

Diplomarbeit in Physik
angefertigt im
Helmholtz-Institut für Strahlen- und Kernphysik

Temperaturverhalten eines Indium-Defekt-Komplexes in Aluminiumnitrid

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

von
Jens Niederhausen

Bonn, März 2009

Anfertigung mit der Genehmigung
der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn

Referent Priv. Doz. Dr. Reiner Vianden
Koreferent Prof. Dr. Karl Maier

Hiermit versichere ich, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt sowie die Zitate kenntlich gemacht habe

Bonn, den 31. März 2009

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Aluminiumnitrid	5
3	Die Messmethode PAC	7
3.1	Kern-Feld-Wechselwirkung	7
3.2	Die zeitdifferentielle gestörte Winkelkorrelation	10
3.2.1	γ - γ -Kaskade	12
3.2.2	β - γ -Kaskade	13
3.3	Sonden	14
3.4	Messapparatur	16
3.4.1	Vier-Detektor-Anlage	16
3.4.2	β - γ -Apparatur	17
3.5	Datenanalyse	17
3.5.1	β - γ -Korrelation	19
4	Probenpräparation	21
4.1	Herstellung der Proben	21
4.2	Implantation	22
4.2.1	Bonner Isotopenseparator	22
4.2.2	ISOLDE	23
4.3	Ausheilen	23
4.4	Messumgebung	24
5	Messungen	27
5.1	Messprogramm	27

5.1.1	Vorherige Messungen	27
5.1.2	Eigene Messungen	28
5.2	Temperaturabhängige Messungen	28
5.2.1	Messbedingungen	28
5.2.2	Ergebnisse	29
5.2.3	Diskussion	37
5.3	Ausheilprogramm	42
5.3.1	Messbedingungen	42
5.3.2	Ergebnisse	42
5.3.3	Diskussion	48
5.4	Messungen mit ^{111m}Cd	48
5.4.1	Messbedingungen	48
5.4.2	Ergebnisse	48
5.4.3	Diskussion	51
5.5	Messungen mit ^{111}Ag	51
5.5.1	Messbedingungen	51
5.5.2	Ergebnisse	52
5.5.3	Diskussion	54
6	Zusammenfassung	55
A	Tabellen	57
B	Spektren	61

Kapitel 1

Einleitung

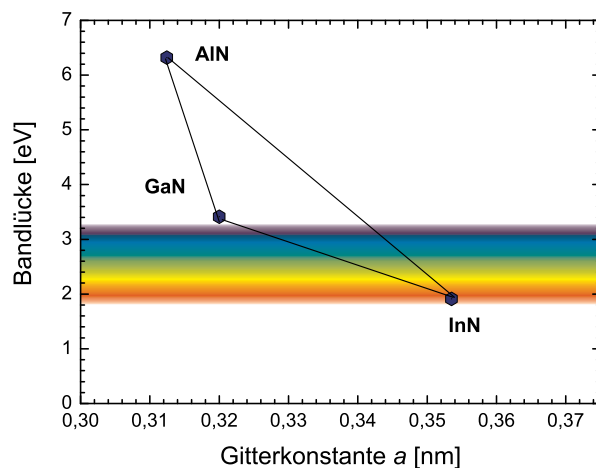


Abbildung 1.1: Die Energielücken der Gruppe-III-Nitride Aluminium-, Gallium- und Indiumnitrid, aufgetragen gegen ihre Gitterkonstante a

Das Feld der Gruppe-III-Nitride hat in den letzten Jahren sehr viel Aufmerksamkeit genossen. Das liegt zum großen Teil an der Realisierung von daraus hergestellten LEDs, besonders solche blauen und ultravioletten Lichts. Weil InN, GaN und AlN Bandlücken von 1,89, 3,42 bzw. 6,2 eV aufweisen und sich mit ternären Verbindungen der Art (Metall 1) $_x$ (Metall 2) $_{1-x}$ N auch die dazwischen liegenden Energien erreichen lassen, kann das gesamte sichtbare Spektrum abgedeckt werden (s. Abbildung 1.1).

Auch über die Anwendung in diesem Bereich hinaus zeigen die Gruppe-III-Nitride interessante Eigenschaften. So ist vor allem AlN aufgrund der großen Bandlücke ein sehr

guter elektrischer Isolator, der darüber hinaus eine große Wärmeleitfähigkeit besitzt. Außerdem ist es hart und unempfindlich gegenüber ätzenden Chemikalien und hohen Temperaturen. Daher eignet es sich gut als Ausgangsstoff für Hochtemperaturelektronik oder Anwendungen in aggressiver Umgebung (z.B. als Sensor).

Zur Dotierung von Bauteilen bietet sich das Implantationsverfahren an, da hierbei Tiefe und Konzentration der Fremdatome gut kontrolliert werden können. Im Gegensatz zu dem bei anderen Halbleitern eingesetzten Diffusionsverfahren entstehen aber beim Eindringen der Fremdatome Schädigungen des Wirtgitters. Durch Erwärmen kann bei weniger starken Schäden die ursprüngliche Kristallstruktur wiederhergestellt werden. Dieses Ausheilen der Implantationsschäden in Gruppe-III-Nitriden war schon Thema vorheriger Arbeiten [Rus01, Lor02, Sch07, Pen07]. Dort zeigte sich, dass sich nach Implantation von Indium in Gallium- und Aluminiumnitrid nach Ausheilen bei 1273 K nicht alle Indiumatome auf einem ungestörten Al-Gitterplatz befinden, sondern ein großer Anteil der Indiumatome einen Defekt auf seiner nächsten Nachbarposition hat. Dieser Defekt konnte bei Messtemperaturen über 900 K nicht mehr nachgewiesen werden, tauchte jedoch bei anschließender Erniedrigung der Temperatur wieder auf.

Ein Kandidat für diesen Defekt ist eine Stickstoffleerstelle. Da dieser Defekt bei AlN klarer erkennbar ist, wurde es für weitere Untersuchungen gewählt. Diese stützen die Hypothese [Ste08].

Eine Erklärung für das reversible Auftreten und Verschwinden in unterschiedlichen Temperaturbereichen liefert das Modell eines dynamischen Defekts, welcher auch bei hohen Temperaturen am Indiumatom gebunden bleibt. Aber auch andere Erklärungen sind denkbar. So wird in [LGN09] berechnet, dass die Formation von dreifach negativ geladenen N-Leerstellen sowohl in GaN als auch AlN unter bestimmten Bedingungen gegenüber Ga- bzw. Al-Leerstellen bevorzugt ist und außerdem messbare Konzentrationen erzeugen sollte. Somit wäre denkbar, dass der Defekt sich vom Indiumatom trennt, beim Abkühlvorgang aber Konzentration und Beweglichkeit der Stickstoffleerstellen ausreichen, um die Indiumatome erneut zu dekorieren.

Zu klären wäre in letzterem Fall, warum bei bisherigen Messungen immer ein Anteil von lediglich ca. 50 % der Indiumatome einen Defekt einfängt. Wenn diese Konstellation energetisch günstig ist, und außerdem eine hohe Defektkonzentration vorliegt, sollte

bei langsamem Erwärmen oder Abkühlen der Anteil auf 100% steigen. Eine mögliche Erklärung hierfür ist die Ladung der Defekte, welche zu gegenseitiger Abstoßung führt. Dies ist verträglich mit Beobachtungen in [Ste08], die zeigen, dass die Zugabe stabiler Indiumatome zu einer Reduktion des Defektanteils führt. Danach ist der Anteil der Sonden, welche einen Defekt einfangen, bei gleicher Gesamtsondenzahl abhängig von der Häufigkeit der von stabilem Indium eingefangenen Defekte. Das ist konsistent mit der Annahme einer abstoßenden Kraft der Defekte untereinander.

Der beschriebene Defekt könnte eine Rolle bei der bisher nicht ganz verstandenen Lichtausbeute von GaN-LEDs spielen. Überträgt man das Verhalten bei GaAs-LEDs, so sollten die bei GaN gemessenen Versetzungsdichte von $10^{10}/\text{cm}^2$ eigentlich zu hauptsächlich strahlungsloser Rekombination der Ladungsträger, und damit einer geringen Lichtausbeute führen. Dass diese so viel höher ist, ließe sich erklären, falls man einen konkurrierenden Einfangsmechanismus identifizieren könnte, welcher die strahlende Rekombination ermöglicht. Bis vor kurzem galten Indiumcluster als Kandidat, um diese Konkurrenz zu stellen. Jedoch wurde mit Hilfe hochauflösender Feldionenmikroskopie gezeigt, dass dotiertes Indium sich nicht in Clustern anordnet [GOH07]. Der beobachtete In-Defekt-Komplex stellt einen anderen möglichen Einfangsmechanismus dar und sollte daher weiter studiert werden.

Auch für die nicht-optoelektronischen Anwendungen von AlN - wenn auch weniger offensichtlich mit dem beobachteten Defekt verbunden - lassen sich Fortschritte durch ein besseres Verständnis des beobachteten Defekts erhoffen.

In der vorliegenden Arbeit soll daher dieser Defekt weiter untersucht werden. Dazu wird die Methode der gestörten Winkelkorrelation eingesetzt. Diese ist sensitiv auf die elektrische Quadrupolwechselwirkung zwischen dem Sondenkern und dem an seinem Ort herrschenden elektrischen Feldgradienten und liefert somit Erkenntnisse über die nähere Umgebung der Sondenatome.

Diese Arbeit wiederholt vorherige Untersuchungen zur Temperaturabhängigkeit der Sondenumgebungen mit höherer Genauigkeit und anderen AlN-Schichtdicken. Außerdem werden andere Elemente als Sonden eingesetzt.

Kapitel 2 stellt kurz das benutzte Probenmaterial Aluminiumnitrid vor. Kapitel 3 führt in die Grundlagen des Messverfahrens der gestörten Winkelkorrelation ein und beschreibt die Mess- und Auswertemethoden. In Kapitel 4 wird beschrieben, wie die Proben für die Messung präpariert werden und welche Messbedingungen eingestellt werden können. Nachdem in Kapitel 5 die Messergebnisse beschrieben und diskutiert wurden, versucht Kapitel 6 ein Resümee sowie einen Ausblick.

Kapitel 2

Aluminiumnitrid

Unter Normalbedingungen kristallisiert Aluminiumnitrid in der Wurtzit-Struktur. Nur unter sehr hohem Druck bildet sich eine Natriumchlorid-Struktur aus. Bei Aufwuchs von dünnen Schichten auf passenden Substraten kann dem Kristall außerdem eine Zinkblende-Struktur aufgezwungen werden.

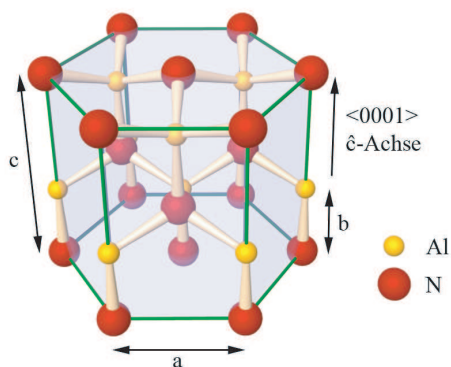


Abbildung 2.1: Die Wurtzit-Struktur von AlN. Abgebildet ist die hexagonale Einheitszelle.

Die Wurtzit-Struktur hat eine hexagonale Einheitszelle (s. Abbildung 2.1). Diese wird beschrieben durch die beiden Gitterkonstanten a und c und beinhaltet 6 Aluminium- und 6 Stickstoffatome. Man kann sich die Wurtzit-Struktur vorstellen als zwei hexagonale dichtest-gepackte Kristallsysteme mit jeweils einer Atomsorte, welche zueinander entlang der $\langle 0001 \rangle$ -Richtung (die sogenannte c -Achse) um einen Abstand b verschoben sind. Oftmals findet man dies beschrieben durch den u -Parameter, welcher definiert ist

Bandlücke	6,2 eV
Gitterkonstanten	$a = 3,112 \text{ \AA}$ $c = 4,982 \text{ \AA}$
u-Parameter	0,382 (berechnet)
Dichte	$3,23 \text{ g cm}^{-3}$
Thermische Ausdehnung	$\Delta a/a = 4,2 \times 10^{-6}/\text{K}$ $\Delta c/c = 5,3 \times 10^{-6}/\text{K}$
Thermische Leitfähigkeit	$3,2 \text{ W/cm} \cdot \text{K}$
Schmelzpunkt	3273 K

Tabelle 2.1: Kristallparameter und einige thermische Eigenschaften von AlN bei 300 K (aus [Mor99, IOF09, SA96])

als $u = b/c$. Für die ideale Wurtzit-Struktur gilt $u = 3/8$ und $a/c = \sqrt{8/3} = 1,633$. Alle in dieser Arbeit vermessenen Proben sind wurtzitartig.

Die experimentell bestimmten Werte der beschriebenen Parameter für AlN sind in Tabelle 2.1 angegeben. Außerdem finden sich dort auch ausgewählte thermische und mechanische Eigenschaften tabelliert.

Kapitel 3

Die Messmethode PAC

In diesem Kapitel soll die Messmethode der gestörten Winkelkorrelation (perturbed angular correlation, PAC) erklärt werden. Zunächst wird in Abschnitt 3.1 die Wechselwirkung zwischen dem Sondenkern und dem Kristallgitter beschrieben, und die Größen, welche der Messung zu entnehmen sind, werden eingeführt. In Abschnitt 3.2 wird erklärt, was das eigentliche Messsignal ist und wie die gesuchten Parameter Eingang darin finden. Nachdem Abschnitt 3.3 die benutzten Sonden vorstellt, werden in den Abschnitten 3.4 und 3.5 die experimentelle Realisierung des Messprinzips bzw. die Datenbearbeitung und -auswertung skizziert.

3.1 Kern-Feld-Wechselwirkung

Die Beobachtungsgröße der PAC-Messungen ist das elektromagnetische Feld der Sondenumgebung. Genauer ist die Methode sensitiv für das magnetische Feld und den elektrischen Feldgradienten, EFG. In ersterem Fall wechselwirkt das Kerndipolmoment der Sonde mit der magnetischen Flussdichte B . Dies führt zu einer Präzession des Kernspins um B . Im elektrischen Fall wechselwirkt der elektrische Feldgradient mit dem Quadrupolmoment des Sondenkerns. Letzterer ist der bei den in der vorliegenden Arbeit benutzten Messungen weitaus überwiegende Effekt und soll daher hier ausführlicher beschrieben werden.

Für die elektrische Energie der Kernladungsverteilung $\rho(r)$ in einem äußeren Poten-

tial $\Phi(r)$ gilt:

$$E_{\text{elektr}} = \int \rho(\vec{r})\Phi(\vec{r})d^3r$$

Entwickelt man das Potential als Taylorreihe um den Ursprung ergibt sich

$$E_{\text{elektr}} = E^{(0)} + E^{(1)} + E^{(2)} + \dots \quad \text{mit}$$

$$E^{(0)} = \int \rho(\vec{r})\Phi_0 d^3r = \Phi_0 Ze$$

$$E^{(1)} = \int \rho(\vec{r}) \sum_{\alpha} \left(\frac{\partial \Phi}{\partial x_{\alpha}} \right)_0 x_{\alpha} d^3r$$

$$E^{(2)} = \int \rho(\vec{r}) \sum_{\alpha, \beta} (\Phi_{\alpha\beta})_0 x_{\alpha} x_{\beta} d^3r$$

Dabei ist Ze die Kernladung, $\Phi_0 := \Phi(\vec{0})$ und $\Phi_{\alpha\beta} := \frac{\partial^2 \Phi}{\partial x_{\alpha} \partial x_{\beta}}$.

$E^{(0)}$ ist die Coulomb-Energie einer Punktladung am Ursprung und spielt für die PAC keine Rolle. $E^{(1)}$ ist die Dipolwechselwirkung des elektrischen Feldes am Ursprung, $\vec{E} = -\left(\vec{\nabla}\Phi\right)_0$, mit dem elektrischen Dipolmoment der Kernladungsverteilung. Dessen Erwartungswert verschwindet für Kernzustände aufgrund deren definierten Parität. Damit verschwindet auch $E^{(1)}$.

Der verbleibende Term $E^{(2)}$ lässt sich aufspalten in einen Monopolterm E_C und einen Quadrupolanteil E_Q . Erster ergibt sich zu

$$E_C = \frac{Ze^2}{6\epsilon_0} |\psi(0)|^2 \langle r^2 \rangle .$$

Dabei ist $\langle r^2 \rangle$ der mittlere quadratische Kernradius und $|\psi(0)|^2$ die Aufenthaltswahrscheinlichkeit der Elektronen am Kern. Somit stellt der Monopolterm die Wechselwirkung des ausgedehnten Kerns mit den Elektronen am Kernort dar und sorgt nur für eine Potentialverschiebung, jedoch nicht für eine Aufspaltung nach M -Unterzuständen. Der Term niedrigster Ordnung, welcher für die PAC zugänglich ist, ist der Quadrupolterm. Dieser lässt sich schreiben als

$$E_Q = \frac{e}{6} \sum_{\alpha} V_{\alpha\alpha} Q_{\alpha\alpha} .$$

3.1. Kern-Feld-Wechselwirkung

$V_{\alpha\alpha}$ ist der Anteil von $\Phi_{\alpha\alpha}$, der nicht zu dessen Spur beiträgt und wird als **Tensor des elektrischen Feldgradienten** bezeichnet. Da also $\sum_{\alpha} V_{\alpha\alpha} = 0$ gilt, lässt sich der elektrische Feldgradient in einem geeigneten Hauptachsensystem durch zwei Parameter beschreiben. Man wählt üblicherweise

$$V_{zz} \quad \text{und den Asymmetrieparameter} \quad \eta := \frac{V_{xx} - V_{yy}}{V_{zz}} \quad (3.1)$$

wobei gilt, dass $|V_{zz}| \geq |V_{yy}| \geq |V_{xx}|$.

Mit Hilfe sphärischer Tensoren lässt sich E_Q schreiben als

$$E_Q = \frac{4\pi}{5} \sum_q (-)^q e Q_{2q} V_{2-q} \quad \text{mit}$$

$$V_{20} = \frac{1}{4} \sqrt{\frac{5}{\pi}} V_{zz} \quad , \quad V_{2\pm 1} = 0 \quad \text{und} \quad V_{2\pm 2} = \frac{1}{4} \sqrt{\frac{5}{6\pi}} \eta V_{zz} .$$

Hierbei ist $Q_{2q} = r^2 Y_2^q$ der Tensor des elektrischen Kernquadrupolmoments.

Für axialsymmetrische Feldgradienten, also $\eta = 0$, ist $V_{2\pm 2} = 0$. E_Q vereinfacht sich damit und lässt sich quantenmechanisch berechnen zu

$$E_Q = \frac{3M^2 - I(I+1)}{4I(2I-1)} e Q V_{zz}$$

Für Übergänge zwischen zwei Unterzuständen M und M' ergibt sich damit

$$E_Q(M) - E_Q(M') = 3|M^2 - M'^2| \hbar \omega_Q$$

mit der **Quadrupolfrequenz**

$$\omega_Q = \frac{e Q V_{zz}}{4I(2I-1)\hbar} \quad (3.2)$$

Man definiert außerdem die **Quadrupolkopplungskonstante**

$$\nu_Q = e Q V_{zz} / h ,$$

welche die Drehimpulsabhängigkeit nicht mehr erhält.

Das Zwischenniveau von ^{111}In hat einen Kernspin von $I = 5/2$. Damit ergibt sich (siehe auch Abbildung 3.1 (links))

$$\begin{aligned} \omega_1 &= \frac{E_Q(\pm 3/2) - E_Q(\pm 1/2)}{\hbar} = 6\omega_Q \\ \omega_2 &= \frac{E_Q(\pm 5/2) - E_Q(\pm 3/2)}{\hbar} = 12\omega_Q \\ \omega_3 &= \omega_1 + \omega_2 = 18\omega_Q \end{aligned} \tag{3.3}$$

Für den Fall $\eta \neq 0$ ist die Berechnung von E_Q im Allgemeinen nur numerisch möglich. Für das Beispiel $I = 5/2$ stellt Abbildung 3.1 (rechts) E_Q als Funktion von η dar.

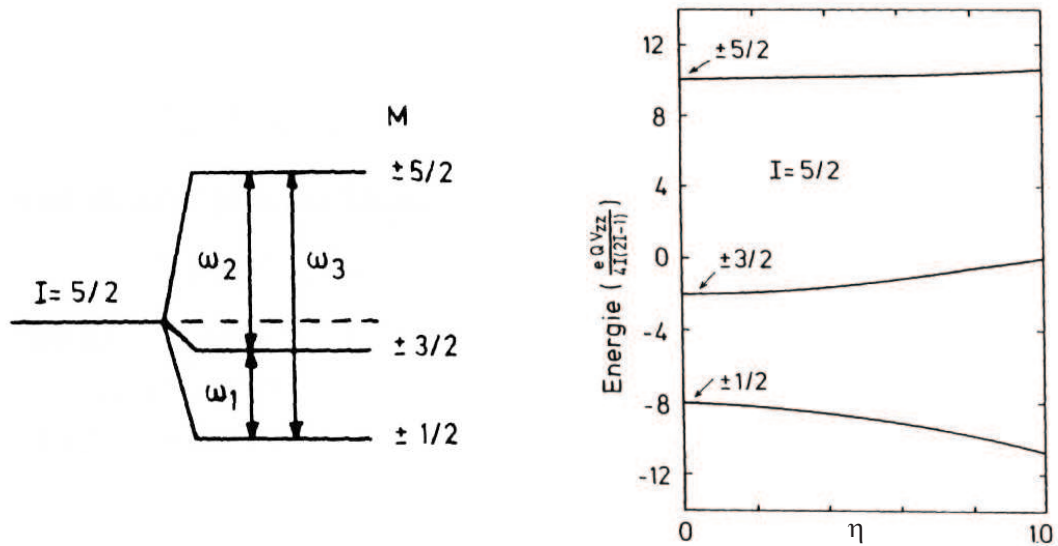


Abbildung 3.1: Energieaufspaltung eines Kernniveaus mit $I = 5/2$ für eine axialsymmetrische Quadrupolwechselwirkung ($\eta = 0$) (links) und als Funktion von η (rechts) (aus [SW92])

3.2 Die zeitdifferentielle gestörte Winkelkorrelation

Die Grundlage jeder Winkelkorrelation ist der Zerfall eines angeregten Kerns über einen Zwischenzustand. Die Abstrahlrichtung des ersten Übergangs definiert die Vorzugsrichtung, bezüglich welcher der zweite Übergang eine winkelabhängige Aussendungswahrscheinlichkeit zeigt. Diese hängt ab von Anfangs-, Zwischen- und Endzustand ($|I_i, M_i\rangle, |I, M\rangle$ und $|I_f, M_f\rangle$) der Kaskade. In der Literatur ([FS65],[SW92]) ist die Theorie

3.2. Die zeitdifferentielle gestörte Winkelkorrelation

ausführlich behandelt. Dort wird für die Wahrscheinlichkeit W , dass zwei γ -Quanten nach \vec{k}_1 und \vec{k}_2 ausgesandt werden, der folgende Ausdruck hergeleitet:

$$W(\vec{k}_1, \vec{k}_2) = \sum_{m_f m m' m_i} \langle m_f | H_2 | m \rangle \langle m | H_1 | m_i \rangle \langle m' | H_1 | m_i \rangle^* \langle m_f | H_2 | m' \rangle^* \quad (3.4)$$

wobei die S_i 's die Summation über alle nicht gemessenen Größen wie Spin und Polarisation andeuten.

