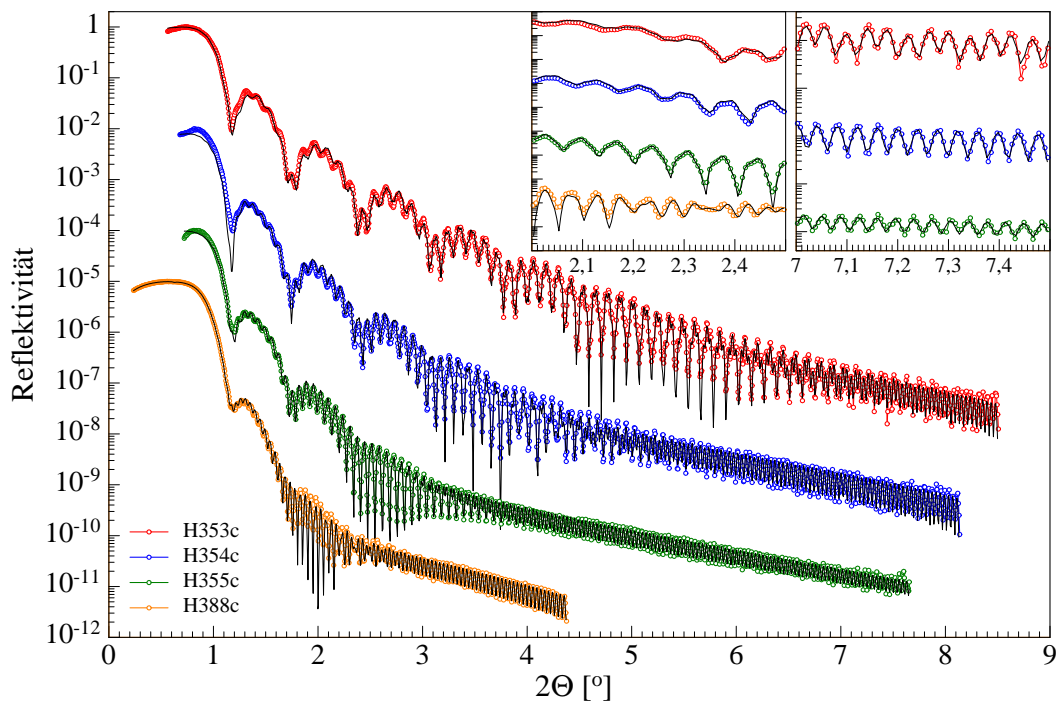


Abbildung 36: Reflektivitätsmessungen an den Proben der Serie C2.

der relaxierten Schicht aus, um die Reflexposition aus einer einzelnen Messung zu bestimmen. Es kommt somit, wie auch bei der Probenserie U2 (siehe Abschnitt 4.2.2), zu einer sprunghaften Relaxation der Heuslerschicht mit Erreichen der kritischen Schichtdicke. Für die Probenserie C1 liegt diese über 40 nm, und für die Serie C2 beträgt sie ca. 60 nm.

Wie auch bei den reziproken Gitterkarten zeigen sich kaum Unterschiede in den Reflektivitätsdaten. Die Schichtdickenoszillationen sind für beide Probenserien auch über  $2\Theta = 7^\circ$  gut sichtbar. Analog zur Auswertung der Proben ohne Cap steigen die Grenzflächenrauigkeiten mit größer werdender Schichtdicke der Heuslerschicht. Für den Fit der Probenserie C1 musste die Au-Schicht in zwei Schichtteile getrennt werden, wodurch ein Gradient in der Elektronendichte beschrieben wird. Die Auswertung der Reflektivitätsdaten der Serie C2 kommt ohne diese Aufteilung aus. Hierbei sind jedoch die Elektronendichten gegenüber dem Einkristallwert deutlich abgesenkt. Im Mittel sind für beide Probenserien die Dichten der jeweiligen Au-Schicht vergleichbar. Dieser Gradient bzw. die Absenkung in der Elektronendichte hat vermutlich seinen Ursprung in der amorphen Struktur der Au-Schicht.

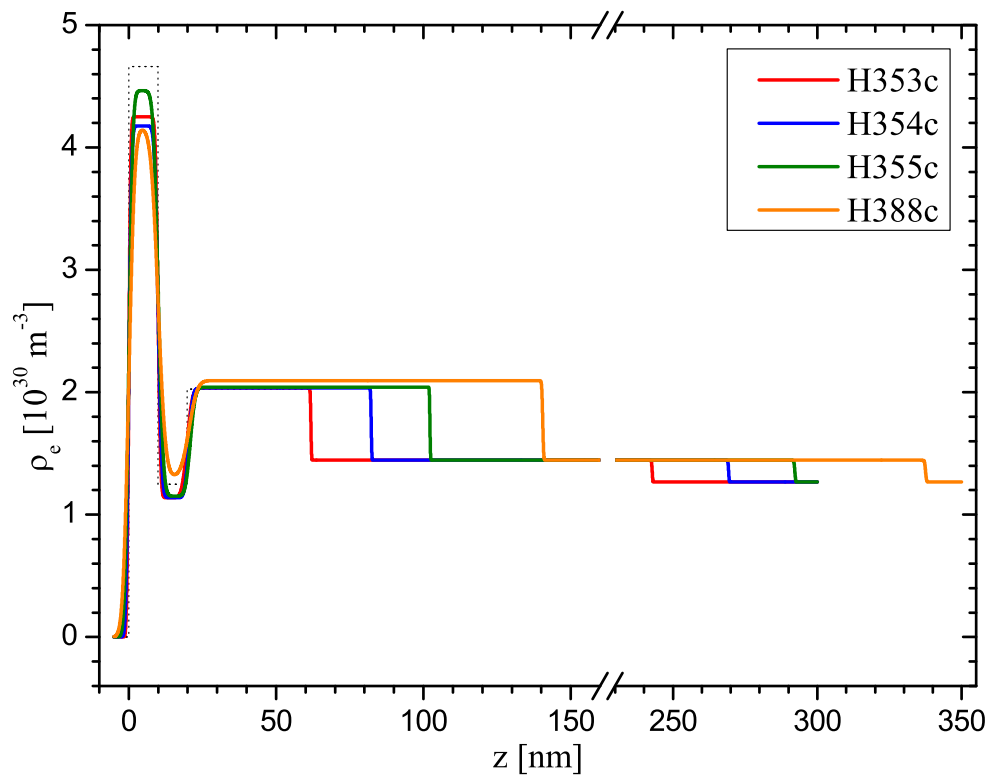


Abbildung 37: Elektronendichteprofile der Proben der Serie C2.



	H353c	H354c	H355c	H388c
Au-cap ( $\rho_{e,Bulk} = 4,659 \cdot 10^{30} m^{-3}$ )				
d [nm]	9,94	9,97	10,02	9,97
$\sigma$ [nm]	0,51	0,72	1,06	1,57
$\rho_e [\cdot 10^{30} m^{-3}]$	4,25	4,18	4,46	4,15
Ti-cap ( $\rho_{e,Bulk} = 1,247 \cdot 10^{30} m^{-3}$ )				
d [nm]	9,86	10,40	10,94	10,52
$\sigma$ [nm]	0,63	0,96	1,33	1,95
$\rho_e [\cdot 10^{30} m^{-3}]$	1,14	1,14	1,15	1,31
NiMnSb ( $\rho_{e,Bulk} = 2,025 \cdot 10^{30} m^{-3}$ )				
d [nm]	42,00	61,91	81,25	120,31
$\sigma$ [nm]	1,39	1,07	1,31	2,19
$\rho_e [\cdot 10^{30} m^{-3}]$	2,036	2,034	2,041	2,092
InGaAs-Buffer ( $\rho_{e,Bulk} = 1,444 \cdot 10^{30} m^{-3}$ )*				
d [nm]	180,81	186,52	204,16	196,82
$\sigma$ [nm]	0,18	0,17	0,16	0,26
InP-Substrat ( $\rho_{e,Bulk} = 1,266 \cdot 10^{30} m^{-3}$ )*				
$\sigma$ [nm]	0,18	0,17	0,23	0,28

Tabelle 10: Fitparameter für die XRR-Messungen der Probenserie C2.

\*Für das Substrat InGaAs/InP wurden die Elektronendichten nicht angepasst. Es wurden die Werte eines Volumenkristalls verwendet.

#### 4.4 Vergleich der beiden Probensysteme auf (001)-Substrat

Die Probenserien mit und ohne amorphes Au/Ti-Cap zeigen deutliche Unterschiede in ihren strukturellen Eigenschaften, vor allem in der kritischen Schichtdicke für pseudomorphes Wachstum, wie es in den Abschnitten 4.2 und 4.3 erläutert ist. Um dieses unterschiedliche Relaxationsverhalten näher zu untersuchen, wurde eine dreigeteilte Probe gewachsen (H387). Nach dem Wachstum der etwa 80 nm dicken Heuslerschicht wurde ein Drittel sofort mit einem amorphen Au/Ti-Cap überwachsen (H387c), das zweite Drittel wurde, nachdem die Probe eine Woche im UHV „lager-te“ (Basisdruck von wenigen  $10^{-10}$  Torr), mit dem gleichen Cap versehen (H387c<sub>7</sub>) und das letzte Drittel blieb ohne Cap (H387u).

