

**Abschlussbericht**

KMU-Innovativ  
Photonik und Quantentechnologien

Verbundname: Quantenemitter Infrarot Leuchtioden zur Gasetektion

Akronym: QuirLED



Teilvorhaben: Infrarot LEDs zum Einsatz in Kohlenmonoxidsensoren

ZE: GfG Gesellschaft für Gerätebau mbH	Förderkennzeichen: 13N15477
Vorhabenbezeichnung: KMU-Innovativ: Quantenemitter Infrarot Leuchtdioden zur Gasdetektion (QuirLED) Teilvorhaben: Infrarot LEDs zum Einsatz in Kohlenmonoxidsensoren	
Laufzeit des Vorhabens: 01.02.2021 – 31.01.2025	
Berichtszeitraum: 01.02.2021 – 31.01.2025	

## Inhalt

1	Kurzbericht .....	1
1.1	Projektüberblick .....	1
1.2	Reinigung und Inbetriebnahme der MBE .....	1
1.3	Zusammenarbeit .....	1
1.4	Herstellung und Charakterisierung der Proben .....	2
1.5	Demonstrator .....	2
1.6	Verwertung und Ausblick .....	2
2	Eingehende Darstellung .....	3
2.1	Aufgabenstellung und Projektplanung .....	3
2.1.1	Aufgabenstellung .....	3
2.1.2	Voraussetzungen .....	3
2.1.3	Planung und Ablauf des Vorhabens .....	4
2.1.4	Stand der Wissenschaft und Technik .....	4
2.1.5	Zusammenarbeit .....	5
2.2	Wichtige wissenschaftlich-technische Ergebnisse und andere wesentliche Ereignisse .....	6
2.2.1	Inbetriebnahme der MBE .....	6
2.2.2	Ermittlung der Wachstumsparameter .....	9
2.2.3	MID-IR-Proben .....	12
2.2.4	Demonstrator .....	15
2.2.5	Erweiterung des Fourier Transform Infrarot Spektrometers .....	17
2.3	Voraussichtlicher Nutzen .....	17
2.4	Bekannt gewordener Fortschritt auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen .	18
2.5	Veröffentlichungen der Ergebnisse .....	18

## **1 Kurzbericht**

### **1.1 Projektüberblick**

Im Rahmen des BMBF geförderten Projekts „QuirLED“ forschte die Gesellschaft für Gerätebau mbH (GfG) gemeinsam mit der Ruhr-Universität Bochum und dem assoziierten Partner Minimax Viking GmbH an neuartigen Infrarot-Leuchtdioden für den künftigen Einsatz in Brandmeldern und Gassenoren. Das Ziel war eine LED-Technologie, die eine schmalbandige, temperaturstabile Emission im mittleren Infrarotbereich (MIR) bei 4,7  $\mu\text{m}$  ermöglicht – exakt im Absorptionsbereich von CO.

Zentrales Element des Projekts war die Nutzung von III-V-Verbindungshalbleitern auf Basis von Arseniden und Antimoniden. Diese Materialien ermöglichen durch ihre variablen Bandlücken eine gezielte Emission im MIR-Bereich. Die Herstellung der LEDs erfolgte mittels Molekularstrahlepitaxie (MBE), einem hochpräzisen Verfahren zur Abscheidung ultradünner Halbleiterschichten.

Marktrecherchen zeigten, dass bisher verfügbare IR-LEDs weder hinsichtlich Emissionswellenlänge noch Temperaturstabilität für die selektive CO-Detektion geeignet sind. Eine schmalbandige IR-Emission bei gleichzeitig hoher Intensität und anwendungstauglichen Betriebsparametern ist aktuell kommerziell nicht verfügbar. Das Projekt adressierte somit eine wesentliche technologische Lücke im Bereich der Gasmessung und knüpfte an die bestehende Technologie an.

### **1.2 Reinigung und Inbetriebnahme der MBE**

Die Herstellung der Proben erfolgte mittels Molekularstrahlepitaxie (MBE). Da die vorhandene Anlage zuvor für die Abscheidung von II-VI-Halbleitern konfiguriert war, musste sie zunächst umfassend gereinigt und teilweise mit neuen Komponenten ausgestattet werden. Hierzu wurden nahezu alle Anlagenteile demontiert, gereinigt und wieder montiert. Kritische Komponenten, die im Betrieb hohe Temperaturen erreichen, wurden zusätzlich unter Hochvakuum ausgeglüht. Die gesamte MBE wurde mehrfach bis auf 200 °C ausgeheizt, um verbliebene Kontaminationen möglichst vollständig zu entfernen.

Im Rahmen des Projekts wurden insbesondere die Effusionszellen sowie die für die MBE-Prozesse erforderlichen hochreinen Ausgangsmaterialien neu beschafft. Die Effusionszellen wurden dabei spezifisch auf die Anforderungen der Anlage und die Projektziele abgestimmt.

Nach Abschluss der Reinigungs- und Umrüstmaßnahmen erfolgte die Inbetriebnahme der Anlage. In mehreren Testläufen wurden die optimalen Betriebsparameter ermittelt. Durch die präzise Kontrolle der Prozessbedingungen konnte eine hohe Qualität der abgeschiedenen Halbleiterschichten erzielt werden.

### **1.3 Zusammenarbeit**

Der Aufbau und die Anpassung der MBE-Anlage sowie der Umbau des FTIR-Spektrometers erfolgten in enger Abstimmung zwischen der Ruhr-Universität Bochum (RUB) und der GfG. Während die GfG die Herstellung der Proben mittels MBE verantwortete, wurden Simulation, Charakterisierung sowie die Entwicklung und Durchführung der lithografischen Nachbearbeitung (Lithographie, Ätzen, Kontaktierung) in enger Zusammenarbeit mit der RUB realisiert. Diese interdisziplinäre und komplementäre Kooperation war entscheidend für den erfolgreichen Projektverlauf.

## 1.4 Herstellung und Charakterisierung der Proben

Zur Ermittlung geeigneter Prozessparameter wurde zunächst mit der Herstellung von Galliumarsenid-(GaAs-)basierten Proben begonnen. Im Anschluss daran wurde der Wechsel zu Galliumantimonid (GaSb) vorgenommen, um damit LEDs mit Emission im mittleren Infrarotbereich (MIR) zu ermöglichen.

Die Charakterisierung der Proben erfolgte an der Ruhr-Universität Bochum mittels Rasterkraftmikroskopie (AFM), Hall-Effekt-, Photolumineszenz- (PL) und Elektrolumineszenz-Messungen (EL). Die GaAs-Proben zeigten sehr gute Ergebnisse, insbesondere eine hohe Elektronenbeweglichkeit in HEMT-Strukturen sowie eine starke Lichtemission aus Quantentöpfen, was auf eine hohe Materialqualität und die erfolgreiche Umrüstung der MBE-Anlage hinwies.

Für das Materialsystem GaSb lagen zum Projektbeginn weniger Erfahrungswerte und Literaturdaten vor. Anhand systematischer Testserien wurden im weiteren Verlauf des Projektes geeignete Prozessbedingungen erarbeitet. Die somit hergestellten Proben wiesen glatte, defektarme Oberflächen auf und zeigten bereits gute Emissionen im nahen Infrarotbereich.

Für die Charakterisierung der MIR-Emission wurde ein vorhandenes Fourier-Transform-Infrarot-Spektrometer (FTIR) erweitert, um damit PL- und EL-Messungen durchführen zu können. Durch Optimierungen wie verbesserte Lichteinkopplung, den Einsatz eines Lock-In-Verstärkers sowie weitere Anpassungen konnte die Nachweisempfindlichkeit um mehrere Größenordnungen gesteigert – und damit eine zuverlässige Bewertung der Proben ermöglicht werden.

Die angestrebten MIR-Emitter basieren auf Typ-II W-Quantentopfstrukturen, bestehend aus abwechselnden InGaSb- und InAs-Schichten. Die Emissionswellenlänge lässt sich dabei präzise über die Schichtdicken einstellen. Strukturen mit Emissionen von 3,3  $\mu\text{m}$  bis 4,7  $\mu\text{m}$  wurden zunächst simuliert, anschließend an der MBE hergestellt und mittels FTIR und AFM charakterisiert. Die Ergebnisse zeigten eine hohe Emissionseffizienz und Stabilität – zentrale Voraussetzungen für den späteren Einsatz in CO-Detektoren.

## 1.5 Demonstrator

Der bei der GfG für die Messung von CO<sub>2</sub> aufgebaute Demonstrator basiert auf dem Prinzip der Infrarot Absorptionsmessung und verfügt als Kompensation für Schwankungen der LED-Intensität über einen Referenzkanal bei einer zweiten Wellenlänge. Der Messbereich liegt zwischen 0 und 6000ppm, wobei das Messignal um +/-5,5ppm schwankt. Die Temperaturabhängigkeit liegt durch die Verwendung des Referenzkanals bei 2% pro 10°C. Die T90-Zeit beträgt 30s, womit die Meilensteinziele erfüllt worden sind.

## 1.6 Verwertung und Ausblick

Die im Projekt entwickelte Technologie ist skalierbar und für die industrielle Serienfertigung geeignet. Neben CO könnten künftig auch andere Gase wie Kältemittel detektiert werden. Die Ergebnisse wurden auf mehreren Konferenzen vorgestellt und bilden die Grundlage für weiterführende Entwicklungen im Bereich der optischen Gassensoren.

## 2 Eingehende Darstellung

### 2.1 Aufgabenstellung und Projektplanung

#### 2.1.1 Aufgabenstellung

Ziel des Vorhabens war die Erforschung neuartiger Halbleiter-Schichtstrukturen zur Herstellung leistungsfähiger Leuchtdioden (LEDs) im mittleren Infrarotbereich (MIR). Diese LEDs sollen künftig zur Detektion von Kohlenmonoxid (CO) über dessen charakteristische Infrarot-Absorption eingesetzt werden – sowohl in kostengünstigen Massenprodukten wie Brandmeldern als auch in industriellen Gaswarngeräten.

Als besonders vielversprechend erwies sich das Materialsystem der III-V-Verbindungshalbleiter auf Basis von Arseniden und Antimoniden in Verbindung mit Aluminium, Gallium und Indium. Obwohl dieses System bislang vergleichsweise wenig erforscht ist, gelten zentrale technologische Hürden für den Einsatz als MIR-Emitter bei Raumtemperatur mittlerweile als überwunden.

