

**Indiumimplantation in Galliumnitrid  
untersucht mit der  
 $\gamma$ - $\gamma$ -Winkelkorrelationsmethode**

von

Florian Ruske

Diplomarbeit in Physik  
angefertigt im  
Institut für Strahlen- und Kernphysik

vorgelegt der

Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät  
der  
Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn

im November 2001



Referent: Priv. Doz. Dr. R. Vianden

Korreferent: Prof. Dr. M. Forker

Hiermit versichere ich, daß ich diese Arbeit selbständig verfaßt und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt sowie die Zitate kenntlich gemacht habe.

Bonn, 21. November 2001



# Inhaltsverzeichnis

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Einleitung</b>   | <b>7</b>  |
| <b>1 Der Halbleiter GaN</b>   | <b>9</b>  |
| 1.1 III-V Halbleiter . . . . .                                      | 10        |
| 1.1.1 Herstellung . . . . .   | 10        |
| 1.1.2 Strukturelle Eigenschaften . . . . .                          | 11        |
| 1.1.3 Elektrische Eigenschaften . . . . .                           | 12        |
| 1.2 Ionenimplantation in GaN . . . . .                              | 12        |
| <b>2 Die Methode PAC</b>  | <b>13</b> |
| 2.1 Winkelverteilung von $\gamma$ -Strahlung . . . . .              | 13        |
| 2.2 Gestörte $\gamma$ - $\gamma$ -Winkelkorrelation (PAC) . . . . . | 14        |
| 2.2.1 Elektrische Quadrupolwechselwirkung . . . . .                 | 16        |
| 2.3 Versuchsaufbau . . . . .  | 18        |
| 2.3.1 Prinzipieller Aufbau einer PAC-Anlage . . . . .               | 18        |
| 2.3.2 Die Vierdetektoranlage . . . . .                              | 18        |
| 2.3.3 Datenaufbereitung . . . . .                                   | 19        |
| 2.4 Orientierungsmessungen . . . . .                                | 20        |
| <b>3 Vorgegangene Messungen</b>                                     | <b>22</b> |
| <b>4 Probenpräparation</b>  | <b>25</b> |
| 4.1 Implantation . . . . .  | 25        |
| 4.2 Tempern der Proben . . . . .                                    | 27        |
| <b>5 Messaufbau</b>   | <b>29</b> |
| 5.1 Messungen unterhalb der Raumtemperatur . . . . .                | 29        |
| 5.2 Messungen oberhalb der Raumtemperatur . . . . .                 | 30        |
| 5.3 Messung der Anisotropiekoeffizienten . . . . .                  | 30        |

|          |  |           |
|----------|--|-----------|
| <b>6</b> | <b>Messungen &amp; Ergebnisse</b>                    | <b>32</b> |
| 6.1      | Variation der Indiumkonzentration . . . . .          | 32        |
| 6.1.1    | Datenauswertung . . . . .                            | 33        |
| 6.1.2    | Ergebnisse . . . . .                                 | 34        |
| 6.1.3    | Ergänzende Messungen . . . . .                       | 38        |
| 6.1.4    | Diskussion . . . . .                                 | 38        |
| 6.2      | Temperaturabhängigkeit des Hyperfeinfeldes . . . . . | 44        |
| 6.2.1    | Spektren . . . . .                                   | 45        |
| 6.2.2    | Datenauswertung . . . . .                            | 46        |
| 6.2.3    | Temperaturabhängigkeit des Gitteranteils . . . . .   | 46        |
| 6.2.4    | Verhalten der gestörten Sonden . . . . .             | 47        |
| 6.2.5    | Diskussion . . . . .                                 | 49        |
| <b>7</b> | <b>Zusammenfassung &amp; Ausblick</b>                | <b>56</b> |
|          | <b>Literaturverzeichnis</b>                          | <b>59</b> |

# Einleitung

Bei der Erschließung neuer Einsatzgebiete in der Halbleiterelektronik, wie beispielsweise in der Hochtemperaturelektronik, ist ein gestiegenes Interesse an Materialien mit großen Bandlücken im blauen bzw. ultravioletten Bereich zu verzeichnen. Aufgrund der direkten Bandlücke erfreuen sich vor allem in der Optoelektronik die Gruppe-III-Nitride GaN, InN und AlN einer großen Aufmerksamkeit (Kapitel 1).

Für die Massenproduktion von integrierten Schaltungen ist die Strukturierung bzw. Dotierung mit Hilfe der Ionenimplantation die Methode der Wahl. Die Bearbeitung von Silizium mit diesem Verfahren wird weitestgehend beherrscht. Es tritt jedoch das Problem der Produktion von korreliertem Schaden am Kristallgitter auf. Dieser Schaden muß zunächst behoben werden, um eine erfolgreiche Aktivierung der Dotierungsatome zu ermöglichen. Dies ist im Galliumnitrid bislang noch problematisch.

Für die Bewertung des Erfolges verschiedener Ausheilverfahren ist die Methode der gestörten  $\gamma$ - $\gamma$ -Winkelkorrelation (PAC) gut geeignet (Kapitel 2). Hierbei wird die Wechselwirkung eines Sondenkerns mit einem elektrischen Feldgradienten untersucht. Da der Feldgradient weitestgehend durch die nächsten Nachbarn bestimmt wird, eignet sich die Methode sehr gut zur Untersuchung der mikroskopischen Umgebung eines implantierten Sondenatoms.

So konnten mit Hilfe der PAC die Erfolge des Kurzzeittemperns (Abschnitt 4.2) verschiedener Halbleitermaterialien bei der Beseitigung des korrelierten Gitterschadens beobachtet werden. Bei der Untersuchung von Galliumnitrid (GaN) wurden Messungen mit den PAC-Sonden  $^{111}\text{In}$  und  $^{181}\text{Hf}$  unternommen (Kapitel 3). Hierbei traten einige signifikante Unterschiede zwischen den Ergebnissen auf. So wird in Fall der Sonde  $^{111}\text{In}$  ein unerwartet niedriger Feldgradient ermittelt.

Bei der Messung mit  $^{111}\text{In}$  in GaN treten jedoch noch weitere ungewöhnliche Phänomene auf. Zum einen scheint es nicht möglich, das Gitter so weit auszuheilen, daß sich mehr als 60 % der implantierten Indiumsonden in einer intakten Gitterumgebung befinden. Zum anderen fällt die beobachtete Quadrupolkopplungskonstante  $\nu_Q$  im Gegensatz zu Messungen mit der Sonde  $^{181}\text{Hf}$  mit zunehmend besserer Ausheilung des Gitters ab, was bei definierter Umgebung der Sondenatome nicht zu verstehen ist.

Da als Ursache für die Unterschiede In-Ausscheidungen vermutet wurden,

sollten in dieser Diplomarbeit Messungen an Proben mit unterschiedlichen In-Gesamtdosen durchgeführt werden, um eventuelle Veränderungen beobachten zu können. Eine genauere Darstellung des Kenntnisstands vor Beginn dieser Arbeit gibt Kapitel 3. Die Resultate der neuen Messungen sind in Abschnitt 6.1 dargestellt.

Mit den ersten Ergebnissen der Untersuchung stieg auch das Interesse an einer Untersuchung der Temperaturabhängigkeit der beobachteten Feldgradienten. Um dies zu ermöglichen, mußte zunächst die erfolgreiche Orientierung der einkristallinen GaN-Proben im Ofen (Abschnitt 5.2) und im Kryostaten (Abschnitt 5.1) ermöglicht werden.

Die Ergebnisse dieser Messungen werden in Abschnitt 6.2 besprochen. Kapitel 7 gibt dann noch einmal eine Zusammenfassung der gewonnenen Erkenntnisse.



# Kapitel 1

## Der Halbleiter GaN

Seit der Entdeckung des Transistoreffekts 1948<sup>1</sup> hat die Halbleiterphysik eine rasante Entwicklung erfahren. Während bei den meisten Anwendungen die kleine Bandlücke herkömmlicher Halbleitermaterialien wie Silizium und Germanium ausreicht, hat sich das Interesse der wissenschaftlichen Entwicklung auf Materialien mit größeren Bandlücken gerichtet um neue Einsatzgebiete zu erschließen.

Dabei tritt durch die neueren Entwicklungen auf dem Gebiet der Telekommunikation und optischen Signalverarbeitung auch immer mehr das Interesse an den photonischen Eigenschaften der Halbleiter in den Vordergrund. Moderne Leuchtdioden (LEDs) sind effiziente Mittel zur Lichterzeugung. Sie zeichnen sich durch hohe Lichtstärken bei niedriger Leistungsaufnahme und langer Lebensdauer aus. Wichtige Impulse kamen auch aus der Entwicklung der Halbleiterlaser. Dabei ist hier eine Emission im kurzwelligen Bereich erwünscht. Zum einen ist dies für die Lichterzeugung von großer Bedeutung, da mit der Bereitstellung von blauem Licht die Erzeugung von weißem Licht für Beleuchtungszwecke aus LEDs ermöglicht wird. Zum anderen ermöglicht die Entwicklung von Halbleiterlasern mit kürzeren Wellenlängen im Bereich des blauen Lichtes das Schreiben und Auslesen kleinerer Strukturen auf Datenträgern wie z.B. CDs und DVDs und erweitert so die Möglichkeiten der Informations- und Unterhaltungstechnik durch eine höhere Speicherdichte. Dabei ist für die erwünschte Lichtemission die Synthese von Halbleitermaterialien mit einer direkten Bandlücke unerlässlich.

Eine weitere Anwendungsmöglichkeit von Halbleitern mit großen Bandlücken liegt in der Hochtemperatur- und Hochleistungselektronik. Bei herkömmlichen Halbleitern ist die Betriebstemperatur durch den intrinsischen Bereich limitiert. Bei zu hohen Temperaturen geht der Halbleiter in die Eigenleitung über und verliert die halbleitenden Eigenschaften.

---

<sup>1</sup>Nobelpreis 1956; William Shockley, John Bardeen, Walter Brattain

## 1.1 III-V Halbleiter

Großes Interesse auf dem Gebiet der Halbleitermaterialien mit großen Bandlücken haben verschiedene Verbindungshalbleiter geweckt, darunter die III-V-Halbleiter wie GaAs, InP oder im Speziellen die Gruppe III-Nitride (GaN, InN, AlN), II-VI-Halbleiter wie MgSe oder andere Verbindungen wie z.B. SiC. Durch die erfolgreiche Herstellung erster blauer LEDs<sup>2</sup> auf GaN-Basis und die Verbesserungen im Bereich des Kristallwachstums (Abschnitt 1.1.1) rückten die Gruppe-III-Nitride, davon vor allem Galliumnitrid, in den Fokus des Interesses.

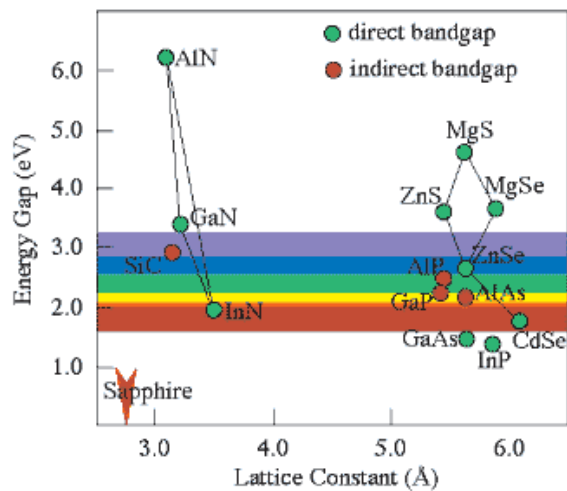


Abbildung 1.1: Bandlücken verschiedener Verbindungshalbleiter und deren Gitterkonstante (aus Nakamura, IEEE Circuits and Devices (1995))

Abbildung 1.1 zeigt die Bandlücken verschiedener Verbindungshalbleiter aufgetragen gegen den Gitterparameter. Man erkennt, daß die Gruppe-III-Nitride ähnliche Gitterparameter bei sehr unterschiedlichen Bandlücken aufweisen. Sie alle verfügen, im Gegensatz zu SiC, über die für die Herstellung effizienter photo-nischer Bauteile wichtige direkte Bandlücke. Durch die Lage der Bandlücken von GaN und InN läßt sich auch das Interesse an dem ternären Verbindungshalbleiter InGaN verstehen. Seine Bandlücke variiert je nach Indiumanteil zwischen 2,0 eV und 3,4 eV und die Emission kann sich somit über einen Großteil des sichtbaren Bereiches erstrecken.

### 1.1.1 Herstellung

GaN verfügt über einen hohen Schmelzpunkt von mehr als 1700 °C. Da es kein geeignetes Bulkmaterial als Keim gibt, ist es bislang nicht möglich, Kristalle aus

<sup>2</sup>S. Nakamura (1991); kommerziell bei Nichia Chemical Industries (1993), siehe auch [NAK97]

einer Schmelze, wie z.B. bei Si, zu ziehen. Die Herstellung freitragender Einkristalle ist nur unter sehr hohen  $N_2$ -Drücken [GRZ98] möglich und spielt daher eine untergeordnete Rolle. Meist wird GaN als dünne Schicht auf Saphir ( $Al_2O_3$ ) oder SiC aufgewachsen (siehe z.B. Abschnitt B2 in [EDG99] oder [NAK97]). Für den Abscheidungsprozeß werden dabei metallorganische Gasphasenprozesse (MOCVD — **m**etal-**o**rganic-**c**hemical-**v**apor-**d**eposition) oder Molekularstrahlepitaxie (MBE — **m**olecular-**b**eam-**e**pitaxy) bevorzugt. Zur Qualitätssteigerung verwendet man oft Zwischenschichten aus AlN oder ebenfalls GaN.

### 1.1.2 Strukturelle Eigenschaften

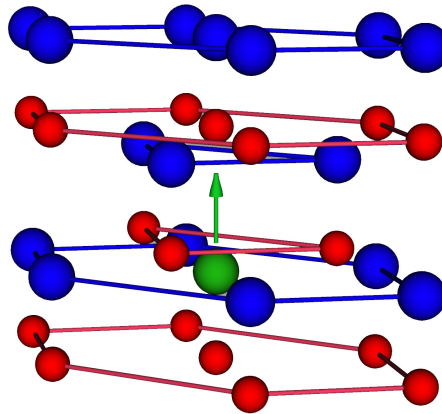


Abbildung 1.2: Die Wurtzitstruktur des GaN besteht aus zwei hexagonalen Untergittern, dem Stickstoffuntergitter (rot) und dem Galliumuntergitter (blau). In grün ist ein substitutionelles Fremdatom auf einem Galliumplatz zu erkennen.

GaN wird meist in der hexagonalen Wurtzitstruktur (Abbildung 1.2) abgeschieden. Sie unterscheidet sich von der Zinkblendestruktur nur durch die Stapelreihenfolge der Schichten. Im Wurtzitgitter erhält man dann zwei hexagonale Untergitter, das Galliumuntergitter und das Stickstoffuntergitter. Sie sind entlang der  $\hat{c}$ -Achse gegeneinander verschoben. Die Verschiebung ( $u$ -Parameter) wird dabei als Bruchteil des Einheitsvektors in  $\hat{c}$ -Achsenrichtung gemessen. Eine andere entscheidende Größe für die Charakterisierung des Gitters ist das Längenverhältnis der  $\hat{c}$ -Achse zur  $\hat{a}$ -Achse ( $c/a$ -Verhältnis). Für ideale Wurtzitgitter (Abbildung 1.2) gilt  $u = 0,375$  und  $c/a = 1,633$ . Es sind dann alle Bindungen gleich lang und jedes Atom hat eine perfekte Tetraederumgebung von Atomen der jeweils anderen Sorte. In [LES98a] werden für GaN Werte von  $c/a = 1,627(3)$  und  $u = 0,377(1)$  angegeben.

Auf Saphir abgeschiedene GaN-Schichten zeigen eine Orientierung der  $\hat{c}$ -Achse senkrecht zur Oberfläche. Aufgrund der großen Fehlanpassung der beiden

Oberflächen (16 %, [LES98b]) und der unterschiedlichen thermischen Expansionskoeffizienten (je nach Orientierung der Schicht relativ zum Substrat 9 % bis 25 % [ROM98]) kommt es beim Abkühlen der Probe von den Aufwachstemperaturen (bis zu 1000 °C) auf Raumtemperatur zu Verspannungen in den erhaltenen Schichten.

Die meistbeobachteten Defekte in GaN sind Stapelfehler und Versetzungslinien. Man beobachtet dabei Versetzungsdichten von  $10^8 - 10^{10} \text{ cm}^{-2}$  [ROM98] [NAK97]. Wie die erfolgreiche Herstellung von Leuchtdioden auf GaN-Basis zeigt scheint diese hohe Defektdichte jedoch für die Lichterzeugung nicht problematisch zu sein.

### 1.1.3 Elektrische Eigenschaften

Die Bandlücke von GaN liegt bei knapp 3,5 eV (Abbildung 1.1). Für die Herstellung elektronischer Bauteile ist eine erfolgreiche Dotierung des Materials nötig. Dabei weisen aufgewachsene Schichten ohne beabsichtigte Dotierung eine  $n$ -Leitung auf. Die Ladungsträgerkonzentrationen lassen sich durch Dotierung mit Silizium oder Germanium während des Wachstumsprozesses weiter erhöhen.

Als schwieriger erwies sich lange Zeit die Herstellung von  $p$ -dotierten Materialien [NAK97]. Bei richtiger Aktivierung konnte jedoch durch Zugabe von Magnesium während des Wachstums oder anschließender Elektronenbestrahlung  $p$ -Dotierung in ausreichender Qualität erreicht werden.

## 1.2 Ionenimplantation in GaN

Analog zur modernen Fertigung von elektronischen Materialien auf Siliziumbasis wäre eine Dotierung durch Ionenimplantation in das undotierte Rohmaterial wünschenswert. Mit dieser Technik ist beispielsweise die selektive Dotierung kleiner Gebiete möglich [KUC01]. Dies ist bei der Herstellung von Bauteilen wie z.B. Transistoren, aber auch bei der engmaschigen Segmentierung größerer GaN-Wafer für die Displaytechnologie von großem Vorteil gegenüber der Fertigung durch das Aufwachsen verschieden dotierter Schichten.

Da es bei der Ionenimplantation jedoch zu einem korrelierten Schaden am Gitter kommt, ist das Verständnis der Defektproduktion und der möglichen Ausheilprozesse entscheidend für die Umsetzbarkeit solcher Produktionsmethoden. Die vorliegende Diplomarbeit sollte sich daher mit diesem Sachverhalt beschäftigen. Ein guter Überblick über den Stand bei der Untersuchung der Ionenimplantation in GaN vor Beginn der Arbeit findet sich in [KUC01]. Die bisherigen Ergebnisse mit der Methode der gestörten Winkelkorrelation sind in Kapitel 3 zusammengefasst.

# Kapitel 2

## Die Methode der gestörten $\gamma$ - $\gamma$ -Winkelkorrelation

Die Untersuchungen in dieser Arbeit wurden mit der Methode der gestörten  $\gamma$ - $\gamma$ -Winkelkorrelation (**P**erturbed **A**ngular **C**orrelation - **PAC**) durchgeführt. Dabei wird unter Ausnutzung der anisotropen Ausstrahlungscharakteristik radioaktiver Kerne die Hyperfeinwechselwirkung der Kerne mit der Umgebung untersucht. Hier ist vor allem die Wechselwirkung zwischen dem Kernquadrupolmoment und dem elektrischen Feldgradienten am Kernort aufgrund des lokalen Charakters ( $r^{-3}$ -Abhängigkeit) des Feldgradienten geeignet für mikroskopische Strukturuntersuchungen.

### 2.1 Winkelverteilung von $\gamma$ -Strahlung

Beim radioaktiven Zerfall geht ein Kern von einem höheren Niveau mit Energie  $E_i$ , Drehimpuls  $I_i$  und Parität  $\pi_i$  in ein niedriges Niveau mit  $E_f$ ,  $I_f$  und  $\pi_f$  über. Durch die Energie- und Paritätserhaltung sind Parität  $\pi$  und Energie  $\hbar\omega$  des dabei emittierten  $\gamma$ -Quants festgelegt. Für den Drehimpuls  $l$  des Quants gilt die Auswahlregel:

$$l = I_i + I_f, I_i + I_f - 1, \dots, |I_i - I_f|$$

Die Multipolfelder  $El$  und  $Ml$  lösen die Maxwellgleichungen und sind Eigenfunktionen des Drehimpulsoperators. Sie entsprechen der Ausstrahlungscharakteristik schwingender elektrischer bzw. magnetischer  $2^l$ -Pole. Die Multipolfelder besitzen definierte Parität ( $(-1)^l$  für E-Strahlung und  $(-1)^{l+1}$  für M-Strahlung), es wird bei fester Ordnung also entweder E- oder M-Strahlung emittiert. Bei Kernzerfällen sind die Strahlungen niedriger Ordnung bevorzugt so daß hier im Allgemeinen nur die niedrigste oder die beiden niedrigsten Ordnungen beobachtet werden.