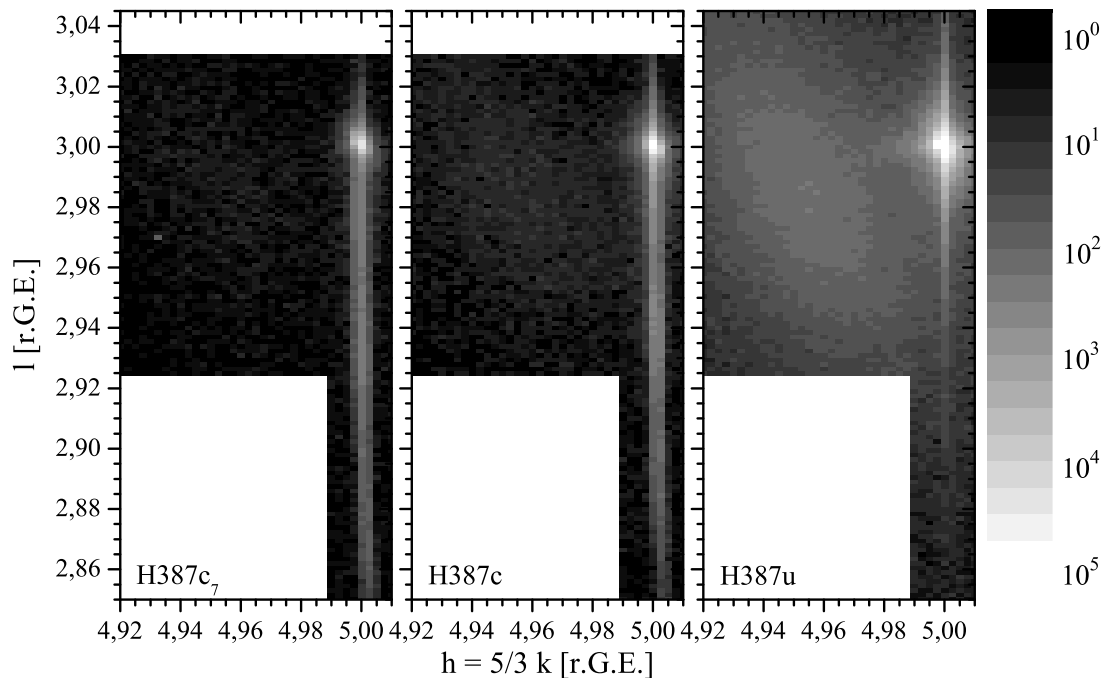


Abbildung 38: *Reziproke Gitterkarten am (533)-Reflex. Die Probe H387c<sub>7</sub> wurde nach 7 Tagen UHV und die Probe H387c direkt nach dem Wachstum mit einer Au/Ti-Schutzschicht versehen. Die Probe H387u besitzt keine Zusatzschicht.*

Nach dem Ausschleusen wurde der Wafer geteilt und jedes Drittel einzeln auf sein Relaxationsverhalten untersucht. In Abbildung 38 sind die reziproken Gitterkarten der drei Proben dargestellt. Die beiden Proben mit Cap zeigen im Rahmen des Messfehlers keine Unterschiede und sind beide weitgehend pseudomorph gespannt. Eine integrale Auswertung dieser beiden reziproken Gitterkarten analog zu

Abschnitt 4.2.2 und 4.3 liefert eine schwach ausgeprägte Relaxation mit den Reflexpositionen ( $k = 3/5h, 1$ ) von  $(2,975, 2,988)_{H387c_7}$  und  $(2,976, 2,987)_{H387c}$ . Die Intensität der für die Integration verwendeten 29 Scans bis  $h \leq 4,99$  r.G.E. haben jeweils eine um den Faktor  $\approx 30$  kleinere Intensität im Vergleich zur Probe ohne Cap. Diese Probe zeigt hingegen eine deutliche Relaxation der Heuslerschicht mit einer Reflexposition von  $(2,974, 2,985)_{H387u}$ . Aufgrund des schlechten Signal-Rausch-Verhältnisses der Messungen an den Proben mit Cap kann im Rahmen des Fehlers kein Unterschied in der Reflexposition zwischen den drei Probenteilen festgestellt werden.

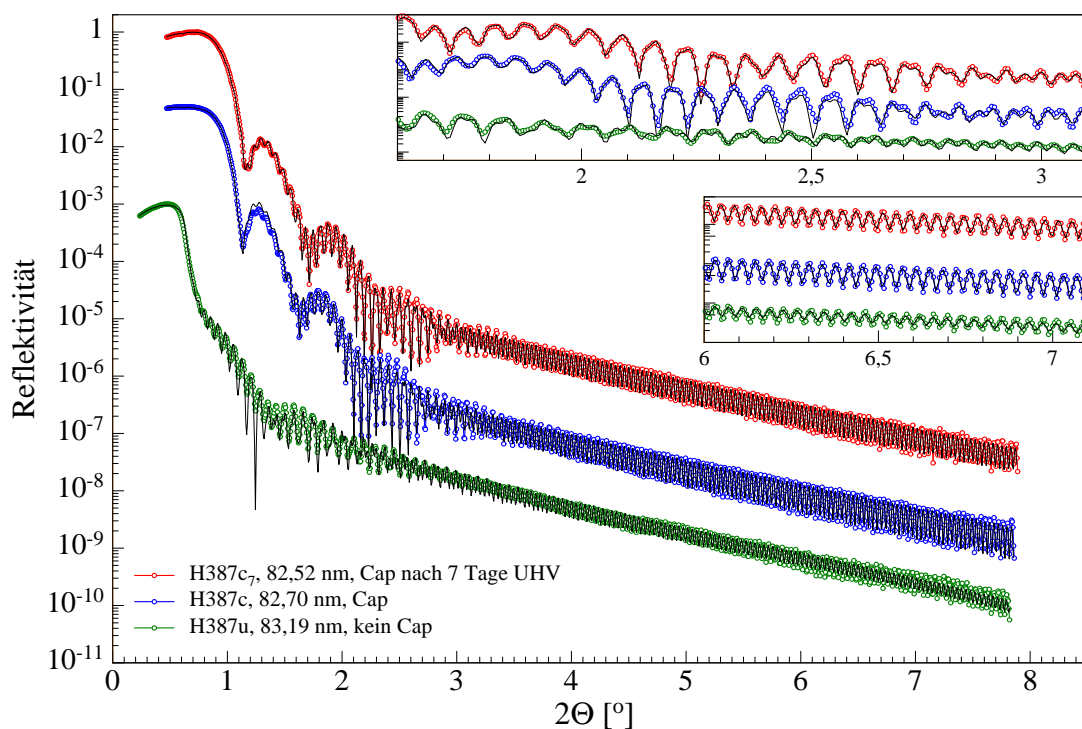


Abbildung 39: Reflektivitätsmessungen an den drei Proben  $H387c_7$ ,  $H387c$  und  $H387u$ .

Zur vollständigen Analyse wurden neben reziproken Gitterkarten auch Reflektivitätsmessungen an den drei Proben durchgeführt, die in Abbildung 39 dargestellt sind. Die roten, blauen bzw. grünen Kreise zeigen jeweils die Messdaten und die schwarzen Linien den besten Fit, wobei die einzelnen Kurven zur besseren Unterscheidbarkeit gegeneinander verschoben sind. Die beiden oberen Kurven zeigen die Reflektivitäten der Proben mit Cap (Oben: Probe  $H387c_7$ , Mitte: Probe  $H387c$ ) und unten ist die Reflektivität der Probe  $H387u$  ohne Cap dargestellt. Alle drei

Proben zeigen deutliche Schichtdickenoszillationen der Heuslerschicht (siehe auch oberes Inset) und der Bufferschicht (unteres Inset). Zu erwartende Unterschiede ergeben sich aus dem amorphen Au/Ti-Cap der beiden Proben H387c<sub>7</sub> und H387c. Der kritische Winkel für Totalreflexion ist, durch die höhere Elektronendichte des Goldes, im Vergleich zur Probe H387u ohne Cap deutlich erhöht. Die vier etwa 0,6° breiten Schichtdickenoszillationen bis zu einem Winkel von  $2\Theta = 3,5^\circ$  lassen sich dem Cap zuordnen. Hier zeigt die Probe H387u im Bereich bis  $2\Theta = 2,5^\circ$  drei Schichtdickenoszillationen, die von einer Oberflächenschicht mit reduzierter Elektronendichte gebildet werden, wie sie auch für andere Proben ohne Cap beobachtet wird (siehe Abschnitt 4.2). Auffallend sind die Unterschiede in der Ausprägung der Schichtdickenoszillation des Buffers und der Heuslerschicht. Die Amplitude der Probe H387u ohne Cap ist deutlich kleiner als bei den beiden anderen Proben.

	H387c <sub>7</sub>	H387c	H387u
Au-Cap ( $\rho_{e,Bulk} = 4,659 \cdot 10^{30} m^{-3}$ ) / „Oxid“-Schicht			
d [nm]	10,37	11,11	3,72
$\sigma$ [nm]	1,24	1,25	1,92
$\rho_e [\cdot 10^{30} m^{-3}]$	4,18	4,15	1,63
Ti-Cap ( $\rho_{e,Bulk} = 1,247 \cdot 10^{30} m^{-3}$ ) / „Oxid“-Schicht			
d [nm]	9,95	10,30	3,68
$\sigma$ [nm]	1,41	1,46	0,79
$\rho_e [\cdot 10^{30} m^{-3}]$	1,25	1,21	1,77
NiMnSb ( $\rho_{e,Bulk} = 2,025 \cdot 10^{30} m^{-3}$ )			
d [nm]	82,52	82,70	75,79(+Oxid)
$\sigma$ [nm]	1,66	1,65	1,57
$\rho_e [\cdot 10^{30} m^{-3}]$	2,09	2,06	2,06
InGaAs-Buffer ( $\rho_{e,Bulk} = 1,444 \cdot 10^{30} m^{-3}$ )*			
d (InGaAs) [nm]	190,32	192,06	188,40
$\sigma$ (InGaAs) [nm]	0,21	0,22	0,19
InP-Substrat ( $\rho_{e,Bulk} = 1,266 \cdot 10^{30} m^{-3}$ )*			
$\sigma$ (InP) [nm]	0,20	0,18	0,29

Tabelle 11: *Fitparameter für die XRR-Messungen an den H387-Proben.*  
*\*Für das Substrat InGaAs/InP wurden die Elektronendichten nicht angepasst. Es wurden die Werte eines Volumenkristalls verwendet.*

Eine Auswertung der Reflektivitätsdaten zeigt keine wesentlichen Unterschiede in den drei Proben. Die Fitparameter sind in der Tabelle 11 zusammengefasst, die Elektronendichten in Abbildung 40 graphisch dargestellt. Die Schichtdicken der Heuslerschicht von 82,52 nm (Probe H387c<sub>7</sub>), 82,70 nm (Probe H387c) und 83,19 nm (Probe H387u: Summe aus Oxid- und Heuslerschicht analog zu allen bisher vorgestellten Heuslerproben ohne Cap) stimmen im Rahmen des Fehlers gut überein. Ebenso zeigen sich für die Rauigkeit und die Elektronendichte der Heuslerschicht keine signifikanten Unterschiede für die drei Proben. Für den Buffer und das Substrat ist einzig die Rauigkeit des Substrates der Probe H387u gegenüber den beiden Proben mit Cap leicht erhöht, aber mit 0,29 nm immer noch sehr klein. Dies kann eine Erklärung für den beobachteten Amplitudenunterschied sein.