Dank der breiten Bandlückenvariation – von engen Bandlücken bei InSb und InAs bis hin zu größeren bei GaSb und GaAs – eignet sich das Materialsystem hervorragend für die Emission im mittleren Infrarotbereich und damit für die selektive CO-Gasdetektion. Die zentrale Herausforderung bestand in der Erforschung geeigneter Schichtstrukturen, die sowohl hohe Empfindlichkeit bei niedrigen CO-Konzentrationen als auch Robustheit im praktischen Einsatz ermöglichen.

Für die Herstellung der LEDs kam die Molekularstrahlepitaxie (MBE) zum Einsatz. Diese Technologie ermöglicht eine exakte Kontrolle der Materialzusammensetzung und Dicke sehr dünner Schichten bis auf atomare Skalen sowie die Erzeugung hochreiner Quantenfilme. Dadurch können die optoelektronischen Eigenschaften der LEDs gezielt eingestellt und eine hohe Effizienz erreicht werden.

Der Schwerpunkt lag auf der Realisierung von LEDs mit hoher Gesamteffizienz, schneller Ansprechzeit, spektral schmaler Emission sowie einer temperaturstabilen Wellenlänge. Zudem wurden die Bauelemente auf typische Betriebsspannungen in Gassensoren abgestimmt.

Im Projektverlauf wurden Schichtstrukturen zunächst simuliert, anschließend mittels MBE abgeschieden und in Folge mikroskopisch, optisch sowie elektrisch charakterisiert. Nach mehreren Optimierungszyklen und Parameterstudien konnten so gute Ergebnisse erzielt werden. Im weiteren Verlauf sollte die Prozessierung der Halbleiter zu elektrisch kontaktierten LEDs erarbeitet werden.

Zur Validierung des Messprinzips wurden schließlich MIR-LEDs in Demonstratoren für CO-Detektionssysteme integriert. Die Anforderungen an diese Demonstratoren orientierten sich vorrangig an den Spezifikationen für den Einsatz in Brandmeldesystemen.

#### 2.1.2 Voraussetzungen

Die Arbeiten im Rahmen des Teilvorhabens wurden am Hauptsitz der GfG mbH in Dortmund von der dort ansässigen Entwicklungsabteilung durchgeführt. Ein interdisziplinäres Team aus Wissenschaftlern, Ingenieuren und Technikern mit umfangreicher Erfahrung und entsprechender technischer Ausstattung war für die Umsetzung verantwortlich.

Für die Erforschung und Herstellung der LED-Schichtstrukturen wurde ein speziell auf die Anforderungen des Vorhabens ausgelegtes Labor eingerichtet. Dieses wurde gemeinschaftlich von den Projektpartnern genutzt. Zu Beginn des Projekts war das MBE-Labor mit den notwendigen Ressourcen hinsichtlich Stromversorgung, Kühlwasser und flüssigen Stickstoff ausgestattet. Die Kammern der Molekularstrahlepitaxieanlage (MBE) standen bereits unter Vakuum.

Zur Umsetzung der materialtechnologischen Anforderungen wurde die MBE-Anlage durch zusätzliche Vakuumpumpen, in-situ-Analysegeräte und angepasste Vakuumkomponenten erweitert. Zudem kamen speziell angepasste Produktions-Effusionszellen für die homogene Beschichtung von bis zu 4" großen Wafern zum Einsatz, die mit hochreinen Materialien befüllt und in Betrieb genommen wurden.

### **2.1.3 Planung und Ablauf des Vorhabens**

Das Gesamtvorhaben gliederte sich in sechs Arbeitspakete und verlief in aufeinander aufbauenden Phasen, eingeleitet durch eine Konzept- und Spezifikationsphase.

In der Anfangsphase lag der Fokus auf dem Aufbau, der Komplettierung und der Optimierung der MBE-Anlage. Ziel war es, die technischen Voraussetzungen für das Wachstum der LED-Schichtstrukturen zu schaffen. Dazu wurde zunächst die MBE komplettiert, anschließend erfolgte eine Validierung der MBE-Anlage mittels Kalibrierproben. Auf dieser Basis konnten im Folgenden mit weiteren Proben geeignete Parameter für die bevorstehenden Arsenid- und Antimonid-Schichtsysteme erarbeitet werden.

In der darauffolgenden Phase wurde die LED-Technologie systematisch erforscht und weiterentwickelt – beginnend mit einfachen Pufferschichten über Typ-I-Quantenfilme bis hin zu Typ-II- und kaskadierten LED-Schichten. Parallel wurde die optische und elektrische Charakterisierung der hergestellten Bauelemente aufgebaut und kontinuierlich verbessert.

Der zentrale Meilenstein war die Überprüfung des technologischen Konzepts anhand eines funktionalen Demonstrators unter Laborbedingungen.

### **2.1.4 Stand der Wissenschaft und Technik**

Das Ziel des Vorhabens besteht in der Entwicklung von QuirLEDs (Quantenemitter Infrarot LEDs) mit einer an die Messaufgabe angepassten Emissionswellenlänge von 4,7  $\mu\text{m}$ . Die LEDs sollen insbesondere zur Detektion von Kohlenmonoxid (CO) eingesetzt werden und dabei auch unter praxisnahen Bedingungen – insbesondere bei Raumtemperatur bis etwa 55 °C – ohne aufwendige Kühlung zuverlässig funktionieren.

#### **Anforderungen an die Emissionscharakteristik**

Für eine präzise CO-Messung bei geringen Konzentrationen ist eine schmalbandige Emission essenziell. Im Vergleich zu handelsüblichen MIR-LEDs, deren spektrale Emission oft sehr breitbandig ist, soll die Emissionsbandbreite der QuirLEDs auf etwa 250 nm reduziert werden – etwa ein Viertel marktüblicher Werte. Dies verringert Querempfindlichkeiten gegenüber anderen Gasen deutlich und verbessert das Signal-Rausch-Verhältnis.

#### **Temperaturstabilität und optische Effizienz**

Da die Bandlücke von Halbleitern temperaturabhängig ist, verändert sich die Emissionswellenlänge mit der Betriebstemperatur (Temperaturdrift). Dies kann zu einer Verschiebung der Wellenlänge aus dem optimalen Messbereich und zu Intensitätsverlusten führen. Um diese Effekte zu minimieren, kommen speziell angepasste Distributed-Bragg-Reflektoren (DBR) zum Einsatz. Diese sollen sowohl die spektrale Stabilität als auch die Emissionsbreite verbessern. Zusätzlich wird die emittierte Leistung im gewünschten Bereich dadurch erhöht.

Zudem werden verschiedene Quantenfilm-Schichtstrukturen und Halbleiterübergänge untersucht, um eine hohe Effizienz und schnelle Ansprechzeiten zu erzielen – entscheidende Merkmale für den Nachweis des schwach absorbierenden CO-Gases.

#### **Integration in Gassensorsysteme**

Die elektrischen Eigenschaften der LED werden auf die typischen Betriebsparameter von Gassensorsystemen abgestimmt, um eine einfache Integration in bestehende Geräte zu ermöglichen. Das angestrebte Design vereint alle relevanten Anforderungen in einer Technologieplattform – schmalbandige Emission, Temperaturstabilität, hohe Effizienz und kurze Ansprechzeit.

#### **Technologischer Anspruch**

Im Rahmen des Vorhabens wird eine neuartige LED-Technologie erforscht, mit der sich gezielt LEDs mit definierter Emissionswellenlänge herstellen lassen. Ziel ist die Überführung in einen industriell nutzbaren Fertigungsprozess zur wirtschaftlichen Herstellung großer Stückzahlen bei gleichzeitig hoher Reproduzierbarkeit.

Die angestrebten Eigenschaften der QuirLEDs übertreffen den aktuellen Stand der Technik marktverfügbarer MIR-LEDs deutlich und eröffnen neue Anwendungsfelder in der CO-Sensorik.

### **2.1.5 Zusammenarbeit**

Im Projekt QuirLED haben sich die Gesellschaft für Gerätebau mbH und die Ruhr-Universität Bochum zusammengeschlossen, um Infrarot-LEDs in dem Wellenlängenbereich, in dem das sehr häufig auftretende, sehr giftige Gas Kohlenmonoxid detektiert werden kann, zu erforschen. Beispielhaft sollen damit Sensoren zur Brandgasdetektion realisiert und vom assoziierten Partner Minimax erprobt werden.

Der Aufbau und die Anpassung der MBE-Anlage sowie der Umbau des FTIR-Spektrometers zur IR-optischen Charakterisierung der LED-Proben erfolgten in enger Abstimmung zwischen der Ruhr-Universität Bochum (RUB) und der GfG. Während die GfG die Herstellung der Proben mittels MBE verantwortete, wurden Simulation, Charakterisierung sowie die Entwicklung und Durchführung der lithografischen Nachbearbeitung (Lithographie, Ätzen, Kontaktierung) in enger Zusammenarbeit mit der RUB realisiert. Diese interdisziplinäre und komplementäre Kooperation war entscheidend für den erfolgreichen Projektverlauf.

## 2.2 Wichtige wissenschaftlich-technische Ergebnisse und andere wesentliche Ereignisse

Die Herstellung der Halbleiter mittels Molekularstrahlepitaxie erfolgt bei der Gesellschaft für Gerätebau in Dortmund, während die Charakterisierung und Prozessierung am Lehrstuhl für Angewandte Festkörperphysik an der Ruhr-Universität Bochum durchgeführt wird. Die Arbeiten der GfG lassen sich in vier Teilaufgaben unterteilen:

- 1) Inbetriebnahme der Molekularstrahlepitaxieanlage (MBE): Da die Anlage zuvor für II-VI-Halbleiter verwendet wurde, musste diese gereinigt und umgerüstet werden.
- 2) Ermittlung der Parameter für die Herstellung qualitativ guter Halbleiter
- 3) Herstellung und Optimierung der MIR-Emitter
- 4) Aufbau eines Demonstrators

Im Nachfolgenden sind auch die Notwendigkeit und Angemessenheit der durchgeführten Projektarbeiten sowie die wichtigsten Positionen des Zahlenmäßigen Nachweises dokumentiert.