Berechnet man den Poynting-Vektor der Strahlungsfelder, erhält man die Ausstrahlungscharakteristik  $F_{lm}(\Theta)$  des Übergangs. Die Winkelverteilung ist dabei abhängig vom Drehimpuls  $l$ , seiner  $z$ -Komponente  $m$  und dem Winkel  $\Theta$  zur  $z$ -Achse.

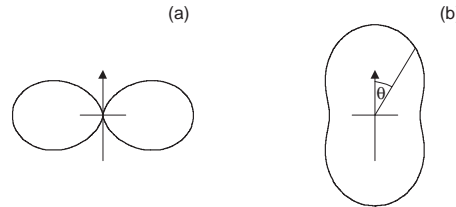


Abbildung 2.1: Ausstrahlungscharakteristik orientierter Kerne bei Dipolübergängen ( $l = 1$ ):  $\Delta m = 0$  (a)  $\Delta m = \pm 1$  (b)

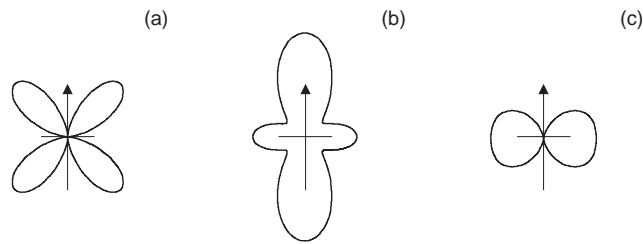


Abbildung 2.2: Ausstrahlungscharakteristik orientierter Kerne bei Quadrupolübergängen ( $l = 2$ ):  $\Delta m = 0$  (a)  $\Delta m = \pm 1$  (b)  $\Delta m = \pm 2$  (c)

In einer radioaktiven Probe sind die  $m$ -Zustände in der Regel gleich besetzt. Die Ausstrahlung eines  $\gamma$ -Quants erfolgt dann isotrop. Soll die Anisotropie also gemessen werden, muss zunächst für eine ungleiche Besetzung der  $m$ -Zustände gesorgt werden.

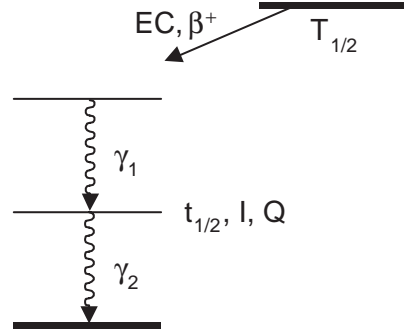
## 2.2 Gestörte $\gamma$ - $\gamma$ -Winkelkorrelation (PAC)

Bei der  $\gamma$ - $\gamma$ -Winkelkorrelation wird der Zerfall eines Kerns über eine Kaskade

$$|m_i\rangle \xrightarrow{\gamma_1} |m_v\rangle \xrightarrow{\gamma_2} |m_f\rangle$$

beobachtet. Durch den Nachweis des ersten  $\gamma$ -Quants in einer bestimmten Richtung  $\vec{k}_1$  wird dabei eine ungleiche Bevölkung der  $m$ -Zustände des Zwischenniveaus bewirkt und die Emission des zweiten  $\gamma$  erfolgt anisotrop.

Die Wahrscheinlichkeit,  $\gamma_2$  in einer Richtung  $\vec{k}_2$  von der Probe aus zu detektieren, nachdem man  $\gamma_1$  in der Richtung  $\vec{k}_1$  nachgewiesen hat, läßt sich aus den

Abbildung 2.3: Prinzipielles Niveauschema einer  $\gamma$ - $\gamma$ -Kaskade

Übergangsamplituden der Einzelschritte berechnen. Dabei wird über alle möglichen Anfangs-, Zwischen- und Endzustände summiert. Die sogenannte Winkelkorrelation ist dann gegeben durch:

$$W(\vec{k}_1, \vec{k}_2) = \sum_{m_i, m_f} \left| \sum_{m_v} \langle m_f | \mathcal{H}_2 | m_v \rangle \langle m_v | \mathcal{H}_1 | m_i \rangle \right|^2$$

Hat das Zwischenniveau  $|m_v\rangle$  eine endliche mittlere Lebensdauer  $\tau$ , in der es eine Wechselwirkung erfährt, so wird das Verhalten durch den Zeitentwicklungsoperator  $\Lambda(t)$  beschrieben:

$$|m_v\rangle \rightarrow \Lambda(t) |m_v\rangle = \sum_{m_w} |m_w\rangle \langle m_w | \Lambda(t) | m_v \rangle$$

Dann ergibt sich für die Winkelkorrelation:

$$W(\vec{k}_1, \vec{k}_2, t) = \sum_{m_i, m_f} \left| \sum_{m_v, m_w} \langle m_f | \mathcal{H}_2 | m_w \rangle \langle m_w | \Lambda(t) | m_v \rangle \langle m_v | \mathcal{H}_1 | m_i \rangle \right|^2$$

Ausführen der Quadrierung ergibt dann:

$$\begin{aligned} W(\vec{k}_1, \vec{k}_2, t) &= \sum_{m_i, m_f} \sum_{m_v, m_w, m'_v, m'_w} \langle m_f | \mathcal{H}_2 | m_w \rangle \langle m_w | \Lambda(t) | m_v \rangle \cdot \\ &\quad \cdot \langle m_v | \mathcal{H}_1 | m_i \rangle \langle m_f | \mathcal{H}_2 | m'_w \rangle^* \langle m'_w | \Lambda(t) | m'_v \rangle^* \langle m'_v | \mathcal{H}_1 | m_i \rangle^* \end{aligned}$$

Nach [FRA65] läßt sich dies in der üblichen Notation schreiben als:

$$\begin{aligned} W(\vec{k}_1, \vec{k}_2, t) &= \sum_{k_1, k_2, N_1, N_2} A_{k_1}(1) A_{k_2}(2) G_{k_1, k_2}^{N_1, N_2}(t) \frac{1}{\sqrt{(2k_1 + 1)(2k_2 + 1)}} \\ &\quad \cdot Y_{k_1}^{N_1*}(\theta_1, \phi_1) Y_{k_2}^{N_2}(\theta_2, \phi_2) \end{aligned} \quad (2.1)$$

wobei für den Störfaktor  $G_{k_1, k_2}^{N_1, N_2}(t)$  gilt:

$$G_{k_1, k_2}^{N_1, N_2}(t) = \sum_{m_v, m_w} (-1)^{2I+m_v+m_w} \sqrt{(2k_1+1)(2k_2+1)} \quad (2.2)$$

$$\begin{pmatrix} I & I & k_1 \\ m'_v & -m_v & N_1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} I & I & k_2 \\ m'_w & -m_w & N_2 \end{pmatrix} \langle m_w | \Lambda(t) | m_v \rangle \langle m'_w | \Lambda(t) | m'_v \rangle^*$$

Für die Indizes gilt dabei  $k_i = 0, 2, \dots, \text{Min}(2I, l_i + l'_i)$  und  $|N_i| \leq k_i$ . Die gestrichelten Größen  $m'_v$  und  $m'_w$  bestimmen sich über  $m'_v = m_v - N_1$  bzw.  $m'_w = m_w - N_2$ . Die Koeffizienten  $A_{k_i}(i)$  in Gleichung 2.1 hängen nur vom betrachteten Übergang ab. Sie werden üblicherweise zusammengefaßt zu  $A_{ij} = A_{k_i}(1)A_{k_j}(2)$  und heißen Anisotropiekoeffizienten des Übergangs.  $Y_k^N$  bezeichnen die Kugelflächenfunktionen.

### 2.2.1 Elektrische Quadrupolwechselwirkung

Bei der Wechselwirkung des Kerns mit den ihn umgebenden, elektrischen Ladungen spielt in der PAC erst die zweite Ordnung der Multipolentwicklung eine Rolle. Während die nullte Ordnung (Coulomb-Energie) nur eine Verschiebung der  $m$ -Unterniveaus bewirkt und die erste Ordnung (Dipolwechselwirkung) aufgrund der definierten Parität der Kernzustände verschwindet, kommt es bei einem nichtverschwindenden, elektrischen Feldgradienten zu einer Aufspaltung der  $m$ -Zustände aufgrund der Kopplung des Quadrupolmomentes des Zwischenniveaus der Kaskade mit dem elektrischen Feldgradienten.

Hier soll eine statische, den Kern umgebende, Ladungsverteilung mit dem elektrischen Potential  $\Phi$  betrachtet werden. Man definiert dann den elektrischen Feldgradienten als

$$\Phi_{\alpha\beta} = \frac{\partial^2 \Phi}{\partial x_\alpha \partial x_\beta}.$$

Er ist ein Tensor, der sich durch Hauptachsentransformation diagonalisieren läßt. Durch Abseparation des zur Spur beitragenden Anteils kommt man dann zum diagonalen Tensor  $V_{\alpha\alpha}$ . Die Koordinaten werden so gewählt, daß

$$|V_{zz}| \geq |V_{yy}| \geq |V_{xx}|.$$

Da die Größe nun spurfrei ist ( $\sum V_{\alpha\alpha} = 0$ ), kann der elektrische Feldgradient allein durch die Komponente  $V_{zz}$  und den Asymmetrieparameter  $\eta$  beschrieben werden, wobei

$$\eta = \frac{V_{yy} - V_{xx}}{V_{zz}}.$$

Die neue  $z$ -Achse ist die Richtung der Hauptkomponente des Feldgradienten. Den Wert von  $V_{zz}$  bezeichnet man als Stärke des elektrischen Feldgradienten. Die Form des Hamiltonoperators ist z.B. in [BUT89] gegeben. Für beliebige Werte



von  $\eta$  muß er zunächst diagonalisiert werden. Im Falle eines axialsymmetrischen Feldgradienten ist er jedoch schon diagonal und man erhält für die Energieverschiebung

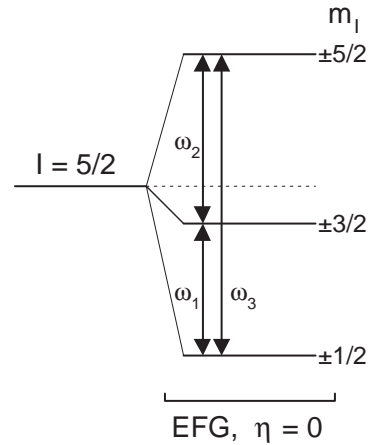
$$E_Q = \frac{3m^2 - I(I + 1)}{4I(2I + 1)} eQV_{zz}.$$

Man definiert nun noch die Quadrupolfrequenz  $\omega_Q$  als

$$\omega_Q = \frac{eQV_{zz}}{4I(2I + 1)\hbar} \quad (2.3)$$

mit der für den Fall  $I = \frac{5}{2}$ , wie bei der hier benutzten Sonde  $^{111}\text{In}$ , die Energieniveaus wie folgt liegen:

$$\begin{aligned} E_{\pm\frac{5}{2}} &= 10\hbar\omega_Q \\ E_{\pm\frac{3}{2}} &= -2\hbar\omega_Q \\ E_{\pm\frac{1}{2}} &= -8\hbar\omega_Q \end{aligned}$$



Als Übergangsfrequenzen beobachtet man dann

$$\begin{aligned} \omega_1 &= 6\omega_Q \\ \omega_2 &= 12\omega_Q \\ \omega_3 &= 18\omega_Q \end{aligned}$$

Abbildung 2.4: Aufspaltung des Zwischeniveaus unter Einfluß eines axialsymmetrischen EFG.

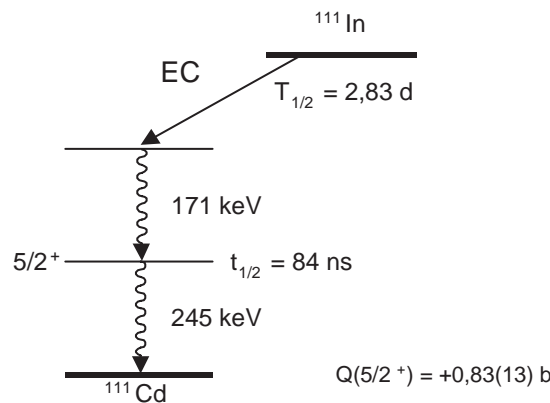


Abbildung 2.5: Beobachtete Kaskade beim Zerfall von  $^{111}\text{In}$  mit den wichtigsten Parametern.

In der Literatur wird meist anstelle von  $\omega_Q$  (Gleichung 2.3) die Quadrupolkopplungskonstante  $\nu_Q$  angegeben, da sie nicht mehr vom Drehimpuls  $I$  abhängt:

$$\nu_Q = \frac{eQ}{h} \cdot V_{zz} \quad (2.4)$$

Der Störfaktor aus Gleichung 2.3 vereinfacht sich schließlich zu [BUT89]:

$$G_{k_1, k_2}^{N_1, N_2}(t) = \sum_{n=0}^3 f_n \cos(\omega_n t)$$

wobei  $\omega_0 = 0$ .

Die Winkelkorrelation erhält dann die endgültige Form

$$W(\theta_1, \phi_1, \theta_2, \phi_2, t) = 1 + A_{22} \cdot \sum_{i=0}^3 s_i \cos(\omega_i t)$$

Die  $s_i$  hängen dabei von den Anisotropiekoeffizienten  $A_{ij}$ , den Winkeln  $\theta_i$  und  $\phi_i$  sowie  $\eta$  ab. Das Produkt  $A_{22} \cdot s_0$  wird Hardcorewert genannt.

## 2.3 Versuchsaufbau

### 2.3.1 Prinzipieller Aufbau einer PAC-Anlage

Bei der Methode der gestörten Winkelkorrelation kommt es vor allem auf eine genaue Messung des zeitlichen Abstandes zwischen den Emissionen von  $\gamma_1$  und  $\gamma_2$  an. Da außerdem die Energiemessung der detektierten Quanten genau genug sein muß, um die beiden Übergänge unterscheiden zu können, müssen die verwendeten  $\gamma$ -Detektoren über eine sehr gute Zeit- und eine gute Energieauflösung verfügen. Um Zeit- und Energieinformation unabhängig auswerten zu können, ist die Auswerteelektronik streng in fast-Kreis und slow-Kreis aufgeteilt.

Im fast-Kreis wird ein vom Detektor abgegriffenes Zeitsignal zunächst in einen scharfen Zeitpuls umgewandelt und verzögert. Im slow-Kreis wird die Energieinformation zunächst in einem Einkanalanalysator überprüft. Hatte das detektierte  $\gamma$  dabei die Energie des  $\gamma_1$  der beobachteten Kaskade, wird ein Signal an eine elektronische Stoppuhr (TAC, **T**ime-**t**o-**A**mplitude-**C**onverter) geschickt. Sie mißt den Zeitabstand bis zum Nachweis eines  $\gamma_2$  in einem der anderen Detektoren. Die gemessene Zeit wird dann in einem ADC (**A**nalog-**t**o-**D**igital-**C**onverter) digitalisiert und schließlich an eine computergesteuerte Vielkanalkarte geschickt.

### 2.3.2 Die Vierdetektoranlage

Die meisten der vorliegenden Messungen wurden an einer Vierdetektoranlage durchgeführt. Sie besteht aus vier Detektoren die in einer Ebene in rechtem Win-

kel zueinander angeordnet sind. Um den gestellten Anforderungen der PAC gerecht zu werden, werden BaF<sub>2</sub>-Szintillatorkristalle verwendet, da in diesem Material bei Absorption von  $\gamma$ -Quanten zusätzlich zum normalen Lichtsignal zur Energiemessung eine Komponente im UV-Bereich mit sehr kurzer Lebensdauer angeregt wird. Damit wird eine gute Zeitauflösung erreicht.

Für die Messungen bei Raumtemperatur steht ein spezieller Probenhalter für die Orientierung von Einkristallen zur Verfügung. Er stellt eine definierte Positionierung von Detektoren und Probe sicher und ermöglicht die Orientierung der Probe mit einer Unsicherheit von weniger als 1° in den hier benutzten Orientierungen (Abschnitt 2.4).

Um Messungen bei verschiedenen Temperaturen durchführen zu können, kann dieser Probenhalter je nach Bedarf durch einen Ofen oder einen Kryo-Refrigerator ersetzt werden. Sie sind in Abschnitt 5.1 und 5.2 beschrieben.

### 2.3.3 Datenaufbereitung

Auf der Vielkanalkarte stehen 8192 Kanäle zur Verfügung, was für die Speicherung von 8 Koinzidenzspektren auf jeweils 1024 Kanälen ausreicht. Es werden dabei jeweils 4 Spektren mit einem Winkel von 90° bzw. 180° zwischen Start- und Stopdetektor aufgezeichnet. Zur Unterscheidung der einzelnen Detektoren wurden sie bei der Vierdetektoranlage mit Farbmarkierungen gekennzeichnet. Eine sogenannte Routingeinheit sorgt für die Zuordnung eines Ereignisses in das richtige Spektrum (siehe Tabelle 2.1).

| Spektrum        | 1           | 2           | 3           | 4           | 5           | 6           | 7           | 8           |
|-----------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| Startdetektor   | <i>rot</i>  | <i>blau</i> | <i>rot</i>  | <i>grün</i> | <i>gelb</i> | <i>blau</i> | <i>gelb</i> | <i>grün</i> |
| Stopdetektor    | <i>blau</i> | <i>rot</i>  | <i>grün</i> | <i>rot</i>  | <i>blau</i> | <i>gelb</i> | <i>grün</i> | <i>gelb</i> |
| Winkel $\Theta$ | 180°        | 180°        | 90°         | 90°         | 90°         | 90°         | 180°        | 180°        |

Tabelle 2.1: In der Vierdetektoranlage aufgenommene Spektren. Zur Anordnung der Detektoren siehe auch Abbildung 2.6.

Die aufgenommenen Spektren werden dann auf den gemeinsamen Zeitnullpunkt verschoben und untergrundbereinigt. Aus den erhaltenen Zählraten für 180° und 90° berechnet man die geometrischen Mittel  $\bar{W}(180^\circ, t)$  bzw.  $\bar{W}(90^\circ, t)$  und bildet den sogenannten R-Wert:

$$R(t) = 2 \cdot \frac{\bar{W}(180^\circ, t) - \bar{W}(90^\circ, t)}{\bar{W}(180^\circ, t) + 2\bar{W}(90^\circ, t)}$$

Dies wurde mit einem im Rahmen dieser Arbeit geschriebenen LabVIEW-Programm<sup>1</sup> durchgeführt. Das Programm paßt den auf die gemessenen Zeitnull-

<sup>1</sup>National Instruments Corporation, LabVIEW 6.i

punkte verschobenen Spektren eine Funktion der Form

$$W(t) = N_0 \cdot e^{-\frac{\ln 2}{t_{1/2}} \cdot t} + U$$

an. Da es aufgrund der langsamen Frequenz der beobachteten Wechselwirkung zu Fehlern bei der Bestimmung des Untergrundes kommen kann, bietet das Programm die Möglichkeit, den ermittelten Untergrund per Hand zu korrigieren.

Bei ungenauer Zentrierung der Probe im Detektorsystem oder verschiedener Absorption in der Probe für verschiedene Ausstrahlungsrichtungen kann es bei der R-Wert-Bildung zu Fehlern kommen, die sich bei Auswertung aller acht Spektren im Allgemeinen in erster Ordnung herausmitteln [ARE80]. Bei der Auswertung der Orientierungsmessung mit dem Feldgradienten auf einen Startdetektor (siehe Abschnitt 2.4) wurde jedoch eine Verschiebung der Spektren um eine additive Konstante beobachtet.

Mit Hilfe des Computerprogramms NNFit [BAR92] werden bei vorgegebener Geometrie für jede Sondenumgebung die Parameter  $\omega_1$ ,  $\delta$ ,  $\eta$  und der Anteil der Sondenkerne  $f$  der diesen Parametern unterliegt angepaßt.

## 2.4 Orientierungsmessungen

Bei der Messung an Einkristallen hat die Ausrichtung des Feldgradienten relativ zum Detektorsystem einen großen Einfluß auf den gemessenen R-Wert. Bei den Messungen in Galliumnitrid ist die Richtung des Feldgradienten, den ungestörte substitutionelle Sonden aufgrund der Kristallsymmetrie erfahren, entlang der  $\hat{c}$ -Achse ( $V_{zz} \parallel \hat{c}$ ). In Relation zum Detektorsystem wurden dabei drei Orientierungen gemessen.