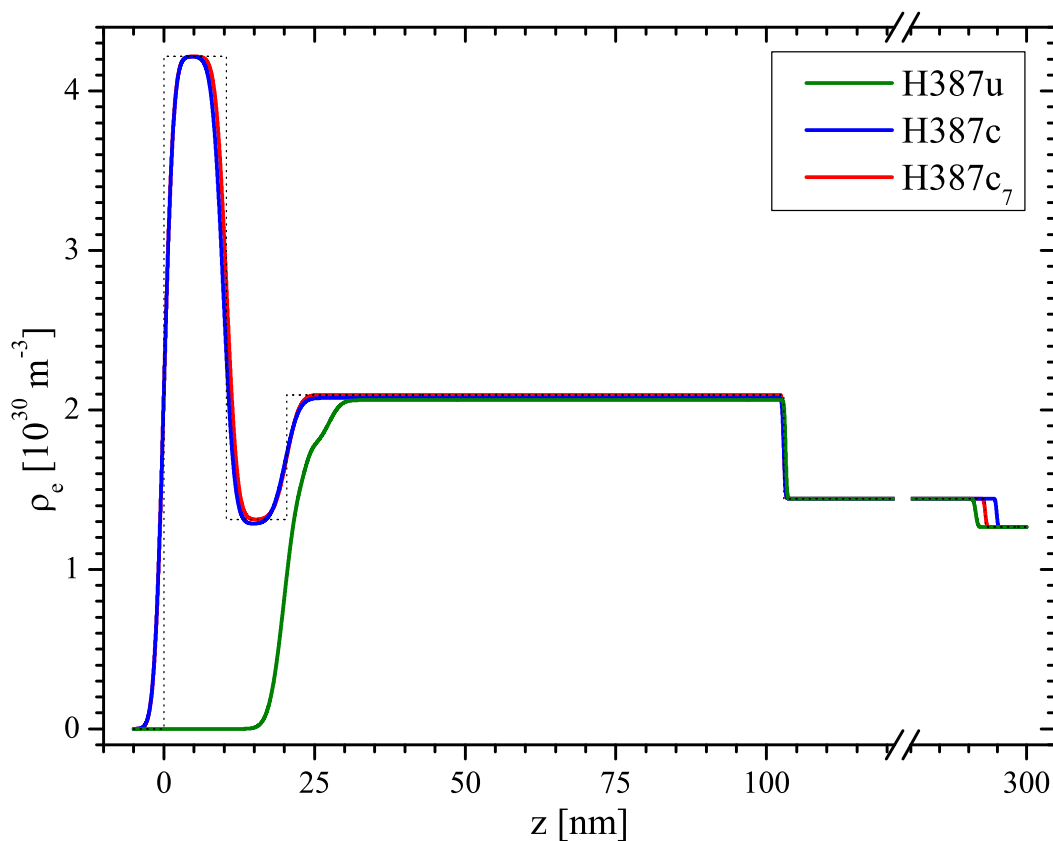


Abbildung 40: Elektronendichte aufgetragen gegen die Schichtdicke. Probe H387c<sub>7</sub> wurde nach 7 Tagen im UHV gecapped, Probe H387c direkt nach dem Wachstum, Probe H387u ist ungecapped. Die x-Achse ist auf die Grenzfläche Halb-Heuslerschicht/Buffer ( $\approx 1030 \text{ \AA}$ ) normiert.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass das amorphe Au/Ti-Cap einen massiven Einfluss auf das Relaxationsverhalten der Heuslerschicht hat. Die Auswertung der reziproken Gitterkarten der dreigeteilten Probe H387 zeigt dies eindrücklich. Die beiden Proben mit Au/Ti-Cap sind weitestgehend pseudomorph verspannt und unterscheiden sich im Rahmen des Messfehlers nicht, während die Probe ohne Cap eine deutliche Relaxation der Heuslerschicht aufweist. Somit muss die eigentliche Relaxation der Heuslerschicht nach dem Ausschleusen der Probe aus dem UHV stattfinden. Hierbei ist zu beachten, dass die Proben mit In auf den MBE-Probenhalter „geklebt“ wurden. Nach dem Ausschleusen mussten die Proben daher auf 200 °C aufgeheizt werden, um sie vom Probenhalter zu lösen.

Alternativ könnte Ga als „Kleber“ verwendet werden, wodurch ein Ablösen bereits bei 50 °C möglich ist. Durch die geänderte Temperaturankopplung zwischen Probenhalter und Substrat ändern sich jedoch die Wachstumsbedingungen. Dies wäre ein Ansatzpunkt für zukünftige Messungen.

## 4.5 Messergebnisse der Proben auf (111)-Substrat

Im folgenden Abschnitt wird eine Probenserie mit (111)-orientiertem Substrat diskutiert. Die Schichtdicke der Halb-Heusler-Schicht variiert von 7,83 nm bis 27,93 nm. Im Gegensatz zu den Untersuchungen auf (001)-Substrat (siehe Abschnitt 4.2, 4.3 und 4.4) wurden ausschließlich Proben ohne Deckschicht untersucht. Abbildung 41 zeigt die reziproken Gitterkarten aufgenommen am (2-11)-Reflex. Sämtliche hier dargestellten XRD-Messungen wurden bei einem Einfallswinkel von  $\alpha_i = 0,20^\circ$  (Probe H430 und H429) bzw.  $\alpha_i = 0,25^\circ$  (Probe H363 und H375) durchgeführt.

Die beiden linken Proben H430 und H429 mit Schichtdicken von 7,83 nm und 11,02 nm sind pseudomorph verspannt. Neben dem scharfen Substratreflex bei  $l = 1,000$  r.G.E. kann entlang der  $l$ -Achse eine deutliche Verbreiterung zu kleineren  $l$ -Werten beobachtet werden, die einer pseudomorph verspannten Heuslerschicht zuzuordnen ist. Deren Lage wird für beide Proben zu  $l = 0,995$  r.G.E. bzw.  $l = 0,988$  r.G.E. gefittet. Die beiden anderen Proben H363 und H375 mit Schichtdicken von 22,82 nm und 27,93 nm zeigen eine deutliche Relaxation. Die Reflexpositionen des relaxierten Schichtanteiles sind  $h = -2k = 1,979$  r.G.E. und  $l = 0,985$  r.G.E. (H363) bzw.  $h = -2k = 1,984$  r.G.E. und  $l = 0,994$  r.G.E. (H375). Der Reflex der pseudomorph verspannten Schichtanteile weist jedoch jeweils eine deutliche Asymmetrie auf.

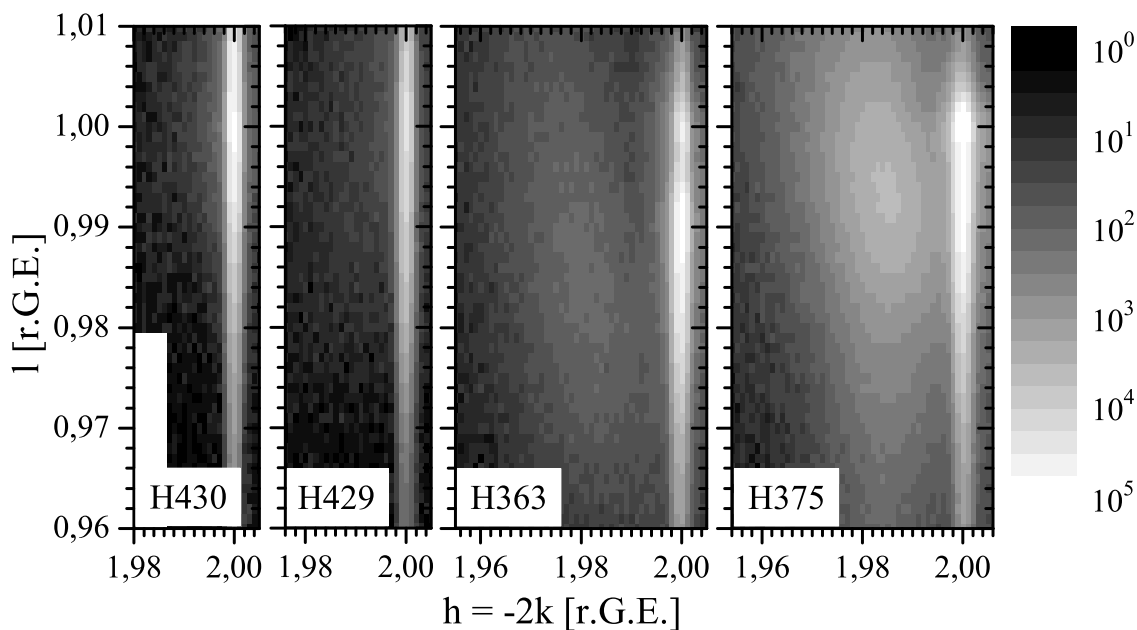


Abbildung 41: Reziproke Gitterkarten am (2-11)-Reflex. Die Proben sind mit aufsteigender Schichtdicke von links nach rechts angeordnet.