Dies ist der Fall der ungestörten Winkelkorrelation, welcher dann vorliegt, wenn der Kern im Zwischenzustand keine Störung erfährt oder die Lebensdauer zu kurz ist, damit eine vorhandene Störung einen Effekt zeigt.

Bei bestimmten Sondenkernen (s. Abschnitt 3.3) führt die Wechselwirkung von kristallinen oder -externen Feldern und Sondenkern zu einer messbaren Umbesetzung oder Phasenänderung der magnetischen Niveaus des Zwischenzustandes Dies ist das Prinzip der gestörten Winkelkorrelation. In der Winkelkorrelation (3.4) berücksichtigt man diese Störung durch Einführung des Zeitentwicklungsoperators Λ :

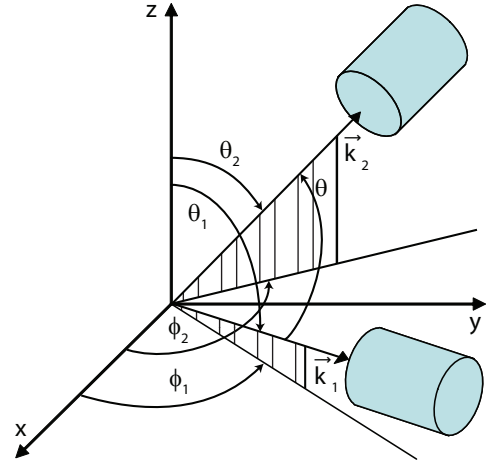
$$W(\vec{k}_1, \vec{k}_2, t) = \sum_{m_f m m' m_i} \langle m_f | H_2 \Lambda(t) | m \rangle \langle m | H_1 | m_i \rangle \langle m' | H_1 | m_i \rangle^* \langle m_f | H_2 \Lambda(t) | m' \rangle^* \quad (3.5)$$

Dies lässt sich vereinfachen zu

$$W(\vec{k}_1, \vec{k}_2, t) = \sum_{k_1, k_2, N_1, N_2} (-1)^{k_1+k_2} A_{k_1 k_2} G_{k_1 k_2}^{N_1 N_2}(t) \frac{Y_{k_1}^{N_1*}(\theta_1, \varphi_1) Y_{k_2}^{N_2}(\theta_2, \varphi_2)}{\sqrt{(2k_1+1)(2k_2+1)}} \quad (3.6)$$

Zur Definition der Winkel siehe Abbildung 3.2. Die Definition der $A_{k_1 k_2}$ sind z.B in [AASHN53] gegeben. Dort sind auch berechnete Summen für konkrete Geometrien zu finden. Der Einfluss der Störung steckt nun komplett im Störfaktor $G_{k_1 k_2}^{N_1 N_2}(t)$, welcher sich für eine axialsymmetrische Störung (rein magnetisches Feld oder axialsymmetri-

Abbildung 3.2: Koordinatensystem zur Definition der Winkel bei einer PAC-Messung. Die radioaktive Sonde befindet sich im Ursprung und die z-Achse zeigt in Richtung des EFGs. \vec{k}_1 und \vec{k}_2 sind die Aussendungsrichtungen der die Messung startenden bzw. stoppenden Strahlung.



scher EFG) noch vereinfacht zu

$$G_{k_1 k_2}^{NN}(t) = \sum_m \sqrt{(2k_1 + 1)(2k_2 + 1)} \begin{pmatrix} I & I & k_1 \\ m' & -m & N \end{pmatrix} \begin{pmatrix} I & I & k_2 \\ m' & -m & N \end{pmatrix} \times \exp\left[-\frac{i}{\hbar}(E_m - E_{m'})t\right] \quad (3.7)$$

Hier sind die E_m 's die Eigenwerte des Wechselwirkungs-Hamiltonoperators. Außerdem wurden die $3j$ -Symbole nach Wigner benutzt.

3.2.1 γ - γ -Kaskade

Im Falle einer statischen elektrischen Quadrupolwechselwirkung lässt sich der Störterm schreiben als

$$G_{k_1 k_2}^{NN}(t) = \sum_n S_{nN}^{k_1 k_2} \cos n\omega_0 t \quad (3.8)$$

Die $S_{nN}^{k_1 k_2}$ finden sich in der Literatur [AASHN53]. Für n und ω_0 gilt

$$\begin{aligned} \omega_0 &= 3\omega_Q \quad \text{und} \quad n = |M^2 - M'^2| \quad \text{für } I \text{ ganzzahlig,} \\ \omega_0 &= 6\omega_Q \quad \text{und} \quad n = \frac{1}{2}|M^2 - M'^2| \quad \text{für } I \text{ halbzahlig.} \end{aligned}$$

Zur Definition von ω_Q , und die für den Spezialfall ^{111}Cd erlaubten ω 's, siehe Abschnitt 3.1. Die Störfunktion lässt sich also als Summe von Kosinustermen darstellen, wobei bei

3.2. Die zeitdifferentielle gestörte Winkelkorrelation

bekanntem Kernquadrupolmoment die beobachtete Frequenz ω_0 Rückschluss auf den am Sondenort herrschenden Feldgradienten gestattet.

Das ausschließliche Auftreten von Kosinustermen in (3.8) liegt daran, dass bei der Berechnung von (3.6) angenommen wird, dass die Polarisation der γ -Strahlung nicht gemessen wird und somit über beide Polarisationen gemittelt werden muss. Das führt dazu, dass nur gerade Terme von k_1 und k_2 auftreten und das wiederum bedingt, dass in der Summe keine Sinusglieder vorkommen. Der Kosinus ist eine gerade Funktion, also unempfindlich auf das Vorzeichen des Arguments. Dies führt dazu, dass nur der Betrag des EFG bestimmt werden kann.

Zur Bestimmung des Vorzeichens gibt es nach [FS65, S. 1171] drei Modifikationen des beschriebenen Verfahren. So kann man die Polarisation eines der beiden γ -Quanten bestimmen, oder die Quelle der Kaskade polarisieren. Experimentell einfacher ist aber die Verwendung einer Kaskade, welche für eine Polarisation des Zwischenzustandes sorgt. Häufig wird dafür eine β - γ -Kaskade verwendet, die im Folgenden beschrieben wird.

3.2.2 β - γ -Kaskade

Der β -Zerfall ist ein paritätsverletzender Vorgang. Konkret ist die Wahrscheinlichkeit dafür, dass der Spin der β -Teilchen antiparallel zur Flugrichtung gerichtet ist, höher als für den parallelen Fall. Man drückt das durch den Polarisationsgrad

$$P_e = -\frac{v_e}{c} = \frac{N^+ - N^-}{N^+ + N^-}$$

aus. Dabei ist N^+ bzw. N^- die Anzahl der β -Teilchen mit Spin parallel bzw. antiparallel zur Flugrichtung. c ist die Geschwindigkeit des Lichts und v_e die der Teilchen.

Aus der Drehimpulserhaltung folgt, zusammen mit der totalen Polarisation der Neutrinos, eine ungleiche Besetzung der Unterniveaus des Zwischenzustands mit unterschiedlichem M :

$$P(M) \neq P(-M)$$

Diese Polarisation führt dazu, dass in $G_{k_1 k_2}^{N_1 N_2}(t)$ auch Sinusterme auftreten.

Unter den β -Zerfällen gibt es den erlaubten Fall (mit $\Delta I = 0, 1$ und ohne Paritätsände-

zung) und die verbotene Variante (mit $\Delta I = 2, 1, 0$ und Wechsel der Parität). Für den ersten Fall bietet der β^- -Zerfall von ^{115}Cd zu ^{115}In ein auch für PAC relevantes Beispiel. Im Rahmen dieser Arbeit wurde jedoch ausschließlich der β^- -Zerfall von ^{111}Ag zu ^{111}Cd benutzt. Dabei handelt es sich um einen sogenannten eindeutigen, einfach-verbotenen Zerfall. In dem Fall gilt $\Delta I = 2$ und für den Gesamtdrehimpuls von Elektron und Neutrino J ist nur die Einstellung $J = 2$ möglich. Daher treten keine Interferenzen der Komponenten zu unterschiedlichen J 's auf. Diese machen den verbotenen Übergang sonst wenig attraktiv für die Bestimmung der Quadrupolwechselwirkung.

Wählt man die Geometrie so, dass für Abbildung 3.2 gilt

$$\theta_1 = 1/2 \pi, \quad \theta_2 = 1/4 \pi, \quad \text{und} \quad (\varphi_2 - \varphi_1) = \varphi = \pm\pi/2, \quad (3.9)$$

so ergibt sich nach [RRK75] aus (3.6):

$$W(\varphi = \pm\frac{\pi}{2}, t) \simeq 1 \mp 0,18 \frac{v}{c} \sin 2\omega_0 t \mp 0,08 \frac{v}{c} \sin 3\omega_0 t - 0,10 \cos 3\omega_0 t. \quad (3.10)$$

3.3 Sonden

In dieser Arbeit wird die gestörte Winkelkorrelation so verwendet, dass mit Kernen bekannter Kaskade, und bekanntem elektrischem Quadrupolmoment, die unbekannte Zerfalls Umgebung untersucht wird. Entscheidend dafür ist, dass das Isotop über einen Zwischenzustand zerfällt, dessen Lebensdauer zwischen einigen Nano- und einigen Mikrosekunden liegen sollte. Mit dieser relativ kurzen Wechselwirkungsdauer lässt sich die Zahl zufälliger Koinzidenzen minimieren. Die untere Grenze ist dem Auflösungsvermögen der Apparatur geschuldet. Des Weiteren ist ein nicht zu kleines Quadrupolmoment des metastabilen Zustands ($Q > 0,1$ barn) nötig, damit während der Beobachtungszeit bei typischen Feldgradienten von $10^{16} - 10^{18} \text{ V/cm}^2$ eine messbare Wechselwirkung auftritt. Die Amplitude des schließlich gemessenen Signals hängt nach 3.6 von den Anisotropiekoeffizienten $A_{k_1 k_2}$ ab. Von entscheidender Bedeutung sind auch praktische Gesichtspunkte wie Verfügbarkeit und Halbwertszeit des Mutterisotops. Als letztes sollte für die benutzte Kaskade eine ausreichende Wahrscheinlichkeit bestehen. In Abbildung 3.3 sind die drei verwendeten Kaskaden zu erkennen, welche sich nur im

3.3. Sonden

Erreichen des Zwischenzustands $|I, M\rangle$ unterscheiden. Bei ^{111}Ag (links) geschieht dies über β -Zerfall, wobei das emittierte Elektron gleichzeitig die Winkelkorrelation startet. Im Falle von ^{111}In und ^{111}Cd (rechts) wird er von einem höher liegenden Niveau des ^{111}Cd bevölkert und das dabei emittierte γ -Quant startet die Kaskade.

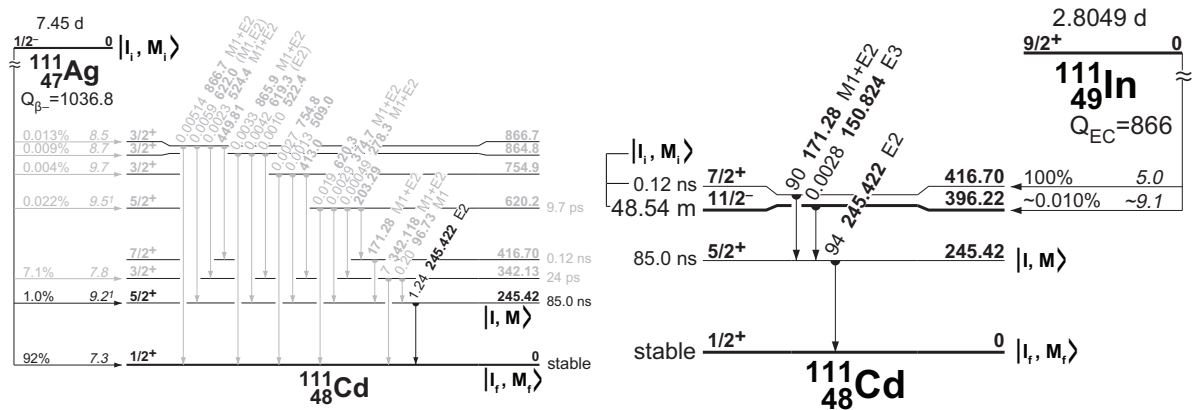


Abbildung 3.3: Zerfallsschemata von ^{111}In und ^{111}Ag aus [FSB⁺96]. Beschriftet sind die Anfangs-, Zwischen- und Endzustände der angewendeten Kaskaden $|I_i, M_i\rangle \rightarrow |I, M\rangle \rightarrow |I_f, M_f\rangle$ (schwarz). Im Falle von ^{111}Ag ist noch die hohe Zahl konkurrierender Zerfälle (grau) zu erkennen.

- ^{111}In

Die weitaus überwiegende Zahl der Messungen in dieser Arbeit werden mit dem Isotop ^{111}In durchgeführt. Es zerfällt über Elektroneneinfang und ist die meistbenutzte PAC-Sonde. Mit einer Halbwertszeit von 2,83 Tagen lässt sie sich gut handhaben.

Ein Nachteil bei Kernen die über Elektroneneinfang zerfallen ist, dass sogenannte After-Effekte auftreten: Nach dem Elektroneneinfang regt sich die Atomhülle unter Aussendung von Auger-Elektronen ab. Die nachfolgende Rekombination sorgt für einen sich schnell ändernden EFG und kann somit zu einer Störung des eigentlichen Messsignals führen (siehe [BOSR23] oder auch [FS65, S. 1182]).

- $^{111\text{m}}\text{Cd}$

Hier ist der Startpunkt der Kaskade der metastabile Zustand des $^{111\text{m}}\text{Cd}$. Der folgende Übergang ist isomer. Der beobachteten Wechselwirkung geht somit kein Elektroneneinfang voraus und man kann After-Effekte ausschließen.

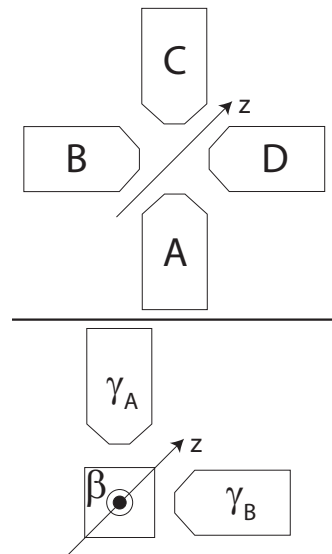
Der Nachteil von $^{111\text{m}}\text{Cd}$ ist die relativ kurze Halbwertszeit von 48 Minuten. Diese führt zu einem gesteigerten Aufwand der Sondenimplantation (s. Abschnitt 4.2.2) und einer schlechteren Messtatistik.

- ^{111}Ag

Schließlich lässt sich der Zwischenzustand der Kaskade auch über β -Zerfall von ^{111}Ag aus erreichen. Der Vorteil hierbei ist, dass der β -Zerfall als paritätsverletzender Vorgang ausgenutzt werden kann, um den Zwischenzustand unsymmetrisch zu bevölkern. Damit lässt sich das Vorzeichen der Wechselwirkung zwischen Sonde und EFG ermitteln. Ein entscheidender Nachteil ist die sehr geringe Wahrscheinlichkeit dieser Zerfallskaskade ($\cong 1\%$).

3.4 Messapparatur

Abbildung 3.4: *oben:* Ausrichtung der Detektoren für γ - γ -Messungen in Raghavan-Geometrie. Alle vier Detektoren und die z -Achse liegen in einer Ebene. Für die Definitionen aus Abbildung 3.2 ergibt sich so je nach Detektorkombination $\theta = 90^\circ$ oder 180° ; *unten:* Ausrichtung für die β - γ -Messung. Der β -Detektor steht senkrecht über der Ebene, in der die beiden γ -Detektoren und die z -Achse liegen. Es ergeben sich für die beiden Kombinationen aus β -Detektor und jeweils einem γ -Detektor die Winkeldefinitionen nach (3.9).



3.4.1 Vier-Detektor-Anlage

Zur Detektion der γ -Quanten dienen vier Szintillationsdetektoren. Als Szintillationsmaterial kommen BaF_2 - und LSO-Kristalle zum Einsatz. Zur Ausrichtung der Detektoren siehe Abbildung 3.4. Die Photomultiplier geben ein fast- und ein slow-Signal aus. Somit gibt es acht Signale, die von der nachfolgenden Elektronik verarbeitet werden.

3.5. Datenanalyse

Das Prinzip dafür ist eine fast-slow-Koinzidenzschaltung: Das fast-Signal besitzt eine große Zeitauflösung und wird daher als Start- und Stoppsignal verwendet. Das slow-Signal hingegen ist proportional zur Strahlungsenergie. Deshalb wird es benutzt um den Impuls als Start oder Stopp zu identifizieren und Quanten des falschen Energiebereichs herauszufiltern. Dies geschieht mit Einkanalanalysatoren (SCA). Eine Koinzidenzschaltung entscheidet, ob es sich bei zwei Signalen um zu einer Kaskade gehörende Strahlen handelt. Eine Routing-Einheit ordnet sie entsprechend von Start- und Stoppsdetektor einem Bereich des Vielkanalanalysators (MCA) zu. Das zugehörige Signal wird vom Zeit-Amplituden-Wandler (TAC) geliefert und über einen Analog-Digital-Wandler (ADC) in ein digitales Signal umgewandelt. Es ist proportional zur Zeitspanne zwischen Start- und Stoppsignal.

Es gibt zwei übliche Ausführungen dieses Prinzips. Sie wurden auch beide für dies Arbeit eingesetzt und sind Abbildung 3.5 zu entnehmen.

3.4.2 β - γ -Apparatur

Für die Detektion der Beta-Teilchen kommt ebenfalls ein Szintillationsdetektor zum Einsatz, wobei hier ein Plastikszintillator benutzt wird. Um die Polarisation durch die Symmetriebrechung auszunutzen, musste die Geometrie geändert werden (Abbildung 3.4). Außerdem startet bei dieser Kaskade in jedem Fall das Signal des β -Detektors die Messung. Es gibt daher lediglich zwei Spektren. Entsprechend muss auch die Verschaltung abgeändert werden. Für Details des Aufbaus siehe [Bar96].

3.5 Datenanalyse

Angenommen die Probe hat zum Zeitnullpunkt eine Zerfallsrate N_0 . Dann ergibt sich für zwei Detektoren i und j unter einem Winkel θ die allgemeinste Form des gemessenen Koinzidenzspektrums für einen Kanal, gehörend zur Verzögerung t und mit der Breite $\Delta_{ij}(t)$, zu

$$C_{ij}(\theta, t) = N_0 P_{ij}(\theta, t) T_{ij}(t) \Delta_{ij}(t) + B_{ij}(\theta, t) .$$

Hierbei ist T_{ij} die totzeitkorrigierte Messdauer, $B_{ij}(\theta, t)$ der zufällige Untergrund und

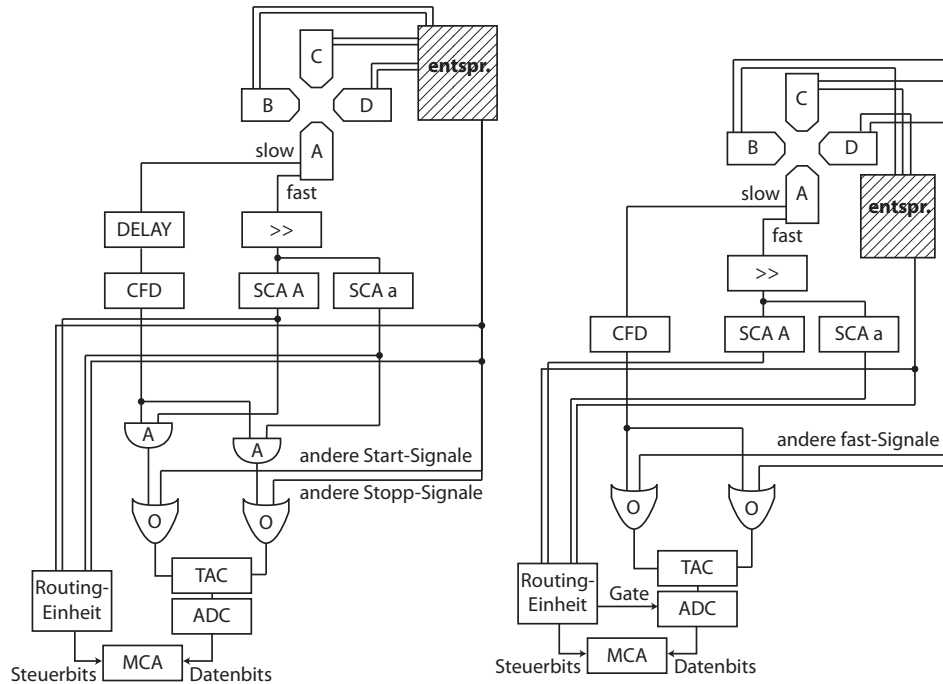


Abbildung 3.5: Zwei Schaltvarianten für γ - γ -Korrelationsmessungen:

Links: Hier geschieht die Auswahl der Signale vor dem TAC. Nur wenn das Signal einem passenden Energiebereich angehört, wird der TAC gestartet. Der Nachteil dieser Schaltung ist der Bedarf einer sehr langen Verzögerung (DELAY) im fast-Kreis. Die Alternative (*rechts*) kommt ohne diese lange Verzögerung aus. Dafür führen alle Signale, die über der Schwelle des Constant Fraction Discriminators (CFD) liegen, zum Start des TACs und damit zu einer unnötig hohen Totzeit.

$P_{ij}(\theta, t)$ die Wahrscheinlichkeit, eine Kaskade nach der Zeit t zu detektieren. Für letztere gilt:

$$P_{ij}(\theta, t) = (1/\tau) e_i e_j a_{ij} \exp(-t/\tau) W(\theta, t)$$

Hier ist τ die Lebensdauer des Zwischenzustands, e_n die Ansprechwahrscheinlichkeit des jeweiligen Detektors und a_{ij} steht für die Eigenabsorption in der Probe. $W(\theta, t)$ schließlich ist die gesuchte Winkelkorrelation.

Man sieht deutlich, dass es eine Reihe von Faktoren gibt, welche für die gesuchte Messgröße nur potentielle Fehlerquellen darstellen. Diese versucht man daher durch geschickte Kombination der Einzelspektren weitestgehend zu eliminieren. In [AHP⁺80] lassen sich verschiedene Methoden nachlesen.