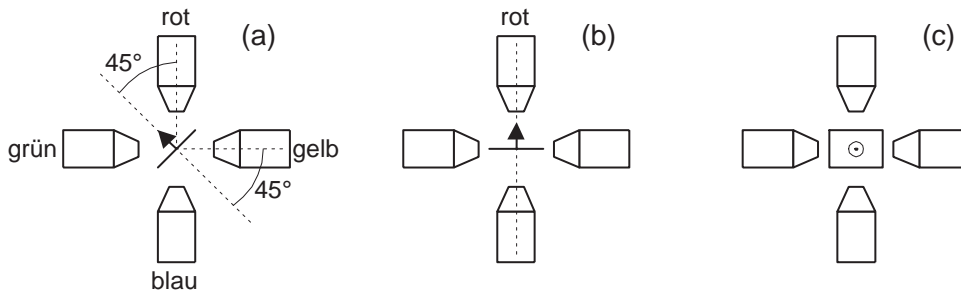


Abbildung 2.6: Unterschiedliche Möglichkeiten der Orientierung des Feldgradienten  $V_{zz}$  ( $\uparrow$ ) relativ zum Detektorsystem: Raghavan-Geometrie (a), auf Startdetektor (b) und senkrecht zur Detektorebene (c)

Die meisten Messungen wurden in Raghavan-Geometrie durchgeführt. Dabei wird die Richtung des Feldgradienten in der Detektorebene im  $45^\circ$ -Winkel zwischen zwei Detektoren ausgerichtet. Da das Vorzeichen des Feldgradienten nicht

bestimmt wird, ist der Winkel zu allen Detektoren gleich  $45^\circ$  und alle Detektoren sind als Startdetektoren äquivalent. Die Geometrie hat den Vorteil, daß die zweite Frequenz  $\omega_2$  besonders betont ist und im Spektrum so die doppelte Periode zu sehen ist (Abbildung 2.7a).

Zur Überprüfung der Orientierung eines Feldgradienten bietet sich eine zweite Geometrie an, in der der Feldgradient genau auf einen Detektor gerichtet wird. Bei den hier besprochenen Messungen an der Bonner Vierdetektoranlage wurde der Detektor *rot* ausgewählt. Dieser und der Detektor gegenüber (*blau*) fungieren dann als Startdetektoren und man nutzt zur Datenauswertung nur jeweils zwei  $90^\circ$ - (*rot-grün* und *blau-gelb*) und zwei  $180^\circ$ -Spektren. Bei der Schaltung der MCA Karte sind dies die Spektren 1,2,3 und 6 (siehe Tabelle 2.1). Bezüglich der durch die Startdetektoren eingeführten Quantisierungsachse bewirkt die Wechselwirkung dann keine Umbesetzung der  $m$ -Zustände, und man erhält im R-Wert-Spektrum eine konstante Anisotropie, also eine flache Linie (Abbildung 2.7b).

Schließlich ist noch die vertikale Geometrie üblich; hier wird der Feldgradient senkrecht zur Detektorebene ausgerichtet. In dieser Geometrie sind wieder alle Detektoren äquivalent und die einfache Frequenz  $\omega_1$  ist Hauptbestandteil des Signals ( $s_1 = 0,64$ ) (Abbildung 2.7c).

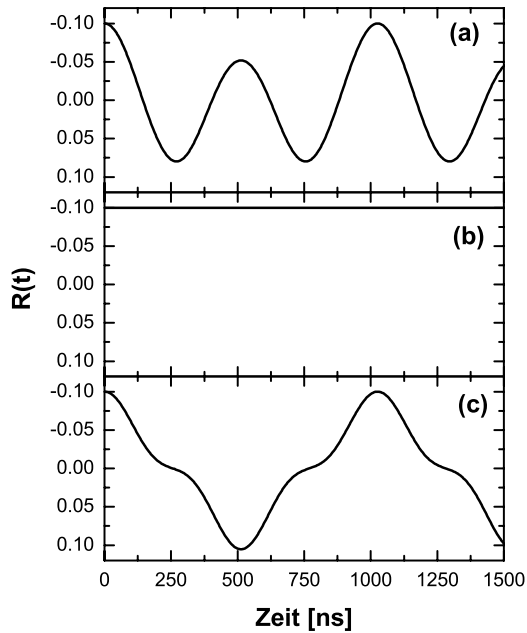


Abbildung 2.7: Die bei den unterschiedlichen Orientierungen des Feldgradienten erwarteten R-Wert-Spektren für ein angenommenes  $\nu_Q$  von 6,5 MHz: Raghavan-Geometrie (a), auf Startdetektor (b) und senkrecht zur Detektorebene (c)

# Kapitel 3

## Vorangegangene Messungen

Bei der Untersuchung von GaN mit der Methode der PAC stand bisher das Ausheilverhalten nach Ionenimplantation im Vordergrund. Dabei wurden die PAC-Sonden  $^{181}\text{Hf}$  und  $^{111}\text{In}$  am Bonner Isotopenseparator implantiert (siehe auch Abschnitt 4.1). Durch RBS/channeling-Messungen [ALV98][LOR00a] wurde der Einbau der Sonden auf substitutionelle Plätze im Ga-Untergitter gezeigt (siehe auch Abschnitt 6.1.2).

Der Einfluß verschiedener Ausheilverfahren durch Kurzzeitempern oder Erhitzen in einem herkömmlichen Ofen sind beobachtet worden [BAR99]. Dabei ist auch die Notwendigkeit eines Schutzes der Oberfläche zur Vermeidung der Ausscheidung des flüchtigen Stickstoffs diskutiert worden [KEI01]. Aufgrund der Ergebnisse dieser Arbeiten versprach ein Kurzzeitverfahren (Abschnitt 4.2) die größten Erfolgsaussichten. Es wurde daher für die weitere Untersuchung des Ausheilverhaltens in der vorliegenden Diplomarbeit ausgewählt. Eine ausführliche Untersuchung anderer Ausheilverfahren mittels PAC- und Photolumineszenz-Messungen ist auch in [WEI99] aufgeführt.

Am Beispiel der Untersuchung mit der Sonde  $^{111}\text{In}$  kann das Ausheilverhalten gut anhand der Spektren (Abbildung 3.1) beobachtet werden. Es ist deutlich die Ausbildung eines Signals beim Tempern und der Rückgang nach Tempern bei 1373 K zu sehen.

Beim Vergleich der Beobachtung mit den beiden Sonden  $^{181}\text{Hf}$  und  $^{111}\text{In}$  fällt vor allem der Unterschied in der Stärke des beobachteten Feldgradienten auf. Aus den gemessenen Quadrupolkopplungskonstanten  $\nu_Q$  wurden die Gitterfeldgradienten nach Formel 2.4 berechnet. Die erhaltenen Werte wurden mit dem Sternheimerfaktor  $(1 - \gamma_\infty)$  korrigiert, um den Einfluß der Elektronenkonfiguration von  $^{111}\text{Cd}$  und  $^{181}\text{Ta}$  herauszurechnen und die Werte miteinander vergleichen zu können.

Bei der Auswertung der Daten (genaue Diskussion in Abschnitt 6.1.2) errechnen sich Werte für  $|V_{zz}|$  von  $1,0 \cdot 10^{15} \text{ V/cm}^2$  aus den Messungen mit  $^{111}\text{In}$  und  $9,8 \cdot 10^{15} \text{ V/cm}^2$  für  $^{181}\text{Hf}$  [LOR01a].

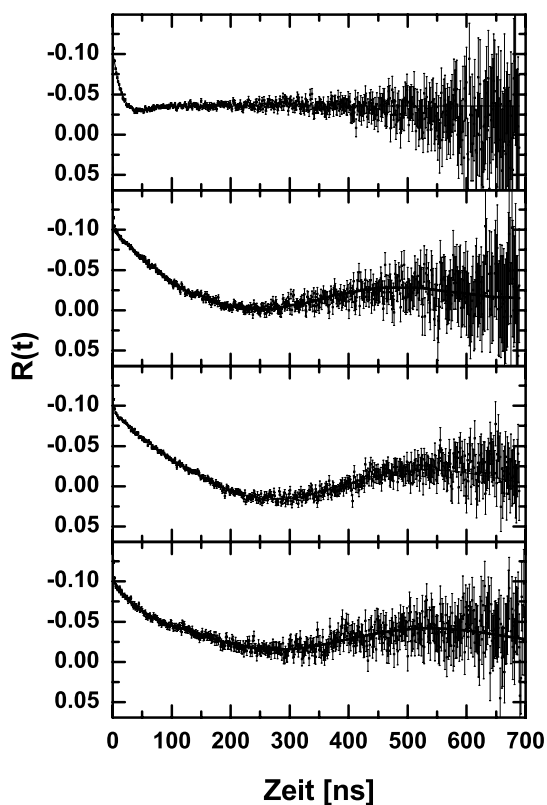
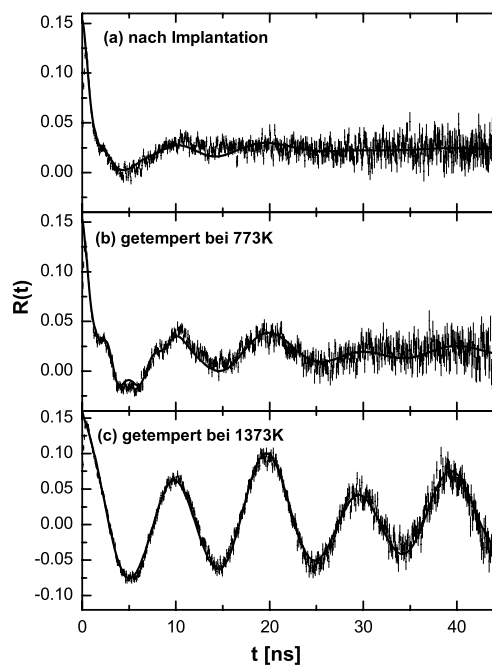


Abbildung 3.1: R-Wert-Spektren einer GaN-Probe bei Untersuchung mit  $^{111}\text{In}$  direkt nach der Implantation, nach Tempern bei 973 K, 1273 K und 1373 K (von oben).

Abbildung 3.2: R-Wert-Spektren einer GaN-Probe bei Untersuchung mit  $^{181}\text{Hf}$  nach unterschiedlichen Tempersritten.



Des Weiteren wurden für Messungen mit  $^{181}\text{Hf}$  über 80 % der Sonden nach dem Ausheilprozeß auf Galliumplätzen mit intakter Gitterumgebung beobachtet [LOR00b], während man bei Messungen mit  $^{111}\text{In}$  maximal 60 % erreicht (Abschnitt 6.1.2).

Ein weiterer Unterschied ist auch die Änderung der Kopplungskonstante  $\nu_Q$  (siehe Abschnitt 2.2.1) nach unterschiedlichen Ausheiltemperaturen für  $^{111}\text{In}$  in GaN. Dieses ungewöhnliche Verhalten tritt bei den Messungen mit  $^{181}\text{Hf}$  nicht auf.

Diese deutlichen Unterschiede dienten als Motivation für neue Messungen mit der Sonde  $^{111}\text{In}$ . Da hier eine Bildung von In-Clustern wie in InGaN-Materialien vermutet wurde, sollte eine Meßreihe mit verschiedenen Indium-Gesamtkonzentrationen durchgeführt werden, um bei Variation der Dosis eine eventuelle Bildung oder Veränderung solcher In-Ausscheidungen beobachten zu können.

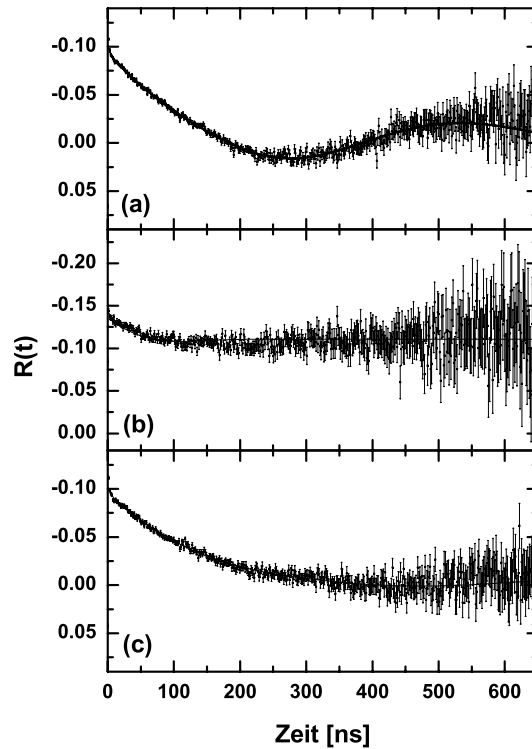


Abbildung 3.3: R-Wert-Spektren für  $^{111}\text{In}$  in GaN in Raghavangeometrie (a), mit dem EFG auf Startdetektor (b) und senkrecht zur Detektorebene (c). Sie bestätigen, daß  $V_{zz}$  in Richtung der  $\hat{c}$ -Achse des GaN liegt. Die Messung in senkrechter Geometrie (c) zeigt eine erhöhte Dämpfung  $\delta$ .



# Kapitel 4

## Probenpräparation

Das Galliumnitrid für die vorliegenden Messungen stammt von zwei verschiedenen Wafern. Zum einen wurde Material von der Firma Cree Research<sup>1</sup> gekauft. Dabei handelte es sich um eine in einem MOCVD-Prozeß (metal organic chemical vapor deposition) epitaktisch auf Saphir ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) abgeschiedene Galliumnitridschicht mit einer Dicke von ca.  $1,3 \mu\text{m}$  und einer n-Dotierung unterhalb von  $5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ .

Ein zweiter Wafer wurde freundlicherweise von der Firma Global Light Industries<sup>2</sup> kostenfrei zur Verfügung gestellt. Es handelt sich dabei ebenfalls um mit MOCVD auf Saphir aufgewachsenes Material mit einer Dicke von über einem  $\mu\text{m}$ . Eine gezielte Dotierung wurde beim Aufwachsen nicht vorgenommen (not intentionally doped).

Da bei den PAC-Spektren kein Unterschied zwischen den verschiedenen Materialien festgestellt werden konnte, wird auf eine Unterscheidung im Weiteren verzichtet.

Für die Implantation wurden mit einer Diamantdrahtsäge aus den Wafern Stücke mit einer Größe von ca.  $5 \times 5 \text{ mm}^2$  herausgeschnitten. Bei einer anschließenden Reinigung in Trichlorethylen, Aceton, Isopropanol und destilliertem Wasser wurden Verunreinigungen der Oberfläche bestmöglich beseitigt.

### 4.1 Implantation

Sämtliche Implantationen wurden am Bonner Isotopenseparator vorgenommen. Hier besteht die Möglichkeit, stabile und radioaktive Isotope mit einer Energie von bis zu 160 keV auf einen Probenhalter zu beschleunigen. Dazu werden die Atome zunächst verdampft, ionisiert und durch Anlegen eines positiven Potentials an die Ionenquelle auf bis zu 80 keV beschleunigt, bevor die entstandenen Ionen durch einen Separationsmagneten nach dem Verhältnis von Ladung zu Massezahl

---

<sup>1</sup>Cree, Inc.; 4600 Silicon Drive; Durham, NC 27703

<sup>2</sup>Global Light Industries GmbH; Karl-Friedrich-Gauß-Str. 1; 47475 Kamp-Lintfort

getrennt werden. Der Probenhalter läßt sich dann noch auf eine Spannung von bis zu  $-80$  kV legen, so daß die maximale Energie der Ionen  $160$  keV beträgt.

In dieser Arbeit wurden das radioaktive Isotop  $^{111}\text{In}$  und das stabile  $^{115}\text{In}$  implantiert.  $^{115}\text{In}$  wurde dabei aus in HCl gelöstem Indiumchlorid verdampft. Der Großteil des radioaktiven  $^{111}\text{In}$  wurde von der Firma NEN<sup>3</sup> bezogen. Sie benutzt zur Herstellung die Reaktion  $^{\text{nat}}\text{Cd}(p, xn)^{111}\text{In}$  bei der auch  $^{111}\text{Cd}$  anfällt. Das Cadmium wird chemisch zum Großteil absepariert und das Indium ebenfalls als gelöstes Indiumchlorid ausgeliefert. Aufgrund derselben chemischen Form beider Isotope können sie mit der gleichen Ionenquelle implantiert werden.

In Ausnahmefällen wurde  $^{111}\text{In}$  auch am Bonner Isochron-Zyklotron durch die Reaktion  $^{109}\text{Ag}(\alpha, 2n)^{111}\text{In}$  hergestellt. Der maximale Wirkungsquerschnitt für diese Reaktion liegt bei einer Energie von ca.  $26$  MeV und beträgt etwa  $1200$  mbarn [LAN89]. Als Strahlenergie werden daher  $33$  MeV gewählt und am Hochstromplatz eine  $100$   $\mu\text{m}$  dicke Silberfolie beschossen.

Da die Folie aus natürlichem Silber besteht und somit  $^{107}\text{Ag}$  enthält, kommt es im gleichem Maße auch zur Produktion von  $^{109}\text{In}$  via  $^{107}\text{Ag}(\alpha, 2n)^{109}\text{In}$ . Dies stellt jedoch lediglich für Anisotropiemessungen ein Problem dar (siehe 5.3).

Bei der Implantation wird das bestrahlte Silber in einem Ofen erhitzt und das Indium aus der Folie verdampft. Anschließend wird es an einer Oberfläche ionisiert. Aufgrund der geringeren Ionisationsenergie kommt es dabei zur bevorzugten Ionisation von Indium gegenüber anderen Verunreinigungen der Masselinie 111 wie z.B. Cadmium.

Für alle hier vorgestellten Messungen wurde Indium aus beiden Bezugsquellen unter einem Einschußwinkel von  $7^\circ$  mit der Maximalenergie von  $160$  keV implantiert. Die Aktivität der Probe wird dabei online mit einem  $\gamma$ -Spektrometer gemessen. Durch Messung des Stroms am Target kann aus der Implantationsdauer und der implantierten Fläche die Gesamtionendosis berechnet werden. Während diese bei der Implantation von Indium aus dem Zyklotron aufgrund des Verdampfungsprozesses aus der Silberfolie etwa der Indiumdosis entspricht, wird bei dem von NEN bezogenen Indiumchlorid auch noch  $^{111}\text{Cd}$  implantiert, welches zum einen aus dem Zerfall des  $^{111}\text{In}$  herrührt, zum anderen aber auch aus der Herstellung und unvollkommenen chemischen Separation beim Hersteller. Für die Messungen mit niedrigen Dosen wurde daher Indium aus dem Zyklotron benutzt, um die für die Messungen erforderliche Aktivität bei niedriger Dosis zu erreichen.

Die Reichweite der Indiumatome im Galliumnitrid wurde mit dem Programm SRIM2000 [BIE80] simuliert. Es berechnet mit Hilfe eines Monte-Carlo-Algorithmus die Effekte einer Ionenimplantation in Schichten verschiedener Materialien wie z.B. Defektkaskaden und Sputtereffekte. Für die Zwecke dieser Arbeit wurde es herangezogen, um zu überprüfen, daß die implantierten Atome innerhalb der GaN-Schicht bleiben und um die Konzentration der In-Atome bei Implantation einer bestimmten Dosis zu bestimmen.

---

<sup>3</sup>NEN Life Science Products GmbH

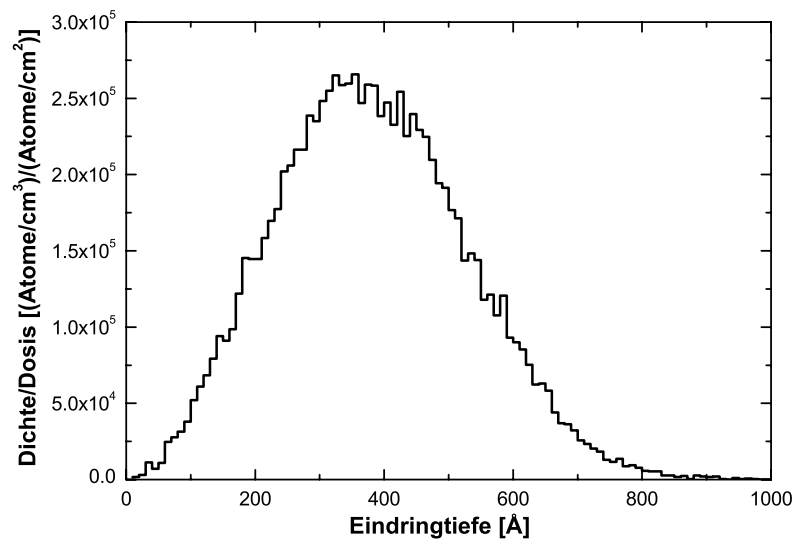


Abbildung 4.1: TRIM-Simulation: Reichweite von In in GaN bei Implantation mit 160 keV.