### 2.2.1 Inbetriebnahme der MBE

Halbleiter sind sehr anfällig gegenüber Verunreinigungen. Bereits sehr geringe Mengen stören das halbleitende Verhalten und die optischen Eigenschaften. Deswegen sind sehr saubere Kammern und ein sehr gutes Vakuum und notwendig. Die MBE der GfG wurde zuvor für die Herstellung von II-VI-Halbleitern verwendet, die für die im Projekt notwendigen III-V-Halbleiter Verunreinigungen darstellen. Deswegen mussten alle Komponenten der MBE demontiert, in Einzelteile zerlegt gereinigt und anschließend wieder montiert werden. Einige kritische Komponenten wie Effusionszellen und Pumpen wurden durch neue Komponenten ersetzt. Ein solcher Wechsel des Materialsystems wurde nach unserem Wissen bisher von keiner anderen Firma durchgeführt.

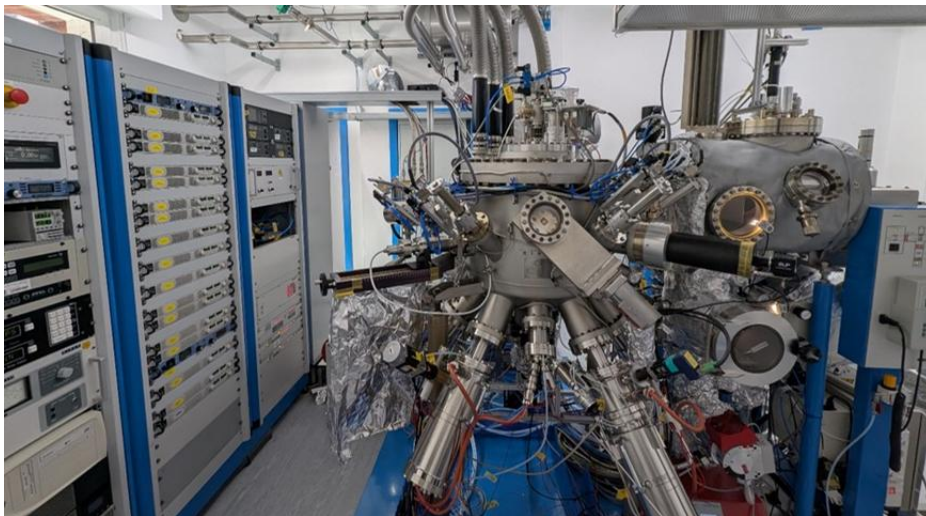


Abb. 1: Betriebsbereite Molekularstrahlepitaxieanlage der Gesellschaft für Gerätebau.

### Reinigung der Kammern

Für die Reinigung der Kammern und der Komponenten kommen grundsätzlich drei Verfahren in Frage:

- 1) Mechanische Reinigung
- 2) Chemische Reinigung
- 3) Ausglühen oder Ausheizen der Komponenten und Kammern

Die großflächigen Kontaminationen mit Quecksilber, Cadmium und Tellur wurden von einer Fachfirma entfernt. An einigen Stellen (siehe Abb. 3) musste hier erheblich nachgearbeitet werden, da noch deutliche Rückstände sichtbar waren. Die Kammern wurden während der Reinigung mehrfach bei bis zu 200°C ausgeheizt, damit verbliebende Rückstände verdampfen und abgepumpt werden konnten.

Neben der eigentlichen Reinigung mussten auch einige Reparaturen durchgeführt werden. An der Wachstumskammer wurden Leckagen an allen sieben Dichtungen des Hauptflansches (1x 600mm COF, 1x CF250, 5x CF40) und an einigen Gate-Ventilen festgestellt. Die Oberfläche wurde – vermutlich durch die vorherige chemische Reinigung – stark angegriffen (siehe Abb. 2), so dass keine UHV-Dichtigkeit erreicht werden konnte. Die Fehler konnten jedoch händisch mit Werkzeugen beseitigt werden, die in der Werkstatt Ruhr-Universität angefertigt wurden.

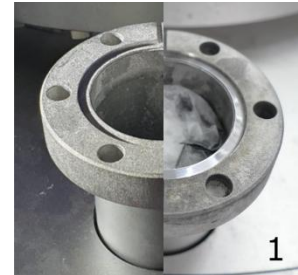


Abb. 2: Dichtflächen vor und nach der Reparatur.

### Reinigung von Komponenten

Neben den eigentlichen Kammern wurde praktisch jede Komponente zerlegt und gereinigt. Die Reinigung erfolgte mechanisch und chemisch. Insbesondere Teile aus Molybdän und Tantal, welche im Betrieb hohe Temperaturen ausgesetzt sind, wurden zusätzlich unter Vakuum ausgeglüht, um jegliche Verunreinigungen für das neue Materialsystem auszuschließen.

Beschädigte Teile wurden entweder neu beschafft oder in Zusammenarbeit mit der Feinmechanik-Werkstatt der Physik der Ruhr-Universität nachgefertigt. So wurden zum Beispiel alle Kugellager der Linearshutter getauscht und die Shutterbleche und Shutterstäbe ersetzt, die Trennbleche aus Molybdän ersetzt und dafür passend eine ultrahochvakuum-geeignete Halterung gefertigt. Außerdem wurde die Elektronenkanone für RHEED-Messungen und eine Kryopumpe wiederaufbereitet. Während des Wachstums werden die Wafer von sogenannten Platen aus Molybdän gehalten, die ebenfalls neu gefertigt und gereinigt wurden.

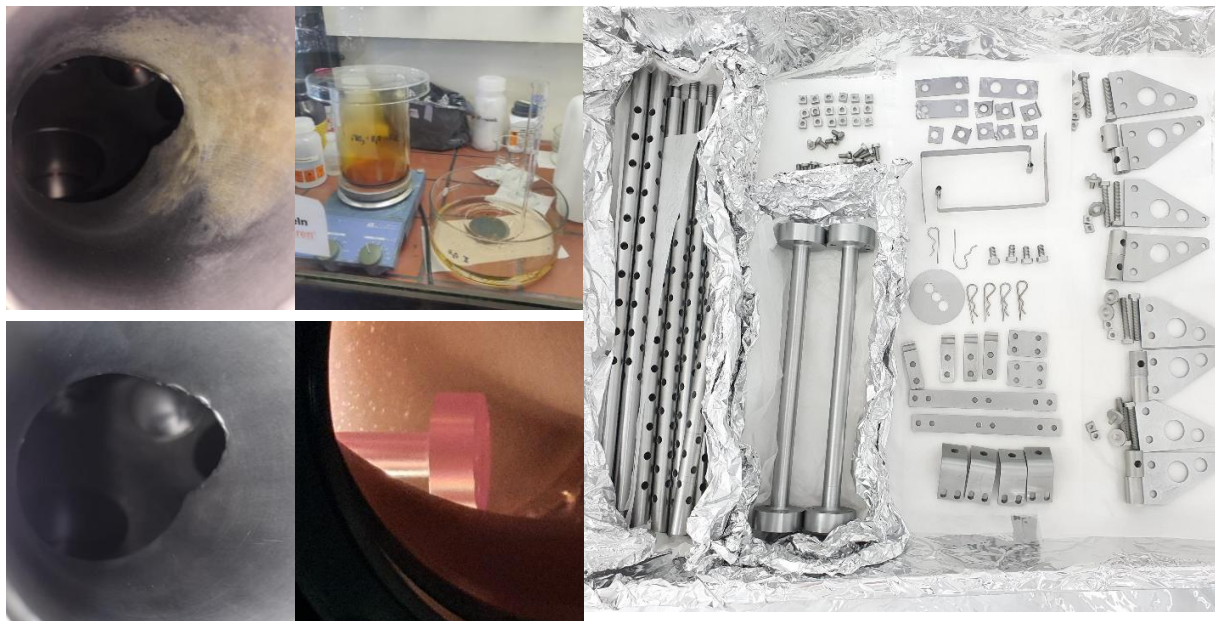


Abb. 3: Reinigung von Teilen der MBE (Ausschnitt). Links oben: Verunreinigungen an einem Shutterport der Wachstumskammer. Links unten: Derselbe Port nach der Reinigung. Mitte oben: Nasschemisches Ätzen von Molybdän- und Tantal-Ofenteilen. Mitte unten: Ausglühen eines Molybdänteils unter Vakuum. Rechts: Ein Ausschnitt der so nachbearbeiteten MBE-Ofenteile.

## Neu angeschaffte Komponenten

Im Projektvorhaben QuirLED geht es um das Wachstum von IR-optischen Interband-Kaskaden-LEDs (ICLED) in Kombination mit Distributed-Bragg-Reflektoren (DBR). Die Schichtstrukturen basieren auf dem (Al, Ga, In)(As, Sb) Materialsystem. Für Indium und Aluminium sind je zwei identische Zellen vorhanden. Um die verschiedenen Schichten p- oder n-artig zu dotieren sind Effusionszellen für Silizium (Si), Kohlenstoff (C) und Galliumtellurid (GaTe) verbaut. Somit ergeben sich 10 Zellen (siehe Abb. 4), die in Zusammenarbeit mit Dr. Eberl MBE-Komponenten auf unsere Anforderungen optimiert wurden.

Aufgrund der geplanten Struktur mit mehreren Mikrometern Schichtdicke, wurde das Füllvolumen der Zellen maximiert. Deswegen wurden für Gallium und Indium zylindrische Tiegel anstelle von konischen Tiegel verwendet, eine sehr große Antimon-Zelle beschafft und zwei Aluminiumzellen verbaut. Weil einige Strukturen stark unterschiedliche Wachstumsraten benötigen, sind zwei Indiumzellen vorhanden.

Passend zu den Zellen wurden hochreine Materialien angeschafft.

Zur Messung der Molekularflüsse wurde außerdem eine Flussmessröhre angeschafft. Um die Temperatur während des Wachstums zu messen, wurden für das vorhandene Laytec EpiTT neue heizbare Fenster und Shutter verbaut. Ein Massenspektrometer von Hiden Analytical wurde eingebaut, um die Kontaminationen in der Hauptkammer zu quantifizieren.