3.5. Datenanalyse

Die für diese Arbeit benutzte Methode bildet den sogenannten R-Wert, unter Verwendung der geometrischen Mittel der untergrundkorrigierten Zählraten bei $\theta = 90^\circ$ und 180° , nach der Formel

$$R(t) = 2 \frac{N(180^\circ, t) - N(90^\circ, t)}{N(180^\circ, t) + 2N(90^\circ, t)}.$$

Die Berechnung übernimmt ein von Ruske [Rus01] geschriebenes Programm namens ShowFit.

Die aus der Theorie erwartete Formel lässt sich in [AASHN53] nachlesen. Sie enthält neben den $A_{k_1 k_2}$'s nur die Störfunktion $G_{k_1 k_2}^{NN}(t)$ aus (3.8). Somit lässt diese aus dem R-Wert-Spektrum extrahieren. Passt man nun also den erwarteten Verlauf mittels der Methode der kleinsten Quadrate an die experimentellen Daten an, so lassen sich die Quadrupolfrequenz ω_Q und die Asymmetrie η ((3.1) bzw. (3.2)) bestimmen.

Dabei ist zu beachten, dass sich die Sonden in unterschiedlichen Umgebungen befinden können. Somit ergibt sich

$$G(t) = \sum_i f_i G_i(t) \quad \text{mit} \quad \sum_i f_i = 1$$

Es gibt also klar unterscheidbare Anteile f_i , mit individuellen η_i 's und ω_{Qi} 's. Bei leicht unterschiedlichen Messumgebungen kann es jedoch zusätzlich zu leichten Abweichungen zwischen den EFGs gleicher Größenordnung kommen. Die relative Breite dieser Verteilung, δ_i , ist dann ein weiterer Parameter des jeweiligen Anteils, welcher auch in der Fitroutine berücksichtigt werden muss.

Die Anpassung an die Daten übernahm das Programm Nightmare [Néd07], basierend auf dem Programmcode von NNFit [BRMS93].

3.5.1 β - γ -Korrelation

Abweichend zur γ - γ -Korrelation hat man hier nur 2 Spektren zur Verfügung. Sei $N_i(t)$ die Zählrate für den Fall, dass das Elektron in den β -Detektor und das zugehörige γ -Quant nach der Zeit t in Richtung des γ -Detektor i emittiert wird. Benutzt man die Geometrie nach (3.9) und definiert $N_1 = N(\varphi = +\pi/2)$ und $N_2 = N(\varphi = -\pi/2)$ so

lässt sich eine Funktion A nach

$$A(t) = 2 \frac{N_2(t) - N_1(t)}{N_1(t) + N_2(t)} \quad (3.11)$$

definieren. Aus 3.10 ergibt sich dafür die theoretische Voraussage zu

$$A_{theo}(t) = \frac{0,36(v/c) \sin 2\omega_Q t + 0,16(v/c) \sin 3\omega_Q t}{1 - 0,1 \cos 3\omega_Q t} \quad (3.12)$$

Diese Formel enthält im Wesentlichen zwei Sinusglieder mit der zweiten bzw. dritten Oberschwingung der Quadrupolfrequenz und dem gleichen Vorzeichen. Das Vorzeichen von ω_Q kann somit aus der anfänglichen Steigung ermittelt werden.

Kapitel 4

Probenpräparation

Für jede Messung muss zunächst eine geeignete Probe für die Messung präpariert werden. Das heißt, das AlN muss in geeigneter Qualität hergestellt, die radioaktive Sonde implantiert und dabei entstandene Schäden ausgeheilt werden. Schließlich gilt es dann noch, die richtigen Messbedingungen herzustellen.

4.1 Herstellung der Proben

Die AlN-Proben stammen alle von TDI¹. Hergestellt wurden sie mit Hilfe der HVPE-Technik (Hydride Vapor Phase Epitaxie - Hydridgasphasenepitaxie). Bei dieser Methode zur Herstellung von III-V Halbleitern treffen die Stoffe der dritten und fünften Hauptgruppe jeweils als gasförmige Verbindung auf einer Trägersubstanz zusammen. Dort reagieren sie zu dem gewünschten Verbindungshalbleiter, welcher dann auf dem Substrat aufwächst. Zur Verfügung stehen zwei Wafer AlN auf Saphir (Al_2O_3), mit einer AlN-Dicke von 0,5 bzw. 3,5 μm . Daraus werden Proben der gewünschten Größe (ca. $5 \times 5 \text{ mm}^2$) ausgesägt. Da Saphir und AlN nicht die gleichen Gitterkonstanten a haben kommt es zu Gitterfehlanspassungen. Diese ergibt sich zu $\frac{a_{\text{AlN}}}{a_{\text{Saphir}}} - 1 = 13\%$. Aufgrund der unterschiedlichen thermischen Expansionskoeffizienten α kommt es bei Temperaturänderungen zu weiteren Verspannungen des Gitters. Die thermische Anpassung ergibt $\frac{\alpha_{\text{AlN}}}{\alpha_{\text{Saphir}}} - 1 = -44\%$ [Pen07].

¹TDI International Inc (Oxford Instruments), 12214 Plum Orchard Drive, Silver Spring, MD 20904, USA

4.2 Implantation

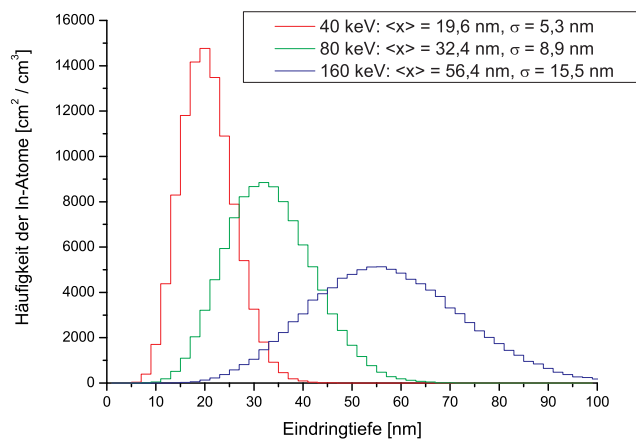
Als Sonden dienen die Radioisotope ^{111}In , ^{111}Ag und $^{111\text{m}}\text{Cd}$. Erstere können vor Ort im Bonner Isotopenseparator implantiert werden, für letzteres bietet sich aufgrund der kurzen Halbwertszeit eine Online-Implantation an. Mit dem Online-Isotopenseparator ISOLDE steht am CERN ² eine entsprechende Apparatur zur Verfügung.

Um Gitterführungseffekte zu vermeiden, wird bei allen Implantationen darauf geachtet, dass die Atome verkippt zur c-Richtung auf die Proben treffen. Als Winkel wird aufgrund früherer Messungen 12° gewählt.

4.2.1 Bonner Isotopenseparator

Zur Implantation der jeweiligen Radionuklide werden diese zunächst verdampft. Die freien Atome werden dann ionisiert und durch ein elektrisches Feld beschleunigt. Danach wird magnetisch der Anteil mit passender Masse selektiert und implantiert. Aufgrund des Zerfalls wird somit auch stabiles ^{111}Cd implantiert. Die maximale Implantationsenergie beträgt 160 keV. Wenn nicht besonders erwähnt, ist das die benutzte Energie.

Abbildung 4.1: Verteilung der Eindringtiefe von In-Atomen in AlN. Angegeben ist für jede Simulation die kinetische Energie der In-Atome. Außerdem der Mittelwert der Verteilung $\langle x \rangle$ und ihre Standardabweichung σ .



Die erwartete Verteilung der Eindringtiefe der In-Atome lässt sich mit dem Monte-Carlo-Simulationsprogramm SRIM 2008 [JPB80] simulieren. Streng genommen sind die Ergebnisse nur für amorphes Material gültig und Besonderheiten des Kristallgitters wie

²European Organization for Nuclear Research, CH-1211 Genève 23, Schweiz

4.3. Ausheilen

z.B. Gitterführungseffekte werden nicht berücksichtigt. Trotzdem ergeben sich auch für kristalline Materialien nützliche Informationen über die erwartete Eindringtiefe und die Verteilung der Sonden, besonders, wenn die Atome nicht entlang einer ausgezeichneten Kristallachse implantiert werden. In Abbildung 4.1 sind die berechneten Verteilungen für drei verschiedene Implantationsenergien dargestellt.

4.2.2 ISOLDE

Am CERN werden Protonen für den Teilchenbeschleuniger LHC produziert und beschleunigt. Ein Teil der Protonen wird aber zwischen den einzelnen Beschleunigungsstufen abgezweigt und anderen Experimenten zugeführt. In kurzen Abständen steht somit auch ein intensiver Protonenstrahl zur Aktivierung stabiler Elemente bereit.

Entsprechend des Nuklids, welches man implantieren möchte, wird das Target ausgewählt. Um ^{111m}Cd zu erhalten eignet sich Zinn. Die bei dem Protonenbeschuss erzeugten Nuklide effundieren aus dem Zinn und werden dann - wie bei der Offline-Implantation - ionisiert, beschleunigt und separiert. Der große Vorteil zu dieser ist, dass zwischen Erzeugung und Implantation fast keine Zeit verloren geht und somit der größte Teil der Sonden zur Messung benutzt werden kann.

Die Implantationsenergie beträgt hier 30 keV.

4.3 Ausheilen

Nach der Implantation ist die Kristallstruktur gestört. Besonders in der Umgebung der implantierten Atome, da diese die meiste Energie am Ende ihres Abbremsvorgangs deponieren. Durch thermische Energiezufuhr stellt sich die ursprüngliche Kristallstruktur teilweise wieder ein, die Defekte heilen aus. Zur Untersuchung dieses Verhaltens eignet sich PAC ganz besonders. Auch um andere Aspekte der Sondenumgebung zu untersuchen, muss normalerweise zunächst ein Ausheilschritt erfolgen

Das Erhitzen geschieht, wenn möglich, in einer Kurzzeit-Temperanlage (RTA - Rapid Thermal Annealing [Mar90]). Hier lässt sich Ausheiltemperatur, -zeit und -atmosphäre sehr genau kontrollieren. Dazu wird die Probe in die Aussparung zwischen zwei Graphitstreifen gelegt und diese dann in eine evakuierbare Glocke eingebaut. Ein hoher Stromfluss führt zu einer sehr raschen Erwärmung der Graphitstreifen und damit der

Probe. Um Ausdiffundieren von Stickstoff zu verhindern, wird die Oberseite der Probe mit einem anderen AlN-Stück (sogenanntes Proximity Cap) bedeckt. Außerdem findet die Wärmebehandlung unter Stickstofffluss statt. Alle Ausheilschritte dieser Arbeit dauerten 120 s.

Am CERN steht keine RTA zur Verfügung. Daher werden dort Probe und Proximity Cap mit einer Molybdänfolie umschlossen und in einen Rohrofen geführt. Dort verbleiben sie ebenfalls 120 s und werden währenddessen mit Stickstoff umströmt.

4.4 Messumgebung

Um temperaturabhängige Effekte untersuchen zu können, stehen verschiedene Aufbauten bereit:

- **Probenofen:** Der Ofen [SR93] besteht aus einem geschlitzten Graphitrohr, welches zwischen zwei gekühlte Elektroden gebracht wird. Das Ganze ist umgeben von einem gekühlten Aluminiumschild. Die gesamte Apparatur kann unter Vakuum oder Stickstofffluss betrieben werden. Die an den Elektroden angelegte Spannung erhitzt das Graphit computergesteuert auf Temperaturen bis über 1000 °C. Im Graphitrohr befindet sich der Probenhalter mit der Probe. Zur Verfügung stehen verschieden Quarzröhrchen und ein Halter aus Makor.
- **CC-Kryostat:** Der Kryo-Refrigerator der Firma Leybold [Ley] basiert auf einem geschlossenem Kreislauf (closed circuit (CC)). In einem Kompressor wird Heliumgas komprimiert, welches in der Nähe des Kaltkopfes wieder expandiert. Dabei leistet es Arbeit gegen einen Kolben. Mit diesem Prinzip kann eine Minimaltemperatur von 10 K erreicht werden. Höhere Temperaturen lassen sich mit einer zusätzlichen Stromheizung am Kaltkopf einstellen. Mit einer Messdiode lässt sich die Temperatur am Kaltkopf bestimmen. An dessen Spitze wird die in Kupferfolie eingeschlagene Probe eingespannt. Da Diode und Probe nicht am gleichen Ort des Kaltkopfes befestigt sind, und mit diesem nicht notwendigerweise den gleichen thermischen Kontakt bilden, ist die Temperaturmessung mit einer Unsicherheit verbunden.
- **Doppelwandiger Kryostat:** Die Probe wird auch hier zunächst in Kupferfolie eingeschlagen und dann am Ende eines langen Stabes befestigt. Dieser wird nun in

4.4. Messumgebung

die innere der beiden Kammern eingeführt. Diese wird dann mit der gewünschten Kühlflüssigkeit gefüllt, die äußere kann zusätzlich mit einer Pufferflüssigkeit gefüllt werden.

Am CERN stehen die oben beschriebenen Aufbauten nicht zur Verfügung. Um hier bei verschiedenen Temperaturen messen zu können, müssen einfachere Aufbauten benutzt werden. Als Probenofen dient ein geregelter LötKolben. Die Tieftemperaturmessungen finden in einem mit flüssigem Stickstoff gefüllten Behälter statt.

Kapitel 5

Messungen

5.1 Messprogramm

5.1.1 Vorherige Messungen

Vorhergegangene Messungen in der Diplomarbeit von Juliana Schmitz [Sch07] zeigen, dass sich in AlN implantiertes ^{111}In nach einem Ausheilschritt bei 1273 K und anschließender Messung bei Raumtemperatur in drei verschiedenen Umgebungen nachweisen lässt. Für die eine Umgebung ergibt sich ein Feldgradient von $\cong 5 \times 10^{15} \text{ V/cm}^2$. Dies lässt sich dem substitutionellen Einbau der Sonde auf einem Al-Platz zuordnen. Ein zweiter Anteil, mit einem leicht höheren EFG und einer wesentlich größeren Störung, beschreibt einen Sondenplatz mit Defekten auf einem übernächsten Gitterplatz. Besonders interessant ist schließlich der dritte Anteil. In dieser Umgebung ist der EFG ungefähr 10-mal so groß wie beim ungestörten Fall, was einen Defekt in nächster Nähe vermuten lässt.

Des Weiteren zeigen die Messungen, dass die Dämpfung der Quadrupolwechselwirkung bei Temperaturen zwischen 300 und 700 K minimal wird. Außerdem wurde, bei Temperaturen unter 60 K, eine Aufspaltung des Anteils in zwei Anteile unterschiedlicher Frequenz festgestellt, wobei einer eine Asymmetrie bezüglich der EFG-Richtung aufweist. Die Erklärung dafür könnte ein dynamischer Defekt sein, welcher zwischen den zwei nicht exakt gleichweit entfernten Nachbarpositionen der Sonde hin- und herspringt. Bei mittleren Temperaturen kann der Spin der Änderung des Defekts folgen. Bei niedrigeren Temperaturen sieht die Sonde während der Wechselwirkungszeit lediglich eine der

zwei Umgebungen. Bei hohen Temperaturen schließlich springt der Defekt so schnell, dass der Spin nicht mehr folgen kann. Er sieht im Mittel nur den EFG des ungestörten Gitters. Siehe dazu auch [Sch07].

Wie in Abschnitt 1 erwähnt, ist dies nicht der einzige Erklärungsansatz für das Verhalten der Wechselwirkung des Defektes.

5.1.2 Eigene Messungen

Ziel der Messungen in dieser Arbeit ist es, das Temperaturverhalten des Defektkomplexes genauer zu untersuchen. Dazu werden Messungen in flüssigem Stickstoff und Helium durchgeführt. Somit wird eine Minimaltemperatur von 4,2 K erreicht. Bei Messungen im CC-Kryostaten, wie sie auch in [Sch07] durchgeführt wurden, lässt sich die Temperatur nicht genau am Probenort bestimmen (s. Abschnitt 4.4). Bei Messungen im Flüssiggasbad ist die Temperatur dagegen genau bekannt.

In kleinen Schritten wird der Bereich von Raumtemperatur bis zu 10 K untersucht und der Temperaturbereich mit der minimalen Dämpfung detailliert vermessen.

Um den Einfluss der Implantationsenergie zu untersuchen, werden Sonden unterschiedlicher kinetischer Energien implantiert. Die so dotierten Proben werden dann bei Temperaturen zwischen 473 K und 1273 K ausgeheilt und vermessen.

Zusätzlich werden ^{111}Ag und $^{111\text{m}}\text{Cd}$ als Sonden benutzt. Die erste Sonde ermöglicht, das Vorzeichen des EFGs zu bestimmen. Mit letzterem sollen mögliche Störungen durch den Elektroneneinfangzerfall des ^{111}In untersucht werden, wie sie in Abschnitt 3.3 beschrieben sind. Außerdem der Einfluss seines Tochterisotops ^{111}Cd . Die Kernumwandlung führt zu einer Relaxation des Gitters und Verschiebungen der Elektronenschalen. Fraglich ist jedoch, ob diese Effekte in der Beobachtungszeit eine Rolle spielen.

5.2 Temperaturabhängige Messungen

5.2.1 Messbedingungen

Für genauere Informationen zu den Messaufbauten siehe Abschnitt 4.4.

5.2. Temperaturabhängige Messungen

Dünne Probe

Zunächst werden Messungen im Heliumbad durchgeführt. Dazu wird die innere Kammer des doppelwandigen Kryostaten mit flüssigem Helium gefüllt, für eine zweite Messung dann mit flüssigem Stickstoff. In der äußeren Kammer befindet sich flüssiger Stickstoff als Isolator zur Umgebung. Als Probe dient AlN einer Dicke von $0,5\ \mu\text{m}$ auf Saphirsubstrat. Dieselbe Probe wird danach im Probenofen bei Temperaturen bis $723\ \text{K}$ vermessen. Außerdem wird in beiden Messaufbauten eine Messung bei Raumtemperatur durchgeführt. Im Probenofen vor und nach der Maximaltemperatur.

Dicke Proben

Für weitere Messungen werden Proben einer größeren AlN-Dicke benutzt. Die Dicke von $3\ \mu\text{m}$ liegt nahe an der in [Sch07] untersuchten von $3,5\ \mu\text{m}$. Als Substrat dient ebenfalls Saphir.

Das Hauptaugenmerk der Untersuchung liegt auf dem Defektkomplex, also dem Signal mit der höheren Frequenz. Um dieses besser auflösen zu können, wird die Zeitauflösung so eingestellt, dass möglichst viele Kanäle für den Anfang des Spektrums zur Verfügung stehen, womit aber Messwerte für spätere Zeiten fehlen. Dies führt zu Ungenauigkeiten, da es wesentlich schwerer ist den Untergrund zu extrahieren und die Anteile kleinerer Frequenz anzupassen.

Es sollen zwei Aspekte untersucht werden: Zum einen die Temperatur des Dämpfungsminimums, und zum zweiten das Verhalten bei Temperaturen im Bereich zwischen tiefen Temperaturen ($10\ \text{K}$) und Raumtemperatur.

5.2.2 Ergebnisse

Bei vorherigen Messungen können die Ergebnisse nach einem Ausheilschritt von $1273\ \text{K}$ und Messtemperaturen über $60\ \text{K}$ gut mit 3 Anteilen beschrieben werden. Daher wird auch bei den vorliegenden Messungen dieser Ansatz verfolgt. Spektren niedrigerer Temperatur werden im folgenden Abschnitt besprochen.

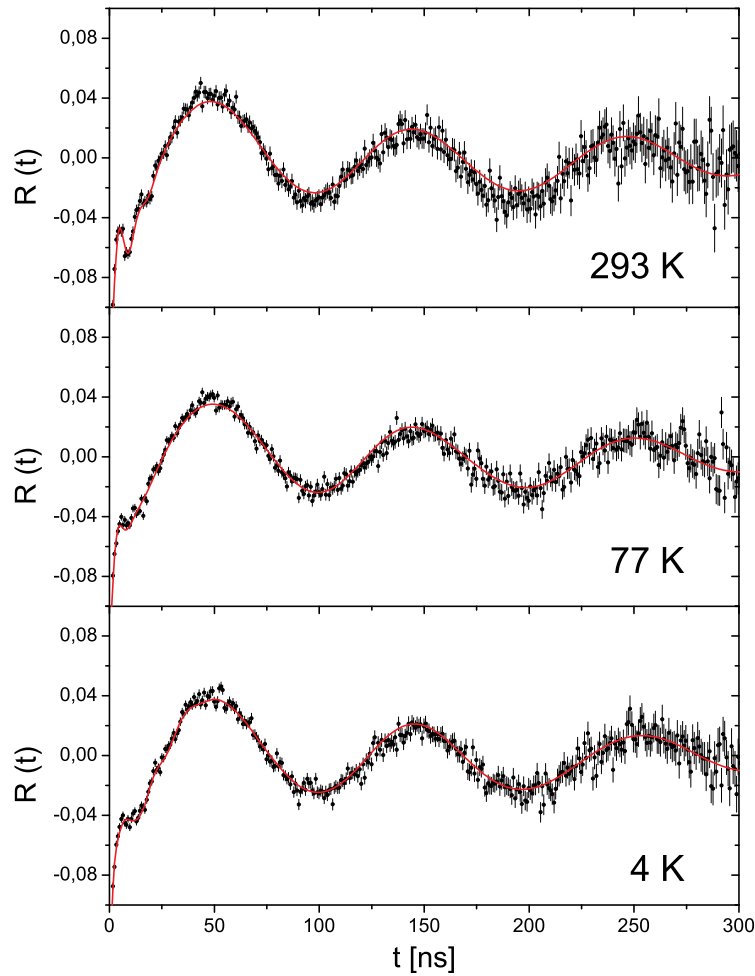


Abbildung 5.1: Spektren von ^{111}In in $0,5\ \mu\text{m}$ -dickem AlN, gemessen im doppelwandigen Kryostaten bei 4 K (unten), 77 K (Mitte) und 293 K (oben) nach Ausheilen bei 1273 K.

Dünne Probe

Zunächst sollen die Resultate bei tiefen Temperaturen besprochen werden, dabei liegt der Fokus auf der Messung bei 4 K. Die Minimaltemperatur vorausgegangener Messungen liegt bei 25 K. Bis zu diesem Wert kann keine Abnahme der Dämpfung des Defektanteils festgestellt werden.

Abbildung 5.1 zeigt die Spektren für Messungen in flüssigem Helium (4 K), Stickstoff (77 K) und Luft (293 K). Hier lässt sich vermuten, dass die Dämpfung des Defektanteils bei 4 K nicht wieder abnimmt. Genauer Aufschluss darüber lässt sich mit Hilfe

5.2. Temperaturabhängige Messungen

einer Anpassung gewinnen. Abhängig ist diese von den gemachten Voraussetzungen. In [Sch07] wird angenommen, dass der Defektanteil zu niedrigeren Temperaturen in zwei Anteile aufspaltet (s. Abschnitt 5.1.1) und auch ein vierter Anteil für die Anpassung an die Messergebnisse benötigt. Nun ist es nicht erstaunlich, dass mit einem weiteren Anteil eine bessere Anpassung erreicht werden kann. Außerdem führt die beobachtete sehr große Dämpfung des Defektanteils dazu, dass nur wenige Perioden erkennbar sind und daher keine sichere Aussage über die genaue Frequenz getroffen werden kann. Jedoch kann versucht werden, anhand physikalischer Überlegungen eine der Varianten auszuschließen.