Abbildung 4.1 zeigt die berechnete Verteilung des In in GaN. Die maximale Reichweite beträgt ca. 800 Å. Es ist also sichergestellt, daß sich alle implantierten Sonden innerhalb der GaN-Schicht und nicht im Substrat befinden. Die maximale Dichte wird bei etwa 350 Å erreicht. Bei einer Dosis von  $10^{15} \text{ cm}^{-2}$  beträgt sie  $2,6 \cdot 10^{20} \text{ Atome/cm}^3$ . Geht man von komplett substitutionellem Einbau des In auf Ga-Plätzen aus, so erreicht man im Ga-Untergitter eine maximale Ersetzung von 6 % aller Ga-Atome durch In.

## 4.2 Tempern der Proben

Zum Ausheilen der implantationsinduzierten Schäden wurde die Probe verschiedenen Temperprozessen unterzogen. Dafür steht eine Kurzzeittemperanlage (RTA = Rapid Thermal Annealing) zur Verfügung [MAR90].

Die Anlage besteht dabei aus einem evakuierbaren Rezipienten und zwei gekühlten Elektroden. Die Probe wird zum Tempern zwischen zwei Graphitstreifen mit einer Breite von 3 cm gelegt, die in die Elektroden eingeklemmt werden. Beim Anlegen einer Spannung an die Elektroden können durch die Joule'sche Wärme hohe Temperatursteigerungen von Raumtemperatur bis auf über 1200 °C in wenigen Sekunden erreicht werden.

Die aktuelle Temperatur wird dabei über ein Thermoelement kontrolliert. Beim Erreichen einer einstellbaren Solltemperatur wird die Heizleistung verrin-

gert und eine elektronische Regelung [MOE92] hält die Temperatur konstant.

Bei Temperaturen über 1200 °C muß die Temperatur mit einem Pyrometer kontrolliert und die Regelung von Hand vorgenommen werden.

Beim Ausheilen der in dieser Arbeit untersuchten GaN-Proben wurde die RTA zunächst evakuiert und dann mit Stickstoff einer Reinheit von 5.0 geflutet. Das Tempern fand dann unter konstantem Stickstofffluß (75 l/min) statt. Um die einzelnen Ausheilschritte gut miteinander vergleichen zu können, wurden isochrone Ausheilprogramme durchgeführt. Die Haltezeit betrug jeweils 120 s.

Da es beim Tempern der Proben zu einem Ausdampfen des Stickstoffs von der Oberfläche kommen kann, wurde beim Tempern eine proximity cap benutzt. Dabei wird eine zweite GaN-Probe mit der GaN-Oberfläche auf die erste gepreßt. Hierdurch kann die Beschädigung der Oberfläche zu höheren Temperaturen hin verzögert werden. Die Diplomarbeit von M. Keiser [KEI01] beschäftigt sich ausführlich mit der Problematik.

# Kapitel 5

## Messaufbau

Der in Abschnitt 2.3.2 beschriebene Versuchsaufbau eignet sich zur Messung bei Raumtemperatur. Es stehen für Messungen bei verschiedenen Temperaturen noch ein Kryo-Refrigator und ein Ofen zur Verfügung.

### 5.1 Messungen unterhalb der Raumtemperatur

Für die PAC-Messungen unter Raumtemperatur steht ein Kryo-Refrigator der Firma Leybold-Heraeus zur Verfügung. Er besteht aus einer Kompressoreinheit und einem zweistufigen Kaltkopf. Mit einem geschlossenen Heliumkreislauf wird über einen Gifford-McMahon-Prozeß der Kaltkopf auf minimale Temperatur gekühlt. Dieser Prozeß besteht aus einem Kreislauf von isochoren und isobaren Einzelschritten bei denen das Helium bei hohem Druck vom Kompressor an den Kaltkopf geleitet wird, von wo es mit niedrigem Druck zurückgeführt wird [LEY].

Die Proben wurden in Kupferfolie eingeschlagen und in einem Probenhalter, ebenfalls aus Kupfer, befestigt. So ist eine aufrechte Position sichergestellt. Zur thermischen Kontaktierung des Probenhalters mit dem Kaltkopf wurde Indium verwendet. Die Orientierung der  $\hat{z}$ -Achse konnte durch Drehen des Kaltkopfes verändert werden. Zum Zwecke der thermischen Abschirmung wurde der Probenhalter dann noch mit einem Aluminiumröhrchen umhüllt. Die Detektoren können dann bis auf 10mm an die Probe herangebracht werden.

Zur Temperaturbestimmung befindet sich auf dem Probenhalter eine geeichte Diode. Durch Widerstandsmessung wird dann die Temperatur im Bereich von 1,4 bis ca. 100K bestimmt. Für höhere Temperaturen steht noch ein Thermistor im oberen Teil des Kaltkopfes zur Verfügung.

Mit diesem Aufbau wurde eine minimale Temperatur von 16,5K erreicht. Um höhere Temperaturen zu erreichen wird eine Stromheizung betrieben. Ein Regelkreislauf stabilisiert dabei den gewünschten Widerstandswert, sorgt also für eine konstante Temperatur.

## 5.2 Messungen oberhalb der Raumtemperatur

Für Hochtemperaturmessungen steht ein im Institut gebauter Ofen zur Verfügung [SCH93]. Das Zentralstück darin ist ein knapp 9cm langer Graphitheizer, der durch Stromfluß erhitzt wird. Die Probe wird dabei in einem Quarzröhrchen in den Heizer eingelassen und auf die Spitze eines Thermoelements gestellt. Die Temperatur wird somit kontinuierlich gemessen und der Stromfluß von einem Steuerprogramm geregelt [WEI93].

Der Ofen wird normalerweise unter Vakuum oder niedrigem Stickstoffdruck ( $\leq 1\text{mbar}$ ) betrieben. Um den Ofen und die  $\text{BaF}_2$ -Kristalle der Detektoren zu schützen wird die doppelwandige Ofenummantelung wassergekühlt. Dabei ist der Aufbau platzsparend genug, um die Detektoren bis auf 15mm an die Probe heranschieben zu können.

Da in dieser Arbeit Einkristalle gemessen werden sollten, mußte auch die Orientierung sichergestellt werden. Dazu wurde knapp über dem unteren Ende eines Quarzröhrchens die Hälfte der Wand abgefräst, so daß die Probe aufrecht an der anderen Hälfte stehen kann. Mit einem Wolframdraht wurde die Probe dann festgeklemmt. Die Orientierung der Oberflächennormalen in der Detektorebene mußte per Augenmaß vorgenommen werden.

Der mögliche Meßbereich des Ofens erstreckt sich von Raumtemperatur bis weit über  $1000^\circ\text{C}$  und reicht somit über den Bereich, in dem Galliumnitrid langzeitstabil ist.

## 5.3 Messung der Anisotropiekoeffizienten

Bei den Messungen im Ofen und im Kryostaten kommt es zu vermehrter Streuung der  $\gamma$ -Quanten in der Verkleidung und im Probenhalter. Dies hat zur Folge, daß nicht die volle, für den eingestellten Abstand Probe-Detektor ( $d$ ), erwartete Anisotropie beobachtet wird. Um die zu erwarteten Anisotropiekoeffizienten zu bestimmen, wurde eine Silberfolie am Zyklotron für ca. 15 Minuten wie in Abschnitt 4.1 beschrieben bestrahlt und anschließend in der RTA bei  $500^\circ\text{C}$  für 120 s ausgeheilt. Die Indiumsonden befinden sich dann auf substitutionellen Silberplätzen. Aufgrund der kubischen Symmetrie des Silbergitters verschwindet der elektrische Feldgradient bei ausgeheiltem Gitter am Ort der Sonden ( $V_{xx} = V_{yy} = V_{zz} = 0$ ) und man erhält im R-Wert-Spektrum die volle, aufgrund der eingestellten Detektorgeometrie erwartete Anisotropie.

Das bei der Bestrahlung entstehende  $^{109}\text{In}$  weist jedoch einen  $\gamma$ -Zerfall von 205 keV auf und stört damit den für die PAC-Messung interessanten Energiebereich so, daß eine genaue Einstellung der Start- und Stopenergiefenster unmöglich wird. Da  $^{109}\text{In}$  eine Halbwertszeit von 4,3 Stunden hat, kann man die Probe jedoch vor Beginn der Messung abklingen lassen.

Die PAC-Spektren (Abbildung 5.1) lassen sich dann mit einer langsamen Frequenz fitten, die im Beobachtungszeitraum ein konstantes Signal liefert. Bei Angabe der erwarteten Anisotropiekoeffizienten  $A_{22}$  und  $A_{24}$  liefert der Fit dann eine multiplikative Konstante  $\alpha$  um die die gefitteten Werte von den Meßwerten abweichen. Für die Fits der Messungen im Kryostaten und im Ofen wurden die erwarteten Koeffizienten  $A_{22}^{\text{erw.}}$  einfach mit der erhaltenen Konstante multipliziert. Dabei wurden folgende Resultate erreicht:

|          | d     | $A_{22}^{\text{erw.}}$ | $\alpha$ | $A_{22}^{\text{gem.}}$ |
|----------|-------|------------------------|----------|------------------------|
| Ofen     | 14 mm | -0,1230                | 0,818736 | -0,1007                |
| Kryostat | 10 mm | -0,0980                | 0,796426 | -0,0780                |

Tabelle 5.1: Durch Messung von  $^{111}\text{In}$  in Silber ermittelte Anisotropiekoeffizienten für Messungen im Ofen und im Kryostaten.

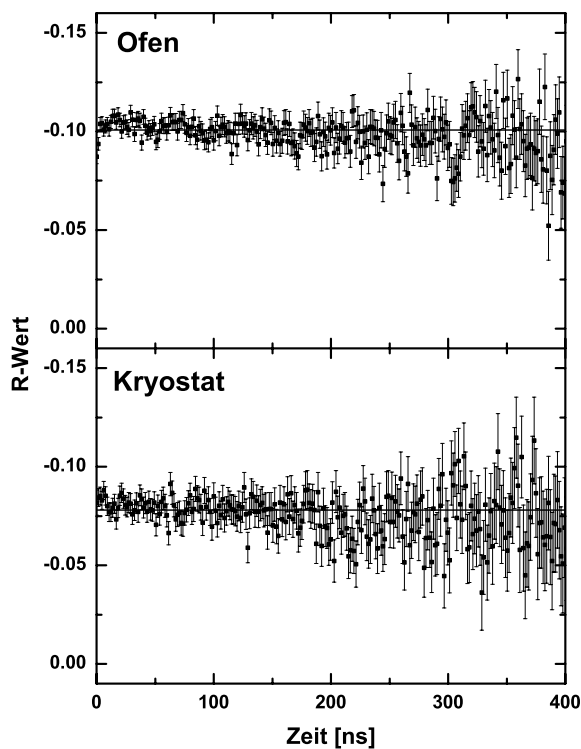


Abbildung 5.1: R-Wert-Spektren von  $^{111}\text{In}$  in Silber zur Anisotropiemessung im Ofen und im Kryostaten

# Kapitel 6

## Messungen & Ergebnisse

### 6.1 Variation der Indiumkonzentration

Für die Beobachtung des Einflusses der implantierten Indiumdosis auf die PAC-Spektren wurden insgesamt 8 verschiedene Proben hergestellt und gemessen. Der untersuchte Dosisbereich umfaßt drei Größenordnungen und reicht von  $6 \cdot 10^{11}$  bis  $2 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ . Die höheren Konzentrationen wurden dabei durch Vorimplantation von  $^{115}\text{Indium}$  realisiert, während die Proben mit niedrigen Dosen nur die für die Messung erforderliche Menge  $^{111}\text{Indium}$  enthielten. Die niedrigste Gesamtdosis lag dabei bei  $6 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ . Die Probe GaN02f hatte mit  $2 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$  die höchste Vorimplantationsdosis. Hier wurde die Dosis am ITN<sup>1</sup> in Lissabon mit RBS bestimmt, während man bei den anderen Proben auf die Dosisbestimmung am Implanter angewiesen war.

Eine Auflistung der gemessenen Proben zeigt Tabelle 6.1. Die angegebenen  $^{111}\text{In}/\text{Cd}$ -Dosen bezeichnen dabei die Gesamtdosis implantierter Ionen während der radioaktiven Implantation. Durch Herstellung (siehe 4.1) und unvollständige Separation ist bei den Proben mit NEN-Indium der Großteil der Dosis auf  $^{111}\text{Cd}$  zurückzuführen. Bei den Implantationen von Indium aus der Herstellung im Zyklotron ist  $^{111}\text{Cd}$  lediglich aufgrund des bereits zerfallenen Indiums zu erwarten. Hier wird jedoch wegen der verwendeten Oberflächenionisation bei der Extraktion aus der Silberfolie Indium bevorzugt.

Da die Implantationen immer solange durchgeführt wurden, bis ein online messender Detektor eine Aktivität anzeigte, die sich für PAC-Messungen als günstig erwiesen hat, kann davon ausgegangen werden, daß die tatsächliche  $^{111}\text{In}$ -Dosis bei allen Proben ähnlich ist und bei etwa  $5 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  liegt. Die zusätzliche Cd-Dosis hängt dann von der Strahlgüte und somit von verschiedenen Ofen- und Plasmaparametern ab. Deshalb variiert sie von Probe zu Probe sehr stark.

Nach Implantation wurde in einem isochronen Temperprogramm das Ausheilverhalten der Proben nach Kurzzeitbehandlung in der RTA untersucht. Die

---

<sup>1</sup>Instituto Tecnológico e Nuclear, Lissabon



| Probe               | ges. In-Dosis [ $\text{cm}^{-2}$ ] | $^{111}\text{In}/\text{Cd}$ -Dosis [ $\text{cm}^{-2}$ ] | $^{111}\text{In}$ -Quelle |
|---------------------|------------------------------------|---|---------------------------|
| GaN#47              | $1 \cdot 10^{13}$                  | $1 \cdot 10^{13}$                                       | NEN <sup>1</sup>          |
| GaN01f              | $6,1 \cdot 10^{13}$                | $1,1 \cdot 10^{13}$                                     | NEN                       |
| GaN02f              | $2 \cdot 10^{15}$                  | $\leq 5 \cdot 10^{13}$                                  | Zyklotron <sup>2</sup>    |
| GaN03f              | $3 \cdot 10^{14}$                  | $2,5 \cdot 10^{12}$                                     | NEN                       |
| GaN04f              | $1,2 \cdot 10^{14}$                | $1,1 \cdot 10^{12}$                                     | NEN                       |
| GaN05f <sup>3</sup> | $1,2 \cdot 10^{14}$                | $1,1 \cdot 10^{12}$                                     | NEN                       |
| GaN06f              | $5 \cdot 10^{14}$                  | $2,5 \cdot 10^{12}$                                     | NEN                       |
| GaN11f              | $6 \cdot 10^{11}$                  | $6 \cdot 10^{11}$                                       | Zyklotron                 |

Tabelle 6.1: Mit PAC gemessene Proben zur Untersuchung der Effekte bei Variation der implantierten Indiumdosis. Mit angeführt ist die Probe GaN#47 (siehe Abbildung 3.1), die bei der Auswertung hinzugezogen wurde.

Proben GaN#47 (ohne Vorimplantation) und GaN01f wurden dabei am ausführlichsten untersucht. Die Ausheiltemperatur wurde sukzessive um 100 K erhöht und zwischen den einzelnen Schritten jeweils PAC-Spektren, bei ausgewählten Punkten auch einige Orientierungsmessungen, aufgenommen. Da mehrfach Proben parallel vermessen wurden und größerer Wert auf eine gute Statistik und weniger auf die Anzahl der Meßpunkte gelegt wurde, fiel das Meßprogramm bei den anderen Proben zum Teil bedeutend kürzer aus.

### 6.1.1 Datenauswertung

Bei der Datenauswertung wurde Wert auf eine konsistente Beschreibung aller Proben gelegt. Daher wurden auch alte Daten aus der Meßreihe der Probe GaN#47 neu ausgewertet. Gefittet wurden die erhaltenen Spektren mit dem Programm NNFit [BAR92]. Dabei wurden zwei einkristalline und ein polykristalliner Anteil verwendet. Aufgrund der aus anderen Messungen (Kapitel 3) bekannten Orientierung des Gitterfeldgradienten wurde die Richtung des Feldgradienten des ersten Anteils dabei als fest in Richtung der Oberflächennormale (entlang der  $\hat{c}$ -Achse) angenommen.

Der zweite Anteil wurde ebenfalls einkristallin angepaßt. Für die Orientierung dieses Anteils stellte sich ein Winkel zwischen Feldgradienten und Startdetektor, in NNFit  $\varphi$  genannt, zwischen  $22^\circ$  und  $26^\circ$  als ideal heraus. Es wurde angenommen, daß der Feldgradient in der Detektorebene liegt ( $\vartheta = 0$ ). Diese Werte wurde

<sup>1</sup>NEN Life Science Products GmbH

<sup>2</sup>Bestrahlung einer Silberfolie am Bonner Zyklotron (Abschnitt 4.1)

<sup>3</sup>Die Probe GaN05f wurde zwischen Vorimplantation und  $^{111}\text{In}$ -Implantation für 2 Minuten bei  $1000^\circ\text{C}$  unter Stickstofffluß und einer proximity cap getempert um den Einfluß des bei der Vorimplantation entstandenen korrelierten Implantationsschadens in der Umgebung der Sonden abseparieren zu können.

auch bei abweichenden Kristallorientierungen (Abbildung 2.6) beibehalten.

Der dritte, polykristalline Anteil wies bei allen Spektren eine hohe Dämpfung auf. Diese beschränkt den Effekt des Anteils auf die ersten Punkte des Spektrums. Es ist daher anzunehmen, daß er die Abweichungen von der erwarteten Anisotropie und die Sonden in stark gestörter Umgebung beschreibt. Da hier auch eventuelle Fehler bei der Bestimmung der Zeitnullpunkte der aufgenommenen Spektren stark einfließen, wird dieser Anteil nicht tiefergehend besprochen.

### 6.1.2 Ergebnisse

Als Beispiel für die Ergebnisse des Temperprogramms soll hier die Probe GaN#47 dienen. Die optische Veränderung der Spektren (siehe Abbildung 3.1) spiegelt sich hauptsächlich wider in einer Verschiebung der prozentualen Anteile der verschiedenen Frequenzen. Direkt nach der Implantation zeigt sich ein für Halbleiter typisches, stark gestörtes Spektrum. Erst nach Beginn des Ausheilprogrammes kommt es zur Ausbildung der drei gefitteten Frequenzen. Die Änderung der Hyperfeinparameter des ersten und zweiten Anteils ist in Abbildung 6.1 dargestellt.

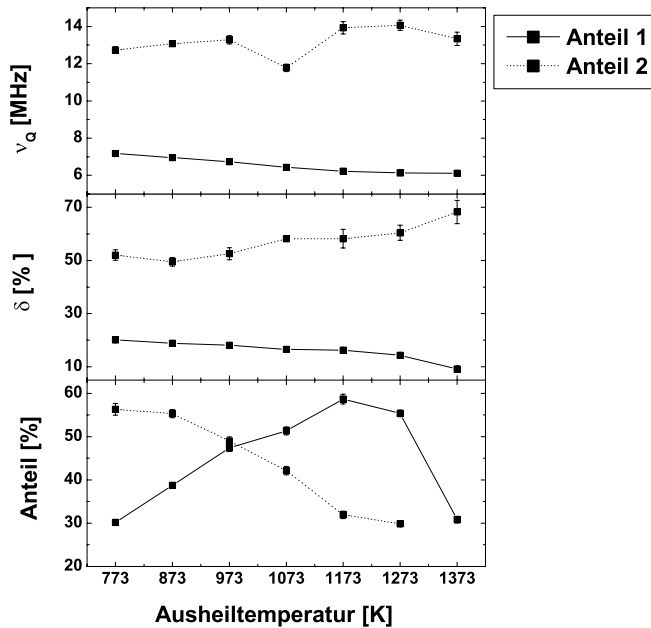


Abbildung 6.1: Einfluß des Temperns auf Anteile  $f$ , Dämpfung  $\delta$  und Frequenz  $\nu_Q$  im System  $^{111}\text{In}:\text{GaN}$  ohne  $^{115}\text{In}$ -Vorimplantation.