## Weitere Modifikationen

Während des Betriebs der MBE wurden stetig Modifikationen vorgenommen, die die Ausfallsicherheit erhöhen oder die Funktion der Anlage verbessern. Die folgenden zwei Modifikationen waren dabei für das Probenwachstum besonders wichtig:

- Modifikation einer Spiegelreflexkamera (Canon EOS 350D), um die Temperaturverteilung auf dem Wafer zu messen. Die Kamera arbeitet dabei als räumlich hochauflösendes Pyrometer. Die Auswertungen der Bilder (s. Abb. 5) haben eine Temperaturdifferenz von 20 K zwischen der Mitte des Wafers und dessen Ecken ergeben. Temperaturdifferenzen dieser Höhe haben erheblichen Einfluss auf das Probenwachstum. Für Forschungsproben können diese Temperaturunterschiede für die Optimierung von Parametern verwendet werden. In der späteren Produktion müssen sie durch Anpassung des sogenannten Washers korrigiert werden.
- Die RHEED-Gun wurde von dem magnetischen Feld des Motors der Kryopumpe und deren Vibrationen gestört. Durch die Abschirmung des Feldes mit  $\mu$ -Metall wird der Effekt vollständig unterdrückt. Zusätzlich wird der Heliumkompressor der Kryopumpe mittels Frequenzumwandler mit 60 Hz statt mit 50 Hz betrieben, was die mechanischen Vibrationen deutlich reduziert und die Bestimmung der Wachstumsraten mittels RHEED-Messungen vereinfacht hat.

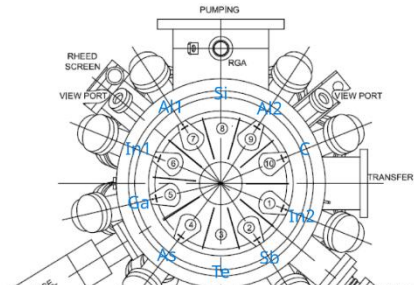


Abb. 4: Skizze der MBE-Wachstumskammer mit Effusionszellen.

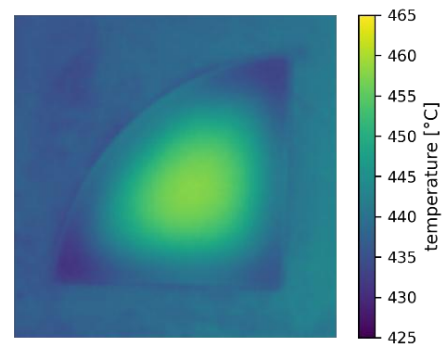


Abb. 5: Temperaturverteilung der Probe in der MBE bei 680°C.

## Status der MBE

Nach dem Aufschmelzen der Zellmaterialien wurde die Anlage bis zum Projektende nicht mehr geöffnet. Die Drücke der Haupt- und Bufferkammer liegen im Bereich von  $3 \cdot 10^{-10}$  Torr. Bestehende Probleme erfordern keine sofortige Öffnung der Anlage. Abb. 6 zeigt die Wachstumskammer der MBE. Oben ist die Halterung für Wafer, unten sind die Zellen kreisförmig angeordnet. Die Massenspektren in Abb. 7 zeigen den Erfolg der Reinigung. Zu Beginn sind sehr viele Verunreinigungen, insbesondere Kohlenwasserstoffe und Quecksilber zu sehen. Das aktuelle Spektrum zeigt oberhalb von 50 amu praktisch keine Verunreinigungen.



Abb. 6: Blick in die Wachstumskammer der MBE.

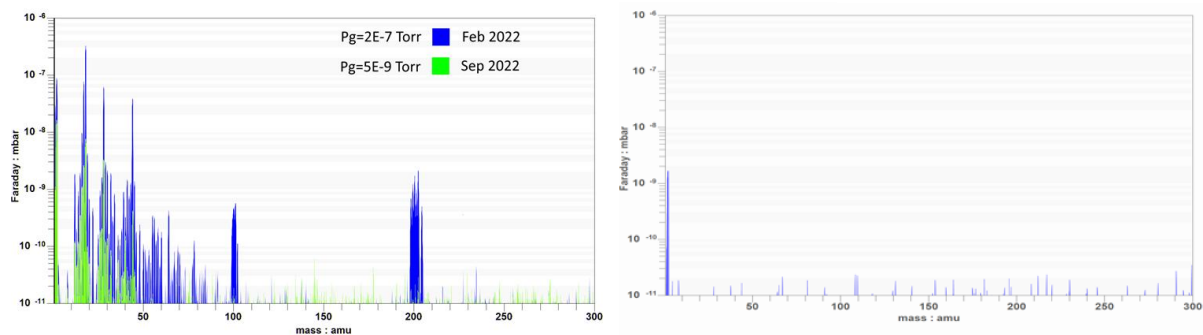


Abb. 7: Massenspektrum der MBE Wachstumskammer. Links: (blaue Linie) zeigt noch deutliche Kontaminationen bei den Massen 100 AMU und 200 AMU, welche verschiedenen Quecksilber-Isotopen zuzuordnen sind. Auch im Bereich bis ca. 80 AMU liegen  $H_2O$ ,  $CO_2$ ,  $N_2$  und einige Kohlenwasserstoffe. Es ist deutlich zu sehen, dass beim überlagerten zweiten Spektrum, welches zu einem späteren Zeitpunkt aufgenommen wurde (grüne Linie) solche Restgase durch Abpumpen deutlich reduziert wurden. Rechts: Aktuelles Spektrum, es sind praktisch keine Verunreinigungen zu sehen.

### 2.2.2 Ermittlung der Wachstumsparameter

Im Folgenden werden einige Proben und die wichtigsten Ergebnisse des epitaktischen Schichtwachstums vorgestellt.

#### Kalibrierproben

Weil für die Anlage keine Parameter bekannt sind, mussten zuerst die richtigen Temperaturen und Materialflüsse für jedes einzelne Material ermittelt werden. Zuerst wurde mit dem GaAs-Materialsystem gearbeitet, für das viel Vorwissen und Literatur vorhanden war. Nachdem GaAs basierte Proben eine gute Qualität erreicht hatten, wurde dann auf das deutlich weniger verbreitete GaSb-System gewechselt, das sich für Emittoren im mittleren Infrarot eignet.

#### Glattes Galliumantimonid-Schichtwachstum

Glattes kontrolliertes Schichtwachstum ist die Grundlage für kompliziertere Strukturen. Zunächst mussten geeignete Deoxidationsparameter und Wachstumsbedingungen für Galliumantimonid (GaSb) gefunden werden.

Dem Lehrstuhl für Angewandte Festkörperphysik steht ein eigenes Rasterkraftmikroskop (*atomic force microscope*, AFM) zur Verfügung. Mit diesem Gerät lassen sich die Oberflächen der Halbleiterproben mit Monolagen-Genauigkeit untersuchen. Diese Methode dient zur Charakterisierung der Oberflächen-Topografie und ist sehr nützlich, um etwaige Epitaxie-Defekte und die Qualität des zweidimensionalen Schichtwachstums zu beurteilen. Daher werden standardmäßig alle gewachsenen Proben mit dem AFM untersucht. In Abb. 8 (links) ist ein AFM-Scan einer Probenoberfläche dargestellt. Es sind breite, aneinandergereihte Monolagen-Terrassen zu sehen, welche aus zweidimensionalem Schichtwachstum im *step-flow* Modus hervorgehen. Dabei konnten exzellente Rauigkeiten von nur 125 pm RMS gemessen werden. Ebenso liegt eine geringe Defektdichte vor, wie AFM und optische Mikroskopie zeigen.

Die Probe wurde in einem Photolumineszenz-Spektroskopie-Aufbau abgerastert. Die daraus resultierende PL-map der Probe (s. Abb. 8 (Mitte)) zeigt ein intensives Signal im Bereich der epitaktischen Schichten im Vergleich zum Probenrand, wo lediglich die schwache PL-Emission des Substrates gemessen wird. Ein hohes Signal steht für eine gute Qualität und geringe Defektdichte der hergestellten Schichten. Das abgebildete Spektrum (s. Abb. 8 rechts) zeigt die gemessenen PL-Signale in der Mitte der Probe.

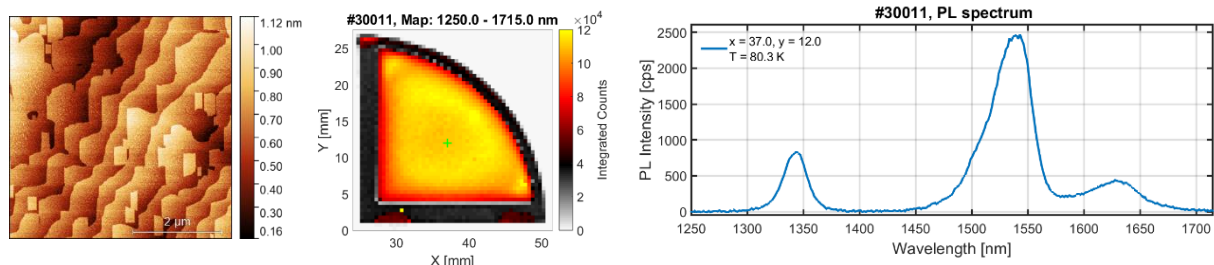


Abb. 8: Links:  $5 \times 5 \mu\text{m}^2$  großer AFM-Scan der Probe #30011. Mitte: PL map der Probe #30011, welche die integrierte PL-Intensität im angegebenen Wellenlängenbereich zeigt. Rechts: PL-Spektrum der Probe #30011 an der markierten Stelle in der PL-Map. Zu sehen ist die PL-Emission des GaSb-Substrats bei ca. 1630 nm, der GaSb Epitaxie-Schichten bei ca. 1540 nm und des GaSb/AlSb Übergitters bei ca. 1345 nm.

### Dotierung in Arseniden und Antimoniden

Für die elektrische Kontaktierung der Proben müssen einige Schichten dotiert werden. Für das verwendete Materialsystem sind die drei Dotierstoffe Silizium (Si), Kohlenstoff (C) und Tellur in Form von Galliumtellurid (GaTe) vorgesehen.