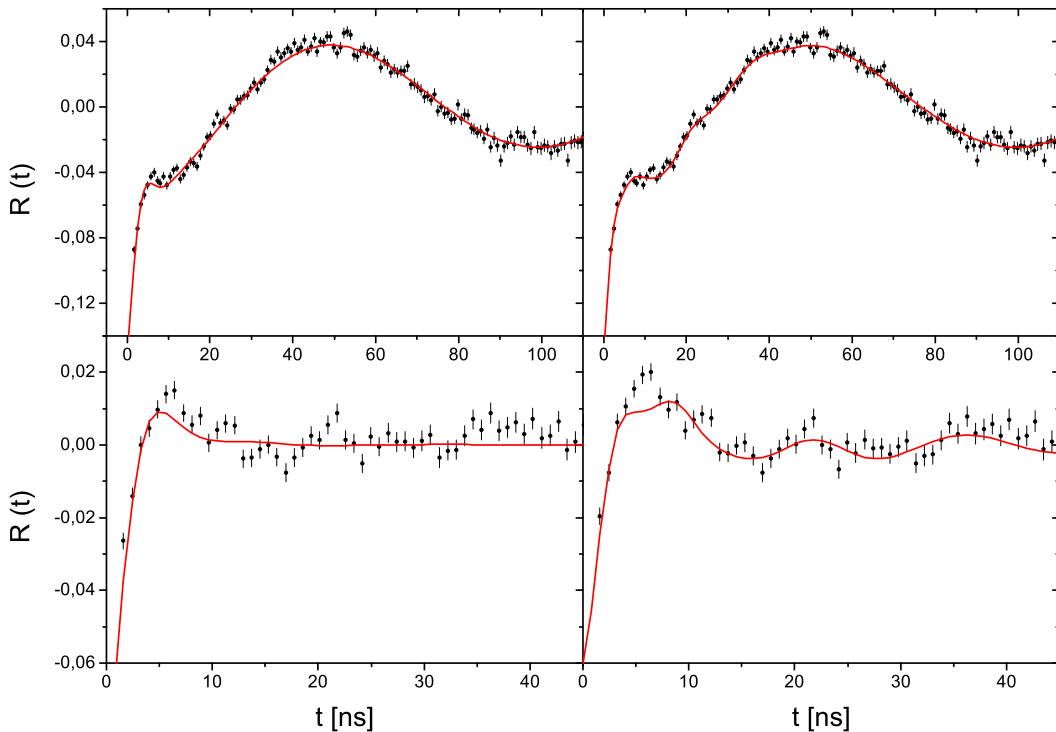


Abbildung 5.2: *oben:* Ausschnitt des 4K-Spektrums aus Abbildung 5.1; *unten:* Differenzspektrum des Spektrums und einer Anpassung mit zwei langsamen Anteilen. Eingezeichnet sind jeweils Fits mit einem und zwei schnellen Anteilen (*links* bzw. *rechts*).

Zwei Anpassungen der Messung bei 4 K, mit 3 bzw. 4 Anteilen sind in Abbildung 5.2 (oben) dargestellt. Mit 3 Anteilen ergibt sich für eine Anpassung von 550 Kanälen ein χ^2 von 1.166, mit 4 Anteilen lässt es sich auf 1.059 reduzieren. Abbildung 5.2 (unten) zeigt die entsprechenden Anpassungen im Differenzspektrum in welchem die beiden langsamen Anteile bereits abgezogen sind.

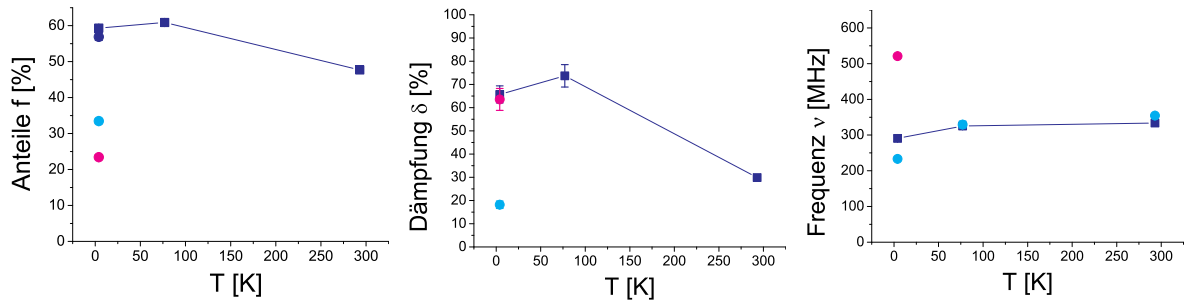


Abbildung 5.3: ^{111}In in $0,5\ \mu\text{m}$ -dickem AlN. Verlauf von Anteil, Dämpfung und Frequenz des Defektanteils. Für 4 K sind die Parameter für einen und zwei schnelle Anteile (■ bzw. ●) aus Abbildung 5.2 angegeben.

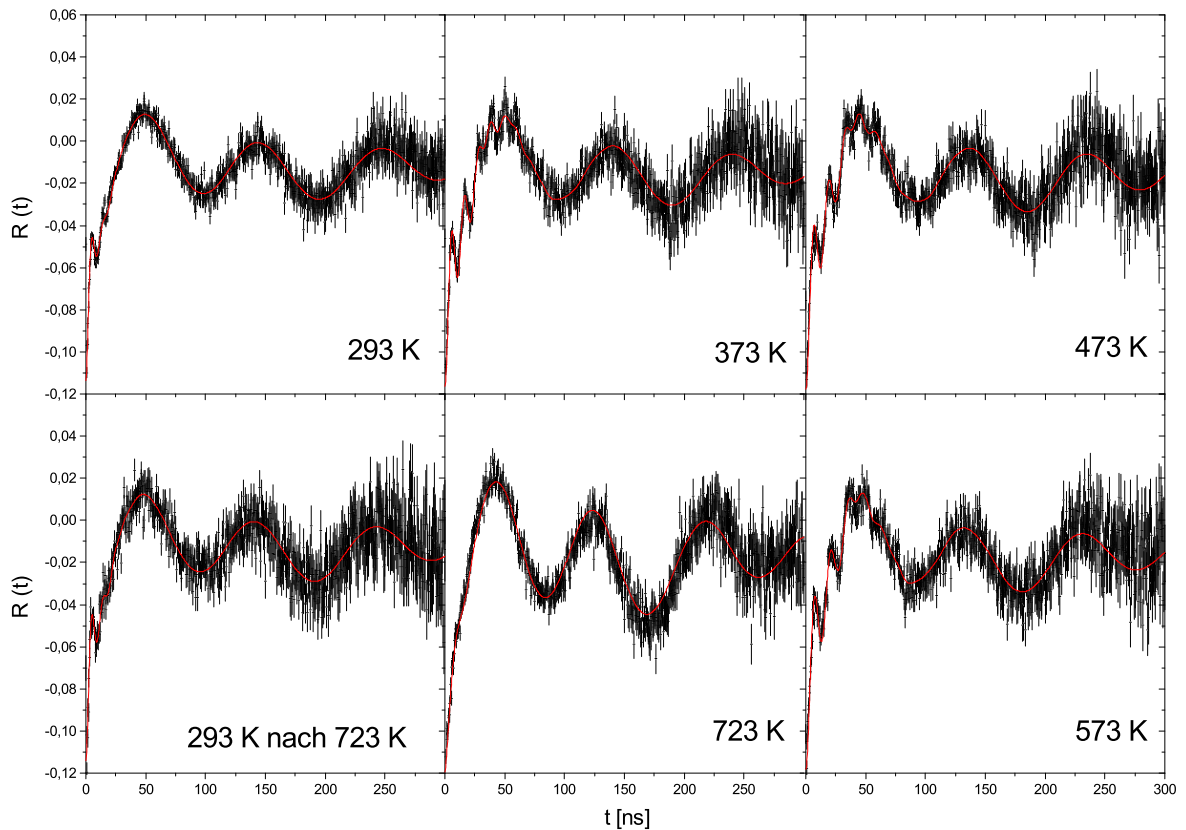


Abbildung 5.4: Ausgewählte Spektren der Messungen von ^{111}In in $0,5\ \mu\text{m}$ -dickem AlN im Probenofen nach Ausheilen bei 1273 K. Alle Spektren der Messreihe sind im Anhang in Abbildung B.1 zu finden.

5.2. Temperaturabhängige Messungen

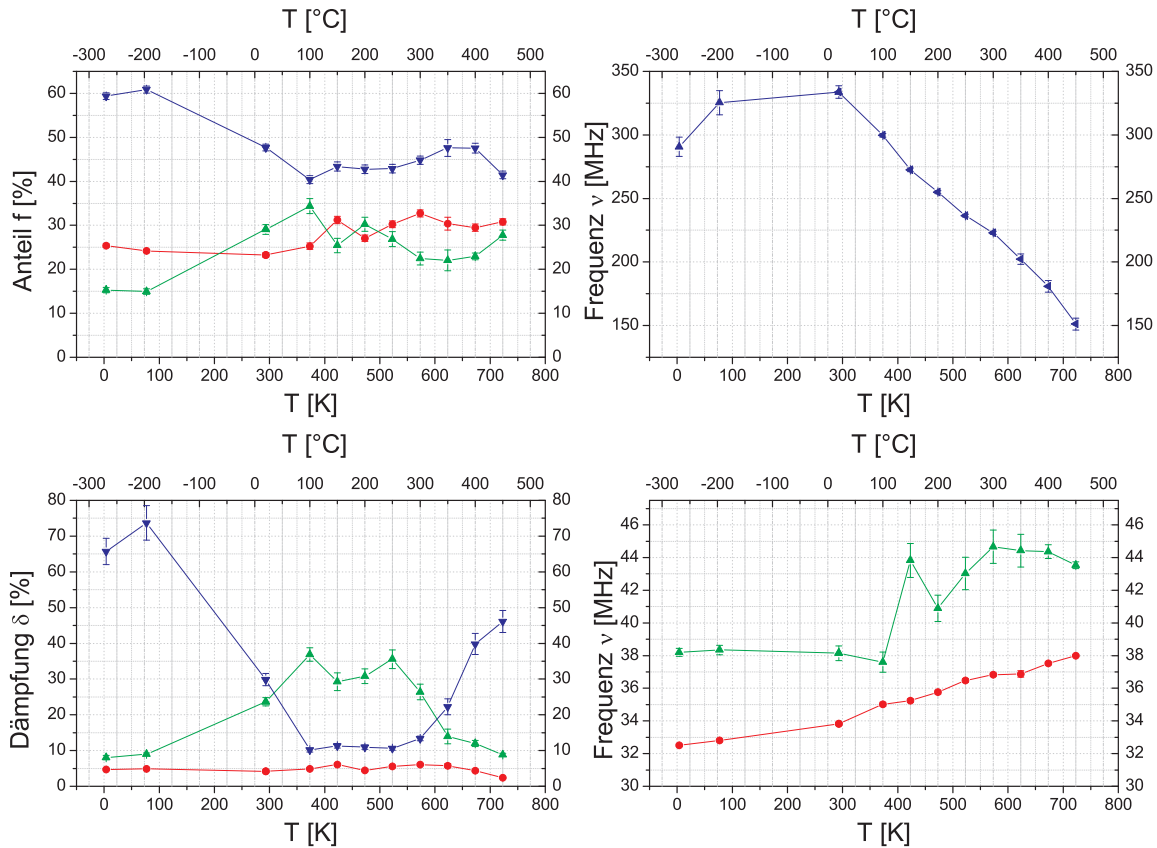


Abbildung 5.5: ^{111}In in $0,5\ \mu\text{m}$ -dickem AlN. Die Parameter der drei Sondenumgebungen in Abhängigkeit von der Messtemperatur. Zu sehen sind der Defektanteil (\blacktriangledown) und zwei langsame Anteile (\blacksquare und \blacktriangle), wobei der etwas schnellere, stärker gedämpfte, einen Asymmetrieparameter $\neq 0$ zeigt.

Tabelle A.1 und Abbildung 5.3 sind die Parameter der Messungen bei 4 K, 77 K und 293 K zu entnehmen. Beide Anpassungen für 4 K geben eine geringere Dämpfung als bei 77 K, allerdings ist der Fehler groß. Außerdem ist zu beachten, dass gleichzeitig der Anteil abnimmt. Bei der Anpassung sind das zwei Effekte, die sich in kleinen Zeitintervallen kompensieren.

Die Frequenz nimmt ebenfalls ab, allerdings ist auch diese mit einem großen Fehler behaftet. Im Falle eines Anteils ergibt sich bei 4 K eine Frequenz von 291(8) MHz, die den Abwärtstrend der Messungen bei den höheren Temperaturen verstärkt fortsetzt. Für 2 Anteile findet man mit 521(1) MHz eine schnellere, und mit 233(4) MHz eine langsamere Frequenz.

Es ist festzustellen, dass wegen der hohen Dämpfung keine klare Aussage über die Natur der im direkten Umfeld gestörten Sondenumgebung gemacht werden kann. Zwar ergibt sich mit zwei schnellen Anteilen eine bessere Anpassung, hierbei steht aber ein weiteres Glied zur Verfügung welches zudem noch entsprechend der Theorie den Asymmetrieparameter η als zusätzlichen freien Parameter hat.

Eine physikalische Einordnung soll in der anschließenden Diskussion erfolgen. Zur Vereinfachung der Besprechung des gesamten Temperaturbereichs wird im Folgenden die Variante mit nur einem Anteil hoher Frequenz verwandt.

Der Verlauf bei Temperaturen über Raumtemperatur ist leichter auszuwerten. Das liegt vornehmlich daran, dass die Dämpfung des Defektanteils wesentlich geringer ist. Außerdem wird für diese Messungen der Zeitbereich so eingestellt, dass der Anfang des Spektrums besser aufgelöst ist.

Ausgewählte Spektren des Messprogramms sind in Abbildung 5.4 dargestellt. Der Temperaturverlauf der entscheidenden Parameter ist Tabelle A.1 und Abbildung 5.5 zu entnehmen. Auch alle Parameter der Tieftemperaturmessungen sind dort angegeben.

Es zeigt sich, dass der Anteil der Sonden in ungestörter Umgebung im gesamten Temperaturbereich mehr oder weniger konstant bei 28(4) % bleibt. Die Anteile der Sonden in den beiden anderen Umgebungen schwanken für Temperaturen ≥ 293 K ebenfalls nur leicht um 27(4) % bzw. 44(3) %.

Auch die Dämpfung des ungestörten Anteils ist über den gesamten Bereich konstant bei 5(1) %. Hier zeigen der schnelle und der leicht gestörte Anteil jedoch eine wesentliche Abweichung. Für Temperaturen über 373 K ist die Dämpfung des Defektanteils merklich reduziert. Sie sinkt von 30(2) % bei 293 K auf 10,1(6) %. Bis 523 K bleibt sie auf diesem niedrigen Wert um dann ab 573 K wieder stark bis auf 46(3) % bei 723 K anzusteigen. In ungefähr demselben Bereich zeigt der leicht gestörte Anteil eine erhöhte Dämpfung.

Betrachtet man den Verlauf der Frequenzen, so steigt die Frequenz des wenig gestörten langsamen Anteils monoton von 32,51(7) MHz bei 4 K auf 37,99(6) MHz bei 723 K. Der schnelle Anteil zeigt nur oberhalb von 293 K ein deutlich monotones Verhalten. Von 334(5) MHz bei 293 K fällt sie stark auf 151(5) MHz bei 723 K ab.

5.2. Temperaturabhängige Messungen

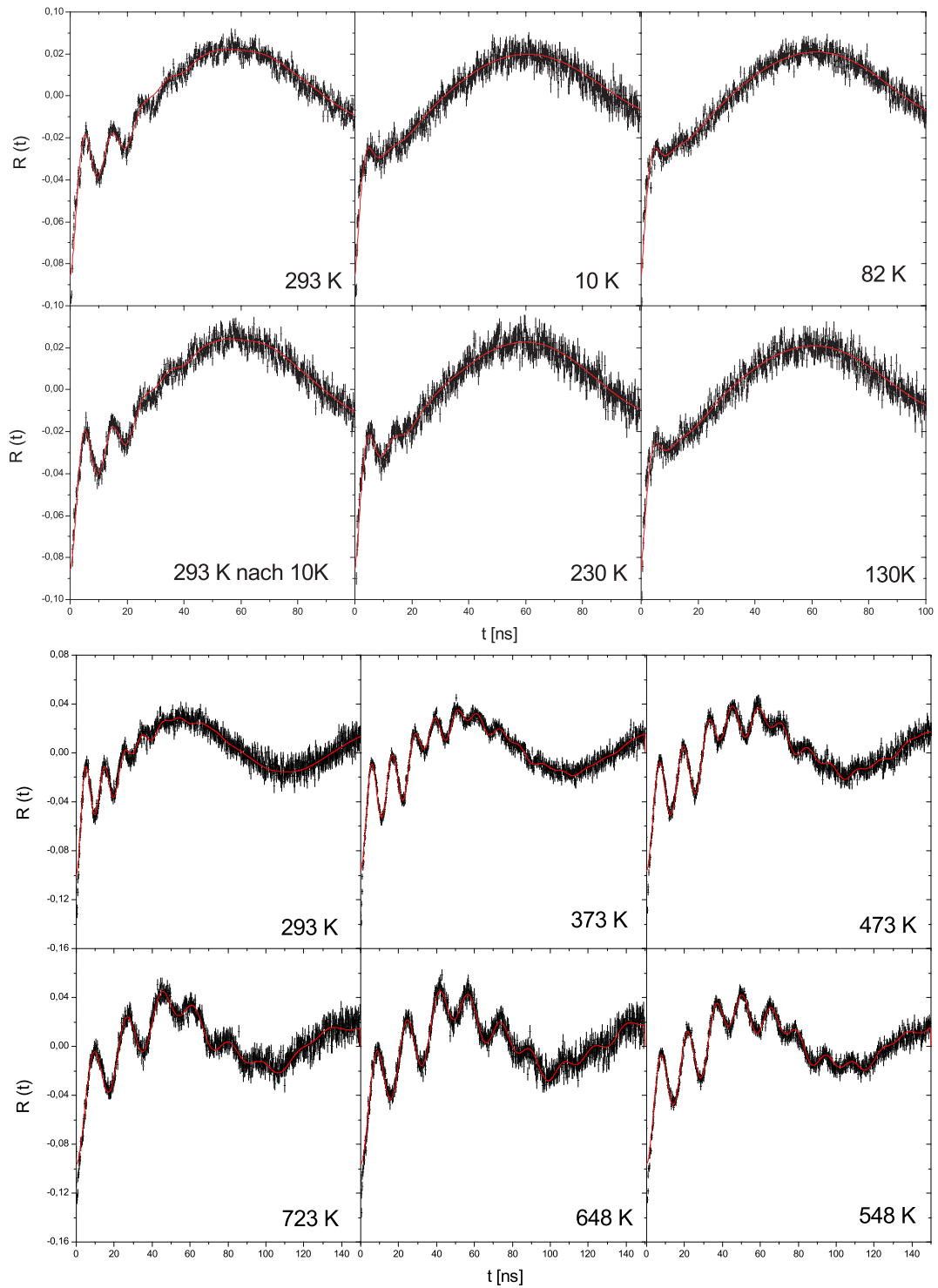


Abbildung 5.6: Ausgewählte Spektren der Messungen von ^{111}In in $3\ \mu\text{m}$ -dickem AlN im Kryo-Refrigerator (*oben*) und im Probenofen (*unten*) nach Ausheilen bei 1273 K. Alle Spektren der Messreihe finden sich im Anhang in den Abbildungen B.2 und B.3.

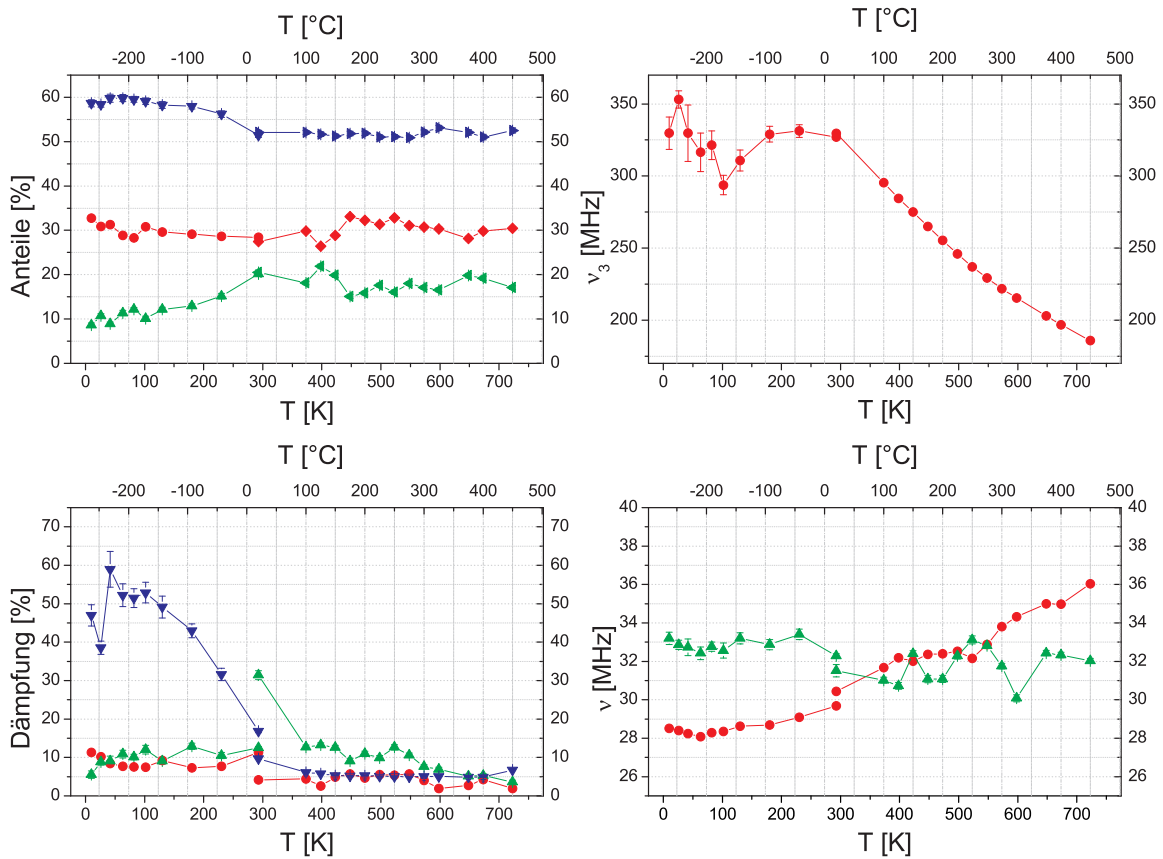


Abbildung 5.7: Die Parameter der drei Sondenumgebungen in Abhängigkeit von der Messtemperatur. Zu sehen sind der Defektanteil (\blacktriangledown) und zwei langsame Anteile (\blacksquare und \blacktriangle), wobei der etwas schnellere, stärker gedämpfte, einen Asymmetrieparameter $\neq 0$ zeigt. Die Messungen bei Temperaturen ≤ 293 K erfolgten im CC-Kryostaten, Temperaturen darüber wurden im Probenofen gemessen.