Befinden sich nach dem Tempersschritt bei 673 K noch weniger als 20 % der Sondenkerne in der von der ersten Frequenz beschriebenen Umgebung, so steigt

dieser Anteil bis zur Behandlung bei 1173 K stetig auf knapp 60 % an und fällt erst nach dem Temperschritt bei 1373 K rapide wieder ab. Dieser Anstieg geht auf Kosten der anderen beiden Anteile. So fällt die Besetzung des zweiten Anteils von anfänglich 59 % (673 K) auf 30 % nach einer Ausheiltemperatur von 1273 K ab. Der dritte Anteil schließlich trägt nach anfänglich noch 25 % schon ab der Behandlung bei 873 K nur noch zu unter 10 % zum Spektrum bei.

Die verschiedenen Anteile zeigen auch bezüglich Frequenz und Dämpfung ein unterschiedliches Verhalten. Während die Quadrupolkopplungskonstante  $\nu_Q$  des zweiten Anteils sich bei durchgehend hoher Dämpfung  $\delta$  mit leicht ansteigender Tendenz um einen Wert von ca. 13 MHz bewegt, zeigt der erste Anteil erstaunlicherweise einen deutlichen Frequenzabfall von 7,6 bis auf 6,1 MHz zu höheren Ausheiltemperaturen hin. Dies wird begleitet von einer ebenfalls stetig nachlassenden Dämpfung (von Anfangs ca. 20 % auf unter 15 %).

Die hier regelmäßig durchgeführten Orientierungsmessungen bestätigen dabei die Orientierung des ersten Feldgradienten entlang der  $\hat{c}$ -Achse. So verschwindet bei der Orientierung der Oberflächennormalen auf den Startdetektor (siehe 2.6) das Signal des ersten Anteils vollständig, während die anderen beiden Anteile ihren Beitrag nicht wesentlich ändern (Abbildung 3.3).

Alle bisherigen Veröffentlichungen [BUR97][RON97] stimmen darin überein, daß der erste Anteil von den substitutionell auf Galliumplätzen eingebauten Sondenatomen mit defektfreier Umgebung herrührt (Gitteranteil). Daß implantiertes Indium sich bei der Implantation in GaN zu über 90 % auf Galliumplätzen einfindet, wurde bereits mit emission channeling [RON97] und channeling mit Rutherford Backscattering (RBS) [ALV98][LOR00a] gezeigt. Des weiteren stimmt die Richtung des gemessenen Feldgradienten mit der aufgrund der Kristallsymmetrie erwarteten Orientierung des Gitterfeldgradienten überein. Somit kann hier von einer defektfreien Umgebung ausgegangen werden. Dies deckt sich auch mit dem Verlauf des prozentualen Anteils der Sonden beim Ausheilen: der Anteil steigt erst langsam bei hohen Temperaturen an. Hier spiegelt sich die Tatsache wider, daß in Galliumnitrid erst bei hohen Temperaturen Diffusionsvorgänge zu beobachten sind. Nach der Behandlung bei 1373 K fällt der Anteil dann stark ab. Hier ist dann schon unter dem Mikroskop eine deutliche Schädigung der Oberfläche sichtbar: der Stickstoff tritt aus und man erkennt das zurückbleibende metallische Gallium [KEI01].

Bei der Beobachtung der Dämpfung fällt ein Abfall zu höheren Ausheiltemperaturen hin auf. Dies bedeutet, daß die Sonden eine zunehmend einheitlichere Umgebung sehen, was wiederum mit dem Ausheilen des Gitters in Einklang steht.

Der Abfall des Anteils der zweiten Frequenz hängt dann ebenfalls mit dem Ausheilen des Gitters zusammen. Aufgrund der hohen Dämpfung des Signals wird hier eine weite Verteilung verschiedener Feldgradienten an den Orten der Sondenatome beschrieben. Hierzu paßt die uneinheitliche Orientierung des Feldgradienten. Unabhängig von der Probenorientierung liefert der zweite Anteil nämlich immer ähnliche Beiträge zum Spektrum. Ein „Ausschalten“ der Wechselwirkung

durch Ausrichtung des Feldgradienten auf einen Startdetektor wie beim Gitteranteil ist nicht gelungen.

Da der zweite Anteil jedoch auch nicht durch ein polykristallines Signal zu beschreiben ist, liegt hier die Vermutung nahe, daß eine Überlagerung verschiedener einkristalliner Anteile beobachtet wird, wie sie z.B. bei Leerstellen in nächster Umgebung zu beobachten wäre. Hier liegen, je nach Kristallsymmetrie, eine festgelegte Zahl verschieden orientierter Feldgradienten vor, die jedoch nicht einzeln aufgelöst und gefittet werden können.

Ohne eine genauere Aussage über die Natur der Defekte in der Umgebung der Sonde treffen zu können, kann der zweite Anteil also als gestörter Anteil gedeutet werden. Aufgrund der Ergebnisse aus der Rutherford-Rückstreuung [LOR00a] und des Emission Channeling [RON97] ist aber zu erwarten, daß es sich um substitutionell auf Ga-Plätzen eingebaute Sonden handelt, bei denen der Feldgradient aufgrund verschiedener Defekte in der Umgebung der Sonde vom Gitterfeldgradienten abweicht.

### Unterschiede bei Variation der Dosis

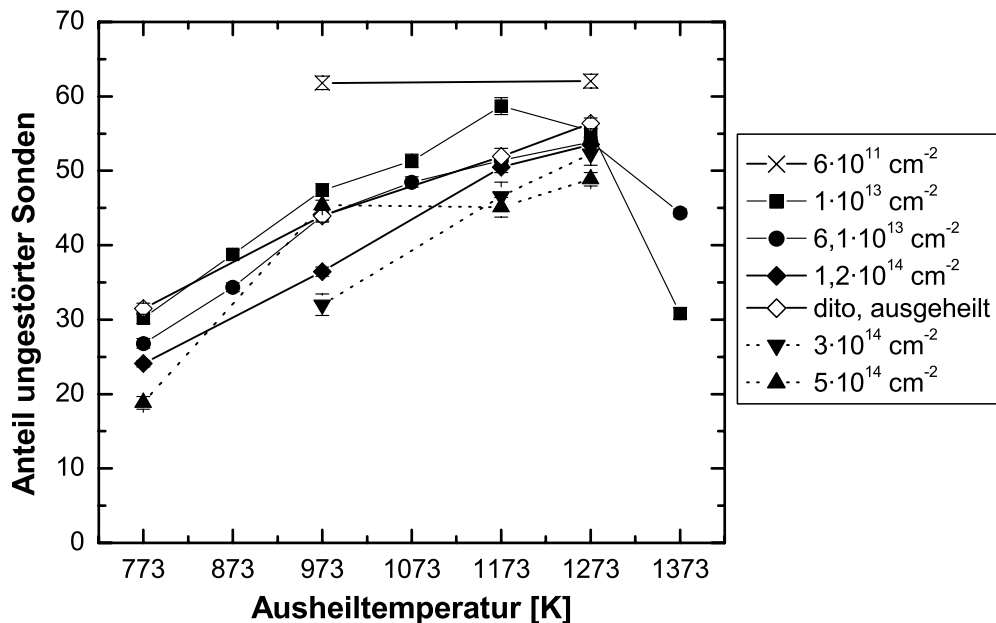


Abbildung 6.2: Variation des Anteils ungestörter  $^{111}\text{In}$ -Sonden in GaN beim Tempern für Proben mit unterschiedlichen In-Gesamtdosen.

Während das beschriebene Verhalten für alle Proben qualitativ zutrifft zeigen sich doch Unterschiede bei einem genaueren Vergleich der einzelnen Proben. Zunächst beobachtet man für den Anteil der ungestörten Sonden eine klare Abhängigkeit von der In-Gesamtdosis. Proben mit höheren Dosen zeigen nach den einzelnen Ausheilschritten im Allgemeinen einen niedrigeren Gitteranteil. Abbildung 6.2 zeigt die einzelnen Verläufe. Vor allem Proben mit einer Dosis von über  $10^{14} \text{ cm}^{-2}$  zeigen nach der Behandlung der Proben bei 773 K einen um bis zu 10 % niedrigeren Anteil ungestörter Sonden. Dies ändert sich erst nach dem Ausheilschritt bei 1273 K, wo man bei den hochimplantierten Proben nochmals einen Anstieg beobachtet, während die anderen Proben wenig bis gar keine Änderung zeigen. Bis auf die Probe mit einer Gesamtdosis von  $5 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}$  erreichen alle Proben einen Gitteranteil zwischen 50 und 60 %. Die Probe GaN11f mit  $6 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  erreicht hier sogar einen Anteil ungestörter Sonden von 62 %. Interessant ist hier auch das Verhalten der Probe GaN05f, die zwischen  $^{115}\text{In}$ -Implantation und der Implantation der Sonden bei 1173 K ausgeheilt wurde. Es zeigte sich ein deutlich höherer Gitteranteil als bei der bis auf das Tempern gleich behandelten Probe GaN04f.

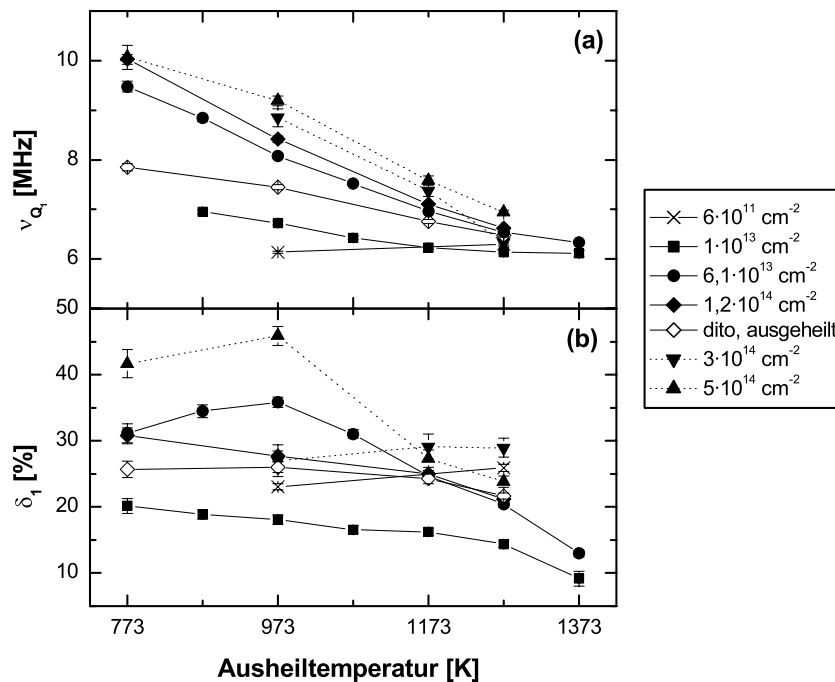


Abbildung 6.3: Verhalten von Frequenz  $\nu_Q$  (a) und Dämpfung (b) ungestörter  $^{111}\text{In}$ -Sondenkerne in GaN beim Tempren für Proben mit unterschiedlichen In-Gesamtdosen.

Auffällig ist auch der Abfall des Hyperfeinfeldes bei besser ausgeheilten Umgebungen. Die maximale Frequenz zu Beginn des Ausheilprogrammes steigt mit der Dosis stark an. Die Proben mit höheren In-Implantationsdosen zeigen grundsätzlich höhere Frequenzen nach gleichen Temperschritten. Zu höheren Ausheiltemperaturen hin nimmt die Differenz jedoch ab, bis nach der Behandlung bei 1273 K, also der bestmöglichen Ausheilung, die einzelnen Werte konvergieren und in einem Bereich zwischen 6,1 und 7,0 MHz liegen. Die nach der Vorimplantation ausgeheilte Probe nimmt wieder eine Sonderstellung ein und zeigt deutlich niedrigere Frequenzen als die gleichzeitig implantierte Referenzprobe.

Die Dämpfung des Gitteranteils zeigt ein deutlich uneinheitlicheres Bild. Die abfallende Tendenz hin zu besserer Ausheilung bestätigt sich jedoch bei den meisten Proben.

Der gestörte Anteil zeigt keine klare Korrelation zur implantierten In-Dosis. Es wird lediglich ein höherer Mittelwert der Quadrupolkopplungskonstante für höher implantierte Proben beobachtet, der ähnlich zum Gitteranteil bei besserem Ausheilen nachläßt. Nach Tempern bei 1273 K beobachtet man Werte zwischen 12 und 15 MHz. Der Anteil liegt dann für alle Proben bei ca. 30 %. Lediglich die höchstimplantierte Probe ( $5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ ) zeigt zu Gunsten des stark gestörten dritten Anteils einen Wert von nur 16 %.

### 6.1.3 Ergänzende Messungen

Zwei Proben wurden mit der Röntgendiffraktometrie (XRD) an der Universität Magdeburg<sup>2</sup> vermessen. Sie wurden parallel in Bonn mit einer Gesamtdosis von  $5 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}$  implantiert. Eine Probe wurde danach 120 s in der RTA bei 1273 K getempert.

Abbildung 6.4 zeigt die erhaltenen Spektren. Die nicht ausgeheilte Probe zeigt eine deutliche Aufweitung des (0002)-Reflexes von GaN hin zu niedrigeren Winkeln. Dies weist auf eine Aufweitung des Gitters entlang der  $\hat{c}$ -Achse hin. In dieser verspannten Region wird ein Gitterparameter  $c$  von 5,216 Å beobachtet, im Gegensatz zu den 5,185 Å im Hauptpeak. Nach dem Tempern verschwindet diese Schulter, was auf eine Relaxation der verzerrten Regionen hinweist.

### 6.1.4 Diskussion

Nicht unerwartet sind die niedrigeren Anteile ungestörter Sonden bei höheren Implantationsdosen. Hier ist ein deutlicher Effekt der größeren Defektdichte korrelierter Implantationsschäden sichtbar. Man erhält einen größeren Anteil an Sonden mit einem von verschiedenen denkbaren Defekten in der näheren Umgebung.

---

<sup>2</sup>Für die Durchführung der Messungen danken wir Dr. Bläsing von der Universität Magdeburg.

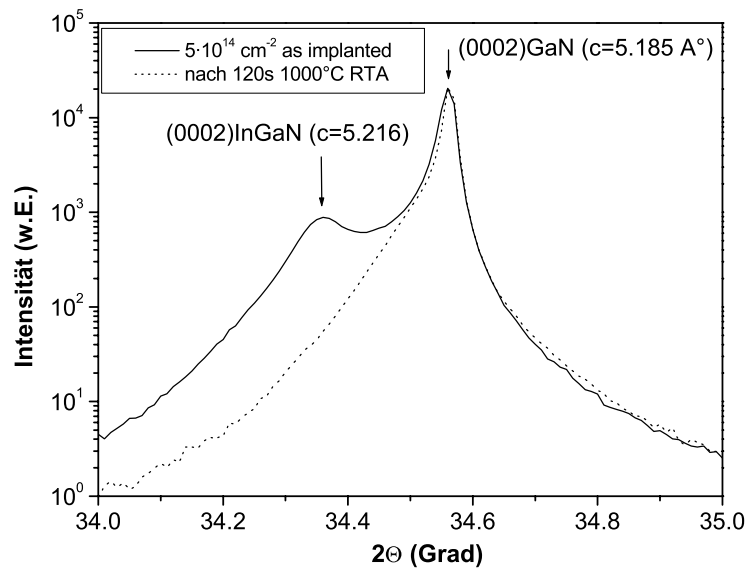


Abbildung 6.4: Aufweitung des Gitters in Richtung der  $\hat{c}$ -Achse nach Ionenimplantation von In in GaN und Effekt des Temperns

Erst beim Ausheilen der Defekte beim Tempern steigt der Anteil substitutioneller Sonden mit defektfreier Umgebung an. Mit Beseitigung der Defekte erreichen schließlich alle Proben ähnliche Zustände mit vergleichbaren Anteilen ungestörter Sonden. Dies weist darauf hin, daß der Großteil der korrelierten Schäden durch Tempern ausheilbar ist.

Der maximal erreichbare Anteil ungestörter Sonden für <sup>111</sup>In in GaN von ca. 60 %, wie er auch von anderen Gruppen [BUR97][RON97] erhalten wurde, zeigt keine deutliche Dosisabhängigkeit (siehe Abbildung 6.2). Er bleibt unabhängig von der Dichte der durch die Implantation erzeugten Schäden spezifisch für das System <sup>111</sup>In:GaN. Die reine Messung der Dosisabhängigkeit gibt über die Ursache keine weitere Information.

Die erhöhte Quadrupolkopplungskonstante  $\nu_{Q_1}$  der ungestörten Sonden bei unvollständiger Ausheilung des Gitters zeigt hingegen eine klare Korrelation mit der Gesamtdosis. Nach dem Ausheilen bei 973 K steigt die Frequenz deutlich mit der Dosis an. Der lineare Fit in Abbildung 6.5 soll den Zusammenhang verdeutlichen. Leider reicht die Genauigkeit der Dosisangabe nicht aus, um den Zusammenhang zu bestätigen. Die Fehler ließen sich aus verschiedenen Konzentrationsmessungen mit RBS abschätzen.

Bei guter Ausheilung des Kristalls (1273 K) ist dieser Effekt wesentlich schwächer. Die Ursache für den Anstieg des Feldgradienten ist hier weitgehend

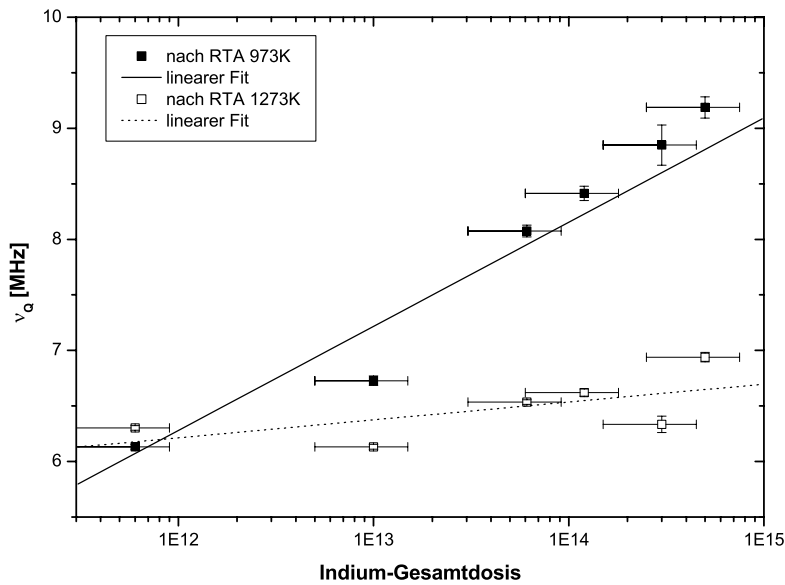


Abbildung 6.5: Abhängigkeit von  $\nu_{Q_1}$  von der Implantationsdosis nach Tempern bei 973 K und 1273 K

beseitigt.

Aufgrund der Röntgenuntersuchung (Abbildung 6.4) läßt sich auf die Ausbildung eines Verzerrungsfeldes in der Probe durch eine Elongation der  $\hat{c}$ -Achse schließen. Dies wird auch von anderen Messungen bestätigt: Sienz et al. [SIE01] haben durch Messung der makroskopischen Verbiegung von GaN-Proben bei Implantation von Mg, Ca und Si Spannungsaufbau nachgewiesen. Liu et al. beobachteten ebenfalls eine Gitteraufweitung anhand der Änderung des (0002)-XRD-Reflexes bei Ca-Implantation [LIU00].

Aufgrund unserer Ergebnisse läßt sich also auf einen deutlichen Einfluß der Gitterverzerrung auf den elektrischen Feldgradienten am Ort des Sondenatoms schließen. Aufgrund des Frequenzanstiegs für alle Sonden scheint also die Gesamtdosis direkten Einfluß auf den von einer einzelnen Sonde beobachteten Feldgradienten zu haben. Dies deckt sich mit den Messungen von Liu et al. [LIU00], in denen nicht ein Anstieg der Intensität der auch von uns beobachteten Schulter auf dem (0002)-Reflexes beobachtet wurde, sondern eine Verschiebung der Schulter zu kleineren Winkeln und damit einer stärkeren Aufweitung des Gitters. Es handelt sich hier also nicht um einen mikroskopischen Effekt in der Umgebung der einzelnen Sonden sondern um den Aufbau eines makroskopischen Verzerrungsfeldes in der gesamten implantierten Schicht, der mit der insgesamt erzeugten Defektdichte korreliert ist.