Um die richtige Dotierstoffkonzentration in allen verwendeten Schichten zu erreichen wurden zu jedem Material Kalibrierproben hergestellt, deren Ladungsträgerdichten mittels Hall-Effekt-Messaufbau an der Ruhr-Universität Bochum vermessen wurden. Für die IC-LED-Strukturen kann dabei GaSb mit Tellur n-dotiert und mit Silizium p-dotiert werden, bei den Arseniden wie z.B. in den InAs-Schichten stellt Silizium einen n-Dotierstoff dar. Mit den so gewonnenen Parametern wurden Schichten für den elektrischen Betrieb hergestellt.

### Referenzproben

Es wurden einige Proben hergestellt, die einen Vergleich mit Proben der Ruhr-Universität Bochum und veröffentlichten Ergebnissen anderer Arbeitsgruppen ermöglichen. Mit diesen kann der Zustand der MBE und die Probenqualität quantifiziert werden. Es wurden auf Basis von GaAs eine Multi-Quantentopfprobe und ein HEMT (High-Electron-Mobility-Transistor) gewachsen und anschließend mit nominell identischen Proben des Lehrstuhls für Angewandte Festkörperphysik verglichen.

### Galliumarsenid Multi-Quantentopfprobe

Eine Probe mit fünf Quantentöpfen, bestehend aus Galliumarsenid (GaAs) mit Aluminium-Galliumarsenid ( $\text{Al}_{0.33}\text{Ga}_{0.66}\text{As}$ ) als Barrierenmaterial wurde zur Charakterisierung der Materialqualität hergestellt (Probe #30006).

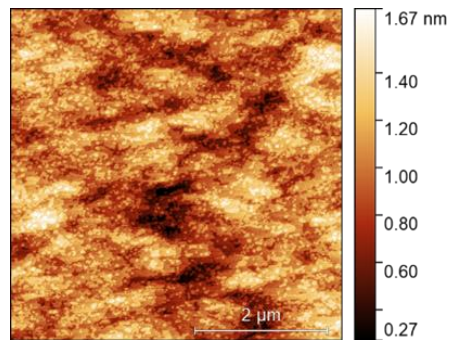
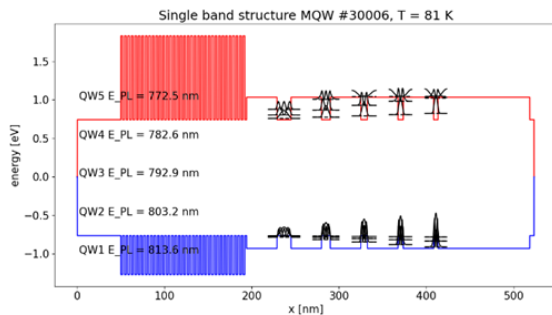


Abb. 9: Simulierte Bandstruktur der Multiquantentopf-Probe. Valenzbandkante (blau), Leitungsbandkante (rot). In schwarz sind jeweils die ersten drei Elektron- und Lochwellenfunktionen dargestellt.

Abb. 10:  $5 \times 5 \mu\text{m}^2$  großer AFM-Scan der Probenoberfläche von #30006.

Anhand der *PL map* in Abb. 11 ist zu erkennen, dass im unteren linken Bereich des Wafers die PL-Intensität am höchsten ist. In Abb. 11 ist das Spektrum (schwarz) an der Stelle dargestellt, die in der *PL map* mit einem grünen Kreuz markiert ist.

Das schwarze Spektrum stammt von der Probe #30006, das Rote von einer Referenzprobe, welche mit den nominell gleichen Schichtdicken gewachsen wurde. Die Referenzprobe stammt aus der MBE-Anlage des Lehrstuhls für Angewandte Festkörperphysik, hat eine gute Materialqualität und dient dort als interner Vergleichsstandard. Wie zu sehen ist, erreicht die Probe #30006 aus der GfG-MBE-Anlage eine ähnliche Peak-PL-Intensität - insb. bei dem nominell 5,0 nm dicken Quantentopf. Zusätzlich sind die berechneten Emissions-Wellenlängen als blaue, vertikale Linien eingezeichnet. Diese wurden mit der Bandstruktur-Simulationssoftware *nextnano* die Photonenwellenlängen aus der Grundzustands-Rekombination berechnet. Dafür wurde die Bandstruktur dieser Probe in 1D simuliert und über die Grundzustands-Rekombination die zu erwartende Photonenwellenlänge bestimmt (s. Abb. 9). Es ist zu sehen, dass die einzelnen Emissions-Peaks der Quantentöpfe nah an der Zielwellenlänge liegen und – besonders für dünne Quantentöpfe - eine geringere Abweichung als die Referenzprobe aufweist.

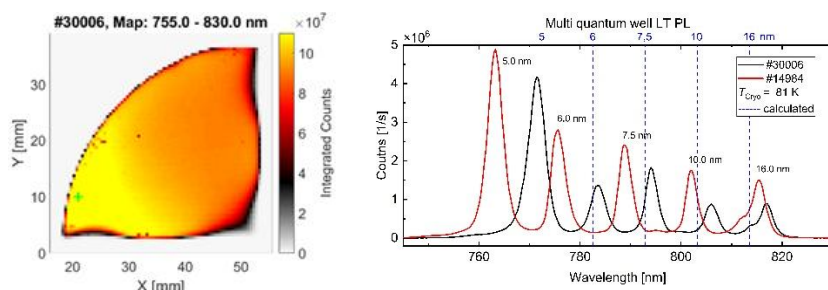


Abb. 11: Links: *PL map* von Probe #30006. Dargestellt ist die integrierte PL-Intensität im angegebenen Wellenlängenintervall. Rechts: Einzelne PL-Spektren, schwarz: Probe #30006, rot #14984 Referenzprobe des Lehrstuhls AFP.

In Abb. 10 ist die mit AFM gemessene Probenoberfläche dargestellt. Darauf sind kleine Inseln und Terrassen zu sehen, welche die Höhe einzelner Atomlagen haben. Dies zeigt das gewünschte, glatte Stufenwachstum bei guten Wachstumsbedingungen auf.

### Galliumarsenid High-Electron-Mobility-Transistor Probe

Die HEMT-Struktur wird häufig zur Bestimmung des Reinheits-Status einer MBE verwendet. In der Struktur befindet sich ein zweidimensionaler Elektronenkanal. Über Hall-Effekt-Messungen werden die Elektronenbeweglichkeit und die Ladungsträgerdichte in Abhängigkeit der Temperatur bestimmt (siehe Abb. 12 links). Die maximale Elektronenbeweglichkeit und -dichte wird bei der kleinsten erreichten Temperatur von ca. 2,6 K erreicht. Die AFM-Aufnahme zeigt glattes Schichtwachstum.

- Sehr gute Elektronenbeweglichkeit  $\mu = 4,5 \times 10^5 \text{ cm}^2/\text{Vs}$  (bei  $T = 2.6 \text{ K}$ ) bei Ladungsträgerdichte  $n_{2d} = -3,5 \times 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  obwohl die MBE zu diesem Zeitpunkt erst kurz in Betrieb war

- Die hohe Beweglichkeit steht für eine sehr gute Reinheit der Schichten, gutes Vakuum und hohe Reinheit der Effusionsmaterialien (bei HEMT vor allem Gallium ausschlaggebend)
- Wert vergleichbar bzw. sogar besser als typische garantierte Spezifikation neu gekaufter MBE-Anlagen

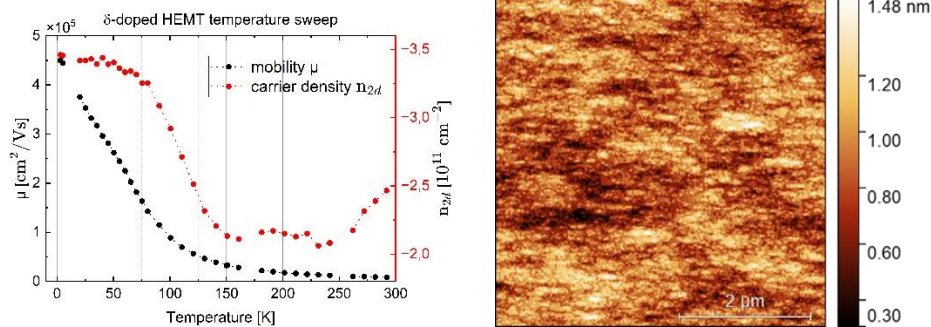


Abb. 12: Messungen der Probe #30009. Links: Temperaturabhängige Hall-Effekt-Messungen. Rechts: 5x5 μm² AFM-Bild.

### Typ-I Quantentopf Proben auf Galliumantimonid Basis

Aufgrund der guten Photolumineszenz und der hohen Beweglichkeit der vorausgehenden Galliumarsenid-Schichten in Kombination mit den ermittelten Wachstumsparametern für Galliumantimonid wurden im Anschluss Typ-I Quantentopf-Strukturen mit Antimoniden simuliert und an der MBE umgesetzt. Die auf das GaSb-Substrat aufgewachsenen Pufferschichten und GaSb-Quantentöpfe mit den Schichtdicken 5 nm, 6,5 nm und 8 nm in AlSb-Barrieren wurden entsprechend der Schichtstruktur in Abb. 13 hergestellt. Die Wellenlängen der PL-Emission liegen auch hier nah an den simulierten Zielwellenlängen und weisen eine sehr gute Lumineszenz auf. Dies zeichnet den guten Allgemeinzustand der MBE, Materialreinheit und die Wahl geeigneter Wachstumsparameter aus. Neben den Quantentöpfen sind noch die Emission der undotierten Pufferschichten und die im Vergleich dazu schwache Emission des dotierten Substrats bei 1630 nm zu sehen. Aufnahmen mit Lichtmikroskop und AFM zeigen auch bei diesen Proben glattes Schichtwachstum mit geringer Defektdichte.