Dicke Proben

Diese drei Proben entstammen alle dem gleichen Wafer und werden bei 1273 K ausgeheilt. Ein Stück wird im Probenofen vermessen, zwei weitere im CC-Kryostaten. Die Parameter, welche sich aus den Anpassungen (s. Abbildung 5.6) ergeben, sind Tabelle A.2 und Abbildung 5.7 zu entnehmen. Man sieht auch hier, dass die Anteile über 293 K konstant bleiben. Dabei befinden sich 30(2)% der Sonden in einer ungestörten und 18(2)% in einer leicht gestörten Umgebung. 51.8(6)% haben einen Defekt als nächsten Nachbarn. Für die ungestörte Sondenumgebung bleibt dieser Wert auch bei niedrigen Temperaturen konstant. Der Defektanteil hingegen steigt im Temperaturbereich von

5.2. Temperaturabhängige Messungen

293 K bis 10 K um knapp 10 % auf Kosten des Anteils in einer leicht gestörten Umgebung. Die Dämpfung der ungestörten Umgebung ist bei der Messung im Probenofen relativ stabil bei 4(1) %, im Kryostaten bei 8(2) %. Der leicht gestörte Anteil schwankt im Kryostaten um 10 %. Im Ofen sinkt er über den gesamten Temperaturbereich von 30(1) % auf 3,6(5) %. Die Sonden des Defektkomplexes zeigen zu tiefen Temperaturen eine steigende Dämpfung. Sie wächst von 16,9(4) % bei 293 K auf 53(3) % bei 102 K und bleibt bis 42 K im Rahmen der Fehler konstant.

Für die Messung im Ofen sinkt diese Dämpfung von 9,7(2) % bei 293 K bis auf 5,32(8) % bei 423 K. Hieran schließt sich ein Plateau von 250 K bis 673 K an, ein klares Minimum ist nicht auszumachen. Bei 723 K steigt die Dämpfung wieder auf 6,7(1) % an.

Bei den Sonden in ungestörter Umgebung und denen mit Defekt als Nachbarn zeigt die Frequenz einen ähnlichen Verlauf wie bei der dünnen Probe. Bei ersteren steigt sie von 28,5(1) MHz bei 10 K auf 36,03(8) MHz bei 723 K, bei letzterer zeigt sie zwischen 10 K und 293 K ein Plateau bei 324(15) MHz und sinkt dann kontinuierlich bis auf 185,7(2) MHz.

5.2.3 Diskussion

Im Wesentlichen werden in den vorliegenden Messungen frühere Ergebnisse bestätigt. Bei hohen Temperaturen zeigt sich, dass die Dämpfung des Defektanteils stark ansteigt. Sein komplettes Verschwinden kann in dem vermessenen Temperaturbereich jedoch nicht beobachtet werden. Das reversible Verhalten wird aber zumindest insofern bestätigt, als dass nach der Maximaltemperatur eine erneute Messung bei einer niedrigeren Temperatur das vorherige Ergebnis reproduziert. Auch der Anstieg der Dämpfung zu niedrigeren Temperaturen zeigt sich. Eine erneute Abnahme kann auch bis zu einer Temperatur von 4 K nicht festgestellt werden.

Tiefe Temperaturen

Zunächst soll eine Diskussion der Tieftemperaturmessungen erfolgen. Dazu sollen die beiden Anpassungen - mit einem und zwei schnellen Anteilen - untersucht werden. In der Besprechung der Messergebnisse wurden bereits die Parameter berechnet. Nun lassen sich diese für beide Fälle physikalisch einordnen. Nimmt man an, dass der Defekt auf einer der zwei möglichen Gitterpositionen einfriert, erwartet man zwei Anteile mit

unterschiedlichen Frequenzen. Deren Dämpfung sollte aber bei abnehmender Temperatur zurückgehen, da ihnen weniger kinetische Energie zum Verlassen ihrer Position zu Verfügung steht. Das wird nicht beobachtet. Nur kurz sollen hier aktuelle Messungen erwähnt werden. Diese zeigen, dass sich auch bei 10 K kein signifikantes Messsignal nachweisen lässt, welches einem EFG entspricht, der von einem Defekt auf einer nächsten Nachbarposition der Sonde stammt, welcher nicht entlang der *c*-Achse liegt. Das Spektrum ist im Anhang als Abbildung B.4 zu finden.

Bei einer Erklärung, welche auch bei tiefen Temperaturen nur eine Frequenz vorher sagt, bleibt die Frage, warum die Dämpfung solch hohe Werte zeigt bestehen. Wie bereits erwähnt wäre eine Erklärung dafür, der Einfluss des vorausgehenden Elektroneneinfangs. Bei niedrigen Temperaturen sinkt die Anzahl der Ladungsträger und damit dauert es länger, bis die Löcher in der Elektronenschale gefüllt werden. Ein Blick auf die Dämpfungen der Signale von ungestörter und leicht gestörter Umgebung zeigen, dass diese bei tiefen Temperaturen nicht ansteigen. Die Ursache dafür, dass hauptsächlich die Sonden in einem Defektkomplex die Nachwirkungen des Elektroneneinfangs zeigen, könnte eine Abstoßende Wirkung dieses Komplexes auf Elektronen sein, z.B. aufgrund seiner Ladung.

Einfluss der Schichtdicke

Die Vermessung von Proben mit unterschiedlich dicker AlN-Schicht erlaubt es, den Einfluss dieses Parameters zu untersuchen. Mit den Ergebnissen aus [Sch07] stehen außerdem Daten für eine AlN-Dicke von $3,5\ \mu\text{m}$ zur Verfügung. Es zeigt sich in Abbildung 5.8, dass die Dämpfung des Defektanteils eine deutliche Abhängigkeit von der Schichtdicke aufweist. Dabei sinkt die Dämpfung mit steigender Schichtdicke. Außerdem zeigt auch die Breite des Dämpfungsminimums diese Abhängigkeit. Je dicker die Schicht, desto größer der Bereich in dem der Defektanteil nur wenig gedämpft ist.

Der Einfluss der Schichtdicke ist außerdem beim Vergleich der Frequenzen des ungestörten Anteils erkennbar. Wie in Abbildung 5.8 ersichtlich, ist die Frequenz umso größer, je dünner die Schicht ist.

Die Erklärung beider Effekte dürfte die Verzerrung des Gitters aufgrund der Gitterfehl-anpassung von AlN und Saphirsubstrat sein (s. dazu Abschnitt 4.1). Zum einen führt das mit abnehmender Dicke zunehmend stärker verzerrte Gitter für das Indiumatom in der sonst ungestörten Umgebung zu einer höheren Wechselwirkung, und damit einer

5.2. Temperaturabhängige Messungen

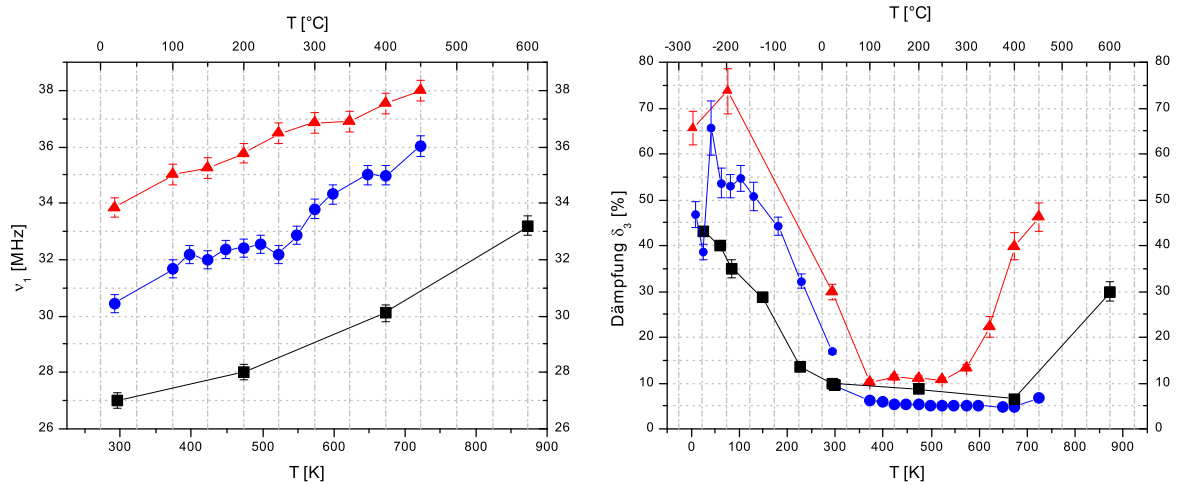


Abbildung 5.8: Vergleich der Frequenz der ungestörten Umgebung (*links*) und der Dämpfung der Defektumgebung (*rechts*) für Proben mit einer AlN-Schichtdicke von $0,5 \mu\text{m}$ (▲), $3 \mu\text{m}$ (●) und $3,5 \mu\text{m}$ (■).

höheren Frequenz. Zum anderen ändert das verzerrte Gitter das Potential, welches der Defekt überwinden muss um seine wohldefinierte Position zu verlassen. Dieses scheint mit zunehmender Verzerrung kleiner zu werden, da die Dämpfung bei dünnerer Schicht schon bei niedrigeren Temperaturen ansteigt.

Erstaunlich ist, dass ein Effekt des Substrats auf die Gitterstruktur noch bei Schichtdicken von einigen μm beobachtet werden kann. Untersucht werden mit den Messungen nur Bereiche in Tiefen von bis ca. 100 nm unter der Oberfläche. Der Abstand von Sonde und Substrat entspricht also nahezu der Dicke der Schicht.

Temperaturabhängigkeit der Frequenzen

Bei allen Schichtdicken zeigt sich ein monotoner Verlauf der Frequenzen des ungestörten Anteils und des Defektanteils. Dabei lässt sich dieser für die ungestörte Sonden Umgebung über den ganzen Temperaturbereich verfolgen. Im Falle des Defekts zeigt er nur bei Temperaturen über Raumtemperatur einen eindeutigen Verlauf.

Der Verlauf der Frequenz des ungestörten Anteils wird in früheren Arbeiten mit Gitterschwingungen erklärt. So auch in [Sch07]. Für dieses Modell sollte die Frequenz proportional zu $T^{3/2}$ sein. Eine entsprechende Anpassung an die Messwerte gelingt, jedoch ist die $T^{3/2}$ -Abhängigkeit nicht eindeutig. Eine andere Begründung der Änderung der

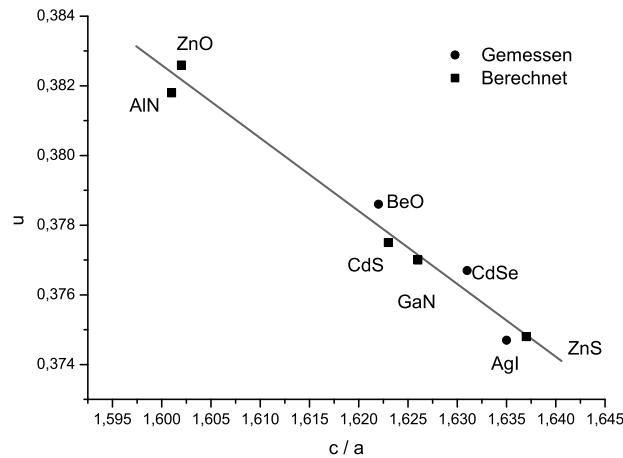


Abbildung 5.9: Korrelation zwischen u-Parameter und c/a -Verhältnis bei verschiedenen wurtzitartigen Halbleitern. Die Daten stammen aus [SA96].

Frequenz könnte die Verzerrung des Gitters sein. Mit dieser Annahme lässt sich dann auch eine Erklärung des Verlaufs der Defektfrequenz versuchen.

Mit zunehmender Temperatur zeigt die Gitterkonstante a eine andere relative Änderung als c . Zur Berechnung lassen sich die folgenden Formeln aus [Mor99] benutzen:

$$\Delta a/a_0 = -8,679 \times 10^{-2} + 1,929 \times 10^{-4} T + 3,400 \times 10^{-7} T^2 - 7,969 \times 10^{-11} T^3$$

$$\Delta c/c_0 = -7,006 \times 10^{-2} + 1,583 \times 10^{-4} T + 2,719 \times 10^{-7} T^2 - 5,834 \times 10^{-11} T^3$$

Darüber hinaus muss auch die Änderung des u-Parameters berücksichtigt werden. Dieser wurde für einige Halbleiter mit Wurtzit-Struktur experimentell bestimmt, für AlN und andere aber bisher nur theoretisch berechnet [SA96]. Er ist also schon bei Raumtemperatur nicht genau bekannt und über die Temperaturabhängigkeit lässt sich nur aufgrund anderer Beobachtungen schließen. So zeigt der u-Parameter der untersuchten Halbleiter eine lineare Abhängigkeit vom c/a -Verhältnis. Eine lineare Anpassung ergibt (s. Abbildung 5.9)

$$u = -0.2092 (c/a) + 0.7173$$

Überträgt man diese Gesetzmäßigkeit auf das Verhalten ein und desselben Materials bei

5.2. Temperaturabhängige Messungen

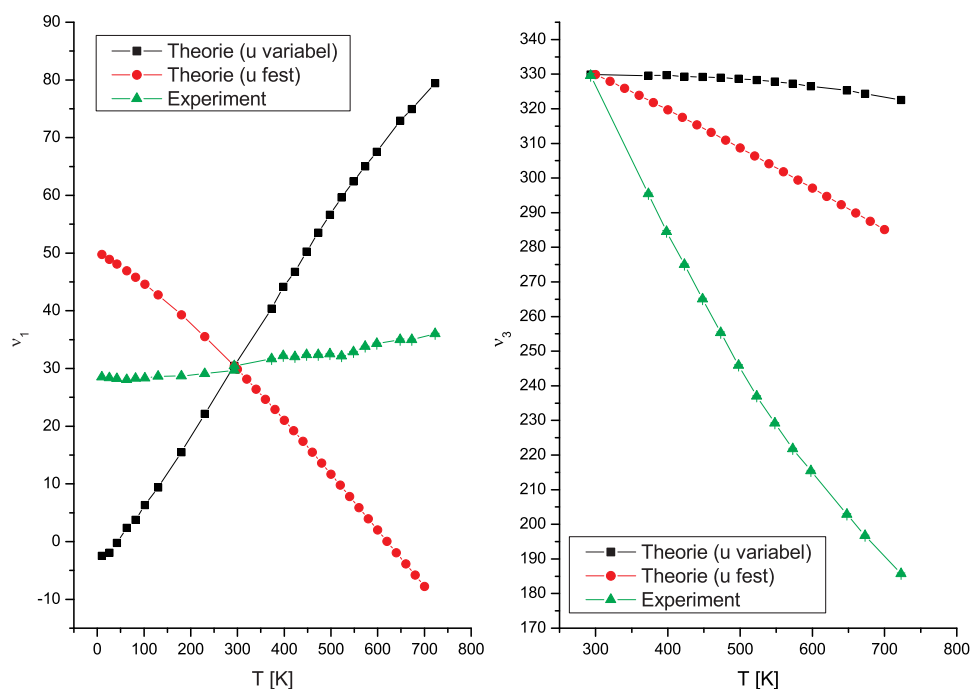


Abbildung 5.10: Experimentelle Werte und theoretische Voraussagen für den temperaturabhängigen Verlauf der Frequenz für ^{111}In auf einem ungestörten Al-Gitterplatz (*links*) und für den Fall einer Stickstoffleerstelle als nächstem Nachbar (*rechts*). Die experimentellen Werte stammen von den Messungen der $3\ \mu\text{m}$ -dicken AlN-Schicht (s. Abbildung 5.7).

unterschiedlichen Temperaturen, so kann mit einer von M. Aßmann geschriebenen Software [Aßm85] nach dem Punktladungsmodell der erwartete Verlauf des EFGs berechnet werden. Dieses Modell zeigt Schwächen bei der Bestimmung absoluter Werte, die relative Änderung des EFGs liefert aber brauchbare Ergebnisse. Die Ergebnisse wurden daher auf den Wert bei Raumtemperatur normiert und sind Abbildung 5.10 zu entnehmen. Dort sind auch die berechneten Werte für einen konstanten u -Parameter über dem gesamten Temperaturbereich dargestellt. Für den EFG der ungestörten Umgebung zeigen beide Berechnungen eine zu extreme Steigung. Hier sagt das Modell mit dem variablen u -Parameter aber immerhin das richtige Vorzeichen vorher. Für den Fall einer Leerstelle entlang der c -Achse, ergeben beide Simulationen das passende Vorzeichen. Hier ist die Steigung mit festem u näher an dem wahren Wert der Steigung. Bezüglich der Abweichung ist zu wiederholen, dass der Wert des u -Parameters bei Raumtemperatur

und sein temperaturabhängiger Verlauf auf theoretischen Vorhersagen beruht.

5.3 Ausheilprogramm

5.3.1 Messbedingungen

Als Proben werden Stücke des Wafers mit der $3\mu\text{m}$ -dicken AlN-Schicht verwendet, da bei diesen das Signal der Defektconfiguration weniger gedämpft ist (s. Abschnitt 5.2.3). Die erste Probe wird mit ^{111}In -Atomen einer kinetischen Energie von 160 keV beschossen. Dies ist die Energie, die auch bei allen anderen Indium-Implantationen - außer den in diesem Abschnitt besprochenen - benutzt wird. Der aufgelöste Zeitbereich wird möglichst klein gewählt um die Parameter des Defektanteils gut auflösen zu können. Bei der zweiten Probe beträgt die Energie der implantierten Indiumatome 80 keV, bei der dritten schließlich 40 keV. Sie werden in einer anderen Messapparatur vermessen, welche so eingestellt ist, dass ein größerer Zeitbereich abgedeckt wird. Die erwartete Verteilung der Sonden ist in Abbildung 4.1 dargestellt. Unterschiede im Ausheilverhalten der Proben könnten aus drei Gründen auftreten:

1. Konzentration: Bei gleicher Gesamtdosis steht die maximale Konzentration bei den drei Energien im Verhältnis von 2,9 : 1,7 : 1 für 40 keV, 80 keV bzw. 160 keV.
2. Oberflächeneffekte: Der Mittelwert der Eindringtiefen liegt bei 20 nm, 32 nm bzw. 56 nm für 40 keV, 80 keV bzw. 160 keV. Das ist zu vergleichen mit der Gitterkonstanten c von ca. 0,5 nm.
3. Implantationsenergie: Sonden mit höherer kinetischer Energie hinterlassen eine höhere Anzahl von Defekten auf dem Weg durch den Kristall. Dazu kommen Sekundärdefekte der herausgeschlagenen Atome des Wirtkristalls.

5.3.2 Ergebnisse

160 keV

Die R-Wert-Spektren zu den einzelnen Ausheilschritten sind Abbildung 5.12 zu entnehmen. Die zugehörigen Parameter sind in Tabelle A.3 angegeben und in Abbildung 5.11

5.3. Ausheilprogramm

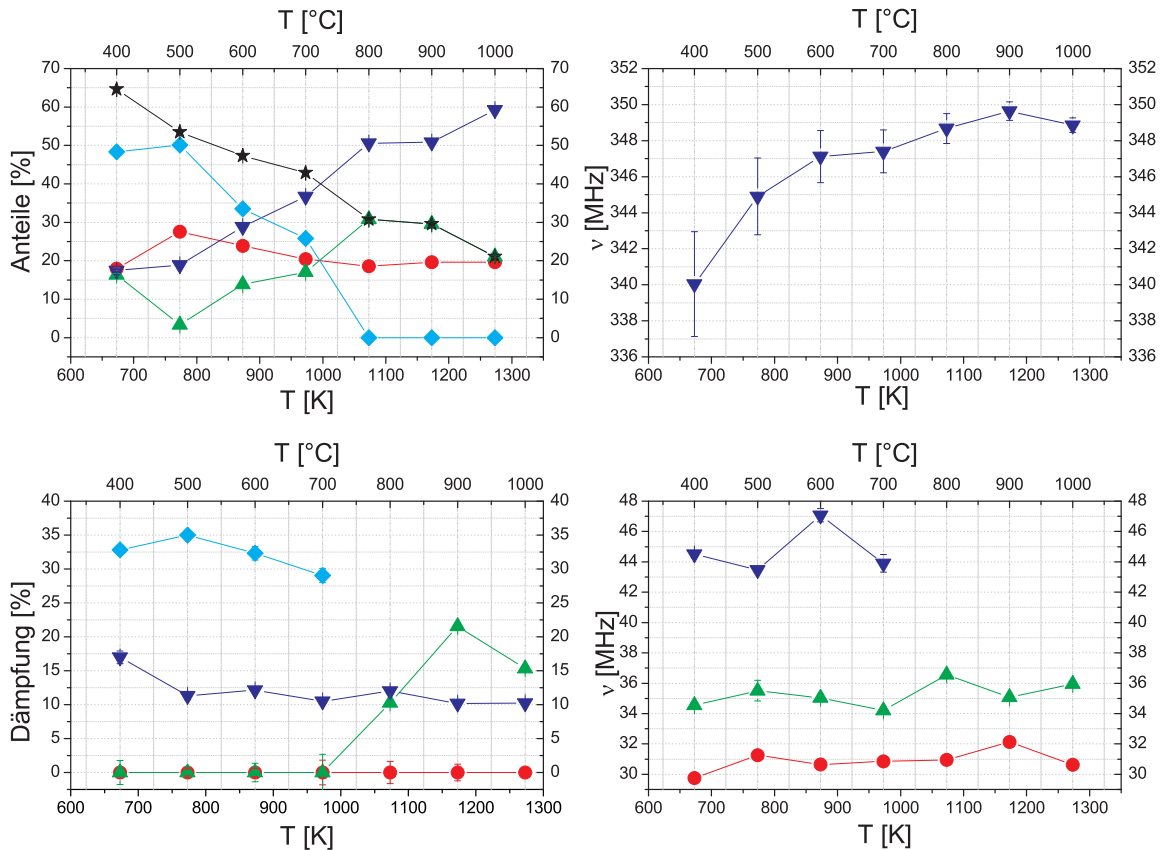


Abbildung 5.11: ^{111}In in AlN, implantiert mit 160 keV. Zu sehen sind die Parameter der beiden gestörten Umgebungen (\blacktriangle = leicht gestört, \blacklozenge = stark geschädigt, \blackstar = Summe der beiden), der ungestörten Umgebung (\bullet) und des Indium-Defekt-Komplexes (\blacktriangledown) in Abhängigkeit der Ausheiltemperatur T.

graphisch dargestellt. Nach dem ersten Ausheilschritt bei 673 K befinden sich fast 50 % der Sonden in einer geschädigten Umgebung. Der Anteil zeigt eine starke Dämpfung. Bei dieser Umgebung handelt es sich also um die Bereiche, welche nach diesem Temperaturschritt noch nicht wieder eine kristalline Struktur eingenommen haben.