Dies zeigen Line-Scans am (2-11)-Reflex (Abbildung 42). Neben dem Reflex einer pseudomorph verspannten Heuslerschicht bei  $l = 0,991$  r.G.E. (H363) und  $l = 0,995$  r.G.E. (H375) zeigt sich jeweils ein Reflex in der zu kleineren  $l$ -Werten abfallenden Flanke, deren Positionen zu  $l = 0,986$  r.G.E. (H363) und  $l = 0,987$  r.G.E. (H375) bestimmt werden. Schichtdickenoszillationen können als Ursache ausgeschlossen werden, da sich aus den Reflexabständen Schichtdicken von 177,1 nm (H363) bzw. 110,7 nm (H375) ergeben würden. Daher sind die Reflexe einem zweiten pseudomorph verspanntem Schichtanteil zuzuordnen. Die Reflexintensitäten sind gegenüber dem jeweiligen Hauptreflex deutlich schwächer ausgeprägt. Somit teilt sich die Heuslerschicht für die beiden dickeren Proben in zwei pseudomorph verspannte und einen relaxierten Schichtanteil auf. Wie auch bei der Probe H105 (siehe Abschnitt 4.2.1) kann eine veränderte Stöchiometrie der Halb-Heuslerschicht eine Ursache hierfür sein. Weiterhin sind die Bufferschichten perfekt an das Substrat angepasst, es sind keine zusätzlichen Reflexe erkennbar.

Reflektivitätsmessungen an den Proben auf (111)-Substrat (Abbildung 43) zeigen gut ausgeprägte Schichtdickenoszillationen sowohl der Heusler als auch der Bufferschicht. Für die beiden dünneren Proben H430 und H429 sind diese sogar für  $2\Theta$ -Winkel von mehr als  $5^\circ$  deutlich sichtbar. Dies deutet bereits auf kleine Grenzflächenrauigkeit

	H430	H429	H363	H375
Schichtdicke (Tab. 13) [nm]	7,83	11,02	22,82	27,93
pseudomorph verspannte Heuslerschicht				
l [r.G.E.]	0,995	0,988	0,991 u. 0,986	0,995 u. 0,987
relaxierte Heuslerschicht				
l [r.G.E.]	–	–	0,985	0,994
k = 3/5h [r.G.E.]	–	–	1,979	1,984

Tabelle 12: Reflexpositionen für die RSM-Messungen.

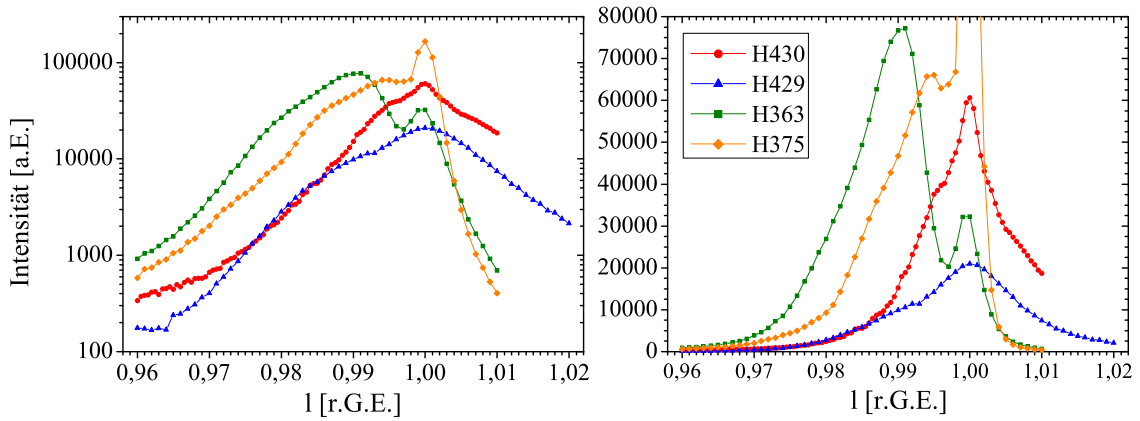


Abbildung 42: Line-Scans am (2-11)-Reflex, links mit logarithmischer und rechts mit linearer y-Achse.

ten hin, was durch die Fitrechnungen bestätigt wird. Alle Grenzflächenrauigkeiten sind für die beiden Proben deutlich kleiner als 1 nm (vgl. Tabelle 13). Allerdings musste die Heuslerschicht für die Probe H429 in zwei Schichten aufgeteilt werden. Obwohl der Elektronendichteunterschied nur sehr klein ist, zeigt sich dies bereits in den Messdaten. So sind dort deutlich zwei unterschiedlich breite Schichtdickenoszillationen zu sehen. Aus dem Abstand der Minima von  $\Delta\Theta \approx 0,50^\circ$  ( $\Delta q \approx 0,042 \text{ \AA}^{-1}$ ) und  $0,80^\circ$  ( $\Delta q \approx 0,066 \text{ \AA}^{-1}$ ) ergeben sich Schichtdicken von etwa 15 nm und 9,5 nm. Allerdings können diese Schichtdicken nicht eindeutig mit denen der Fitrechnung in Verbindung gebracht werden. Vermutlich handelt es sich hierbei um eine Schwelung zwischen einem dominanten Anteil und der gesamten Heuslerschicht (inkl. Oxidschicht).



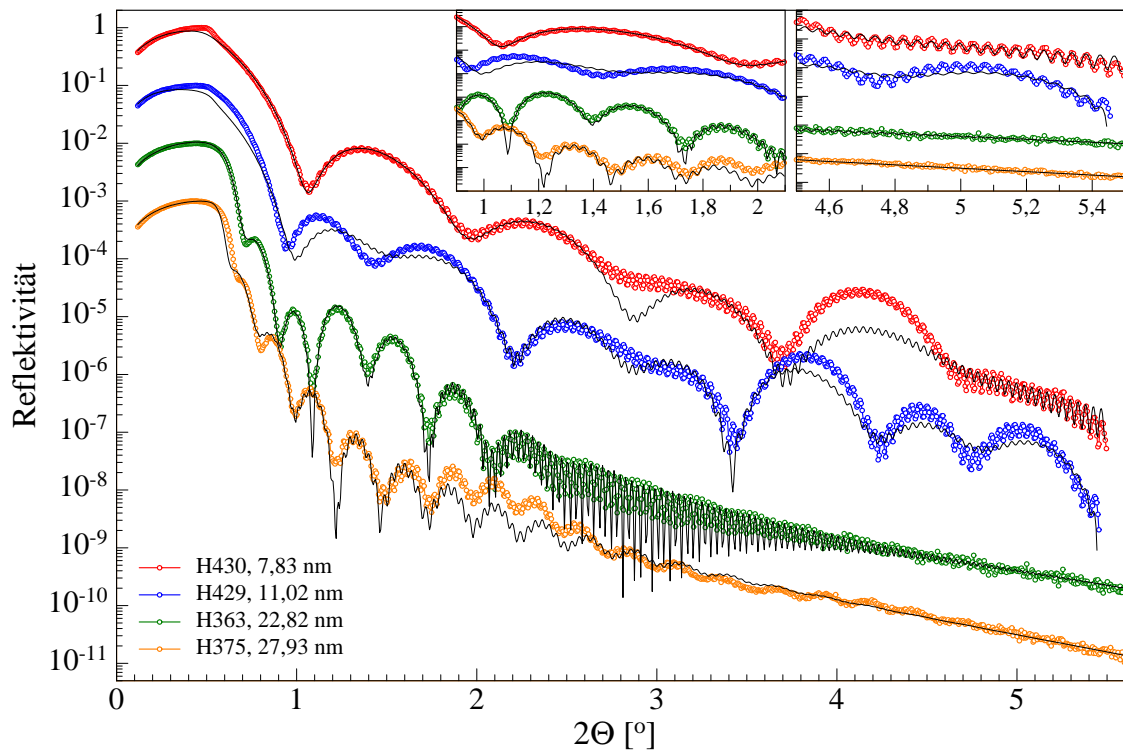


Abbildung 43: Reflektivitätsmessungen an den (111)-Proben.

Weiterhin war es, wie auch für die Proben ohne zusätzliche Deckschicht auf (001)-Substrat (siehe Abschnitt 4.2), nötig eine zusätzliche Oxidschicht an der Probenoberfläche mit verminderter Elektronendichte im Fitmodell einzuführen. Die beiden dickeren Proben H363 und H375 zeigen im Gegensatz hierzu eine größere Dämpfung der Amplitude der Schichtdickenoszillationen. Für Winkel größer als  $2\Theta \approx 4^\circ$  sind die Schichtdickenoszillationen sowohl der Heuslerschicht als auch des Buffers kaum noch zu erkennen. Dies spiegelt sich auch in den Parametern des Fits wider. Die Rauigkeiten der Heusler- und der zusätzlichen Oberflächenschicht sind deutlich größer als bei den beiden dünneren Proben. Für einen guten Fit der Daten war es außerdem auch nötig, die Elektronendichte des Substrates mit zu fitten. Hier ergeben sich zum Teil erhebliche Abweichungen von den Werten eines Volumenkristalls wie es in der graphischen Darstellung der Fitparameter in Abbildung 44 zu sehen ist. Insgesamt konnte für diese Probenserie nicht die Fitqualität der Proben auf (001)-orientiertem Substrat erreicht werden.