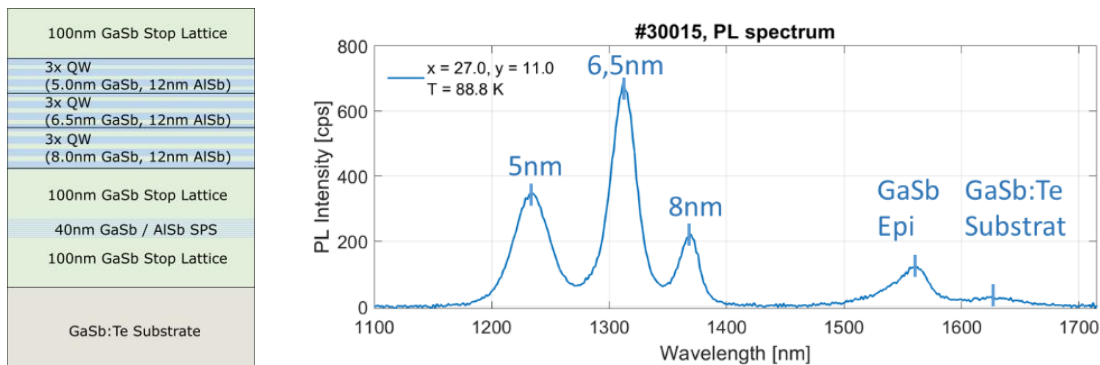


Abb. 13: Links: Schichtstruktur mit Typ-I GaSb-Quantentöpfen in AlSb Barrierenmaterial. Rechts: Gemessenes Photolumineszenz-Spektrum der Probe bei einer Temperatur von ca. 90K.

### 2.2.3 MID-IR-Proben

Nach Gelingen der Typ-I PL-Schichten war der nächste Schritt der Übergang zu den komplexeren Typ-II W-Quantentöpfen (W-QT), welche die Emitter-Struktur für das Projektziel darstellen. Hierbei handelt es sich um einen aus Indiumgalliumantimonid (InGaSb) bestehenden Quantentopf für Löcher, der von zwei Indiumarsenid (InAs) Quantentöpfen für Elektronen umgeben ist. Diese Struktur ist wiederum eingeschlossen von zwei AlSb-Barrieren. Mit dieser Schichtstruktur werden die sonst bei Halbleitermaterialien mit niedriger Bandlücke typischen nichtstrahlenden Auger-Rekombinationen der Ladungsträger unterdrückt.

Die Emissionswellenlänge wird hierbei im Wesentlichen von der Breite der Elektronen-Quantentöpfe, also den InAs-Schichten, bestimmt. Diese müssen dafür sub-Monolagen genau hergestellt werden, um die Wellenlänge gut zu treffen. So lässt sich mit einer Änderung der InAs-Schichtdicke von weniger als 3 nm die Emissionwellenlänge in einem Bereich von ca. 2–8  $\mu\text{m}$  variieren.

### Typ-II W-Quantentopf-Proben mit 3,3 $\mu\text{m}$ Emissionswellenlänge

Da W-QT-Schichten bei etwas über 3  $\mu\text{m}$  Emissionswellenlänge die höchste Effizienz aufweisen, wurden zunächst als Zwischenziel Proben mit 3,3  $\mu\text{m}$  Emission hergestellt und anhand dieser Schicht die Wachstumsparameter und Schichtstrukturen optimiert. In Abb. 14 ist dazu eine Bandstruktursimulation (AFP, RUB) mit zugehöriger Parameterstudie zu sehen. Für 3,3  $\mu\text{m}$  Emission wurde demnach mit 1,5 nm InAs gearbeitet.

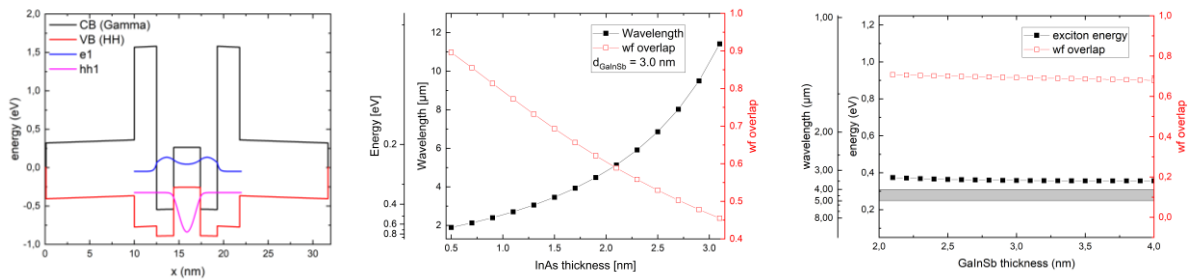


Abb. 14: Links: Leitungs- und Valenzband der simulierten W-QT-Schichtstruktur. Elektron- und Loch-Grundzustands-Aufenthaltswahrscheinlichkeiten in blau und Magenta. Parameterstudie: Übergangsenergie bzw. Wellenlänge (schwarz) und Wellenfunktionsüberlapp (rot) aufgetragen gegen die InAs-Schichtdicke (Mitte) und die GaInSb-Schichtdicke (rechts).

Die ersten gewachsenen W-QT-Schichtstrukturen waren mit dem vorhandenen Photolumineszenz Messaufbau nicht mehr messbar, da dieser eine obere Grenzwellenlänge von 1,7  $\mu\text{m}$  aufweist. Der Umbau eines vorhandenen, anderen PL-Messplatzes mit Monochromator erbrachte nur ein sehr schwaches Messergebnis. Schließlich führte die Erweiterung und Optimierung eines Fourier-Transform-Infrarot-Spektrometers zu stark verbesserten Messergebnissen der gewachsenen W-QT-Proben (s. Kapitel 2.2.5). Die Defektdichte der allerersten Probe war in Folge von nicht optimierten Ventil- und Shutterbewegungen sehr hoch, ein PL-Signal aus dieser ersten epitaktischen Schicht konnte nicht gemessen werden.

Bereits ab der zweiten Probe konnten gute PL-Emissionen erzielt werden, vgl. Abb. 15. Im weiteren Verlauf wurden deutliche Verbesserungen durch Optimierungen der III/V-Flussverhältnisse und mit angepassten Wachstumstemperaturen erzielt. In der Schichtfolge des W-Quantentopfes wurde hier bewusst der Wechsel von AlSb zu InAs mit einer halben Monolage InSb als Übergang gewachsen, um mögliche Probleme durch Materialverspannung der Schichtfolge zu verbessern.

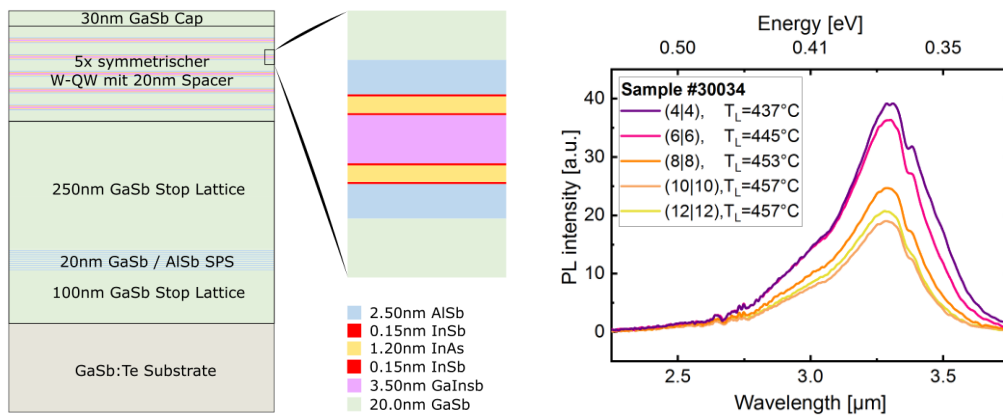


Abb. 15: 3,3  $\mu\text{m}$  W-Quantentopf. Links: Schematische Darstellung der Halbleiter Schichtstruktur mit Vergrößerung auf eine aktive W-QT-Schicht rechts daneben. Rechts: Verlauf der PL Intensität in Abhängigkeit der Wellenlänge für verschiedene Wachstumstemperaturen  $T_L$ . Niedrigere Temperaturen verbessern dabei deutlich die Lumineszenz etwa um den Faktor 2.

Um die geeignete Wachstumstemperatur zu bestimmen wurde während des Wachstums ein auf der Probe vorhandener Temperaturgradient genutzt. Mit einer speziell zu diesem Zweck aufgebauten Messmethode wurde die Temperaturverteilung des Wafers in-situ räumlich aufgelöst vermessen. Die somit ermittelte Temperaturverteilung wurde mit dem PL-Messergebnissen korreliert, wodurch die Struktur mit vergleichsweise wenigen Proben deutlich optimiert werden konnte.

### Typ-II W-Quantentopf-Proben mit bis zu 4,7 $\mu\text{m}$ Emissionswellenlänge

Nach erfolgreicher Optimierung der W-Quantentopf-Schichten für 3,3  $\mu\text{m}$  im Hinblick auf gute Photolumineszenz und geringe Defektdichte wurden Proben für langwelligere Emissionen gewachsen. Geeignete InAs-Schichtdicken dazu sind 1,7 nm für 4  $\mu\text{m}$  und 2 nm für 4,7  $\mu\text{m}$  Emissionswellenlänge. Ebenso haben wir die Schichtstruktur etwas vereinfacht, indem wir auf die InSb-Übergangsschichten verzichtet haben (s. Abb. 16). Die PL-Intensität von Schichten mit AlAs-Übergängen war vergleichbar mit den Schichten mit InSb-Übergängen. Generell wird die Intensität bei längerwelliger Emission etwas schlechte, weil nichtstrahlende Rekombination der Ladungsträger zunehmen. Dass die Intensität bei 4,7  $\mu\text{m}$  noch die Hälfte der Intensität der 3,3  $\mu\text{m}$  Probe beträgt ist daher ein sehr gutes Ergebnis.