Jeweils 10 % befinden sich in drei weiteren Konstellationen. Zum einen in einer Umgebung, deren zugehörige Frequenz leicht von der einer ungestörten Umgebung abweicht, und welche eine Asymmetrie aufweist. Wie vorher schon beschrieben, lässt sich dies auf einen Defekt in weiterer Umgebung der Sonde zurückführen. Weiterhin gibt es wieder den ungestörten Anteil ohne Dämpfung und den schnellen Anteil mit einer Dämpfung von 17,0(9) %.

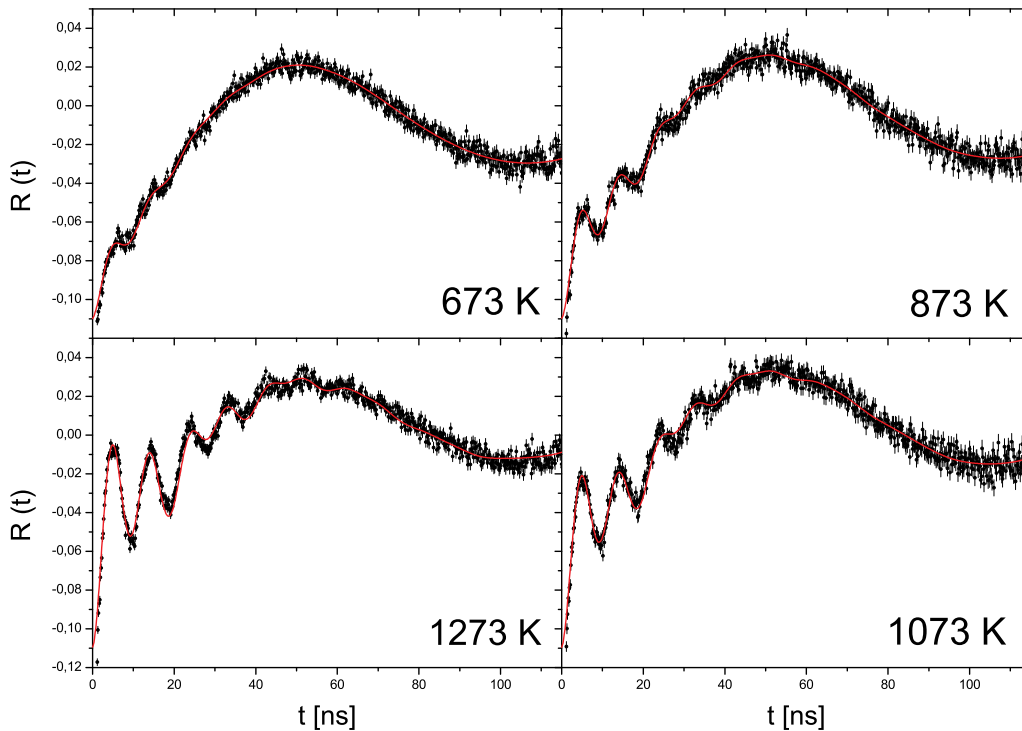


Abbildung 5.12: Ausgewählte Spektren der Messungen von ^{111}In mit einer kinetischen Energie von 160 keV in $3\ \mu\text{m}$ -dickem AlN bei Raumtemperatur nach den angegebenen Ausheiltemperaturen

Nach den folgenden Ausheilschritten zeigt sich, dass der geschädigte Anteil stark sinkt und nach Ausheilen bei 1073 K nicht mehr benötigt wird. Deutet die Messung nach Ausheilen bei 773 K daraufhin, dass ein großer Teil dieser Sonden in den ungestörten Anteil übergeht, sinkt dieser Anteil bei den folgenden Ausheilschritten wieder und der leicht gestörte Anteil wächst an. Über den gesamten Temperaturbereich steigt die Zahl der Sonden in ungestörter Umgebung nur leicht von 17.9(3) % auf 19.6(2) % an. Ein Teil der Sonden geht also anscheinend in den kristallinen Zustand über, die Umgebungen scheinen aber nicht komplett auszuheilen. Der übrige Teil der geschädigten Umgebung geht in die Konstellation über, die zum schnellen Anteil gehört. Dessen Anteil steigt auch weiter, nachdem der geschädigte Anteil nicht mehr nachzuweisen ist. Außerdem sinkt die Dämpfung auf 10,2(1) %. Er wächst auf Kosten der Sonden mit einem Defekt in weiterer Umgebung. Das Signal letzteres zeigt nach dem Verschwinden des geschädigten Anteils eine starke Dämpfung. Das lässt vermuten, dass es noch

5.3. Ausheilprogramm

geschädigte Sondenumgebungen gibt, diese aber nicht mehr separat nachweisbar sind und in dem Anteil beinhaltet sind. Daher steigt die Dämpfung stark an. Ebenso ist es wahrscheinlich, dass ein Teil der leicht gestörten Umgebungen vor dem Verschwinden des geschädigten Anteils diesem zugeteilt wurden. Das erklärte, warum ersterer bis zu diesem Punkt völlig ungestört ist. Diese Unsicherheit der langsamen Anteile ist erneut der genauen Auflösung des schnellen Anteils geschuldet.

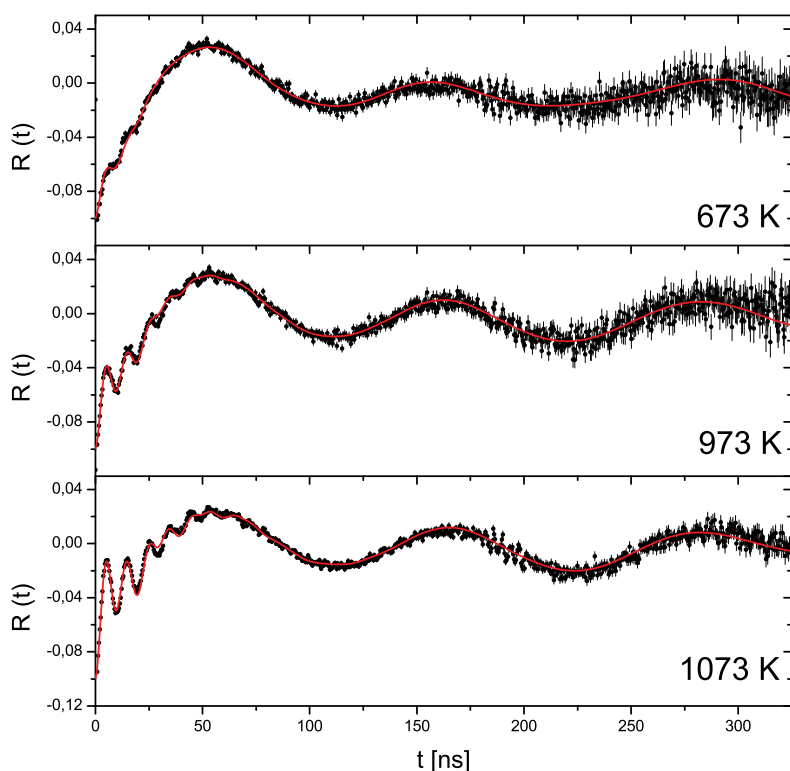


Abbildung 5.13: Die Spektren von ^{111}In mit einer kinetischen Energie von 40 keV in $3\ \mu\text{m}$ -dickem AlN bei Raumtemperatur nach den angegebenen Ausheiltemperaturen. Die entsprechenden Spektren für 80 keV sind im Anhang in Abbildung B.5 zu finden.

40 keV und 80 keV

Diese Proben werden lediglich drei Ausheilschritten unterzogen, bei 673 K, 973 K und 1273 K. Die Spektren für 40 keV sind in Abbildung 5.13 zu sehen, Tabelle A.3 und Abbildung 5.14 zeigen den Verlauf der Parameter.

Die Anteile sind genauso beschaffen, wie im Fall von 160 keV, außer dass der Anteil

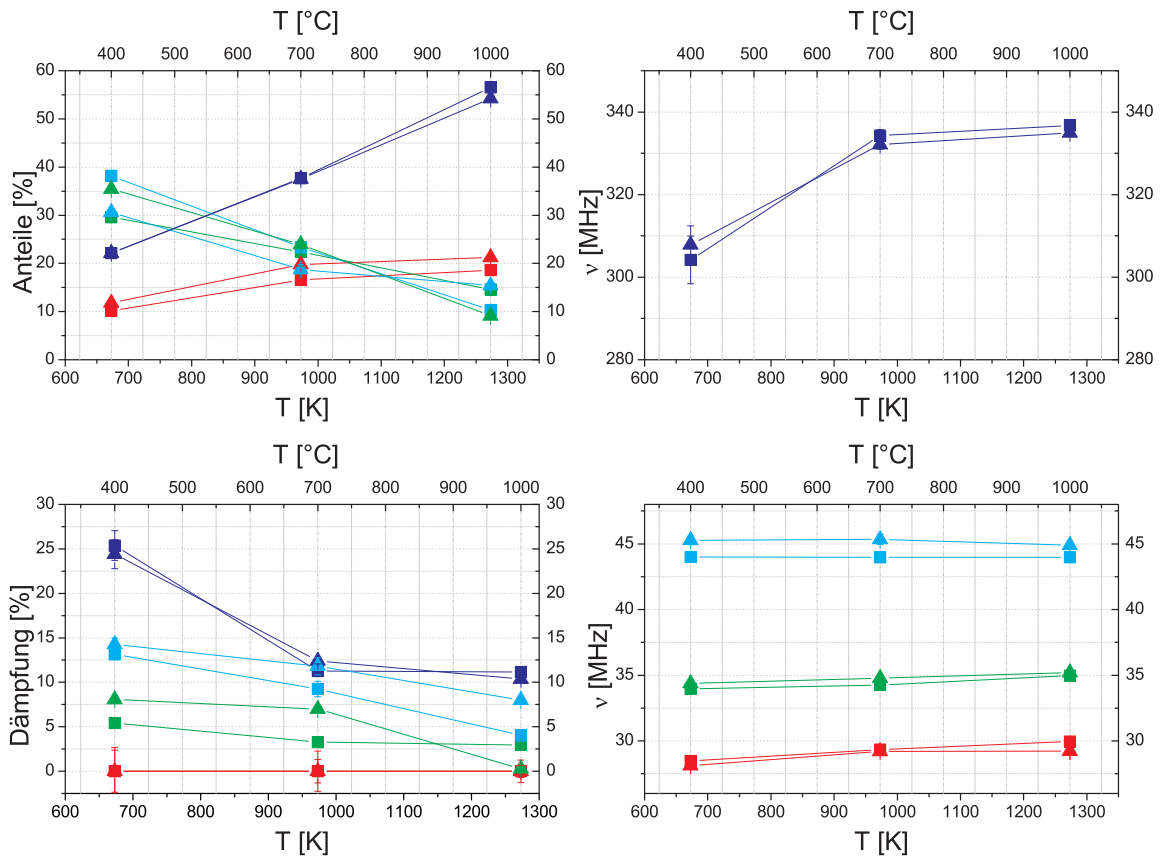


Abbildung 5.14: ^{111}In in AlN, implantiert mit 40 keV (\blacktriangle) und 80 keV (\blacksquare). Zu sehen sind die Parameter der beiden gestörten Umgebungen (*grün* = leicht gestört, *hellblau* = stark geschädigt), der ungestörten Umgebung (*rot*) und des Indium-Defekt-Komplexes (*dunkelblau*) in Abhängigkeit von der Ausheiltemperatur T.

der Sondenumgebungen mit Defekt in weiterer Umgebung nach allen Ausheilschritten gedämpft ist. Außerdem bleibt auch nach dem letzten Ausheilschritt bei 1273 K ein Rest der geschädigten Umgebung. Beide Tatsachen stützen die Vermutung, dass bei den Spektren des vorherigen Abschnitts diese beiden Anteile unter Umständen nicht klar zu trennen sind.

Vergleich der drei Implantationsenergien

Nach dem Ausheilschritt bei 673 K befinden sich bei der mit 40 keV dotierten Probe leicht mehr Sonden in einer ungestörten und leicht gestörten Umgebung (11.8(3) % bzw. 35.5(7) %) als im Falle von 80 keV (10.1(3) % bzw. 29.6(5) %). Dafür ist der Anteil der

5.3. Ausheilprogramm

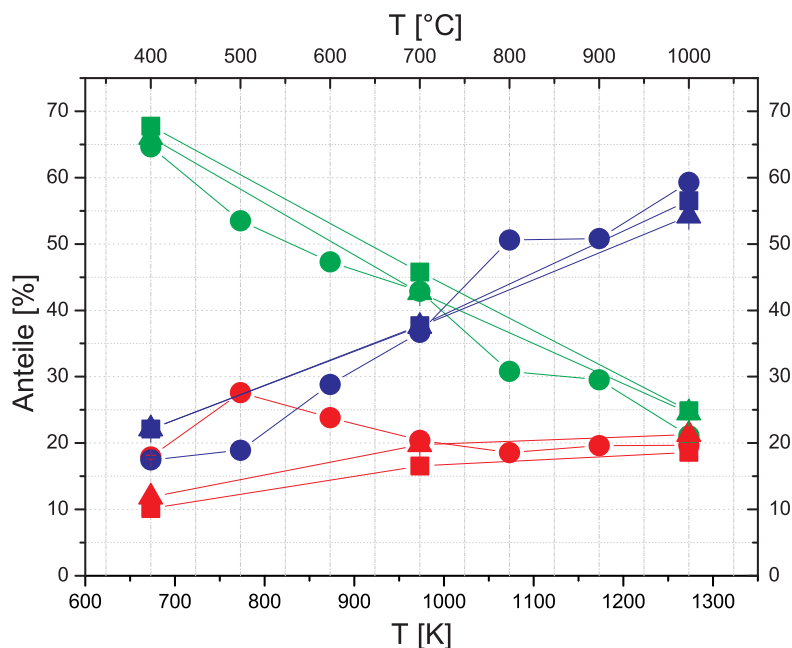


Abbildung 5.15: Verlauf der Fit-Parameter der unterschiedlichen Umgebungen von ^{111}In in AlN, implantiert mit 40 keV (▲), 80 keV (■) und 160 keV (●), in Abhängigkeit von der Ausheiltemperatur T . Zu sehen sind die Anteile von geschädigter Umgebung (*grün*), ungestörter Umgebung (*rot*) und Indium-Defekt-Komplex (*blau*).

Sonden in geschädigter Umgebung wesentlich geringer. Bei Implantation mit 160 keV ist nach Ausheilen bei derselben Temperatur der ungestörte Anteil höher als in den zwei anderen Fällen, der geschädigte jedoch geringer (17.9(3) % bzw. 16.3(3) %). Hier ist der geschädigte Anteil mit 48,3(5) % am höchsten. Der schnelle Anteil ist in den beiden ersten Fällen gleich, im höherenergetischen Fall um fünf Prozentpunkte reduziert. Zur besseren Übersicht werden in Abbildung 5.15 der geschädigte und der leicht gestörte Anteil zusammengefasst. Im Gegensatz zum schwachen Anstieg bei der Implantation mit 160 keV zeigt der Verlauf bei den niedrigen Implantationsenergien eine ungefähre Verdoppelung des ungestörten Anteils. Alle Proben zeigen jedoch ein wesentlich stärkeres Wachstum des schnellen Anteils. Dieser steigt auf das dreifache an. Hauptsächlich scheinen sich die Sonden, welche sich nach der Implantation in einer gestörten Umgebung befinden also nach Zufuhr von genügend hoher thermischer Energie in solch einer Umgebung einzubauen, welche dem schnellen Anteil entspricht.

5.3.3 Diskussion

Unabhängig von der Implantationsenergie ergibt sich ein sehr ähnliches Verhalten der Proben. Es scheint so, dass nur wenige Sonden, welche sich nach dem ersten Ausheil-schritt nicht in einer ungestörten Umgebung befinden, sich nach weiterer Temperatur-behandlung in solchen wiederfinden. Zum überragenden Anteil enden diese schließlich auf einer Position mit benachbartem Defekt.

Die leichten Unterschiede den Parametern der Implantationsenergie - oder gar einem der drei weiter oben aufgeführten Gründe - zuzuschreiben ist nicht möglich. Bei Messungen mit gleicher Implantationsenergie wurde Abweichungen in der gleichen Größenordnung beobachtet.

5.4 Messungen mit ^{111m}Cd

5.4.1 Messbedingungen

Als Probe dient wieder eine $0,5\ \mu\text{m}$ dicke Schicht AlN auf Saphir (vgl. Abschnitt 5.2). Die Implantationsenergie beträgt 30 keV. Die Probe wird unter drei verschiedenen Be-dingungen vermessen: Bei Raumtemperatur (295 K), in einem Probenofen bei 473 K (beides in Luft) und in einem Stickstoffbad, also bei 77 K. Zu den Messaufbauten siehe Abschnitt 4.4.

5.4.2 Ergebnisse

Aufgrund der Halbwertszeit des ^{111m}Cd von 48,5 Minuten, müssen die Einzelmessungen in kürzerer Zeit durchgeführt werden als bei ^{111}In . Zusätzlich sind die Messaufbauten am CERN weniger technisch ausgefeilt (s. 4.4). Dadurch muss eine geringe Statistik in

T [K]	f_1	f_2	ν_1	ν_2	δ_1	δ_2
77	56(6)	44(5)	32.3(7)	328(20)	0(2)	37(3)
295	60(2)	40(1)	33.7(1)	196(14)	8.2(3)	72(5)
473	63(4)	37(3)	34.3(4)	175(46)	20(1)	184(10)

Tabelle 5.1: Fitparameter der verschiedenen Umgebungen von ^{111m}Cd in $0,5\ \mu\text{m}$ dickem AlN bei den angegebenen Messtemperaturen. Anteil f_1 entspricht dem Einbau auf einem ungestörten Gitterplatz, Anteil f_2 einer gestörten Sondenumgebung.

5.4. Messungen mit ^{111m}Cd

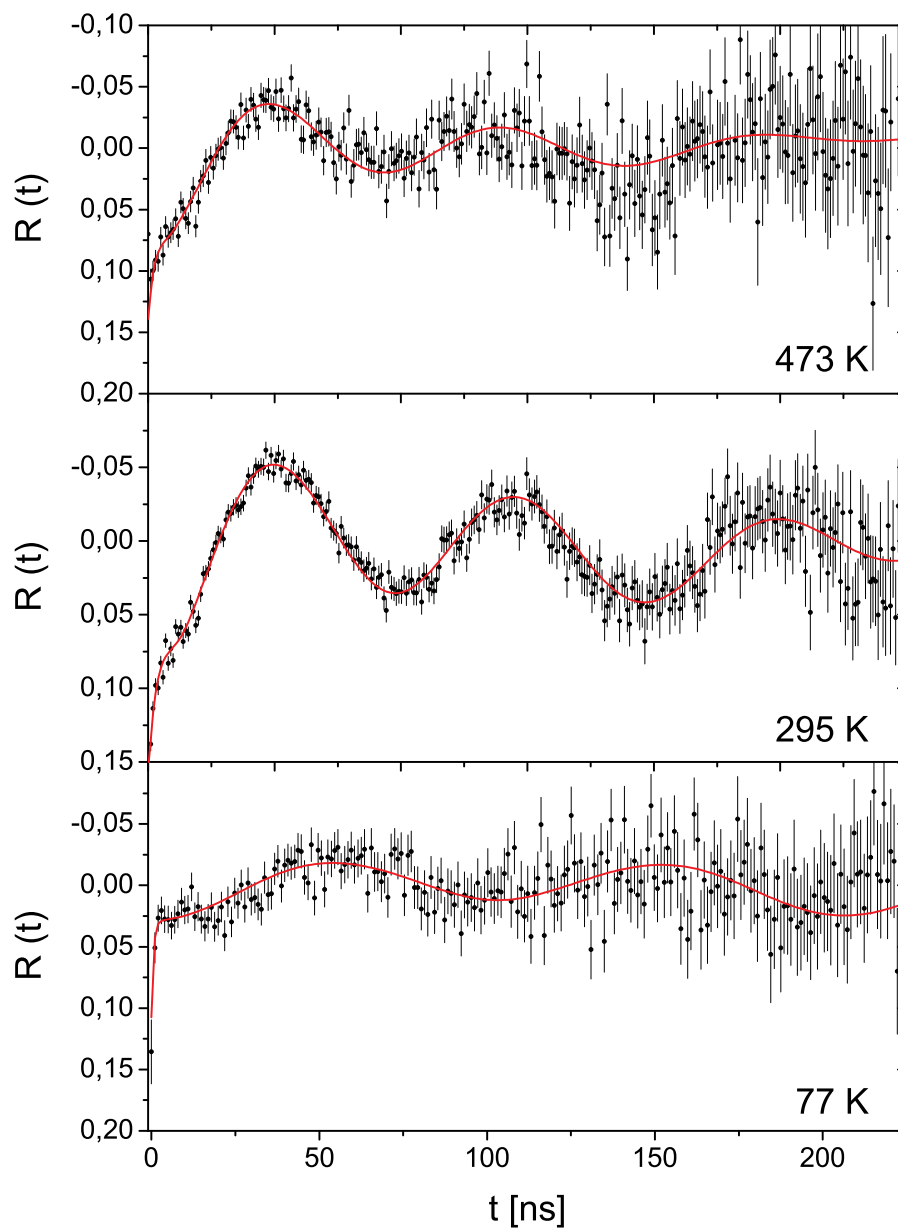


Abbildung 5.16: Spektren der Messungen von ^{111m}Cd in $0,5 \mu\text{m}$ -dickem AlN, gemessen am CERN bei 77 K (unten), 295 K (Mitte) und 473 K (oben)

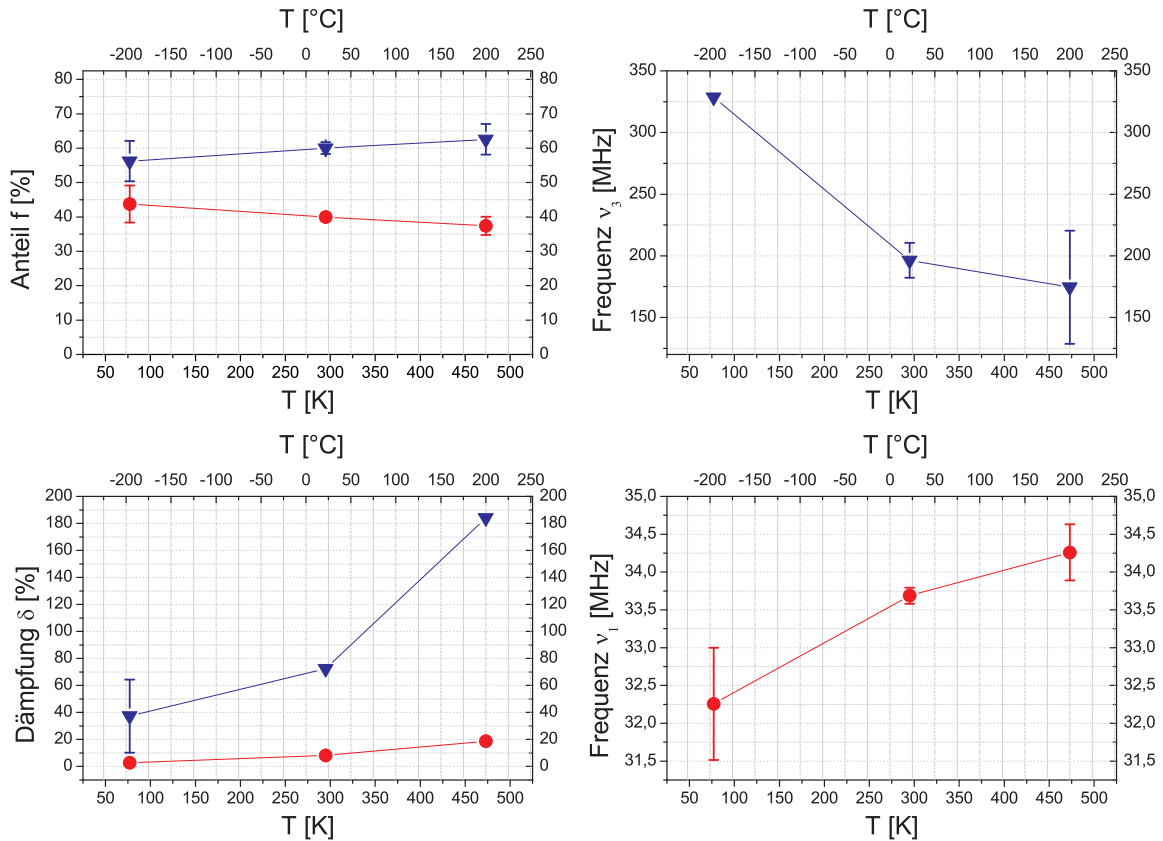


Abbildung 5.17: Die Parameter der zwei Umgebungen von ^{111m}Cd in $0,5\ \mu\text{m}$ -dickem AlN in Abhängigkeit von der Messtemperatur. Zu sehen sind der Defektanteil (\blacktriangledown) und der ungestörte Anteil (\bullet).