Beim Tempern wird die Gitterverzerrung durch Relaxation der implantierten Schicht beim Ausheilen der bei der Implantation erzeugten Defekte abgebaut und es kommt zum Abfall des Feldgradienten. Deutlich wird dies bei der Untersuchung des Effekts des Ausheilens der Probe GaN05f nach der Vorimplantation. Sie zeigt das Verhalten einer Probe mit deutlich niedrigerer Dosis, die durch die Vorimplantation erzeugten Defekte sind hier schon weitgehend behoben. Das Konvergieren der Feldgradienten aller Proben nach Tempern bei 1273 K weist schließlich auf das Erreichen eines gemeinsamen Zustands hin, dessen Verzerrung der der unimplantierten Probe nahekommt.

Unbeantwortet bleibt zunächst die Frage, warum auch nach dem Ausheilen bei allen Proben maximal 60 % der Sonden dem Gitterfeldgradienten unterliegen. Dies verwundert vor allem deswegen, weil die Annäherung der beobachteten Feldgradienten beim Tempern auf ein gutes Ausheilen des Gitters hinweist und mit RBS/channeling-Messungen ein Anteil substitutionell eingebauter In-Atome von über 90 % beobachtet wurde [LOR00a]. Die leichten Abweichungen der Proben mit hohen Implantationsdosen von den erreichbaren 60 % weisen jedoch bei diesen Proben auf das Vorhandensein nicht mehr ausheilbarer, durch Ionenimplantation erzeugter Defekte hin.

### Maximale Indiumdosis

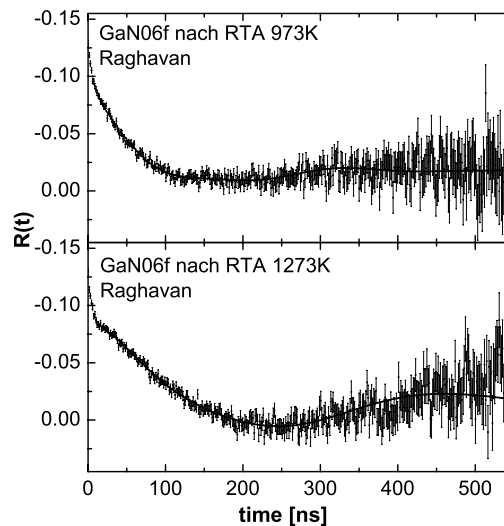


Abbildung 6.6: Das Spektrum der Probe mit der Gesamtionendosis von  $5 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}$  weist nach der Behandlung bei 1273 K einen Anteil ungestörter Sonden auf.

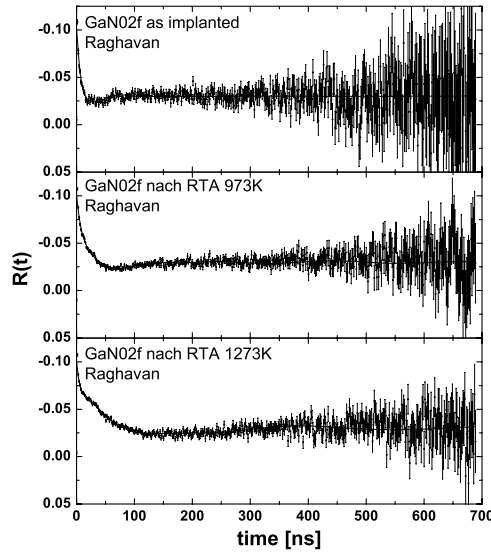


Abbildung 6.7: Bei einer Gesamtionendosis von  $2 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$  sinkt nach Tempern der Schwerpunkt der Frequenzverteilung ab, es kommt jedoch nicht zur Ausbildung eines scharfen Signals.

Ein weiteres Ziel der Messung der Dosisabhängigkeit war die Ermittlung der maximalen Indiumdosis, bei der die Effekte noch ausgeheilt werden können. Hier wird eine einsetzende Amorphisierung der Probe erwartet. Zu diesem Zweck wurde eine Probe mit einer Dosis von  $2 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$  präpariert. RBS/Channeling-Messungen [LOR00a] zeigen bei dieser Probe eine hohe Defektdichte, jedoch keine Amorphisierung. Aus Sicht der PAC ist die Amorphisationsgrenze jedoch schon überschritten. Das Ausheilen in der RTA zeigt nur einen geringen Effekt auf den R-Wert, das Spektrum bleibt stark gedämpft. Die typische Form eines ausgeheilten Spektrums wird an keinem Punkt erreicht, und es läßt sich bei der Datenauswertung kein Gitteranteil mehr nachweisen. Wie in [NAT00] beschrieben ist die Rutherford-Rückstreuung im Allgemeinen etwas unempfindlicher. Die erwähnten Messungen zeigen für eine Indiumdosis von  $5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$  deutlich nicht ausheilbare Defekte. Ein deutlich amorphes Spektrum erhält man mit RBS erst bei einer Dosis von  $3 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ .

### Aussagekraft der Daten

Die Schwierigkeit bei der Auswertung der Spektren liegt in der sehr geringen Stärke der beobachteten Wechselwirkung. So bedeutet die beobachtete Frequenz  $\omega_1$  (siehe 2.2.1) von 6 MHz eine Periode von ca. 1000 ns. Bei einem Beobachtungszeitraum von 800 ns hat man jedoch schon knapp die 10-fache Lebensdauer

des Zwischenniveaus der  $^{111}\text{In}$ -Kaskade beobachtet, und die Statistik des Signals wird gegenüber dem Untergrund zu schwach, um verlässliche Aussagen über die Anisotropie treffen zu können. Aufgrund der Korrelation der einzelnen Parameter, wie z.B. der Dämpfung  $\delta$  mit dem prozentualen Anteil von Sondenkernen in einem bestimmten Feldgradienten, lassen sich nur relative Vergleiche anstellen. Lediglich die beobachteten Kopplungskonstanten  $\nu_Q$  sind im Rahmen der Fehler auch absolut zu bewerten.

Die Proben GaN03f und GaN06f wurden außerdem noch auf der 3-Detektor-Anlage gemessen, bei der noch erschwerend hinzukommt, daß sie aufgrund der Signalverarbeitung nur Spektren von maximal 512 Kanälen erlaubt und hier zusätzliche Information verloren geht. Durch die veränderte Elektronik können die Spektren auch leicht unterschiedlich aussehen, so daß die Ergebnisse nur bedingt miteinander vergleichbar sind.

### Zusammenfassung

Zusammengefaßt kann man also sagen, daß die Ionenimplantation vor allem eine Verzerrung des Gitters zur Folge hat, die durch eine Änderung der Gitterparameter einen starken Einfluß von über 40 % auf den Feldgradienten hat. Die nur geringen Unterschiede in den Anteilen bei Variation der Indiumdosis lassen jedoch vermuten, daß das Gitter noch nicht wesentlich beschädigt ist. Vielmehr deutet das Verhalten der Feldgradienten bei der Ausheilung auf eine gute Gitterrekonstruktion hin, bei der es unverständlich ist, daß man maximal 60 % der Sondenkerne in störungsfreier Umgebung beobachten kann. Viele Messungen, unter anderem von M. Keiser [KEI01] und C. Ronning et al. [RON97], haben gezeigt, daß diese Grenze nicht abhängig von Dotierung, Qualität und Bearbeitung des verwendeten Wafers ist, sondern eine spezielle Erscheinung des Systems  $^{111}\text{In} : \text{GaN}$  zu sein scheint.

Des Weiteren wurde gezeigt, daß der erreichbare Ausheilungsgrad auch unabhängig von der Gesamtdosis der implantierten Ionen ist, sofern die Dosis unter einer Schwelle bleibt, bei der die Gitterstruktur des implantierten Bereichs beginnt, lokal in einen amorphen Zustand überzugehen. Aufgrund der hier gefundenen Ergebnisse wurde die Schwelle auf den Bereich zwischen  $5 \cdot 10^{14}$  und  $2 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$  begrenzt.

Die zunächst vermuteten Indiumcluster wurden bei diesen Messungen nicht beobachtet. Nach dem Ausheilen bei 1273 K zeigen alle Proben ein ähnliches Verhalten. Ein bei Clusterbildung zu erwartendes, dosisabhängiges Signal in ausgeheiltem Gitter konnte nicht nachgewiesen werden.

## 6.2 Temperaturabhängigkeit des Hyperfeinfeldes

Im zweiten Teil der vorgelegten Arbeit wurde die Temperaturabhängigkeit des Hyperfeinfeldes der substitutionellen, ungestörten Sonden untersucht. Dabei erhoffte man sich, analog zur implantationsinduzierten Gitterverzerrung, eine Änderung der Kopplungskonstanten  $\nu_Q$  aufgrund der thermischen Expansion des Gitters zu sehen.

Insgesamt fünf Proben wurden zunächst mit  $^{111}\text{In}$  implantiert. Die Implantationsenergie lag wiederum bei 160 keV. Nach Implantation wurden die Proben in der RTA für 120 s bei 1000 °C unter einem proximity cap ausgeheilt. Die Probe GaN11f wurde abweichend davon zuvor schon bei 700 °C ausgeheilt und gemessen, da sie auch für die Untersuchung des Ausheilprozesses bei verschiedenen In-Dosen (Abschnitt 6.1) herangezogen wurde. Die Messungen wurden anschließend bei verschiedenen Temperaturen im Kryostaten und im PAC-Ofen durchgeführt (siehe Abschnitt 5). Da hier zunächst eine genaue Temperaturmessung und eine gute Orientierung des Einkristalls sichergestellt werden mußte, unterscheiden sich die gemessenen Bereiche und die Anzahl der Meßpunkte von Probe

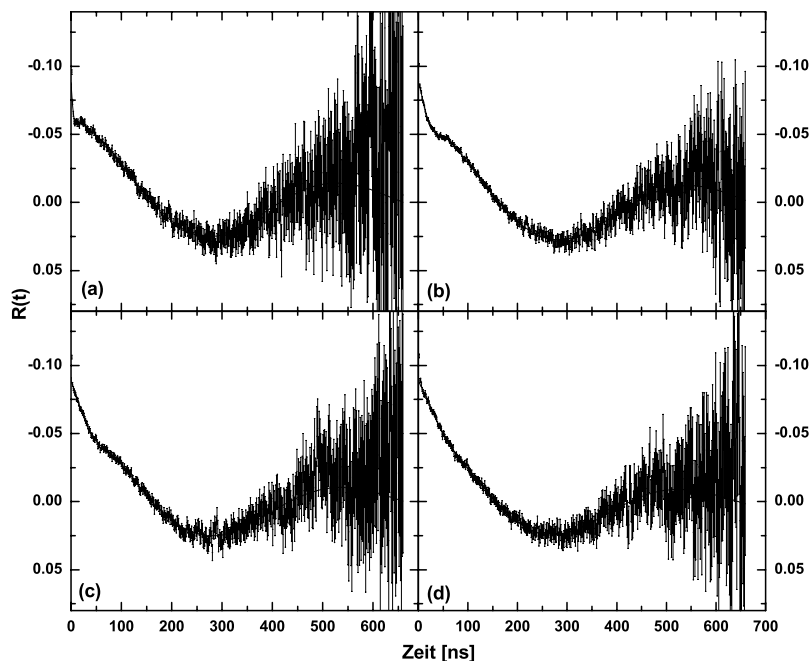


Abbildung 6.8: R-Wert-Spektren für  $^{111}\text{In}$  in GaN bei Temperaturen von 16,5 K (a), 123 K (b), 198 K (c) und 273 K (d).

zu Probe erheblich.

Um die thermische Stabilität von GaN zu überprüfen, wurden bei höheren Temperaturen mehrere Spektren bei einer Temperatur aufgenommen, um so Änderungen im Spektrum durch Ausheileffekte oder Zersetzung der Probe beim Ausdampfen des Stickstoffes von der Oberfläche beobachten zu können.

### 6.2.1 Spektren

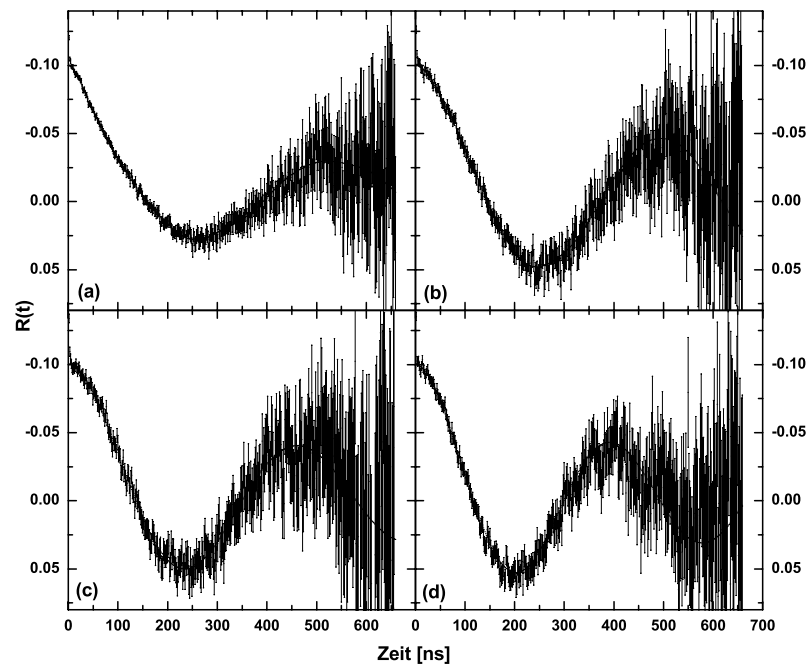


Abbildung 6.9: R-Wert-Spektren für  $^{111}\text{In}$  in GaN bei Temperaturen von 323 K (a), 423 K (b), 523 K (c), und 823 K (d).

Bei der optischen Prüfung der erhaltenen R-Wert-Spektren fällt ein unterschiedliches Verhalten des Signals oberhalb und unterhalb der Raumtemperatur auf. In Abbildung 6.8 sind Spektren der Probe GaN09f bei verschiedenen Temperaturen im Kryostaten gezeigt. Man erkennt dabei keine Änderung des Signals zu höheren Zeiten hin, lediglich der Beginn des Spektrums zeigt eine deutliche Änderung hin zu einem schnelleren Anisotropieabfall bei niedrigeren Temperaturen.

Bei höheren Temperaturen zeigt sich dann ein deutlicher Anstieg der beobachteten Frequenz (Abbildung 6.9). Dabei nimmt auch der Anfang des Spektrums

eine andere Form an, was hier schon auf eine deutliche Änderung des Verhaltens der Sondenkerne in gestörter Umgebung hinweist.

### 6.2.2 Datenauswertung

Für die Fits wurden zunächst die Anisotropiekoeffizienten benutzt, die mit der Silberfolie für den Kryostaten und den Ofen bestimmt wurden (siehe Abschnitt 5.3). Dabei zeigte sich, daß bei den Messungen in GaN im Kryostaten eine höhere Anisotropie als bei der Messung an der Silberfolie beobachtet wurde. Deshalb wurde die multiplikative Konstante auf einen Wert von 0,9 korrigiert und für alle Meßreihen konstant gehalten. Um herauszufinden, ob die Abweichung durch ein unvollständiges Ausheilen der Silberfolie oder eine schlechte Reproduktion der Detektorgeometrie hervorgerufen wurde, wäre eine weitere Anisotropiemessung wünschenswert gewesen. Leider konnte sie im Rahmen dieser Arbeit nicht mehr durchgeführt werden.

Für die Messungen im Kryostaten wurden dann zwei einkristalline Anteile angefitet.  $f_1$  beschreibt dabei den Anteil der substitutionellen, ungestörten Sonden. Hier wurde von einer erfolgreichen Orientierung der Probe im Displex ausgegangen ( $\varphi = 45^\circ$ , siehe auch Abbildung 2.6). Der zweite Anteil  $f_2$  beschreibt ähnlich wie bei der Variation der Indiumdosis die Sondenkerne in gestörter Umgebung.

Bei den Messungen im PAC-Ofen wurden zunächst drei Anteile benutzt, wobei im Vergleich zum Displex eine dritte, polykristalline Frequenz hinzugenommen wurde. Sie beschreibt dabei die Abweichungen der beobachteten Anisotropie zu den Koeffizienten, die mit der Messung von  $^{111}\text{In}$  in Silber ermittelt wurden. Hierdurch kommt es zu kleinen Fehlern beim Vergleich der ermittelten Anteile der einzelnen Sondenumgebungen, die jedoch dadurch begrenzt sind, daß die dritte Frequenz einen Anteil von weniger als 10 % bei der Probe GaN09f ausmacht, die als einzige mit genügend Meßpunkten über den gesamten Temperaturbereich hinweg beobachtet werden konnte.

Bei den anderen Proben gibt es nicht genug Punkte, um das Verhalten quantitativ über den gesamten Temperaturbereich beschreiben zu können. Sie zeigen jedoch qualitativ dasselbe Verhalten wie die Probe GaN09f. Als verlässlicher Parameter wurde von diesen Proben nur die Quadrupolkopplungskonstante  $\nu_Q$  der Sonden in ungestörter Umgebung für die Beschreibung der Temperaturabhängigkeit benutzt.

### 6.2.3 Temperaturabhängigkeit des Gitteranteils

Die schon an den Spektren ersichtliche Verschiebung des Minimums der R-Wert-Kurven zu kleinen Zeiten hin beruht auf der Änderung der Quadrupolkopplungskonstante  $\nu_{Q_1}$  der ungestörten Sonden. Während unterhalb der Raumtemperatur für alle Proben Werte um 6,3 MHz beobachtet werden, steigen die Werte aller Proben zu höheren Temperaturen steil an. Bei einer Temperatur von 1023 K liegt

$\nu_{Q_1}$  bei 9,2 MHz. In den Verlauf passen sich dabei auch Werte verschiedener Proben gut ein (Abbildung 6.10).

Des Weiteren wird ein Anstieg des Anteils ungestörter Sonden zu höheren Temperaturen hin festgestellt (Abbildung 6.11). Die Probe GaN09f zeigt hier bei Raumtemperatur zunächst einen Anteil von ca. 65 %. Dies entspricht etwa dem bei der Untersuchung der Dosisabhängigkeit gefundenen Wert. Die Abweichung ist durch die Korrelation des beim Fit erhaltenen Anteils der einzelnen Sondenumgebungen mit den verwendeten Anisotropiekoeffizienten zu erklären.

Beim Aufheizen stellt man nun einen S-förmigen Anstieg des Gitteranteils fest. Ab einer Temperatur von 573 K läßt sich das gesamte Spektrum mit einem einzigen Anteil beschreiben, und man erreicht also bis auf den Fehler bei den benutzten Anisotropiekoeffizienten einen Anteil der Sondenkerne in ungestörter Umgebung von 100 %. Der dritte Anteil variiert innerhalb der Fehler nicht und liegt bei ca. 7 %. Bei der Beschreibung der Spektren ab 573 K wurde er vernachlässigt.

Das gesamte Verhalten ist dabei reversibel, wie die Messung an der Probe GaN#60 zeigt (gestrichelte Linie in Abbildung 6.10). Sie wurde zunächst bei Raumtemperatur gemessen und dann beim Aufheizen bei 200 °C, 400 °C und 600 °C. Dann wurde wieder abgekühlt und Spektren bei 300 °C und wiederum Raumtemperatur aufgenommen. Dabei unterscheiden sich die beiden Raumtemperaturmessungen in allen Werten im Rahmen der Fehler nicht und auch die beobachtete Frequenz bei 300 °C paßt gut in den Verlauf hinein.

#### 6.2.4 Verhalten der gestörten Sonden

Analog zum Anwachsen des Anteils ungestörter Sonden verschwindet der Anteil von Sondenkernen in gestörter Umgebung zu höheren Temperaturen hin. Ab 573 K aufwärts lassen sich keine Sonden in gestörter Umgebung mehr nachweisen.

Bei der Beobachtung der Quadrupolkopplungskonstante  $\nu_Q$  zeigt sich bei Raumtemperatur zunächst eine Frequenz von 17 MHz wie sie auch aus der Untersuchung des Ausheilverhaltens bekannt ist. Dieser Wert fällt dann zu höheren Temperaturen immer mehr ab bis man bei 523 K 11 MHz beobachtet und die beiden Anteile nicht mehr klar trennen kann.

Zu niedrigen Temperaturen ist ein deutlicher Frequenzanstieg bemerkbar, der sich durch einen immer steileren Anisotropieabfall bei tieferen Temperaturen in den Spektren widerspiegelt (Abbildung 6.8). Bei 16,5 K erhält man aus dem Fit schließlich eine stark gedämpfte Frequenz ( $\delta = 94\%$ ) um einen Wert von 138(11) MHz.