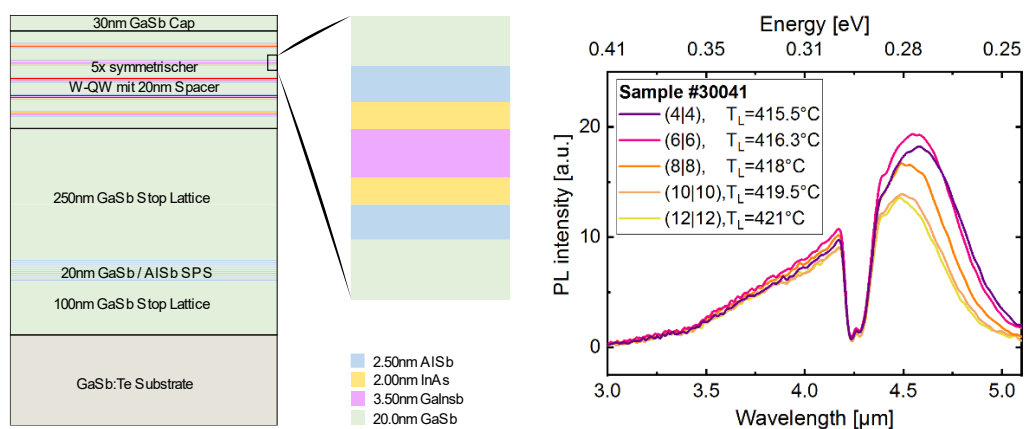


Abb. 16: Langwellige 4,7  $\mu\text{m}$  W-Quantentopf-Schichtstrukturen. Links: Schichtstapel mit Vergrößerung auf die W-QT Schichten. Es wurden die InAs-Schichtdicken vergrößert und auf InSb-Schichten verzichtet. Rechts: Intensität und Peakwellenlänge der PL-Messung verändern sich mit der Wachstumstemperatur.

Die Intensität der PL-Probe steigt auch hier hin zu niedrigeren Wachstumstemperaturen und findet ihr Maximum bei ca. 416  $^{\circ}\text{C}$ . Ebenso auffällig ist die Verschiebung der Peakwellenlänge mit der Wachstumstemperatur: Bei steigenden Wachstumstemperaturen verschiebt sich die Emissionswellenlänge von 4,7  $\mu\text{m}$  bis unterhalb 4,5  $\mu\text{m}$ . Das könnte an einer Vermischung von InAs mit den umliegenden Materialien bei höheren Temperaturen liegen, wodurch die Flanken der Quantentöpfe verschmieren und nicht mehr so scharf definiert sind. Die Elektronen-Quantentöpfe werden dabei effektiv schmaler bzw. energetisch höher, was zur Verkürzung der Emissionswellenlänge führt und auch in der Literatur bekannt ist.

### Typ-II W-Quantentopf LED-Strukturen

Nach der Optimierung der langwelligeren W-Quantentopf PL-Schichtstrukturen und der Kalibrierung der Dotierstoff-Effusionszellen waren die Grundsteine gelegt für die elektrisch lumineszierenden (EL) Schichtstrukturen. Die Komplexität der Schichtstapel fällt hierbei deutlich höher aus.

Für die Elektrolumineszenz wird über die Schichtstruktur eine externe Spannung angelegt, was die Bandstruktur verkippt. Daher müssen die W-QT Schichten angepasst werden, die W-QT Schicht muss asymmetrisch ausgelegt werden.

Für jeden einzelnen W-QT werden zusätzlich Injektorschichten hinzugefügt, welche aus Wechsel-schichten AlSb/GaSb (Lochinjektor) bzw. InAs/AlSb (Elektroneninjektor) variierender Schichtdicke bestehen. Eine als semimetallischer Übergang fungierende Schicht erzeugt die Ladungsträger innerhalb

jeder dieser Kaskaden. Die insgesamt sieben Kaskaden werden mit Hilfe von Input Übergangs Schichten und Output Übergangs Schichten an die dotierten Bereiche angebunden. Da Löcher und Elektronen innerhalb der Struktur generiert werden, konnten auf der Substratseite eine GaSb:Te n-Kontaktschicht und auch auf Seiten der der Epitaktischen Oberfläche GaSb:Te in Kombination mit InAs:Te als n-Kontakt verwendet werden. Der gesamte Schichtstapel besteht aus etwa 200 verschiedenen Schichten und einer Gesamtschichtdicke von etwa 1,3µm.

Schicht	Material	Schichtdicke (Å)	Dotierung [1/cm <sup>3</sup> ]	Funktion
1	GaSb:Te	2000	2E+18	Buffer & unterer n-Kontakt
2	GaSb:Te	3000	2E+18	
Output Übergangs-Schichten				
1	AlSb	25		W-QT
2	InAs	17		
3	Ga <sub>0,45</sub> In <sub>0,55</sub> Sb	30		
4	InAs	14		
5	AlSb	10		Loch-Injektor
6	GaSb	30		
7	AlSb	10		
8	GaSb	45		Semimetallische Schicht
9	AlSb	25		
10	InAs	42		Elektronen Injektor
11	AlSb	12		
12	InAs:Si	32	5,0E+18	
13	AlSb	12		
14	InAs:Si	25	5,0E+18	
15	AlSb	12		
16	InAs:Si	20	5,0E+18	
17	AlSb	12		
18	InAs:Si	17	5,0E+18	
19	AlSb	12		
20	InAs	17		
Output Übergangs-Schichten				
7	GaSb:Te	5000	2E+18	Oberer n-Kontakt
8	InAs:Te	200	2E+18	Oberer n-Kontakt

Abbildung 17: Beispielhafter Schichtstapel für eine LED-Struktur, die bei 3,3µm emittiert. Die Schichtstapel für die Input- und Output Region wurden hierbei aufgrund der Darstellbarkeit zusammengefasst.

Da in dieser Form von LED-Struktur in den W-Quantentöpfen üblicherweise zu wenige Elektronen die Rekombination begrenzen, wurden in den Elektronen-Injektoren die InAs-Schichten teilweise mit Silizium n-dotiert.

### 2.2.4 Demonstrator

Der Demonstrator für den Meilenstein basiert auf dem Prinzip der Absorptionsmessung. Abb. 18 zeigt zwei Fotos des Demonstrators. Der Strahlengang ist gefaltet und hat eine effektive Länge von 50 cm. Als Lichtquelle kommt eine LED von Hamamatsu zum Einsatz, als Detektor wird ein pyroelektrischer Sensor von InfraTec verwendet. Neben der Wellenlänge von CO<sub>2</sub> hat der Detektor einen zweiten Referenzkanal, der für die Intensitäts-Kompensation der LED verwendet wird.

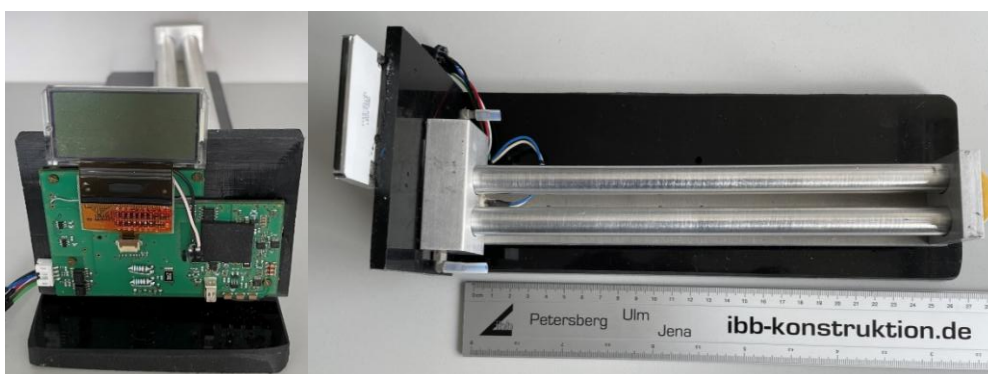


Abb. 18: Links: Platine des Demonstrators, Rechts: Gefalteter Strahlengang.

Das Diagramm in Abb. 19 zeigt das Ausgangssignal des Sensors gegen die mittels Massflowcontroller eingestellten CO<sub>2</sub>-Konzentration. Konzentrationen bis 6000ppm sind messbar, wobei die Genauigkeit bei niedrigen Konzentrationen aufgrund der steileren Kennlinie zunimmt.

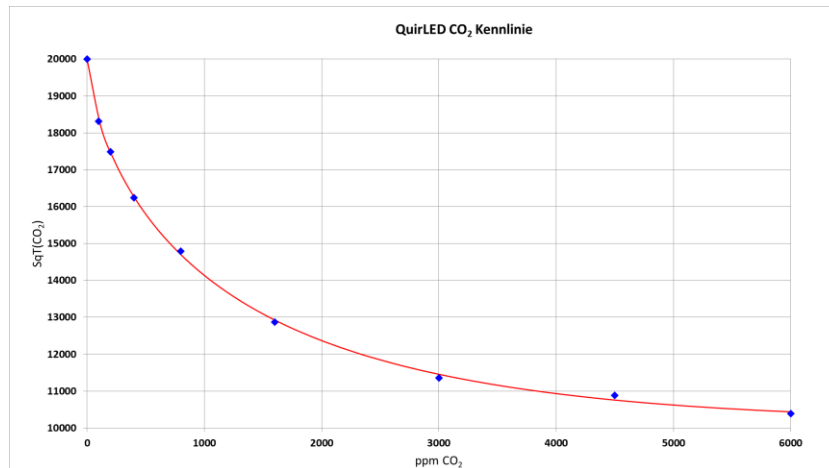


Abb. 19: Ausgangssignal des Demonstrators abhängig von der CO<sub>2</sub>-Konzentration.

Innerhalb von 45 Minuten schwankt das Signal im Nullpunkt um  $-2/+3$ ppm, was besser als das Meilensteinziel von  $\pm 5$ ppm ist. Bei Frischluft wird die angestrebte Wiederholbarkeit mit  $\pm 5,5$ ppm bis auf wenige Ausreißer erreicht.

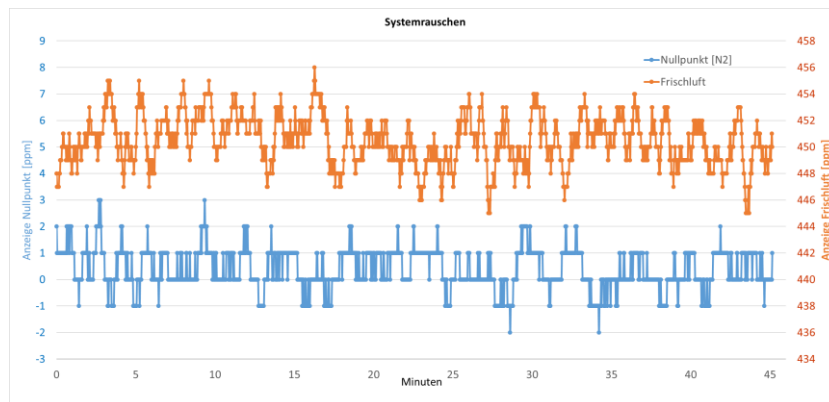


Abb. 20: Stabilität des Messsignals über 45 Minuten. Blau: Nullpunkt, linke Achse; Rot: Frischluft, rechte Achse.