	H430	H429	H363	H375
Oxidschicht				
d [nm]	3,40	3,35	4,53	0,10
$\sigma$ [nm]	0,71	0,54	1,54	2,47
$\rho_e$ [ $\cdot 10^{30} m^{-3}$ ]	1,70	1,61	1,20	1,59
NiMnSb ( $\rho_{e,Bulk} = 2,025 \cdot 10^{30} m^{-3}$ )				
d [nm]	4,43	2,64 + 5,03	18,29	27,83
$\sigma$ [nm]	0,50	0,23 + 0,27	1,29	0,88
$\rho_e$ [ $\cdot 10^{30} m^{-3}$ ]	2,06	1,71 + 1,73	1,88	1,66
InGaAs-Buffer ( $\rho_{e,Bulk} = 1,444 \cdot 10^{30} m^{-3}$ )				
d [nm]	172,5	158,5	223,5	176,9
$\sigma$ [nm]	0,33	0,19	0,79	0,29
$\rho_e$ [ $\cdot 10^{30} m^{-3}$ ]	1,32	1,47	1,47	1,50
InP-Substrat ( $\rho_{e,Bulk} = 1,266 \cdot 10^{30} m^{-3}$ )				
$\sigma$ [nm]	0,24	0,51	0,30	0,94
$\rho_e$ [ $\cdot 10^{30} m^{-3}$ ]	1,23	1,24	1,25	1,40

Tabelle 13: *Fitparameter für die XRR-Messungen der (111)-Proben.*

Im Vergleich zu den Proben auf (001)-orientiertem Substrat zeigen diese Proben ein deutlich anderes Relaxationsverhalten. Die kritische Schichtdicke für pseudomorphes Wachstum beträgt bei den (001)-orientierten Proben etwa 30 ... 40 nm (Proben der Serie U1 und U2) bzw. 40 ... 80 nm (Proben der Serie C1 und C2), je nachdem ob die Proben mit einem Au/Ti-Cap versehen sind oder nicht. Die Proben auf (111)-orientiertem Substrat zeigen hingegen bereits bei einer Schichtdicke der Heuslerschicht von 23 nm eine deutliche Relaxation, während die Probe mit 11 nm noch vollständig pseudomorph verspannt ist. Die kritische Schichtdicke für pseudomorphes Wachstum ist also bei etwa 17 nm. Außerdem zeigt sich bei diesen Proben eine Aufspaltung des Reflexes der pseudomorphen Schicht. Es kann hier zwischen zwei unterschiedlich intensiven Reflexen unterschieden werden. Die Ursache des Intensitätsunterschiedes liegt vermutlich in der Schichtdicke der beiden Schichtanteile und der somit unterschiedlichen Anzahl an kohärent streuenden Atomlagen.

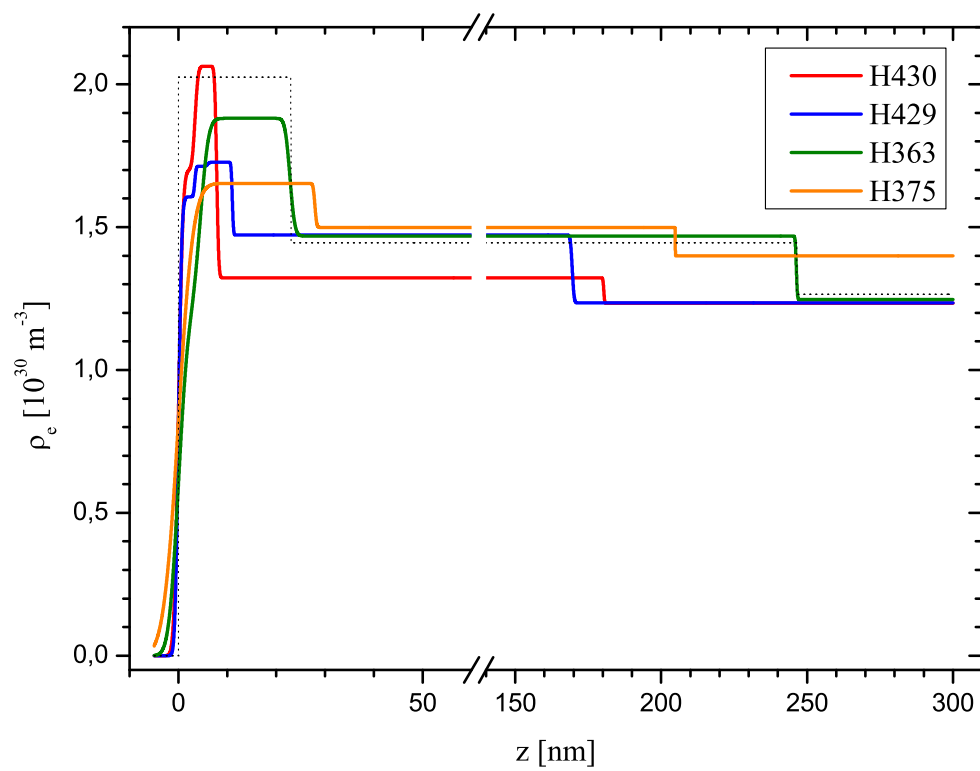


Abbildung 44: Elektronendichteprofile der (111)-Proben.

## 5 Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurden die strukturellen Eigenschaften von spintronischen Halbleiter- und Halbmetall-Dünnschichtsystemen untersucht. Mit Röntgenreflektivitätsmessungen konnten die Schichtdicken und Grenzflächenrauigkeiten der Mehrschichtsysteme sehr genau bestimmt werden. Hierfür wurde die Software FEWLAY verwendet, welche den Parratt-Formalismus zur Berechnung der Reflektivität nutzt. An reziproken Gitterkarten, die an möglichst hoch indizierten Bragg-Reflexen gemessen wurden, konnte das Relaxationsverhalten der Schichtsysteme untersucht werden.

Die in  $\text{Cd}_{0,7}\text{Hg}_{0,3}\text{Te}$  eingebetteten HgTe-Quantentrogsschichten zeigen für die kleinen Schichtdicken der HgTe-Schicht von 4 nm bis 10 nm wie erwartet keine Relaxation. Durch die Reflektivitätsdaten wird das nahezu perfekte Kristallwachstum bestätigt. Die Elektronendichten der einzelnen Schichten stimmen gut mit den Werten eines Einkristalls überein, wobei die Werte stets etwas kleiner sind. Eine mögliche Ursache hierfür ist eine verminderte Elektronendichte an der Oberfläche der Proben, bedingt durch eine Oxidation der obersten Lage. Da ein Kontrast in der Elektronendichte Voraussetzung für eine sehr gute Auswertung von Röntgenreflektivitätsdaten ist, und der verwendete Parratt-Formalismus einen Gradienten in der Elektronendichte nicht perfekt beschreiben kann, verursacht dieser die beobachtete Absenkung der Elektronendichten der folgenden Schichten. Auf die Auswertung der Schichtdicken und Grenzflächenrauigkeiten der HgTe-Schicht hat dies jedoch keinen Einfluss. Die Grenzflächenrauigkeit ober- und unterhalb der Quantentrogsschicht ist deutlich unter 1 nm. Das Substrat weist meist auch eine kleine Grenzflächenrauigkeit auf. Mit den so kalibrierten Schichtdicken war es der Arbeitsgruppe von Prof. Dr. H. Buhmann möglich, an diesem Schichtsystem erstmals den Quanten-Spin-Hall-Effekt nachzuweisen [5].

Für das in der Spintronic als Spinfilter einsetzbare NiMnSb wurde das Relaxationsverhalten in Abhängigkeit der Wachstumsparameter untersucht. Als Substrat wurde InP mit einer InGaAs- BUFFERSCHICHT verwendet. Abhängig von der Substratorientierung zeigen sich deutliche Unterschiede in der kritischen Schichtdicke der NiMnSb-Schicht. So relaxiert diese deutlich für ein (111)-orientiertes Substrat bereits ab einer Schichtdicke von 23 nm. Verwendet man ein Substrat mit (001)-Orientierung ist eine schwach ausgeprägte Relaxation der NiMnSb-Schicht erst ab einer Schichtdicke von 30 nm beobachtbar, deren Reflexposition nur durch eine integrale Auswertung der reziproken Gitterkarte bestimmt werden kann. Ab einer Schichtdicke von 40 nm ist die Relaxation im Vergleich zum (111)-Substrat ähnlich stark ausgeprägt. Eine wei-

tere deutliche Erhöhung der kritischen Schichtdicke erreicht man durch eine zusätzliche amorphe Au/Ti-Schicht (Cap) an der Probenoberfläche, die eine Oxidation der Probe verhindert. Für Schichtdicken von 40 nm bis 80 nm ist hier nur eine schwach ausgeprägte Relaxation feststellbar, deren Lage ebenfalls nur durch eine integrale Auswertung bestimmt werden kann. Erst ab einer Schichtdicke von 120 nm ist für Proben mit Au/Ti-Deckschicht eine deutliche Relaxation feststellbar.

Für einen direkten Vergleich wurde eine dreigeteilte Probe hergestellt. Bei dieser Probe wurde nach dem Wachstum der NiMnSb-Schicht ein Drittel sofort mit einem amorphen Au/Ti-Cap und ein weiteres Drittel nach einer einwöchigen Lagerung im UHV beschichtet. Das letzte Drittel blieb ohne Au/Ti-Schicht. Die Messungen an dieser Probe zeigen deutlich, dass die Relaxation nicht während des Wachstums stattfindet, sondern erst nach dem Ausschleusen der Probe aus dem UHV. So unterscheiden sich die beiden Drittel mit Au/Ti-Cap nicht, wobei zwischen dem Beschichten der Probe mit dem Au/Ti-Cap eine Woche liegt. Das Probendrittel ohne Cap hingegen zeigt eine deutliche Relaxation der NiMnSb-Schicht.