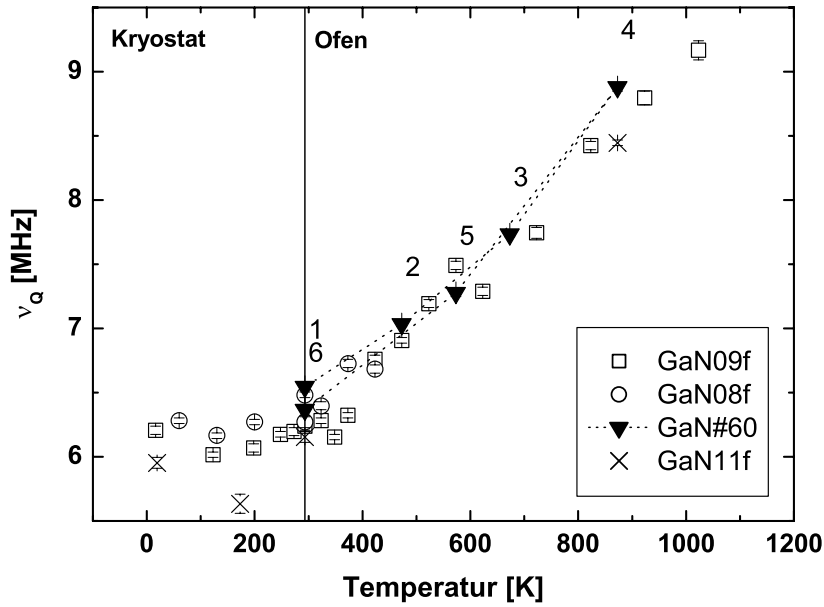


Abbildung 6.10: Temperaturabhängigkeit von  $\nu_{Q_1}$  für  $^{111}\text{In}$  in ausgeheiltem GaN bei unterschiedlichen Proben. Alle Proben zeigen ein ähnliches Verhalten. Die Datenbeschriftung bei der Probe GaN#60 zeigt den Ablauf der Messungen.

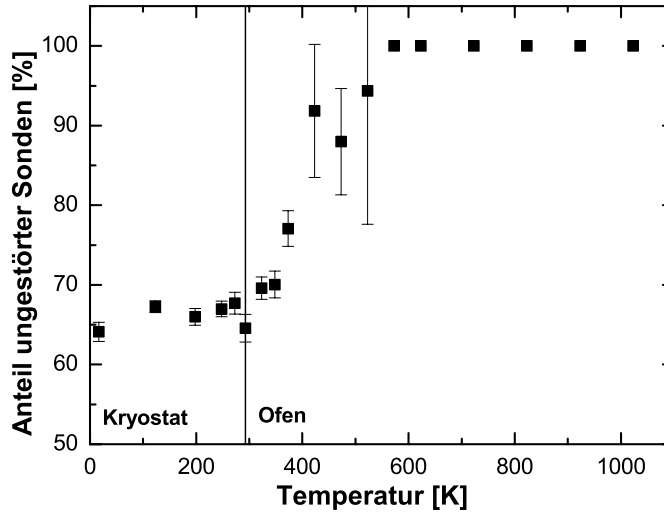


Abbildung 6.11: Nach Ausheilen zeigt sich bis Raumtemperatur für  $^{111}\text{In}$  in GaN ein Anteil von Sondenkernen in ungestörter Umgebung von ca. 65%. Der Anteil steigt danach steil an.



### 6.2.5 Diskussion

#### $T^{3/2}$ -Abhängigkeit von $\nu_{Q_1}$

Aufgrund der kubischen Symmetrie wird in den meisten Halbleitern wie Si oder GaAs kein Feldgradient und damit keine Temperaturabhängigkeit beobachtet. Bei Messungen an einigen nichtkubischen, ternären Halbleitern wurde von Möller [MOE95] auf einen Vorzeichenwechsel des Feldgradienten geschlossen. Barfuß et al. beobachteten in den Verbindungen  $\text{Sb}_2\text{Te}_3$  und  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  zumindest einen leichten Anstieg der Kopplungskonstante  $\nu_Q$  [BAR83]. Bei den Substanzen handelt es sich dabei um Halbleiter mit sehr kleinen Bandlücken von 0,32 eV bzw. 0,13 eV.

In nichtkubischen Metallen wird in der Regel jedoch ein Abfall des Feldgradienten mit zunehmender Temperatur beobachtet. Dabei wird der einfache Zusammenhang

$$\nu_Q(T)/\nu_Q(0) = 1 - B \cdot T^{3/2}$$

mit positiven Werten für B in der Größenordnung von  $10^{-5} \text{ K}^{-3/2}$  beobachtet [CHR76]. Die hier gemessenen Werte für die Kopplungskonstante der ungestörten Sonden wurden daraufhin ebenfalls auf diesen Zusammenhang hin untersucht und zeigen ein ähnliches Verhalten (Abbildung 6.12).

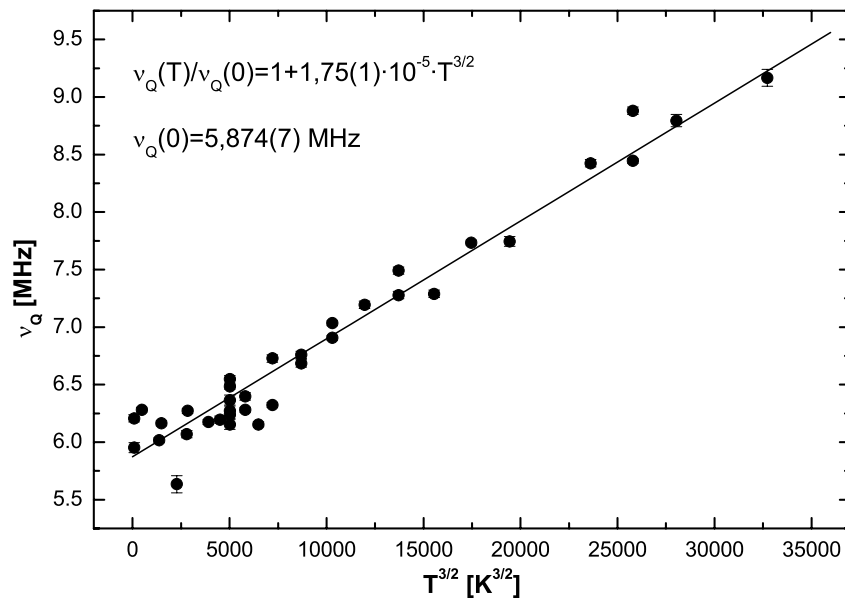


Abbildung 6.12: Untersuchung der  $T^{3/2}$ -Abhängigkeit des Hyperfeinfeldes für  $^{111}\text{In}$  in GaN.

Ein linearer Fit erbrachte für die Koeffizienten folgende Werte:

$$B = -1,75(1) \cdot 10^{-5} \text{ K}^{3/2} \quad \nu_Q(0) = 5,874(7) \text{ MHz}$$

Die relative Änderung von  $\nu_Q$  in GaN liegt also in derselben Größenordnung wie in anderen nichtkubischen Kristallen, zeigt jedoch erstaunlicherweise einen Anstieg mit der Temperatur.

### Thermische Expansion und Punktladungsmodell-Simulation

Um zu untersuchen, ob der beobachtete Anstieg des Feldgradienten zu hohen Temperaturen hin durch die thermischen Eigenschaften des Gitter verursacht wird, wurden Literaturdaten über die thermische Expansion gesammelt. Anders als bei der Gitterverzerrung durch Ionenimplantation liegen aus Röntgendiffraktometriemessungen nicht nur Informationen über die Änderung des  $c$ -Parameters bei Variation der Temperatur vor, sondern auch über die Temperaturabhängigkeit des  $a$ -Parameters. In der Literatur [IWA00][LES94] wird dabei von einem Anstieg beider Parameter, also einer Erweiterung der Einheitszelle, berichtet. Die Änderung ist dabei anisotrop und es wurde ein Abfall des  $c/a$ -Verhältnisses zu höheren Temperaturen hin beobachtet.

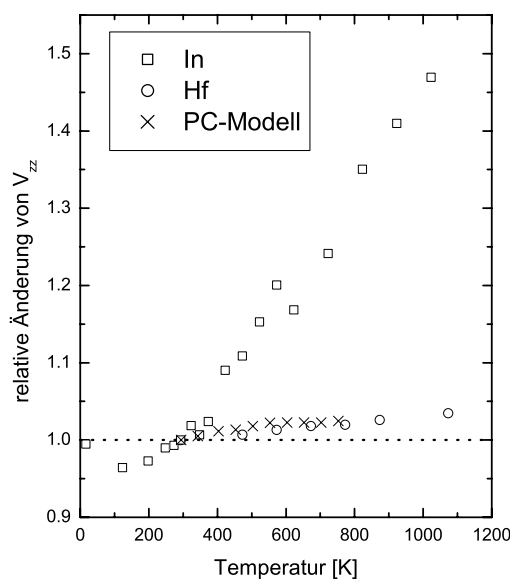


Abbildung 6.13: Relative Änderung der Kopplungskonstante  $\nu_Q$  der ungestörten Sonden mit der Temperatur aus PAC-Messungen mit  $^{111}\text{In}$  und  $^{181}\text{Hf}$  und Simulation im Point-Charge-Modell. Die Messungen mit Indium zeigen eine deutlich stärkere Temperaturabhängigkeit.

Leider existieren keine Informationen über die Auswirkung dieser Deformation auf den Feldgradienten wie z.B. aus Simulationen mit dem WIEN-Programm. Ausgehend von der Annahme der Temperaturunabhängigkeit des  $u$ -Parameters wurden jedoch in unserer Gruppe Rechnungen mit einem Point-Charge-Modell (PC-Modell, siehe [ASS85]) angestellt. Sie deuten zwar auf einen leichten Anstieg des Feldgradienten bis ca. 550 K hin, die relative Änderung liegt jedoch nur im Bereich von 2,5 Prozent. Oberhalb von 550 K liefert das PC-Modell konstante Feldgradienten.

Der Unterschied dieser Vorhersage zum Experiment könnte auf eine Temperaturabhängigkeit des  $u$ -Parameters hinweisen. Vorliegende WIEN-Simulationen in verschiedenen Wurtzitkristallen zeigen eine große Empfindlichkeit des EFG bei Variationen von  $u$  [DIE98][ALO99].

Erste Messungen der Temperaturabhängigkeit von  $\nu_Q$  in GaN mit der Sonde  $^{181}\text{Hf}$  [LOR01b] zeigen einen annähernd linearen Anstieg bis mindestens 1100 K. Dabei ist die prozentuale Änderung von  $\nu_Q$  geringer als die Vorhersage des PC-Modells.

### Gestörter Anteil

Der beschriebene Anstieg des Anteils ungestörter Sonden mit zunehmender Temperatur verblüfft zunächst im gemessenen Temperaturbereich, da bei so niedrigen Temperaturen keinerlei Diffusion in GaN erwartet wird. Platzwechsel, die zu einer weiteren Ausheilung des Gitters führen, können auch aufgrund der Reversibilität des beobachteten Effekts ausgeschlossen werden. Ein Modell zur Beschreibung muß also sowohl das ungestörte Signal der Sonden bei hohen Temperaturen als auch den starken Abfall der Anisotropie zu Beginn der Spektren bei niedrigen Temperaturen erklären. Der Mechanismus muß dabei reversibel sein.

### Modell der dynamischen Störstelle

Eine mögliche Ursache für das Verhalten der gestörten Sonden wäre das Vorhandensein einer bei Raumtemperatur beweglichen Störstelle in der Umgebung der Sonde. Dabei wäre eine solche Störstelle bei tiefen Temperaturen zunächst ortsfest eingefroren. Für die Sonden bedeutet dies eine statische Störung. Dabei steht aber die Richtung des hierdurch erzeugten Feldgradienten nicht fest. Gibt es dabei viele denkbare Orientierungen, so entspricht dies am ehesten einer polykristallinen Verteilung statischer Feldgradienten, da alle Orientierungen möglich sind. Wesentliches Merkmal eines solchen Signals wäre in der PAC der Abfall des Signals auf einen Hardcore-Wert, da auch bei beliebiger Orientierung ein Teil (im Fall  $\eta = 0$  ist dieser  $1/5$  des Ausgangssignals) der Anisotropie erhalten bleibt.

Mit zunehmender Temperatur kann die Störstelle dann aufgrund der thermischen Energie die Position wechseln und wird dabei in einem bestimmten Zustand

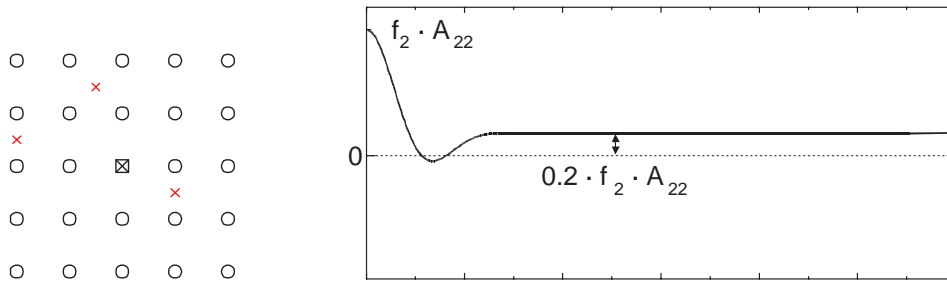


Abbildung 6.14: Statischer Grenzfall: Die Störstelle ist an einem von mehreren möglichen Orten eingefroren, die Sonden unterliegen einer Verteilung statischer Feldgradienten und man erhält ein quasi polykristallines Spektrum

eine durchschnittliche Aufenthaltsdauer  $\tau$  aufweisen. Fällt diese Aufenthaltsdauer dann unter die Lebensdauer des Zwischeniveaus ab ( $\tau \sim t_{1/2}$ ), so kann die Störstelle während des Beobachtungszeitraums der Sonde mehrfach die Position wechseln. Die Sonde erfährt dann Feldgradienten mit sich plötzlich ändernder Orientierung und die Richtungskorrelation zwischen  $\gamma_1$  und  $\gamma_2$  geht verloren. Das Signal wird dann im Gegensatz zum statischen Fall nicht auf den Hardcorewert sondern auf Null abfallen.

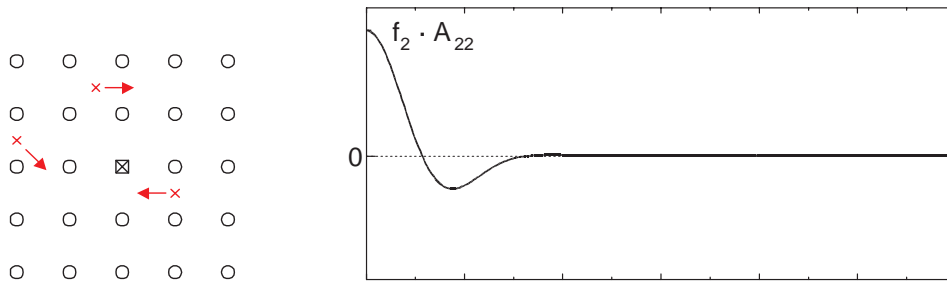


Abbildung 6.15: Dynamischer Bereich: Die Störstelle erreicht eine Sprungfrequenz bei der die Aufenthaltsdauer an einem Ort in den Bereich der Lebensdauer des Zwischeniveaus des Sondenkerns kommt. Die Störstelle kann also während des Beobachtungszeitraums „hüpfen“ und man beobachtet einen Abfall der Anisotropie auf Null.

Bei noch höheren Temperaturen wird die Sprungrate der Störstelle schließlich so groß, daß die Sonde nicht mehr an die einzelnen Feldgradienten der Störstelle an einem festen Ort, sondern an einen zeitlichen Mittelwert koppelt. Man befindet sich dann im quasistatischen Grenzfall. Der Effekt ist aus der NMR auch als „motional narrowing“ bekannt, da man eine Verengung des Signals mit zunehmender Temperatur beobachten kann. In der PAC würde dies einer Abnahme der Dämpfung entsprechen.

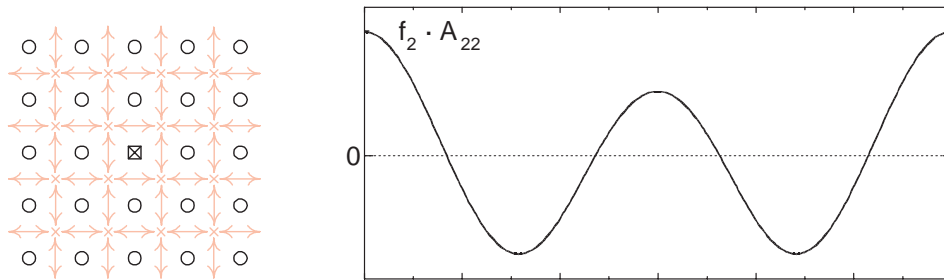


Abbildung 6.16: Im quasistatischen Grenzfall unterliegen die Sonden dem zeitlichen Mittel des elektrischen Feldgradienten. Beträgt der Beitrag der Störstelle im Mittel Null, so beobachtet man den Gitterfeldgradienten der ungestörten Sonden.

Bewegt sich die Störstelle dabei beispielsweise auf kubischen Plätzen, kann sich der dadurch induzierte Feldgradient wegmitteln und man mißt am Ort der Sonden nur noch den Gitterfeldgradienten.

Das Modell würde erklären, warum die Sonden bei hohen Temperaturen demselben Feldgradienten wie die ungestörten Sonden unterliegen und ist im Einklang mit der Reversibilität des Prozesses. Ein wesentliches Merkmal für die Überprüfung der These wäre die Beobachtung eines Hardcorewertes bei Tiefsttemperaturmessungen, der bei den Messungen bei Raumtemperatur nicht zu beobachten sein sollte.

## Überprüfung des Modells

Um das vorgestellte Modell anhand der Daten genauer untersuchen zu können, wurde aus den Daten der bei Raumtemperatur ungestörte Anteil absepariert. Hierzu wurde ein Spektrum unter Beibehaltung des Anteils  $f_1$  der ungestörten Sonden mit den jeweils ermittelten Werten für Quadrupolfrequenz  $\nu_Q$  und Dämpfung  $\delta$  simuliert und von den ermittelten R-Wert-Spektren abgezogen. Die erhaltenen Spektren sind in Abbildung 6.17 für einige Punkte zusammengefaßt.

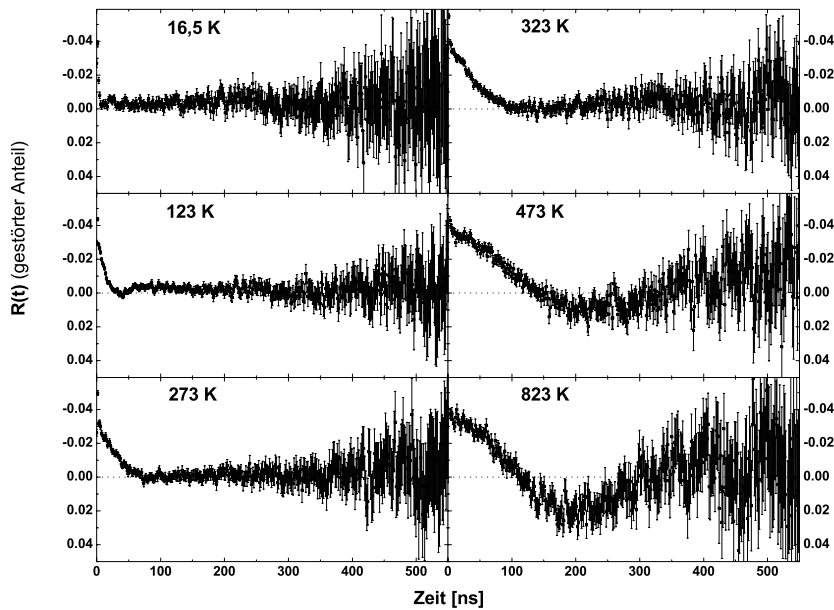


Abbildung 6.17: Der gestörte Anteil im  $^{111}\text{In}$ -Spektrum in GaN. Der Anteil der ungestörten Sonden wurde von den Daten subtrahiert.

Im statischen Grenzfall sollte eine Restanisotropie zu hohen Beobachtungszeiten hin beobachtbar sein (Abbildung 6.14). Bei einem Anteil  $f_2$  von 35 % gestörter Sonden, einer Anisotropie  $A_{22}$  im Displex von 0,088 und einem Hardcore von 20 % des Ausgangssignals wäre die erwartete Verschiebung  $0,2 \cdot f_2 \cdot A_{22}$  etwa 0,006. Leider ist die Ungenauigkeit bei der Orientierung der Probe (siehe nächster Abschnitt) zu groß, um bei der Messung des hardcore diese Genauigkeit zu erreichen.