Kauf genommen werden. Besonders deutlich ist dies bei 77 K zu erkennen. Hier muss die Probe in einem dickwandigen, mit flüssigem Stickstoff gefüllten Behälter platziert werden. Das führt zu einem größeren Abstand der Detektoren und der Absorption eines Teils der Strahlung in der Ummantelung. Zusätzlich zu einer erheblichen Reduktion der Amplitude durch Streuung, wie man dem Spektrum (Abbildung 5.16 (unten)) entnehmen kann. Doch auch die Messung bei 295 K (Abbildung 5.16 (Mitte)), bei der die γ -Strahlung nur die Luft durchqueren muss, zeigt noch eine wesentlich geringere Statistik als die vorher beschriebenen Messungen mit ^{111}In .

Letztere Messung eignet sich dennoch gut, um die wesentlichen Sondenumgebungen zu diskutieren. Deutlich ist eine Umgebung zu erkennen, welche - im Kontext der vorangegangenen Messungen - dem Einbau der Sonde auf einem Al-Platz entspricht. Die

5.5. Messungen mit ^{111}Ag

Frequenz von 33.7(1) MHz ist im Rahmen der Fehler gleich zu 33.84(8) MHz, welche für das gleiche Material bei Implantation von ^{111}In beobachtet wird (s. Tabelle A.1). Sonden in der Defektumgebung können nicht ausgemacht werden. Die Anpassung ergibt zwar einen weiteren, schnellen Anteil, dieser zeigt aber eine erhebliche Dämpfung von über 70 %. Daher ist auch die Frequenz nicht eindeutig bestimmbar. Der sich ergebende Wert von 196(14) MHz weicht stark von dem entsprechenden Wert von 333(5) MHz bei der Indiumimplantation ab.

Die Messungen bei den beiden anderen Temperaturen sind mit einer noch größeren Unsicherheit verbunden. Zu erkennen ist jedoch, dass die Frequenz des ungestörten Anteils - ebenso wie bei allen bisherigen Messungen mit Indium beobachtet - mit zunehmender Temperatur steigt (s. Abbildung 5.17 und Tabelle 5.1). Auch bei 472 K, der Temperatur bei der das Signal des Defektkomplexes bei Messungen mit ^{111}In die kleinste Dämpfung aufwies, kann ein entsprechender Anteil mit der Cadmiumsonde nicht nachgewiesen werden.

5.4.3 Diskussion

Trotz der geringen Statistik lässt sich klar erkennen, dass Cadmium ebenso wie Indium auf einem substitutionellen Al-Gitterplatz eingebaut wird. Nicht beobachten lässt sich der Defektkomplex. Daher ist zu schließen, dass sich der Defekt nur an Indium anlagert. Seine Beobachtung mit der Sonde ^{111}In ist ohne die in Abschnitt 5.1.2 beschriebenen Einflüsse des Tochterisotops Cadmiums möglich.

5.5 Messungen mit ^{111}Ag

5.5.1 Messbedingungen

Zum Einsatz kommt bei dieser Messung AlN der 3 μm -dicken Variante. Nach der Implantation wird es bei 1200 K ausgeheilt. Während der Messung ist zur Vermeidung von Streuung an Luftmolekülen der gesamte Bereich zwischen Probe und β -Detektor evakuiert. Die Messung findet bei 293 K statt.

Um einen polarisierten Zwischenzustand zu erreichen, sollte die c-Achse der Probe senkrecht zum β -Detektor ausgerichtet sein. Dies ist aber nur bedingt möglich, da bei der benutzten Probe die c-Achse parallel zur Oberflächennormalen ist. Bei einem genau

senkrechten Einbau hat man daher das Problem, dass die β -Teilchen in der Ebene der Probenoberfläche ausgesendet werden müssen um den β -Detektor zu erreichen. Dies führt zu einer erheblichen Streuung. Die Probe wird daher leicht gekippt eingebaut. Für den Winkel zwischen c-Achse und β -Detektor ergibt sich so ein Winkel von $\simeq 80^\circ$. Eine zunächst durchgeführte, kurze γ - γ -Messung soll Aufschluss darüber geben, ob die Silber-Atome auf Al-Plätzen eingebaut werden. Dies ist Voraussetzung für die anschließende β - γ -Messung. Nach dieser erfolgen weitere γ - γ -Messungen. Dabei wird eine andere Messanlage benutzt.

5.5.2 Ergebnisse

Die Zählrate der korrelierten Ereignisse ist bei dieser Messung sehr gering. Dies liegt hauptsächlich an der geringen Bevölkerung der benutzten Kaskade (s. Abbildung 3.3), aber sicher auch an der ungünstigen Wachrichtung der benutzten Probe und der dadurch bedingten, nicht optimalen Ausrichtung.

γ - γ -Messungen

Das aufgenommene Spektrum zeigt Abbildung 5.18 (oben). Trotz geringer Messstatistik lässt sich eine Anpassung durchführen und es ergeben sich für 25(7) % der Sonden ein ν von 27(2) MHz (bei einer Dämpfung von 13(7) %), also annähernd die gleiche Frequenz wie für ^{111}In und $^{111\text{m}}\text{Cd}$ auf einem substitutionellen Al-Platz. Dies lässt vermuten, dass ^{111}Ag tatsächlich auf der gewünschten Position zu finden ist. Nach der anschließenden β - γ -Messung wird eine weitere γ - γ -Messung durchgeführt, um das Ergebnis zu bestätigen. Das Spektrum befindet sich in Abbildung 5.18 (Mitte). Die Anpassung ergibt, dass 12(3) % der Sonden ein ν von 27(2) MHz mit einer Dämpfung von 14(7) % erfahren. Als letztes wurde die Probe bei 1400 K ausgeheilt. Das Ergebnis der anschließenden Messung befindet sich unten in der gleichen Abbildung. Hier ergibt die Anpassung 12(4) % der Sonden mit einem ν von 27(2) MHz bei einer Dämpfung von $4 \pm \frac{5}{4}$ %. Es scheint, als habe der zusätzliche Ausheilschritt die Dämpfung reduziert. Die Anteile bei den beiden letzten Messungen sind deutlich geringer als bei der ersten Messung, allerdings sind alle Angaben mit einer hohen Unsicherheit behaftet. Auch die erwähnte Benutzung zwei verschiedener Anlagen kann zu technisch bedingten Abweichungen führen.

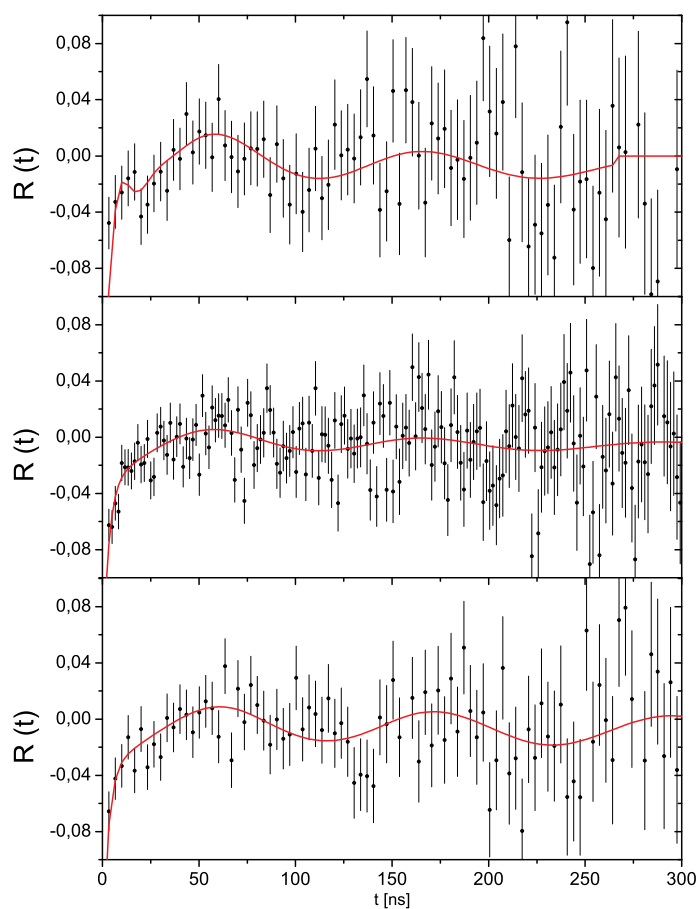


Abbildung 5.18: γ - γ -Messung nach Implantation von ^{111}Ag in AlN.
oben: Vor der β - γ -Messung; *Mitte:* danach; *unten:* Nach einem weiteren Ausheilschritt bei 1400 K

β - γ -Messungen

Das Ergebnis der Messung ist Abbildung 5.19 zu entnehmen. Das Spektrum wurde dabei nach (3.11) berechnet. Da hier eine andere Funktion als bei den γ - γ -Spektren anzupassen ist, kann das Programm Nightmare nicht benutzt werden. Daher wird die Anpassung mit dem Analyseprogramm OriginPro 7.0¹ durchgeführt. Die angepasste Funktion wird nach (3.12) definiert als:

$$A(t) = a \sin(2\omega t) + b \sin(3\omega t) \quad (5.1)$$

¹OriginLabCorporation, One Roundhouse Plaza, Northampton, MA 01060 USA

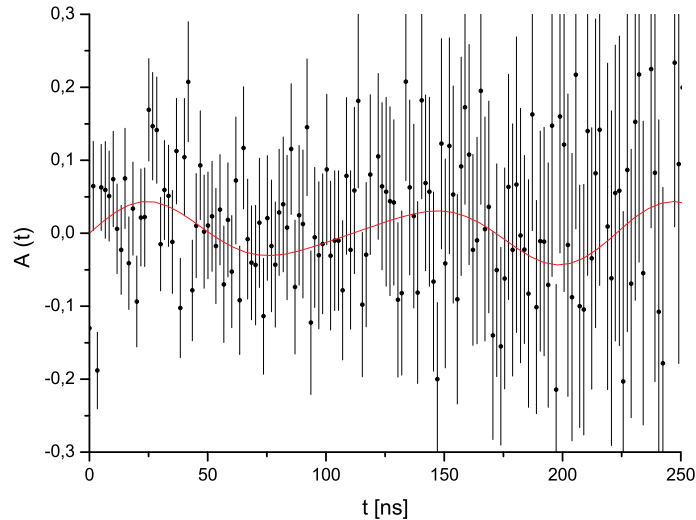


Abbildung 5.19: Spektrum der β - γ -Messung mit ^{111}Ag in AlN. Eingezeichnet ist eine nach (5.1) berechnete Anpassung.

Dabei wurde das Kosinusglied in (3.12) vernachlässigt. Die Anpassung ergibt:

$$a = 0,04(1), \quad b = 0,01(1) \quad \text{und} \quad \omega = +28(3)\text{MHz} .$$

Der Wert für die Frequenz entspricht im Rahmen der Fehler dem Wert von 27(2) MHz, der bei der γ - γ -Messung gemessen wird. Er zeigt aber eine starke Abhängigkeit vom vorgegebenen Anfangswert.

5.5.3 Diskussion

Die γ - γ -Messungen ergeben den Einbau des Silbers auf einem Al-Gitterplatz. Allerdings ist das Ergebnis mit einer großen Unsicherheit behaftet und sollte durch weitere Messungen überprüft werden.

Im Rahmen der β - γ -Messungen ergibt sich ein positives Vorzeichen von ω_Q . Die Statistik dieser Messung ist allerdings noch geringer als die der γ - γ -Messungen. Um ein verlässliches Ergebnis für das Vorzeichen zu erhalten, sollte das Experiment unter günstigeren Bedingungen wiederholt werden (s. Abschnitt 5.5.1).

Kapitel 6

Zusammenfassung

Ziel dieser Diplomarbeit war die Untersuchung eines Indium-Defekt-Komplexes in Aluminiumnitrid. Dazu wurde die Methode der gestörten γ - γ -Winkelkorrelation mit dem Sondenkern ^{111}In benutzt. So durchgeführte Messungen hatten zuvor ergeben, dass der Komplex bei Raumtemperatur bei über 50 % der Indiumsonden nachgewiesen werden kann. Bei Temperaturen von über 900 K wird er nicht mehr festgestellt, bei anschließenden Raumtemperaturmessungen aber erneut gefunden. Zur Erklärung dieses Verhaltens wurden zwei mögliche Erklärungen vorgestellt: Die eines dynamischen Defekts, der an die Sonde gebunden bleibt, und die eines Defekts mit niedriger Bildungsenergie, welcher sich bei hohen Temperaturen von der Sonde löst und beim Abkühlen wieder anlagert.

Zur Untersuchung dieses reversiblen Verhaltens wurde die Dämpfung des Defektsignals detailliert vermessen. Dabei zeigt sich ein deutlicher Einfluss der AlN-Schichtdicke. Außerdem zeigt auch die Wechselwirkung der Sonden auf einem ungestörten Gitterplatz eine Abhängigkeit von diesem Parameter. Beide Effekte lassen sich durch Verzerrungen des Gitters aufgrund der Fehlanpassungen von AlN und Saphir erklären. Bemerkenswert ist, dass auch bei Dicken im μm -Bereich, also bei Entfernungen von einigen tausend Atomlagen von der Materialgrenze, noch Auswirkungen der Gitterfehlanpassungen eine Rolle spielen. Keines der Modelle kann aufgrund der Ergebnisse ausgeschlossen werden.

Bei früheren Messungen wurde außerdem eine starke Störung des Indium-Defekt-Komplexes bei niedrigen Temperaturen festgestellt. Daher wurden Tieftemperaturmessungen durchgeführt, wobei erstmals eine Messung bei 4 K erfolgte. Die Ergebnisse

zeigen eine durchgängig hohe Dämpfung. Ein Auftreten von zwei starken Wechselwirkungen bei Temperaturen unter 60 K, wie in [Sch07] vorgeschlagen, kann nicht bestätigt werden. Die dahinter stehende Annahme, der zufolge der Defekt teilweise auf einer der weiter entfernten nächsten Nachbarpositionen einfriert, kann auch durch Orientierungsmessungen nicht gestützt werden.

Die Stärke der Wechselwirkung der Sonde zeigt sowohl in der ungestörten Umgebung, als auch mit angelagertem Defekt, eine Temperaturabhängigkeit. Deren Trend kann mit der Änderung des c/a -Verhältnisses erklärt werden, wenn auch eine Änderung des u -Parameters berücksichtigt wird. Ein genauer Vergleich ist aber erst dann sinnvoll, wenn das temperaturabhängige Verhalten des u -Parameters besser bekannt ist.

Um Einflüsse des Elektroneneinfangs beim Zerfall von ^{111}In zu untersuchen, wurde auch $^{111\text{m}}\text{Cd}$ als Sonde benutzt. Es zeigt sich, dass auch Cadmium auf einem Al-Gitterplatz eingebaut wird. Daher kann es ebenfalls als PAC-Sonde eingesetzt werden, um diese Umgebung weiter zu untersuchen. Mit ^{115}Cd beispielsweise lassen sich β - γ -Messungen durchführen. Um den Einfluss des Elektroneneinfangs auf das Messsignal des Indium-Defekt-Komplexes zu untersuchen, hat sich Cadmium aber als unbrauchbar erwiesen. Ein entsprechender Cadmium-Defekt-Komplex kann nicht nachgewiesen werden. Dies wiederum zeigt, dass der Defekt ausschließlich an Indium koppelt. Die Untersuchungen mit der Sonde ^{111}In lassen also Rückschlüsse auf das Verhalten des Mutterelementes Indium, und nicht des Tochterelementes Cadmium, zu.

Eine Änderung der Implantationsenergie zeigt keine signifikante Auswirkung auf das Ausheilverhalten des Materials. Auch ergeben sich keine nennenswerten Änderungen der beobachteten Sondenumgebungen.

Schließlich wurde ^{111}Ag implantiert und sowohl eine γ - γ - als auch eine β - γ -Messung durchgeführt. Die Ergebnisse lassen den Schluss zu, dass auch Silber auf einem Al-Gitterplatz eingebaut wird. Für die Wechselwirkung ergibt sich ein positives Vorzeichen. Beide Resultate sind aber aufgrund der schlechten Statistik nicht sehr aussagekräftig und können höchstens einen ersten Versuch darstellen, das Vorzeichen des elektrischen Feldgradienten auf einem Al-Gitterplatz zu bestimmen.

Anhang A

Tabellen

T [K]	f_1 [%]	f_2 [%]	f_3 [%]	ν_1 [MHz]	ν_2 [MHz]	ν_3 [MHz]	δ_1 [%]	δ_2 [%]	δ_3 [%]
4	25,4(4)	15,3(6)	59,4(8)	32,51(7)	38,2(2)	291(8)	4,7(2)	8,1(6)	70(4)
77	24,2(4)	14,9(6)	60,9(8)	32,81(7)	38,3(3)	325(9)	4,9(2)	9,0(3)	70(5)
293	23,3(5)	30(1)	47,7(8)	33,84(8)	38,1(4)	334(5)	4,2(2)	20(1)	30(2)
373	25,2(7)	34(2)	40,4(9)	35(1)	37,6(6)	300(1)	4,9(3)	37(2)	10,1(6)
423	31,2(8)	25(2)	43(1)	35,2(1)	44(1)	272(1)	6,1(3)	29(2)	11,3(6)
473	27,1(7)	30(2)	43(1)	35,8(1)	40,9(8)	255(1)	4,4(3)	31(2)	11,0(6)
523	30,2(8)	27(2)	43(1)	36,5(1)	43(1)	236(1)	5,5(3)	36(3)	10,6(5)
573	32,7(8)	22(1)	44,8(9)	36,8(1)	45(1)	223(1)	6,1(3)	26(2)	13,4(6)
623	30(1)	22(2)	48(2)	36,9(2)	44(1)	202(4)	5,8(5)	14(2)	22(2)
673	29,5(8)	23,0(8)	48(1)	37,5(1)	44,4(4)	181(5)	4,4(3)	12,0(9)	40(3)
723	30,8(7)	28(1)	41,5(9)	37,99(6)	43,5(2)	151(5)	2,4(2)	8,8(5)	46(3)

Tabelle A.1: Fitparameter der verschiedenen Umgebungen von ^{111}In in 0,5 μm dickem AlN bei den angegebenen Messtemperaturen. Dabei ergibt sich für den Index die folgende Zuordnung:

- 1: Sonden in ungestörter Umgebung
- 2: Sonden in leicht gestörter Umgebung
- 3: Sonden mit Defekt als nächstem Nachbarn

T [K]	f_1 [%]	f_2 [%]	f_3 [%]	ν_1 [MHz]	ν_2 [MHz]	ν_3 [MHz]	δ_1 [%]	δ_2 [%]	δ_3 [%]
10	32,7(6)	8,6(5)	58,7(8)	28,5(1)	33,2(3)	330(11)	11,4(4)	5(1)	50(3)
26	30,9(4)	10,7(4)	58,4(6)	28,4(1)	32,9(2)	350(6)	10,2(3)	8,8(7)	40(2)
42	31,3(6)	8,9(4)	59,8(9)	28,2(1)	32,7(4)	330(20)	8,4(4)	10(1)	60(5)
63	28,9(5)	11,4(6)	59,8(8)	28,1(1)	32,4(3)	317(13)	7,7(4)	11(1)	52(3)
82	28,3(4)	12,1(5)	59,5(7)	28,3(1)	32,8(2)	321(10)	7,5(3)	10,1(7)	51(2)
102	30,8(5)	10,1(6)	59,1(7)	28,4(1)	32,6(4)	294(7)	7,5(3)	12(1)	53(3)
130	29,6(5)	12,1(5)	58,2(8)	28,6(1)	33,2(3)	311(7)	9,3(4)	9,1(8)	49(3)
180	29,1(4)	12,9(5)	58(6)	28,7(1)	32,9(3)	329(6)	7,3(3)	12,9(8)	43(2)
230	28,6(6)	15,2(6)	56,2(8)	29,1(1)	33,4(3)	331(4)	7,7(4)	10,5(8)	32(2)
293	28,4(4)	20,2(4)	51,4(4)	29,7(1)	32,3(1)	327(1)	11,3(3)	12,5(4)	16,9(4)
293	27,5(4)	20,5(6)	52,1(5)	30,44(7)	31,5(3)	329,6(6)	4,1(3)	30(1)	9,7(2)
373	29,8(3)	18,1(4)	52,1(4)	31,67(6)	31,0(2)	295,4(3)	4,5(2)	12,7(5)	6,10(9)
398	26,5(4)	21,9(5)	51,7(5)	32,19(8)	30,7(2)	284,5(3)	2,6(3)	13,2(6)	5,8(1)
423	28,9(4)	19,9(5)	51,3(5)	32,01(8)	32,4(2)	275,0(2)	4,9(3)	12,6(6)	5,32(8)
448	33,1(4)	15,1(5)	51,8(5)	32,36(8)	31,1(2)	265,0(2)	5,7(3)	9,1(7)	5,24(9)
473	32,3(4)	15,9(4)	51,9(5)	32,39(7)	31,1(2)	255,3(2)	4,7(2)	11,0(6)	5,31(8)
498	31,3(4)	17,6(5)	51,1(5)	32,53(8)	32,3(2)	245,9(2)	5,5(3)	9,9(6)	5,15(8)
523	32,8(4)	16,1(5)	51,1(5)	32,16(7)	33,1(2)	237,0(2)	5,4(2)	12,6(7)	5,04(8)
548	31,1(4)	18,0(4)	50,9(4)	32,88(7)	32,8(2)	229,2(2)	5,7(2)	10,6(5)	4,94(7)
573	30,8(4)	17,1(4)	52,1(5)	33,80(8)	31,8(1)	221,8(2)	4,0(2)	7,6(5)	5,09(8)
598	30,3(4)	16,6(4)	53,1(6)	34,32(8)	30,1(2)	215,4(2)	1,9(1)	6,9(6)	5,06(9)
648	28,1(5)	19,8(5)	52,1(6)	35,0(1)	32,4(1)	202,9(2)	2,8(3)	5,1(5)	4,9(1)
673	29,8(5)	19,2(5)	51,0(6)	35,0(1)	32,3(1)	196,7(2)	4,3(3)	5,3(5)	4,9(1)
723	30,4(5)	17,1(4)	52,5(6)	36,03(8)	32,0(1)	185,7(2)	1,9(2)	3,6(5)	6,7(1)