Für die Messung der T<sub>90</sub>-Zeit wurde die Küvette ausgehend von Frischluft mit Stickstoff gespült. Bei gegebenem Volumenstrom ist die Küvette nach 24s nominell fünf Mal gespült, wodurch 90% des Gases ausgetauscht werden. Die gemessene T<sub>90</sub>-Zeit liegt mit 30s nur geringfügig über diesem minimal möglichen Wert und erfüllt somit das Meilensteinziels von 60s. Die Temperaturabhängigkeit der mit Hilfe des Referenzkanals korrigierten Messwerte liegt bei weniger als 2% pro 10°C.

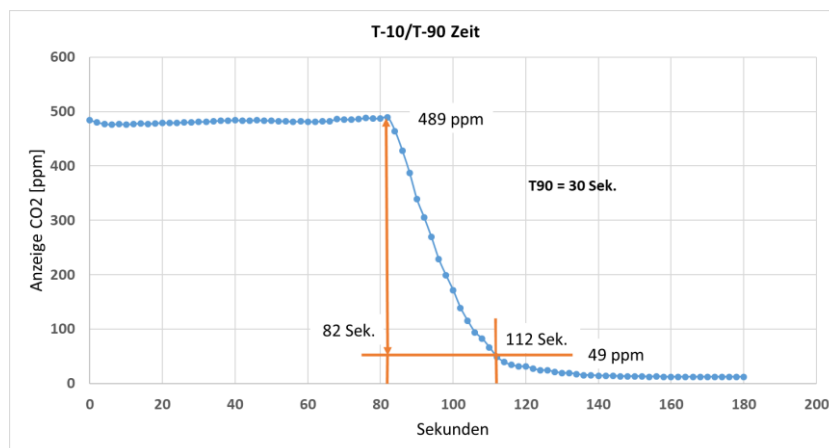


Abb. 21: Ansprechzeit des Demonstrators.

### 2.2.5 Erweiterung des Fourier Transform Infrarot Spektrometers

Die Charakterisierung der Proben wurde an der Ruhr-Universität Bochum durchgeführt. Die dort vorhandenen Messaufbauten waren aber für Messungen im nahen Infrarot bis etwa  $1,7 \mu\text{m}$  ausgelegt, was für viele Testproben des Projekts ausgereicht hat. Da die im Projekt hergestellten Lichtquellen aber im mittleren Infrarot bei größeren Wellenlängen zwischen  $3 \mu\text{m}$  und etwa  $5 \mu\text{m}$  emittieren, musste für diese Proben ein Messaufbau eingerichtet werden. Weil ein erster Aufbau mit einem modifizierten Gitterspektrometer nicht die nötige Empfindlichkeit erreichte, wurde ein Fourier-Transform Infrarot (FTIR) Spektrometer für das Vorhaben umgebaut.

Das an der Universität vorhandene FTIR war für Transmissionsmessungen ausgelegt. Für das Projekt wurden allerdings Photolumineszenz-Messungen (PL) und im weiteren Verlauf Elektrolumineszenz (EL)-Messungen benötigt. Bei PL wird die Probe mit einem Laser angeregt und das von der Probe emittierte Licht mit dem Spektrometer analysiert. Die wesentliche Schwierigkeit ist dabei die extrem geringe Lichtleistung der Probe und die Wärmestrahlung der Umgebung und des Spektrometers selbst.

Die Wärmestrahlung wird mit Hilfe eines Lock-In-Verstärkers herausgefiltert. Die Modulationsfrequenz des Lasers liegt dabei mit 50kHz deutlich oberhalb der Abtastrate des ADCs des FTIRs. Neben der Eliminierung des Hintergrundsignals ist das Ausgangssignal des Lock-In-Signals ein Maß für die über den gesamten Spektralbereich emittierte Leistung der Probe. Weil sich diese mit mehreren 10Hz viel schneller als ein Spektrum messen lässt, vereinfacht der Lock-In-Verstärker die Justage des Aufbaus enorm. Schon geringe Änderungen der Ausrichtung der Probe oder des Anregungslasers reduzieren das Messsignal um mehrere Größenordnungen.

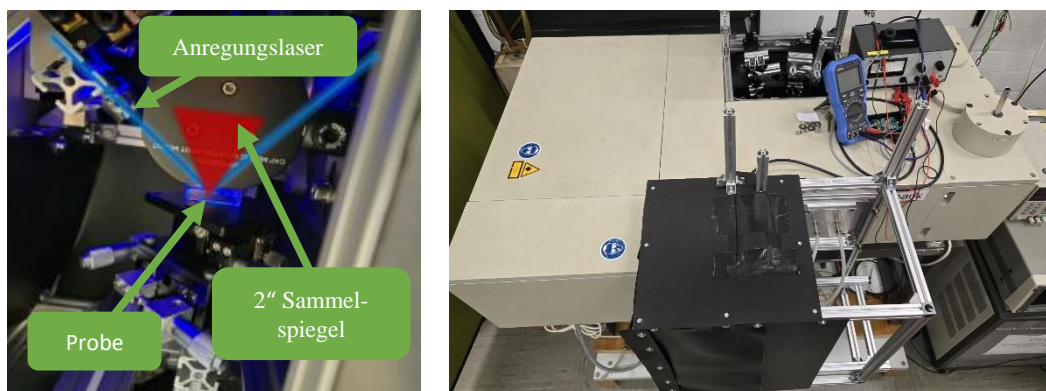


Abb. 22: Links: Anregung der Probe mittels Laser und Einkopplung des Lichts in das FTIR. Rechts: Bild des kompletten Aufbaus.

## 2.3 Voraussichtlicher Nutzen

Im Vorhaben wurde eine Technologie erforscht, mit der gezielt infrarot LEDs zur Gasedetektion mit einer vorab spezifizierbaren Emissionswellenlänge realisierbar sind. Die Technologie ist geeignet, um in einen Fertigungsprozess zur preiswerten Herstellung hoher Stückzahlen mit reproduzierbarer Qualität überführt zu werden. Mit der Technologie können in der Zukunft auch weitere Gase, z. B. Kältemittel messtechnisch erschlossen werden.

Für den gleichen Wellenlängenbereich erscheint auch die Realisierung von Photodioden mit dem verwendeten Materialsystem und den erforschten Schichtstrukturen möglich. Damit stünden beide Schlüsselkomponenten für Infrarot Gassensoren zur Verfügung.

## **2.4 Bekannt gewordener Fortschritt auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen**

Auf den besuchten Fachkonferenzen wurden verstärkt Interband-Kaskaden-(ICL)-Strukturen, insbesondere für Laseranwendungen, vorgestellt. Dabei wurden auch Ansätze zur Realisierung auf Fremdsubstraten wie GaAs oder Si präsentiert. Forschungsgruppen, unter anderem der Lehrstuhl von Prof. Eric Tournie (Universität de Montpellier) sowie das Naval Research Laboratory (USA), berichteten über vielversprechende Ergebnisse. Trotz der hohen Defektdichten infolge signifikanter Gitterfehlpassungen erreichten die entwickelten MIR-Laser nahezu die Effizienz klassischer GaSb-basierter Strukturen. Diese Fortschritte eröffnen potenziell neue, kosteneffiziente Fertigungswege und eine verbesserte Integration in bestehende Siliziumtechnologien. Erste Patentierungen unterstreichen die Relevanz dieser Entwicklungen.

Darüber hinaus wurden neue Konzepte präsentiert, die das bislang wenig erschlossene Wellenlückenspektrum zwischen 2,5  $\mu\text{m}$  und 3  $\mu\text{m}$  adressieren. Die Vielzahl aktueller Beiträge zu MIR-Emittern auf Basis von ICL-Strukturen verdeutlicht das wachsende wissenschaftliche und wirtschaftliche Interesse an dieser Technologie.

Bislang sind uns allerdings noch keine MIR-Emitter mit einer schmalbandigen Emission bei 4,7  $\mu\text{m}$  auf dem Markt bekannt geworden, die die spezifischen Anforderungen für eine zuverlässige CO-Detektion erfüllen.

## **2.5 Veröffentlichungen der Ergebnisse**

Timo A. Kurschat, Sascha R. Valentin, Peter Zajac, Rainer Krage, and Andreas D. Wieck „High Resolution Temperature Mapping of GaSb wafers during Growth (Präsentation auf der Tagung der deutschen physikalischen Gesellschaft 2025 in Regensburg Sektion kondensierte Materie)

Sascha R. Valentin, Timo A. Kurschat, Peter Zajac, Rainer Krage, Arne Ludwig, and Andreas D. Wieck „High Resolution Temperature Mapping of Intentionally Induced Thermal Gradients on GaSb Wafers during Growth“, (Präsentation auf der Europäischen MBE-Konferenz 9.-13. März 2025 in Auron, Frankreich)

Peter Zajac, Sascha R. Valentin, Timo A. Kurschat, Rainer Krage, Arne Ludwig and Andreas D. Wieck: „Characterization of Arsenic- and Antimony-Containing Layers Grown in a Source-Material Transformed MBE“ (Präsentation auf der Tagung der Deutschen Physikalischen Gesellschaft 2024 in Berlin Sektion Kondensierte Materie)

Sascha R. Valentin, Timo A. Kurschat, Rainer Krage, Peter Zajac, Arne Ludwig und Andreas D. Wieck „Transforming a used II-VI MBE into a III-V MBE – challenges and first results“ (Präsentation auf dem joint workshop DGKK DEMBE 27.-29. November 2023 in Stuttgart)

Timo A. Kurschat, Sascha R. Valentin, Finn Krage, and Andreas D. Wieck „Repairing the seal faces of an MBE main flange (Präsentation auf der Tagung der deutschen physikalischen Gesellschaft 2023 in Dresden Sektion kondensierte Materie)