## Probleme bei der Messung der Temperaturabhängigkeit

Problematisch bei der Aufnahme der Spektren erwies sich vor allem die Orientierung der GaN-Einkristalle. So mußte unter anderem bei beiden Anlagen ein

Probenhalter ausgesucht bzw. konstruiert werden, mit dem die Vermessung in Raghavan-Geometrie (siehe 2.6) möglich ist.

Bei geöffnetem Kryostaten kann die Probe auf wenige Grad ( $\pm 5^\circ$ ) genau eingestellt werden. Diese Ungenauigkeit liegt bei der vorgestellten Messung noch im Rahmen der sonstigen Fehler. Der Fehler bei der Orientierung im PAC-Ofen ist mit dem verwendeten Probenhalter jedoch noch um einiges größer ( $\pm 10^\circ$ ). Darum sind die Koeffizienten  $s_n$  bei der Mischung der verschiedenen Übergangsfrequenzen leider nicht genau bekannt und die Bestimmung der Parameter der einzelnen Anteile ist stark erschwert. Besonders negativ für die Überprüfung des Modells der beweglichen Störstelle erweist sich dabei der unbekannte Anteil des Hardcore.

Eine zweite Fehlerquelle liegt in der Einstellung der Detektorabstände zu der Probe. Da hier kein starres Gestell besteht, müssen nach Einbau des Kryostaten und des Ofens in die Anlage die Detektoren per Augenmaß so justiert werden, daß sich die Probe mittig befindet. Dabei kann der Detektorabstand von Meßreihe zu Meßreihe um wenige Millimeter variieren. Die effektive Anisotropie zeigt jedoch eine starke Abhängigkeit von dieser Einstellung, so daß ein relativer Vergleich der Anteile der verschiedenen Beiträge nur bei einer geschlossenen Meßreihe von Punkt zu Punkt möglich ist. Daher wurde bei der Auswertung der Anteile nur die ausführlich gemessenen Probe GaN09f herangezogen.

Nachteilig kann sich hier auch ein Fehler bei der Zentrierung der Probe auswirken, die ja ebenfalls per Augenmaß erfolgen mußte. Hierdurch kann es zu Unterschieden in den verschiedenen  $90^\circ$ - bzw.  $180^\circ$ -Spektren kommen die sich nachteilig auf den errechneten R-Wert auswirken.

Darüberhinaus mußte an dem Probenhalter auch eine präzise Temperaturmessung sichergestellt werden. Da die Schrittweite der Messungen jedoch recht groß war (meist 50 K), wirkt sich ein Fehler von einigen K nicht sehr nachteilig aus.

# Kapitel 7

## Zusammenfassung & Ausblick

Das Ausheilverhalten verschiedener Halbleitermaterialien nach Ionenimplantation läßt sich gut mit der Methode der gestörten  $\gamma$ - $\gamma$ -Winkelkorrelation beobachtet [KEI01],[BAR99],[LOR00b]. Im III-V-Halbleiter Galliumnitrid kam es dabei zu sehr unterschiedlichen Ergebnissen bei den Messungen mit den Sonden  $^{111}\text{In}$  und  $^{181}\text{Hf}$  [LOR01a]. Ziel dieser Arbeit war ein besseres Verständnis der Messungen von  $^{111}\text{In}$  in GaN. Bisherige Messungen zeigten in diesem System einen Abfall des beobachteten Feldgradienten für Sondenkerne in ungestörter Umgebung zu höheren Ausheiltemperaturen hin und einen ungewöhnlich kleinen Wert für den Feldgradienten im Vergleich zu den Messungen mit der Sonde Hafnium.

Zunächst wurden für die genauere Analyse Messungen an Proben mit verschiedenen In-Gesamtdosen durchgeführt (Abschnitt 6.1). Dabei wurde der Aufbau eines Verzerrungsfeldes in der implantierten Schicht durch den korrelierten Schaden bei der Ionenimplantation gezeigt. In der PAC zeigt sich diese Verzerrung in einer im Vergleich zum unverzerrten Gitter erhöhten Kopplungskonstante  $\nu_Q$ . Die Verzerrung wurde durch Röntgendiffraktometriemessungen bestätigt.

Durch die Variation der In-Gesamtdosis konnte dabei auch die Korrelation der Verzerrung mit der Dosis gezeigt werden. Bei gut ausgeheilten Proben nach dem Tempern bei 1273 K ist das Verzerrungsfeld weitestgehend abgebaut. Dies weist darauf hin, daß der korrelierte Schaden bis zu einer In-Gesamtdosis von  $5 \cdot 10^{14}$  Atome/cm<sup>2</sup> gut ausheilbar ist. Bei einer Gesamtdosis von  $2 \cdot 10^{15}$  Atome/cm<sup>2</sup> ist der Schaden aus Sicht der PAC nicht mehr ausheilbar.

Ungeklärt ist in diesem Zusammenhang weiterhin die große Diskrepanz zu den Messungen mit der Sonde Hafnium. So wurde in diesen Proben beim Ausheilen bislang keine Änderung des Feldgradienten beobachtet. Hier wäre eine Untersuchung von Proben mit einer hohen Dosis implantierter Ionen, z.B. Indium, interessant, um vielleicht hier einen Einfluß des Verzerrungsfeldes auf die Kopplungskonstante  $\nu_Q$  sehen zu können.

Unklar ist auch noch der hohe Unterschied in dem Betrag des beobachteten Feldgradienten (Kapitel 3). Es wurden dabei keine Anzeichen für eine Ausscheidung von Indiumclustern, die den niedrigeren Feldgradienten bewirken könnten,



gefunden.

In einer weiteren Meßreihe wurde die Temperaturabhängigkeit des Hyperfeinfeldes (Abschnitt 6.2) für  $^{111}\text{In}$  in GaN untersucht. Dabei wurde ein deutlicher Anstieg der Kopplungskonstante  $\nu_Q$  zu höheren Meßtemperaturen hin festgestellt. Dabei folgt der Anstieg etwa einer  $T^{3/2}$ -Gesetzmäßigkeit. Es wurde ein Vergleich mit den Ergebnissen mit der Sonde  $^{181}\text{Hf}$  angestellt. Hier wurde ein deutlich geringerer Effekt festgestellt.

Simulationen mit einem Point-Charge-Modell sagen zwar den Anstieg des Hyperfeinfeldes voraus, können aber nicht die große relative Änderung von knapp 50 % bei Erwärmung der Probe von Raumtemperatur auf 1023 K erklären. Hier wäre eine genauere Berechnung mit Algorithmen wünschenswert, die die Wellenfunktionen der Valenzelektronen mitbeschreiben.

Eine interessante Beobachtung gab es noch bei der Untersuchung der Temperaturabhängigkeit des Verhaltens von Sonden in gestörter Umgebung. Hier wurde zum einen bei tiefen Temperaturen ein deutlich schnellerer Abfall der Anisotropie im R-Wert-Spektrum festgestellt. Man erkennt deutlich die Zusammensetzung des Signals aus zwei wesentlichen Komponenten. Damit läßt sich auch zum ersten Mal die seltsame Form des Anfangs der Spektren bei Raumtemperatur verstehen.

Zum anderen wurde im Bereich zwischen 400 K und 500 K ein Übergang der gestörten Umgebung in das Verhalten der ungestörten Umgebung gemessen. Die Beobachtung von knapp 100 % Sonden in ungestörter Umgebung oberhalb von 500 K weist auf eine deutlich bessere Auheilung als zunächst vermutet hin. Es wurde dabei ein Modell vorgestellt, daß das Verhalten der Sonden in gestörter Umgebung und die völlige Reversibilität der Beobachtungen bei Aufheizen und Abkühlen erklären könnte. Man geht dabei von der Anwesenheit einer Störstelle im Material aus, die bei tiefen Temperaturen ortsfest in der Umgebung der Sonde sitzt und sich mit zunehmender Temperatur auf verschiedenen Plätzen durch das Gitter bewegen kann.

Nicht erklären ließ sich bei den Messungen die Einteilung der Sonden in 2/3 ungestörter Umgebung und 1/3 gestörter Umgebung, unabhängig von Probenmaterial und Vorbehandlung der Proben. Sollte es sich bei der Störung tatsächlich um eine bewegliche Störstelle handeln, so bleibt ebenfalls die Frage nach der Natur der Störstelle offen.

Zukünftige Messungen sollten sich daher auf die Untersuchung dieses bisher unbekanntes Verhaltens konzentrieren. Die Frage nach der Art der Störung steht dabei im Fokus des Interesses. Die Entwicklung geeigneter Modelle und eine genauere Analyse des Übergangs von gestörter und ungestörter Umgebung für die Verifikation dieser Modelle wird dabei von entscheidender Bedeutung sein. Eine Vermeidung der Ausbildung der beobachteten Störung könnte schließlich ein wichtiger Schritt für die Herstellung von elektronischen und photonischen Bauteilen auf GaN-Basis sein.



# Literaturverzeichnis

- [ALO99] R. Alonso; Private Mitteilungen (1999)
- [ALV98] E. Alves; Private Mitteilungen (1998)
- [ARE80] A.R. Arends, C. Hohenemser, F. Pleiter, H. de Waard, L. Chow, R.M. Suter; *Data reduction methodology for perturbed angular correlation experiments*; Hyperfine Interactions 8 (1980) 191-213
- [ASS85] M. Aßmann; *Elektrische Feldgradienten in Metallen und geordnete intermetallischen Verbindungen berechnet im Punktladungsmodell*; Staatsexamensarbeit, Universität Bonn (1985)
- [BAR83] H. Barfuß, G. Böhnlein, F. Gubitz, W. Kreische, B. Röseler; *Electric quadrupole interaction of  $^{111}\text{Cd}$  in the system  $\text{Sb}_{1-x}\text{M}_x$  ( $M=\text{Ag, Cd, In, Sn}$ ),  $\text{Sb}_2\text{Te}_3$ ,  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  and  $\text{In}_2\text{Te}_3$* ; Hyperfine Interactions 15/16 (1983) 815-820
- [BAR92] N.P. Barradas; *NNFIT the PAC MANual*; Lissabon (1992)
- [BAR99] J. Bartels, K. Freitag, J.G. Marques, J.C. Soares, R. Vianden; *Incorporation of the transition metal Hf into GaN*; Hyperfine Interactions 120/121 (1999) 397-402
- [BIE80] J.P. Biersack, L.H. Haggmark; *A Monte Carlo computer program for the transport of energetic ions in amorphous targets*; Nucl. Inst. Meth. Vol. 174 (1980) 257-269
- [BUR97] A. Burchard, M. Deicher, D. Forkel-Wirth, E.E. Haller, R. Magerle, A. Prospero, A. Stötzler; *Implantation doping and hydrogen passivation of GaN*; Trans. Tech. Publications. Material Science Forum, vol. 258-263, pt.2 (1997) 1099-1104
- [BUT89] T. Butz; *Analytic Perturbation Functions for static interactions in perturbed angular correlation of  $\gamma$ -rays*; Hyperfine Interactions 52 (1989) 189-228

- [CHR76] J. Christiansen, P.Heubes, R. Keitel, W. Klinger, W. Loeffler, W. Sandner, W. Witthuhn; *Temperature Dependence of the Electric Field Gradient in Noncubic Metals*; Z. Physik B 24 (1976) 177-187
- [DIE98] M. Dietrich, J. Kortus, W. Cordts, S. Unterricker; *Electric Field Gradients in Wurtzite-Type Semiconductors*; phys. stat. sol. (b) 207 (1998) 13
- [EDG99] J.H. Edgar, S. Strite, I. Akasaki, H. Amano, C. Wetzel; *Gallium Nitride and Related Semiconductors*; EMIS datareviews series No. 23 (1999)
- [FRA65] H. Frauenfelder, R. M. Steffen in: *Alpha-, Beta-, and Gamma-Ray-Spectroscopy*, Vol.2, Hrsg. K. Siegbahn; Amsterdam (1965)
- [GRZ98] I. Grzegory, S. Porowski; *High pressure solution growth of GaN and related compounds*; in [EDG99] (1998) 359-366
- [IWA00] H. Iwanaga, A. Kunishige, S. Takeuchi; *Anisotropic thermal expansion in wurtzite-type crystals*; Journal of Material Science, vol.35, no.10 (2000) 2451-2454
- [KEI01] M. Keiser; *Aluminiumnitrid-Schutzschichten auf Galliumnitrid - Herstellung und Charakterisierung*; Diplomarbeit, Universität Bonn (2001)
- [KUC01] S.O. Kucheyev, J.S. Williams, S.J. Pearton; *Ion implantation into GaN*; Vorabdruck Nov. 2000 aus MRS Internet Journal of Nitride Semiconductor Research (2001)
- [LAN89] Landolt, Börnstein; *Numerical Data and Functional Relationships in Science and Technology*, Band I 13 H, Production of Radionuclides at Intermediate Energies - Interactions of  $\alpha$ -Particles with Targets from Sr to Cf (1989)
- [LED67] Lederer, Hollander, Perlman; *Table of Isotopes*; John Wiley & Sons Inc (1967)
- [LES94] M. Leszczynski, T. Suski, H. Teisseyre, P. Perlin, I. Grzegory, J. Jun, S. Porowski, T.D. Moustakas; *Thermal expansion of gallium nitride*; J. Appl. Phys. 76 (1994) 4909-4911
- [LES98a] M. Leszczynski; *Common crystal structures of the group III nitrides*; in [EDG99] (1998) 3-5
- [LES98b] M. Leszczynski, T. Suski, J. Domagala, P. Prystawko; *Lattice parameters of the group III nitrides*; in [EDG99] (1998) 6-10

- [LEY] Kryo-Refrigeratoren; Gebrauchsanweisung; Leybold-Heraeus GmbH
- [LIU00] C. Liu, M. Schreck, A. Wenzel, B. Mensching, B. Rauschenbach; *Damage buildup and removal in Ca-ion-implanted GaN*; Appl. Phys. A 70 (2000) 53-57
- [LOR00a] K. Lorenz, E. Alves, M.F. da Silva und J.C. Soares; unveröffentlichte RBS/channeling Messungen an In-implantierten GaN; Lissabon (2000)
- [LOR00b] K. Lorenz, R. Vianden, S.J. Pearton, Cammy R. Abernathy, J.M. Zavada; *Defect Trapping and Annealing for Transition Metal Implants in Group III Nitrides*; MRS Internet J. Nitride Semicond. Res. 5, 5(2000)
- [LOR01a] K. Lorenz, F. Ruske, R. Vianden; *Annealing Behaviour of GaN after Implantation with Hafnium and Indium*; phys. stat. sol. (b) (accepted 7/2001)
- [LOR01b] K. Lorenz; Messungen im Rahmen der Dissertation; Universität Bonn (2001)
- [MAR90] G. Marx; *Aufbau und Test einer Kurzzeit-Temper-Anlage*; Diplomarbeit, Universität Bonn (1990)
- [MOE92] A. Möller; *Aufbau und Test eines elektronischen Temperreglers für die RTA-Kurzzeit-Temper-Anlage — Messungen an  $^{77}\text{Br}$  in  $\langle\text{GaAs}\rangle$* ; Diplomarbeit, Universität Bonn (1992)
- [MOE95] A. Möller; *Untersuchung ternärer Halbleiter mit der Methode der gestörten  $\gamma$ - $\gamma$ -Winkelkorrelation*; Dissertation, Universität Bonn (1995)
- [NAK97] S. Nakamura, G. Fasol; *The Blue Laser Diode*; Springer Berlin Heidelberg New York (1997)
- [NAT00] Ch. von Nathusius, R. Vianden; *Hall effect measurements on transmutation doped semiconductors*; Hyperfine Interactions 129 (2000) 391-400
- [ROM98] L.T. Romano; *General remarks on extended defects in GaN and related materials*; in [EDG99] (1998) 209-212
- [RON97] C. Ronning, M. Dalmer, M. Deicher, M. Restle, M.D. Bremser, R.E. Davis, H. Hofsäss; *Recovery of structural defects in GaN after heavy ion implantation*; Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 468 (1997) 407-412

- [SIE01] S. Sienz, J.W. Gerlach, A. Wenzel, B. Rauschenbach, A. Lell, S. Bader, G. Brüderl, A. Weimar, V. Härle; *In-Situ-Messung mechanischer Spannungen während der Ionenimplantation in GaN-Schichten*; Beitrag zur Postersitzung des Fachverbandes Dünne Schichten (DS 31.14) im Rahmen der AKF-Frühjahrstagung (2001)
- [SCH93] M. Schulz-Rojahn; *Aufbau und Test eines PAC-Meßofens und TDPAC-Messungen am System  $^{111}\text{In}$  in  $\text{AgGaS}_2$* ; Diplomarbeit, Universität Bonn (1993)
- [SCH97] G. Schatz, A. Weidinger; *Nukleare Festkörperphysik*; Teubner Studienbücher (1997)
- [WEI93] A. Weingarten; *Optimierung einer computerunterstützten Temperaturregelung und Test mit Winkelkorrelationsmessungen am System  $^{111}\text{In}:\text{Zn}$* ; Diplomarbeit, Universität Bonn (1993)
- [WEI99] R. Weissenborn; *Ausheilverfahren für Galliumnitrid nach Ionenimplantation*; Diplomarbeit, Universität Konstanz (1999)

# Danksagung

Bedanken möchte ich mich ganz besonders bei Herrn Priv. Doz. Dr. R. Vianden, ohne dessen gelungene Betreuung eine Diplomarbeit in dieser Form nicht möglich gewesen wäre.

Für die Übernahme des Koreferats dieser Arbeit bedanke ich mich sehr bei Herrn Prof. M. Forker.

Der Arbeitsgruppe Vianden danke ich für die tolle Aufnahme und das angenehme Arbeitsklima.

Dabei danke ich Katharina Lorenz herzlich für die stete Hilfsbereitschaft, die interessierte Begleitung meiner Arbeiten und die Motivationshilfe in den schwierigen Phasen des vergangenen Jahres. Meinen Dank möchte ich auch Dr. Monika Risse und Malte Keiser für den herzlichen Empfang und die Einarbeitung aussprechen. Ein besonderer Dank geht auch an Ronan Nédélec, der nicht nur bei der Behebung unzähliger Computerprobleme und bei Lötarbeiten im Labor eine große Hilfe war, sondern mich auch durch alle Praktika des Studiums erfolgreich begleitet hat. Tanja Dessauvagie danke ich für die Vollverköstigung mit vielen Leckereien. Jörn Bartels danke ich ebenfalls für die Zerstreuung in den Momente geistiger Leere und die Einführung in die wichtigen Gruppentraditionen. Für eine wohltuende Auflockerung der Arbeitstage danke ich Vasco Miguel Matias Serrao. Ihm und Genene Tessema Mola danke ich auch besonders für den immer frischen und guten Kaffee zu allen Tageszeiten.

Für ihre Hilfe möchte ich allen Mitarbeitern des Isotopenseparators, des Zyklotrons, der Elektronikwerkstatt und der feinmechanischen Werkstatt danken. Für die gelungenen Indiumimplantationen danke ich besonders Herrn Priv. Doz. Dr. P. D. Eversheim, Cornelia Noll und Siggı Hinderlich. Nur durch ihren Arbeitseinsatz waren Messungen in diesem Umfang möglich. Siggı Hinderlich danke ich auch für die Lösung vieler feinmechanischer Problemstellungen.

Meinen Dank spreche ich auch allen anderen Mitarbeitern des ISKP aus, die zu einem Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Für die kostenlose Bereitstellung eines GaN-Wafers danke ich der Firma Global Light Industries GmbH.

Bei Herrn Dr. Bläsing bedanke ich mich für die gelungenen Röntgen-diffraktometriemessungen.

Der Arbeitsgruppe Forker danke ich herzlich für die vielen Unternehmungen die auch über den Rahmen des Instituts hinausgingen. Durch die vielen Diskussionen habe ich nicht nur viel über PAC, sondern auch über Fußball, Südamerika und andere wichtige Dinge im Leben gelernt.

Bedanken möchte ich mich auch bei allen Freunden, die mich während der Studienzeit begleitet und unterstützt haben.

Ganz besonders bedanke ich mich bei meiner Familie: bei meinen Eltern, die es mir durch ihre Unterstützung leicht gemacht haben, mich auf das Studium zu konzentrieren und meinen Brüdern, die mir vor allem in schweren Zeiten durch die erfolgreiche Absolvierung eines Physikstudiums an der Universität Bonn als gutes Vorbild gedient haben.