Die Auswertung der Reflektivitätsdaten zeigt für die Probenserien U1 mit Schichtdicken von 42,9 nm bis 110,4 nm vergleichsweise hohe Grenzflächenrauigkeiten des InP-Substrates (0,77 nm bis 1,80 nm) und der Bufferschicht (0,41 nm bis 0,79 nm). Alle weiteren Probenserien auf (001)-orientiertem Substrat und mit einer um 50 °C verminderten Substrattemperatur zeigen deutlich kleinere Rauigkeiten dieser beiden Grenzflächen von weniger als 0,4 nm. Die Probenserie mit (111)-orientiertem Substrat zeigt hier für die relaxierten Proben deutlich höhere Rauigkeiten von bis zu 1,3 nm. Für die folgenden Grenzflächen (Probenserien U1, U2 und (111): Heuslerschicht–Luft; Probenserien C1 und C2: Heuslerschicht–Ti, Ti–Au, Au–Luft) zeigt sich eine von der NiMnSb-Schichtdicke abhängige Rauigkeit der jeweiligen Grenzflächen. Mit zunehmender Schichtdicke steigt auch die Rauigkeit. Weiterhin war es für alle Proben ohne schützende Au/Ti-Schicht nötig eine Oberflächenschicht mit verminderter Elektronendichte einzuführen, wie es auch für das  $\text{Cd}_{0,7}\text{Hg}_{0,3}\text{Te}/\text{HgTe}/\text{Cd}_{0,7}\text{Hg}_{0,3}\text{Te}$ -Schichtsystem der Fall war.

Potential für weiterführende Experimente bietet die Tatsache, dass die Heuslerschicht erst nach dem Ausschleusen der Proben aus dem UHV statt findet. Hierzu müssten die Proben in einer transportablen UHV-Kammer zum Synchrotron gebracht und dort sowohl unter UHV-Bedingungen als auch belüftet gemessen werden. Da alle Proben mit In auf die MBE-Probenhalter geklebt waren und nach dem Wachstum auf 200 °C aufgeheizt werden mussten, um sie vom Probenhalter zu entfernen, ist es denkbar das Relaxationsverhalten der Proben vor und nach dieser

Temperung an Luft zu untersuchen. Auch wäre es denkbar, die Proben mit Ga statt mit In auf die Probenhalter zu kleben, wodurch die Proben nach dem Wachstum nur noch auf 50 °C aufgeheizt werden müssten. Hierdurch ändert sich jedoch die Temperaturankopplung zwischen Substrat und Probenhalter und somit ebenfalls die Wachstumsbedingungen.

Weiterhin beträgt der Schichtdickenunterschied zwischen der dünnsten relaxierten und der dicksten noch nicht relaxierten Heuslerprobe auf (111)-orientiertem Substrat etwa 12 nm. Um die kritische Schichtdicke dieses Systems weiter zu untersuchen, sind Messungen an einer feiner unterteilten Schichtdickenverteilung nötig. Auch sind Untersuchungen mit (111)-orientierten Proben mit einer amorphen Au/Ti-Schicht denkbar.

## Summary

In this work the structural properties of spintronic semiconductor and halfmetallic thinfilm systems were investigated. The layer thicknesses and interface roughnesses of the multi-layer systems were estimated by X-ray reflectivity measurements. The fits were performed using the software FEWLA which uses the Parratt formalism to calculate the reflectivities. The relaxation of the films was analyzed by reciprocal space mapping on preferably highly indexed Bragg reflexes.

The HgTe-quantum wells embedded in  $\text{Cd}_{0.7}\text{Hg}_{0.3}\text{Te}$  layers show as expected no relaxation effects. The measurement of the reflectivity confirms the nearly perfect crystal growth. The electron density of each layer corresponds very well to the values of bulk crystals whereas the values are a little bit smaller. One reason for this fact might be an oxidation and a corresponding reduced electron density of the surface. A requirement to fit the reflectivity data is a contrast in the electron density of the sequentially layers. The Parratt formalism is not able to fit this gradient in the electron density causing the observed reduction of the electron densities of the following layers. But there is no influence on the analysis of the layer thicknesses and interface roughnesses. The upper and lower interface roughness of the quantum well is clearly below 1 nm. In most cases the substrate has a small interface roughness too. With this calibration of the growth conditions and an accurate knowledge of the layer thicknesses the group of Prof. Dr. H. Buhmann was able to measure the „Quantum Spin Hall Insulator State in HgTe Quantum Wells“ [5] for the first time.

On NiMnSb samples applicable as spinfilter in the spintronics the relaxation behavior depending on the growth conditions were measured. As substrate InP was used with a lattice matched InGaAs-buffer. Due to the orientation of the substrate differences in the critical thickness for relaxation of the NiMnSb layer are visible very obvious. Using a (111)-oriented substrate relaxation of the layer can be measured on thicknesses above 23 nm. In contrast a weak relaxation of the NiMnSb layer is measured on samples with an (001)-oriented substrate at a layer thickness of 30 nm. To fit this relaxation an integral analysis of the reciprocal space map was needed. A comparable relaxation to the samples on (111)-substrates can be measured above 40 nm layer thickness. A further clearly increase of the critical thickness can be reached by using an additional amorphous Au/Ti-cap to avoid the oxidation of the sample surface. An explicit relaxation of Au/Ti-capped samples can be observed for layer thicknesses above 120 nm. Between 40 nm and 80 nm a weak relaxation is detectable by an integral analysis of the reflex position analogous to the uncapped samples on (001)-substrates.

To compare the different relaxation behavior with and without cap a sample consisting of three parts was measured. After growth of the NiMnSb layer one third was capped with an amorphous Au/Ti-cap immediately. The second third was capped after storing the sample one week under UHV conditions. The last third was left without Au/Ti-layer. As a result the relaxation of the NiMnSb layer takes place after discharging the sample out of the UHV and not during the growth of the sample. Between the two samples with Au/Ti-cap is no difference in relaxation within the error bars although there are seven days between capping of the thirds of the sample. However the third without cap shows a clearly relaxation of the NiMnSb layer.

Analysing the reflectivity data of the samples from the series U1 with layer thicknesses between 42.9 nm and 110.4 nm results in relatively high interface roughnesses of the InP substrate of 0.77 nm to 1.80 nm and of the buffer layer of 0.41 nm to 0.79 nm. The other series using a (001) oriented substrate and a substrate temperature reduced by 50 °C during growth show small roughnesses below 0.4 nm of this two interfaces. In contrast relaxed samples with (111) oriented substrate show higher roughnesses up to 1.3 nm. The following interface roughnesses (samples of the series U1, U2 and (111): NiMnSb layer–air; samples of the series C1 and C2: NiMnSb layer –Ti, Ti–Au, Au–air) show an interface roughness increasing with increasing thicknesses of the NiMnSb layer. Furthermore it was necessary to implement an additional surface layer with reduced electron density to samples without Au/Ti-cap, analogous to the CdHgTe/HgTe layersystem.

Due to the fact that the relaxation of the Heusler samples takes place after discharging the samples out of the vacuum, there is potential for further measurements. To investigate the oxidation in more detail samples could be transported in a mobile UHV-chamber to the synchrotron and measured under UHV conditions and in air. An other starting point to examine the relaxation mechanism is the In glue which is used to fix the samples to the sample holder. To separate the sample from the holder it is necessary to heat it up to 200 °C. So it is possible to measure the relaxation before and after this heating. Alternatively it is possible to use Ga instead of In as glue resulting in a lower temperature needed to lift the samples from the holder ( $\approx 50$  °C). The temperature coupling between the substrate and the sample holder is changed in this case whereby the growth conditions shift too.

The difference in the layer thicknesses between the thinnest relaxed sample and the thickest pseudomorphic sample on (111) oriented substrate is about 12 nm. To examine the critical thickness of these systems in more detail, measurements on a more precise spreading of the layer thicknesses are necessary. Measurements on samples with (111) oriented substrate and an amorphous Au/Ti-cap are possible too.



## Acronyme

<b>BW2</b>	bypass wiggler 2
<b>CTR</b>	crystal truncation rod
<b>FMR</b>	ferromagnetic resonance
<b>GIXRD</b>	grazing incidence X-ray diffraction
<b>HASYLAB</b>	Hamburger Synchrotronstrahlungslabor
<b>HMF</b>	half-metallic ferromagnet
<b>MBE</b>	molecular beam epitaxy
<b>MOCVD</b>	metal organic chemical vapour deposition
<b>MRAM</b>	magnetoresistive random access memory
<b>RSM</b>	reciprocal space map
<b>XRR</b>	X-ray reflectometry



## Literatur

- [1] H. Ibach und H. Lüth: *Festkörperphysik - Einführung in die Grundlagen*, 6. Auflage, Springer-Verlag, Berlin (2002).
- [2] Die Homepage von *Welt der Physik*: <http://www.weltderphysik.de/de/1414.php> (Januar 2010).
- [3] Y.A. Bychkov und E.I. Rashba: *Oscillatory effects and the magnetic susceptibility of carriers in inversion layers*, J. Phys. C., **17**, 6039-6045 (1984).
- [4] X.C. Zhang, A. Pfeuffer-Jeschke, K. Ortner, V. Hock, H. Buhmann, C.R. Becker und G. Landwehr: *Rashba splitting in n-type modulation doped HgTe quantum wells with an inverted band structure*, Phys. Rev. B, **63**, 245305 (2001).
- [5] Markus König: *Quantum Spin Hall Insulator State in HgTe Quantum Wells*, Science, **318**, 766-770 (2007).
- [6] L. G. Parratt: *Surface Studies of Solids by Total Reflection of X-Rays*, Phys. Rev., **95**, 359-369 (1954).
- [7] R. A. de Groot, F. M. Mueller, P. G. van Engen, und K. H. J. Buschow: *New Class of Materials: Half-Metallic Ferromagnets*, Phys. Rev. Lett., **50**, 2024-2027 (1983).
- [8] R. Fiederling, M. Keim, G. Reuscher, W. Ossau, G. Schmidt, A. Waag, und L. W. Molenkamp: *Injection and detection of a spin-polarized current in a light-emitting diode*, Nature, **402**, 787-790 (1999).
- [9] Y. Ohno, D. K. Young, B. Beschoten, F. Matsukura, H. Ohno, und D. D. Awschalom: *Electrical spin injection in a ferromagnetic semiconductor heterostructure*, Nature, **402**, 790-792 (1999).
- [10] A. Stahl, C. Kumpf, F. Lochner, P. Bach, G. Schmidt, L.W. Molenkamp, and E. Umbach: *Investigation of structural properties of NiMnSb-half-Heusler thin film using grazing incidence X-ray diffraction and X-ray reflectivity*, in preparation.
- [11] A. Koveshnikov, G. Woltersdorf, J. Q. Liu, B. Kardasz, O. Mosendz, B. Heinrich, K. L. Kavanagh, P. Bach, A. S. Bader, C. Schumacher, C. Rüster, C. Gould, G. Schmidt, C. Kumpf und L. W. Molenkamp: *Structural and magnetic properties of NiMnSb/InGaAs/InP(001)*, J. Appl. Phys. **97**, 073906 1-8 (2005).

- [12] A. Stierle: *Oxidation epitaktischer Metallschichten*, Dissertation, Universität Bochum, Bochum (1996).
- [13] Die Homepage des *Center for X-Ray Optics (CXRO) des Lawrence Berkeley National Laboratory (LBNL)*:  
[http://henke.lbl.gov/optical\\_constants/getdb2.html](http://henke.lbl.gov/optical_constants/getdb2.html) (Januar 2010).
- [14] S. K. Sinha, E. B. Sirota, und S. Garoff: *X-ray and neutron scattering from rough surfaces*, Phys. Rev. B, **38**, 2297-2311 (1988).
- [15] E. Vlieg: *Integrated Intensities Using a Six-Circle Surface X-ray Diffractometer*, J. Appl. Cryst., **30**, 532-543 (1997).
- [16] O. Bunk: *Bestimmung der Struktur komplexer Halbleiter-Oberflächenrekonstruktionen mit Röntgenstrahlung*, Dissertation, Universität Hamburg, Hamburg (1999).
- [17] B. E. Warren *X-ray diffraction*, 1. Auflage, Dover Publications Inc., New York (1990).
- [18] I. K. Robinson *Crystal truncation rods and surface roughness*, Phys. Rev. B, **33**, 3830-3836 (1986).
- [19] Die Homepage von Oliver Bunk am PSI, Schweiz:  
[http://people.web.psi.ch/bunk/hasylab\\_notes/index.html](http://people.web.psi.ch/bunk/hasylab_notes/index.html) (Januar 2010).
- [20] C. Schamper, H. L. Meyerheim, and W. Moritz: *Resolution correction for surface X-ray diffraction at high beam exit angles*, J. Appl. Cryst., **26**, 687-696 (1993).
- [21] S. Oehling: *Wachstum und Charakterisierung von HgTe Halbleiterheterostrukturen*, Diplomarbeit, Universität Würzburg, Würzburg (1997).
- [22] V. Latussek: *Elektronische Zustände in Typ-III-Halbleiterheterostrukturen*, Dissertation, Universität Würzburg, Würzburg (2004).
- [23] A. Pfeuffer-Jeschke: *Bandstruktur und Landau-Niveaus quecksilberhaltiger II-VI-Heterostrukturen*, Dissertation, Universität Würzburg, Würzburg (2000).
- [24] J. P. Laurenti, J. Camassel and A. Bouhemadou: *Temperature-dependence of the fundamental absorption-edge of mercury cadmium telluride*, J. Appl. Phys. **67**, 6454 (1990).

- [25] K. Ortner: *p-Dotierung von quecksilberhaltigen II-VI-Heterostrukturen mit Arsen und Plasma-aktiviertem Stickstoff*, Dissertation, Universität Würzburg, Würzburg (2001).
- [26] S. Oehling: *Untersuchungen zum Kristallwachstum Hg-haltiger II-VI-Halbleiter in der Molekularstrahlepitaxie und deren Charakterisierung*, Dissertation, Universität Würzburg, Würzburg (2007).
- [27] G. Schmidt, D. Ferrand, und L. W. Molenkamp: *Fundamental obstacle for electrical spin injection from a ferromagnetic metal into a diffusive semiconductor*, Phys. Rev B, **62**, 4790-4793 (2000).
- [28] S. K. Clowes, Y. Miyoshi, Y. Bugoslavsky, W. R. Branford, C. Grigorescu, S. A. Manea, O. Monnereau, und L. F. Cohen: *Spin polarisation of the transport current at the free surface of bulk NiMnSb*, Phys. Rev. B, **69**, 214425 1-5 (2004).
- [29] D. Ristoiu, J. P. Nozières, C. N. Borca, T. Komesu, H.-K. Jeong, und P. A. Dowben: *The surface composition and spin polarization of NiMnSb epitaxial thin films*, Europhys. Lett., **49**, 624-630 (2000).
- [30] R. J. Soulen Jr., J. M. Byers, M. S. Osofsky, B. Nadgorny, T. Ambrose, S. F. Cheng, P. R. Broussard, C. T. Tanaka, J. Nowak, J. S. Moodera, A. Berry, J. M. D. Coey: *Measuring the Spin Polarization of a Metal with a Superconducting Point Contact*, Science, **282**, 85-88 (1998).
- [31] G. A. de Wijs: *Towards 100 % spin-polarized charge-injection: The half-metallic NiMnSb/CdS interface*, Phys. Rev. B, **64**, 20402 1-4 (2001).
- [32] I. Galanakis: *Surface properties of the half- and full-Heusler alloys*, J. Phys.: Condens. Matter, **14**, 6329-6340 (2002).
- [33] B. Heinrich, G. Woltersdorf, R. Urban, G. Schmidt, P. Bach, L. Molenkamp, E. Rozenberg, and O. Mosendz: *Magnetic properties of NiMnSb(001) films grown on InGaAs/InP(001)(invited)*, Appl. Phys. Lett., **95**, 7462-7464 (2005).
- [34] L. Castelliz: *Beitrag zum Ferromagnetismus von Legierungen der Übergangsmetalle mit Elementen der B-Gruppe*, Z. Metallk., **46**, 198-203 (1955).
- [35] L. Castelliz: *Eine Ferromagnetische Phase im System Nickel-Mangan-Antimon*, Monatshefte für Chemie, **82**, 1059-1084 (1951).

- [36] W. Van Roy, J. De Boeck, B. Brijs, and G. Borghs: *Epitaxial NiMnSb films on GaAs(001)*, Appl. Phys. Lett., **77**, 4190-4192 (2000).
- [37] W. Van Roy, M. Wojeik, E. Jedryka, S. Nadolski, D. Jalabert, B. Brijs, G. Borghs, and J. de Boeck: *Very low chemical disorder in epitaxial NiMnSb films on GaAs(111)B*, Appl. Phys. Lett., **83**, 4214-4216 (2003).
- [38] P. Bach: *Growth and Characterization of NiMnSb-based Heterostructures*, Dissertation, Universität Würzburg, Würzburg (2006).
- [39] P. Bach, C. Rüster, C. Gould, C. R. Becker, G. Schmidt, and L. W. Molenkamp: *Growth of the half-Heusler alloy NiMnSb on (In,Ga)As/InP by molecular beam epitaxy*, J. Cryst. Growth, **251**, 323-326 (2003).
- [40] P. Bach, A.S. Bader, C. Rüster, C. Gould, C. R. Becker, G. Schmidt, und L. W. Molenkamp: *Molecular-beam epitaxy of the half-Heusler alloy NiMnSb on (In,Ga)As/InP(001)*, Appl. Phys. Lett., **83**, 521-523 (2003).

## Abbildungsverzeichnis

1	Brechung einer Welle $\mathbf{k}_i$ an einer Grenzfläche zwischen Medium $n_1 = 1$ und $n_2 = 1 - \delta + i\beta$ . . . . .	7
2	Reflektierte und transmittierte Intensität einer glatten NiMnSb-Oberfläche. . . . .	9
3	Reflektierte und transmittierte elektromagnetische Wellen $\mathbf{k}_r$ und $\mathbf{k}_t$ an der Grenzfläche zwischen Medium $m - 1$ und Medium $m$ eines Mehrschichtsystems. . . . .	9
4	Schematische Darstellung der an den unterschiedlichen Grenzflächen reflektierten Teilwellen. . . . .	10
5	Geometrieeffekt bei Reflektivitätsmessungen. . . . .	12
6	Einfluss von Probenlänge $L_P$ und Einfallswinkel $\alpha_{takeoff}$ auf die Reflektivitätsmessung. . . . .	13
7	Laue-Funktion für 50 Netzebenen und unter Berücksichtigung einer „strukturellen Rauigkeit“ von $\sigma_N = 5$ . . . . .	16
8	Schematische Darstellung einer Doppellage auf einem Substrat. . . . .	16
9	Interferenzfunktion eines Doppellagenschichtsystems. . . . .	17
10	Schematische Darstellung der Reflexpositionen im reziproken Raum einer kubischen Heterostruktur. . . . .	19
11	Foto des Sechskreis-Diffraktometers an der Beamline BW2 am HASYLAB (aus [16]) . . . . .	21
12	Schematische Darstellung des Sechskreis-Diffraktometers an der Beamline BW2 am HASYLAB (aus [16]) . . . . .	22
13	Vertikale Probengeometrie mit Winkelbezeichnungen und Wellenvektoren für die Messung einer RSM im reziproken Raum. . . . .	23
14	Schichtdickenabhängige Bandstruktur von HgTe-Quantentrögen. . . . .	26
15	Tatsächlicher und für XRR angenommener Schichtaufbau der HgTe-Proben. . . . .	27
16	RSM einer Probe mit 8 nm dicker HgTe-Schicht am (333)-Reflex. . . . .	28
17	Line-Scan einer Probe mit 8 nm dicker HgTe-Schicht am (333)-Reflex. . . . .	29
18	Reflektivitätsmessung einer Probe mit 8 nm dicker HgTe-Schicht. . . . .	30
19	Elektronendichteprofil einer Probe mit 8 nm dicker HgTe-Schicht. . . . .	32
20	Schematische Darstellung der Kristallstruktur $C1_b$ von NiMnSb. . . . .	36

21	Reziproke Gitterkarten am (533)-Reflex der Proben der Serie U1. . . . .	39
22	Line-Scans am (533)-Reflex der Probenserie U1. . . . .	40
23	Reflektivitätsmessungen an den Proben der Serie U1. . . . .	41
24	Elektronendichteprofile der Proben der Serie U1. . . . .	42
25	Reflektivitätsmessung an den Proben der Serie U2. Probe 1-3. . . . .	44
26	Reflektivitätsmessungen an den Proben der Serie U2. Probe 4-6. . . . .	45
27	Elektronendichteprofile der Probenserie U2. . . . .	46
28	Reziproke Gitterkarten am (533)-Reflex der Proben der Serie U2. . . . .	48
29	Integrierte Intensitäten aus hk- und l-Scans der RSMs am (533)- Reflex der Proben H392 und H391 gegen l bzw. $k=3/5h$ aufgetragen. . . . .	49
30	Line-Scans am (533)-Reflex der Proben der Serie C1. . . . .	51
31	Reziproke Gitterkarten am (533)-Reflex der Proben der Serie C1. . . . .	53
32	Integrierte Intensitäten aus l-Scans der RSMs am (533)-Reflex der Proben H104, H105 und H111 gegen $k = 3/5h$ aufgetragen (C1). . . . .	54
33	Reflektivitätsmessungen an den Proben der Serie C1. . . . .	54
34	Elektronendichteprofile der Proben der Serie C1. . . . .	56
35	Reziproke Gitterkarten am (353)-Reflex der Probenserie C2. . . . .	57
36	Reflektivitätsmessungen an den Proben der Serie C2. . . . .	59
37	Elektronendichteprofile der Proben der Serie C2. . . . .	60
38	Reziproke Gitterkarten am (533)-Reflex (Probe H387 <sub>c7,c,u</sub> ). . . . .	62
39	Reflektivitätsmessungen an den Proben H387 <sub>c7,c,u</sub> . . . . .	63
40	Elektronendichte aufgetragen gegen die Schichtdicke. . . . .	65
41	Reziproke Gitterkarten am (2-11)-Reflex der (111)-orientierten Proben. . . . .	67
42	Line-Scans am (2-11)-Reflex der Proben auf (111)-orientiertem Sub- strat. . . . .	68
43	Reflektivitätsmessungen an den (111)-Proben. . . . .	69
44	Elektronendichteprofile der (111)-Proben. . . . .	71

## Tabellenverzeichnis

1	Fitparameter für die XRR-Messungen der HgTe-Proben. . . . .	34
2	Wachstumsparameter der untersuchten NiMnSb-Proben. . . . .	37



3	Reflexpositionen für die RSM-Messungen an den Proben der Serie U1.	40
4	Fitparameter für die XRR-Messungen der Probenserie U1. . . . .	43
5	Fitparameter für die XRR-Messungen der Probenserie U2. . . . .	46
6	Reflexpositionen für die RSM-Messungen an den Proben der Serie U2.	47
7	Reflexpositionen für die RSM-Messungen an den Proben der Serie C1.	52
8	Fitparameter für die XRR-Messungen der Probenserie C1. . . . .	55
9	Reflexpositionen für die RSM-Messungen an den Proben der Serie C2.	58
10	Fitparameter für die XRR-Messungen der Probenserie C2. . . . .	61
11	Fitparameter für die XRR-Messungen an den Proben H387c <sub>7,c,u</sub> . . .	64
12	Reflexpositionen für die RSM-Messungen an den (111)-Proben. . . . .	68
13	Fitparameter für die XRR-Messungen der (111)-Proben. . . . .	70



## Danksagung

Zunächst gilt mein besonderer Dank PD Dr. Christian Kumpf für die umfassende und stetige Betreuung der Arbeit, sowohl während der Synchrotronmesszeiten in Hamburg, als auch für die vielen hilfreichen Diskussionen zur Interpretation der Daten.

Herrn Prof. Dr. E. Umbach danke ich für die Überlassung des Themas und für die Möglichkeit, in seinem Fachgebiet arbeiten zu können. Außerdem möchte ich ihm für die Anschaffung der Kaffeemaschine danken, die mittlerweile über 50000 Tassen Kaffee zubereitet und mir so immer einen schönen Morgen bereitet hat.

Besonderer Dank gilt der ganzen Arbeitsgruppe Reibach (Abkürzung für AG Reinert/Umbach) für das entspannte Arbeitsklima; meinem Zimmerkollegen Christoph Stadler für die Beantwortung so mancher (zu einfacher) Frage.

Auch möchte ich mich bei unserer Sekretärin Liselotte Reichert für die Hilfe bei Diskussionen mit der Reisekostenstelle, formal-organisatorischen Problemen und so mancher aufmunternder Unterhaltung bedanken.

Den Mitarbeitern des Physikalischen Instituts, der Elektronik-Werkstatt und der Mechanik-Werkstatt danke ich für die technische Unterstützung.

Bei den Probenwachsern Florian Lochner (NiMnSb), Dr. Peter Bach (NiMnSb), Dr. Andreas Benkert (ZnCrSe), Dr. Taras Slobodskyy (ZnBeSe), Dr. Suddhasatta Mahapatra (ZnMnSe), Christoph Brüne (HgTe) und deren Betreuern Prof. Dr. Hartmut Buhmann, PD Dr. Georg Schmitt, Dr. Claus Schumacher, Prof. Dr. Karl Brunner und Prof. Dr. Laurens Molenkamp, sowie all den weiteren Personen, die zum Betrieb der MBE-Anlage beitragen, Petra Wolf-Müller, Anita Gebhardt, Volkmar Hock und Alfred Schönteich, möchte ich mich für die immense Zahl an Proben (etwa 80 Stück!) und die vielen Diskussionen zur Weiterführung der einzelnen Projekte bedanken.

Weiterhin möchte ich all jenen danken, die während der insgesamt 18 Messzeiten am Synchrotron in Hamburg mitgewirkt haben (davon 12 während der Promotion), ohne euch wäre der meist reibungslose Messablauf in zahlreichen Tag- und Nachtschichten nicht so erfolgreich und schön gewesen. Danke an Franziska Niederdraenk, Isabella Gierz, Arne Riecke, Pavel Luczak, Knud Seufert, Dr. Timo Schallenberg (ehem. EPIII), Dr. Andriy Zolotaryov (Universität Hamburg), Dr. Michael Siebert

(Universität Bremen, XSW an Beamline BW1) und PD Dr. Thomas Schmidt (Universität Bremen, XSW an Beamline BW1) für die Unterstützung während der Synchrotronmesszeiten.

Mein Dank gilt außerdem auch den HASYLAB-Mitarbeitern Wolfgang Drube, Horst Schulte-Schrepping und Dmitri Novikov für die technische Unterstützung (Beamlineoptik) während der Messzeiten sowie Prof. Martin M. Nielsen (Universität Kopenhagen) und Dr. Oliver Bunk (Swiss Light Source) für die „online-Rekalibrierung“ des Diffraktometers nach so mancher technischer Störung und den vielen hilfreichen Makros, die das Messerlebnis um einiges erleichterten.

Dr. Andreas Stierle möchte ich für die Möglichkeit seine Software Fewlay zur Simulation der Reflektivitätsdaten und die vielen hilfreichen Denkanstöße während der Datenanalyse danken.

Mein Dank gilt auch meinem bereits verstorbenen Physiklehrer Ernst Hellwig, der mir die Begeisterung für die Physik vermitteln konnte und mich letztlich zu diesem Studium ermutigt hat. Die quantenmechanische Beschreibung des H-Atoms in 90 Minuten Schulunterricht hat mich damals sehr beeindruckt.

Desweiteren möchte ich all meinen Freunden aus dem Peter-Schneider-Studentenwohnheim für die vielen feucht-fröhlichen Abende im Barraum, am Hofschoppenfest und „down under“ in Gerbrunn danken.

Meinen ehemaligen Studienkollegen Tobias Wichmann, Daniela Weiskopf und Steffi Stübner danke ich für die vielen hilfreichen Stunden in denen wir Übungsblätter bearbeitet und uns auf so manche Klausur vorbereitet haben. Gemeinsam lernen macht einfach viel mehr Spaß.

Den Rollenspielfreunden von Schwertkunst & Bierdunst danke ich für die vielen schönen Abenteuer, sowohl am Spieltisch als auch bei den Heidschnucken.

Meinem Bruder Rainer und Gabi danke ich für ihre moralische Unterstützung während dem Studium und der Promotion.

Meiner Svea danke ich für den ständigen Antrieb immer weiter an der Arbeit zu schreiben und das Verständnis dafür, dass ich dann auch bis spät in die Nacht am Computer saß.

Zuletzt gilt mein besonderer Dank meinen Eltern und Großeltern für die Ermöglichung des Studiums und die andauernde Unterstützung.



# Erklärung

Hiermit erkläre ich an Eides statt, dass ich die Dissertation zu „Röntgenstrukturuntersuchungen an spintronischen Halbleiter- und Halbmetall-Dünnschichtsystemen“ selbstständig angefertigt und keine als die von mir angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe.

Ich erkläre außerdem, dass diese Dissertation weder in gleicher oder anderer Form bereits in einem anderen Prüfungsverfahren vorgelegen hat.

Ich habe früher außer den mit dem Zulassungsgesuch urkundlich vorgelegten Graden keine weiteren akademischen Grade erworben oder zu erwerben versucht.

Neudenau, den

---

*Andreas Stahl*