Tabelle A.2: Fitparameter der verschiedenen Umgebungen von ^{111}In in $3\ \mu\text{m}$ dickem AlN bei den angegebenen Messtemperaturen. Die oberen Messungen erfolgten im CC-Kryostaten, die unteren im Probenofen. Dabei ergibt sich für den Index die folgende Zuordnung:

- 1: Sonden in ungestörter Umgebung
- 2: Sonden in leicht gestörter Umgebung
- 3: Sonden mit Defekt als nächstem Nachbarn

T [K]	40 keV			80 keV		
	673	973	1273	673	973	1273
f_1 [%]	11,8(3)	19,8(3)	21,3(1)	10,1(3)	16,6(4)	18,6(2)
f_2 [%]	35,5(7)	24(5)	9,1(2)	29,6(5)	22,4(6)	14,6(3)
f_3 [%]	22,1(4)	37,6(4)	54,2(3)	22,1(4)	37,7(6)	56,5(5)
f_4 [%]	30,6(6)	18,7(5)	15,4(2)	38,2(7)	23,4(7)	10,3(3)
ν_1 [MHz]	28,1(1)	29,19(5)	29,21(2)	28,5(1)	29,35(8)	29,96(4)
ν_2 [MHz]	34,37(8)	34,8(1)	35,2(7)	33,95(7)	34,2(1)	35,0(1)
ν_3 [MHz]	308(5)	332(1)	335(3)	304(6)	334(2)	336,7(7)
ν_4 [MHz]	45,3(3)	45,3(4)	44,9(2)	44(2)	44(4)	44(3)
δ_1 [%]	0(2)	0(1)	0(7)	0(3)	0(2)	0(1)
δ_2 [%]	8,1(3)	7(3)	0,3(2)	5,4(2)	3,3(3)	2,9(3)
δ_3 [%]	20(2)	12,4(4)	10,4(1)	25(2)	11,3(5)	11,2(2)
δ_4 [%]	14,3(7)	12(1)	8(4)	13,1(6)	9,2(9)	4(7)

T [K]	160 keV						
	673	773	873	973	1073	1173	1273
f_1 [%]	17,9(3)	27,6(3)	23,9(3)	20,4(4)	18,6(3)	19,6(2)	19,6(2)
f_2 [%]	16,3(3)	3,4(4)	13,8(4)	17,1(5)	30,8(5)	29,6(5)	21,1(3)
f_3 [%]	17,5(3)	18,9(3)	28,8(2)	36,7(5)	50,6(4)	50,8(4)	59,3(4)
f_4 [%]	48,3(5)	50,1(7)	33,5(5)	25,8(6)			
ν_1 [MHz]	29,7(1)	31,25(8)	30,7(1)	30,9(1)	30,9(1)	32,1(1)	30,62(7)
ν_2 [MHz]	34,6(2)	35,5(7)	35(2)	34,2(2)	36,6(2)	35,1(2)	36,0(1)
ν_3 [MHz]	340(3)	345(2)	347(1)	347(1)	348,7(8)	349,6(5)	348,9(4)
ν_4 [MHz]	44,5(2)	43,5(3)	47,1(4)	43,9(6)			
δ_1 [%]	0(1)	0(5)	0(6)	0(2)	0(2)	0(1)	0(1)
δ_2 [%]	0(2)	0(1)	0(1)	0(3)	10,3(5)	21,5(5)	15,3(3)
δ_3 [%]	17,0(9)	11,3(6)	12,1(2)	10,5(4)	12(3)	10,2(2)	10,2(1)
δ_4 [%]	32,8(4)	35(1)	32(1)	29(1)			

Tabelle A.3: Fitparameter der verschiedenen Umgebungen von ^{111}In in $3\ \mu\text{m}$ dickem AlN nach den angegebenen Ausheiltemperaturen und mit den angegebenen Implantationsenergien. Dabei ergibt sich für den Index die folgende Zuordnung:

- 1: Sonden in ungestörter Umgebung
- 2: Sonden in leicht gestörter Umgebung
- 3: Sonden mit Defekt als nächstem Nachbarn
- 4: Sonden in stark gestörter Umgebung

Anhang B

Spektren

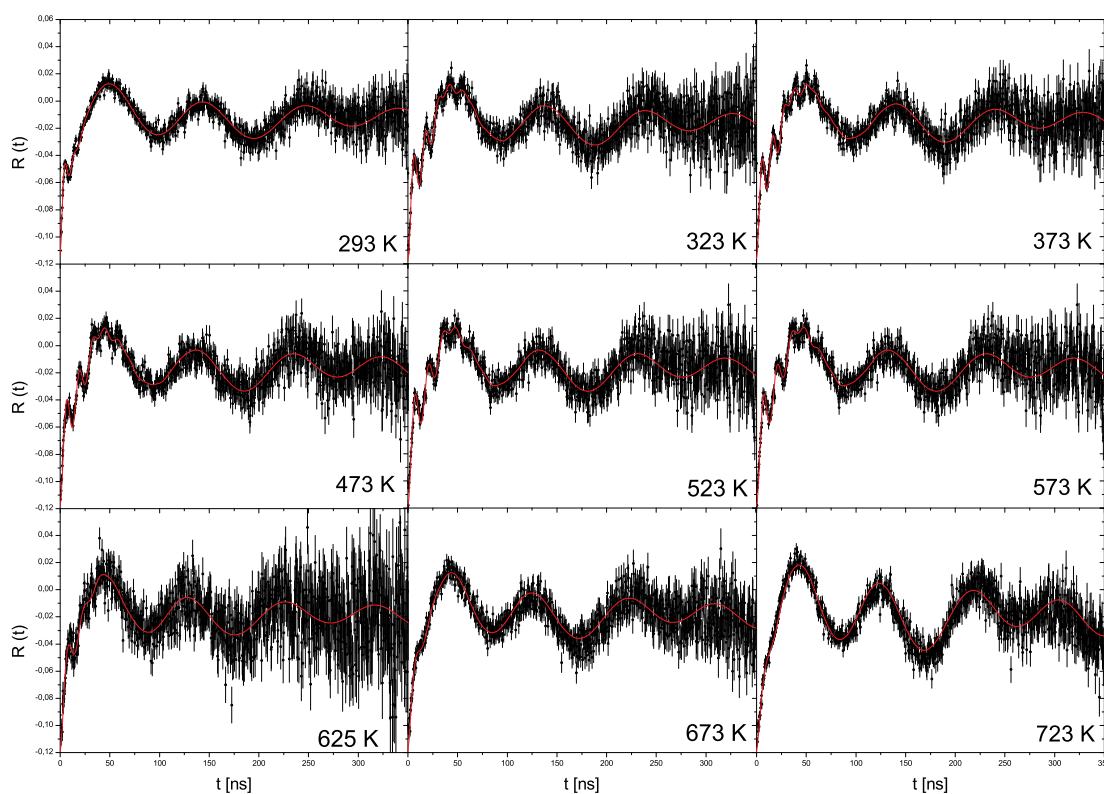


Abbildung B.1: Spektren der Messungen von ^{111}In in $0,5\ \mu\text{m}$ -dickem AlN im Probenofen.

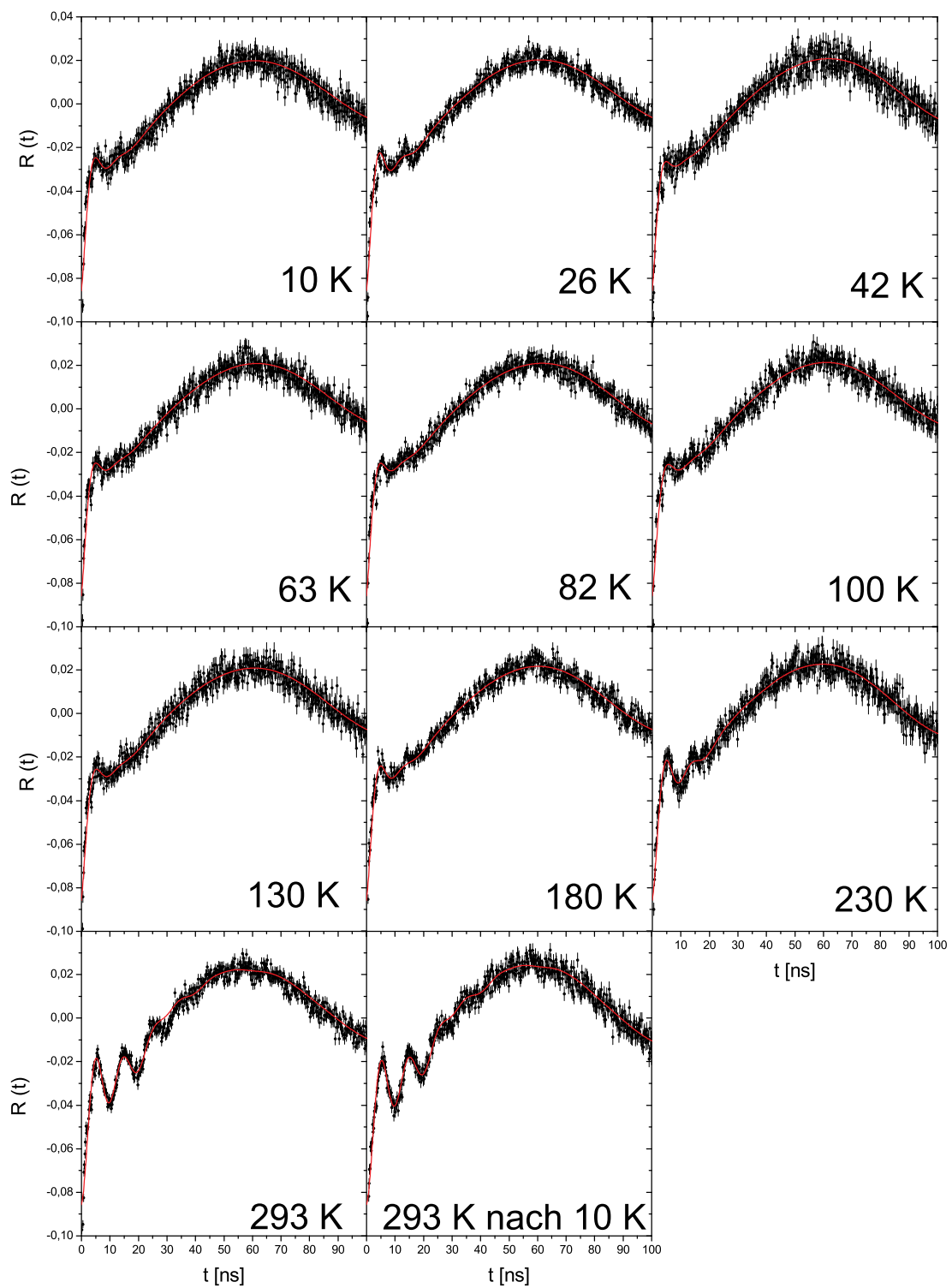


Abbildung B.2: Spektren der Messungen von ^{111}In in $3\ \mu\text{m}$ -dickem AlN im CC-Kryostaten.

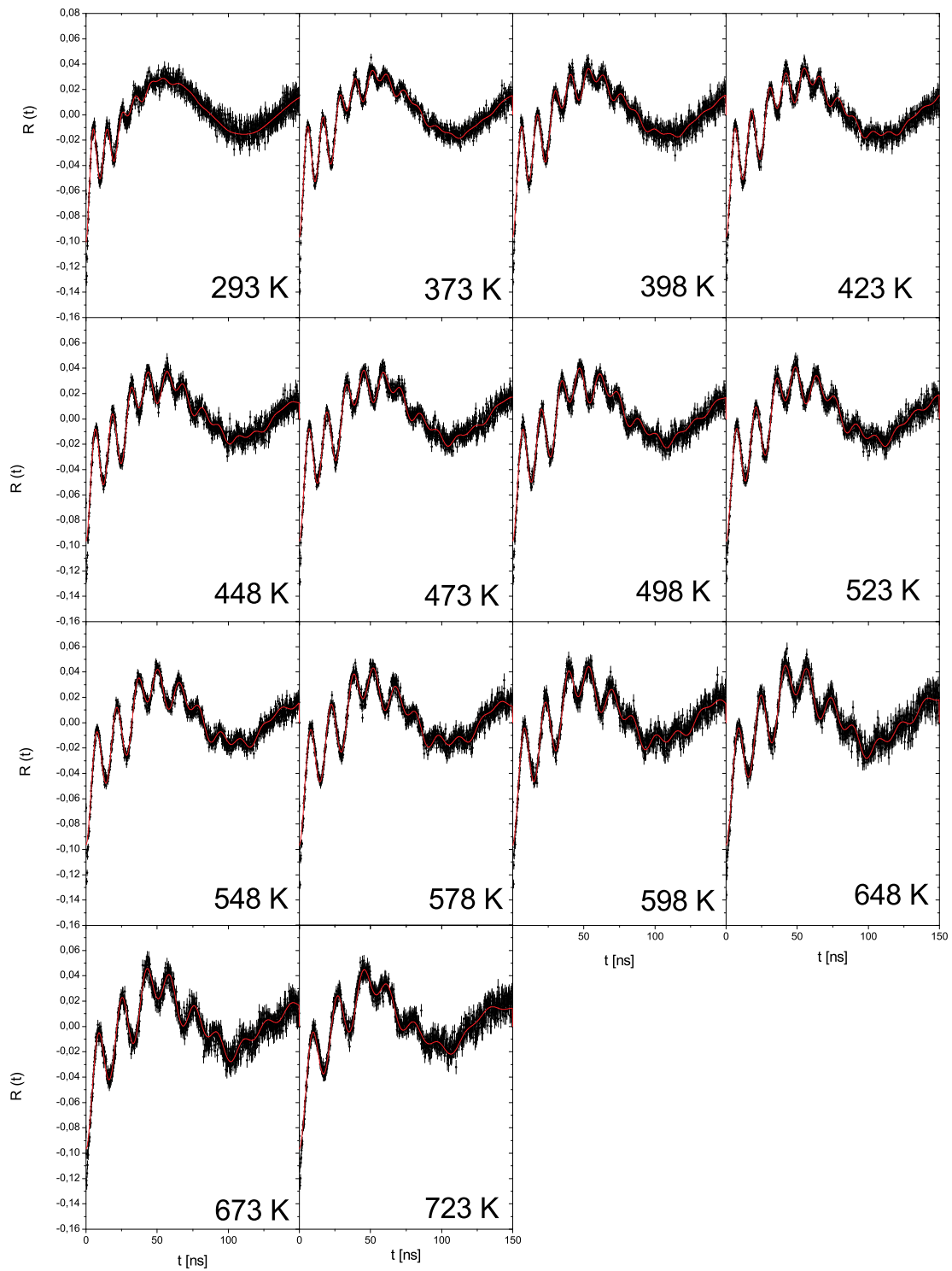


Abbildung B.3: Spektren der Messungen von ^{111}In in $3\ \mu\text{m}$ -dickem AlN im Probenofen.

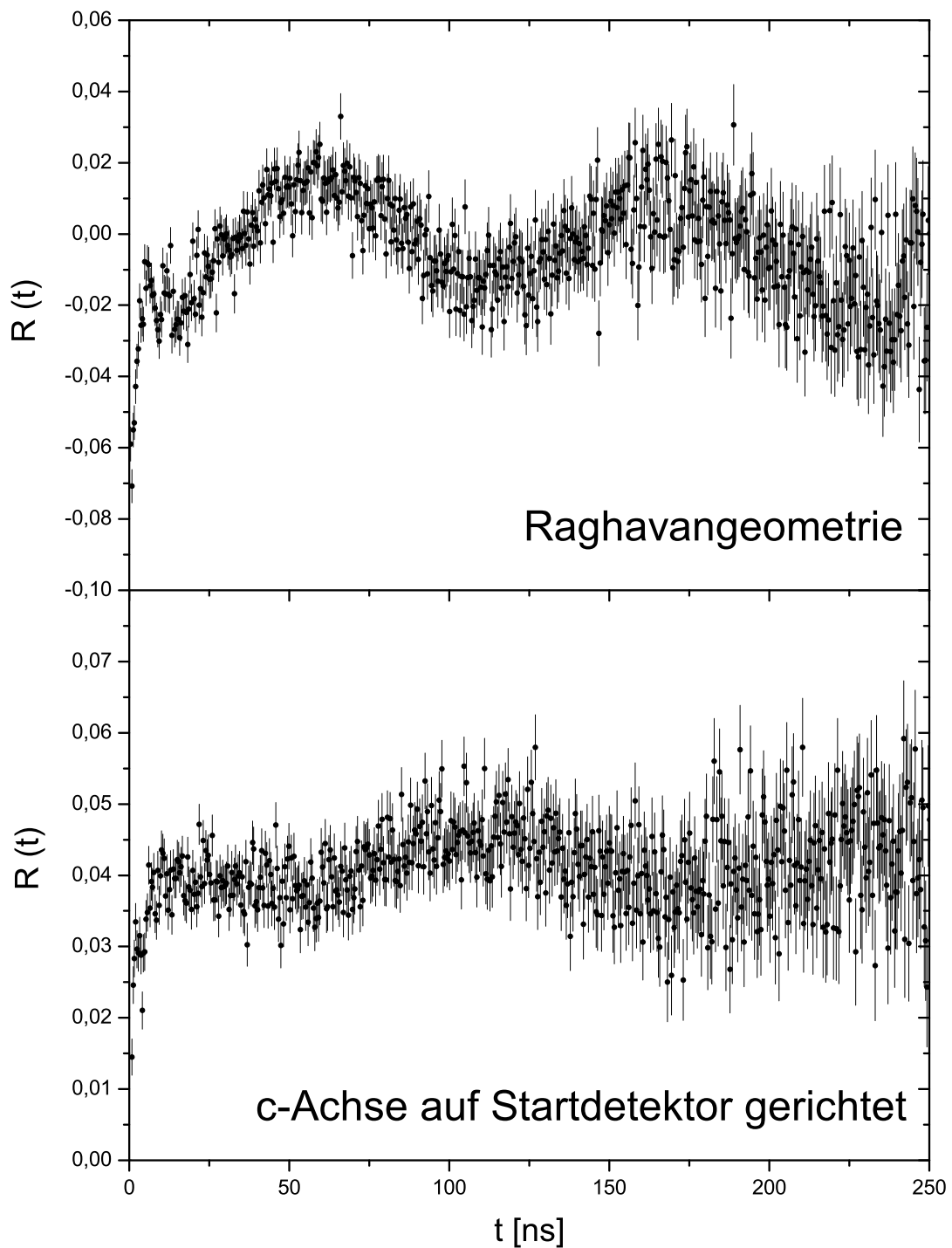


Abbildung B.4: Spektren der Messungen von ^{111}In in $3\ \mu\text{m}$ -dickem AlN im CC-Kryostaten bei 10 K.

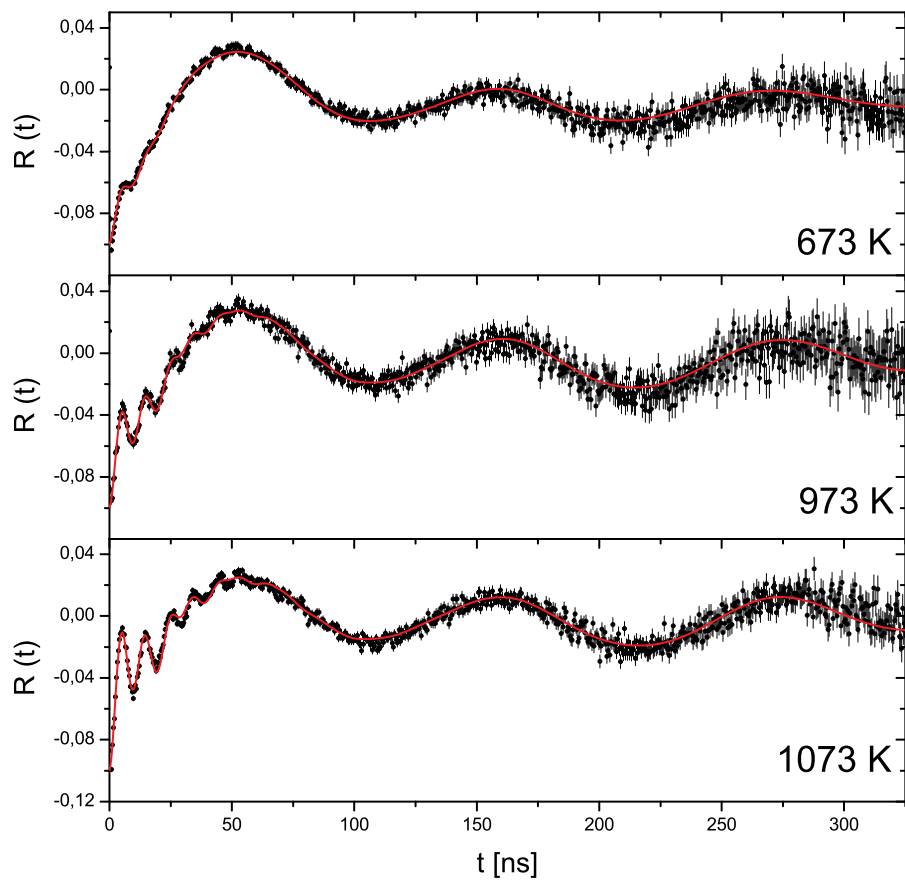


Abbildung B.5: Die Spektren von ^{111}In mit einer kinetischen Energie von 80 keV in $3\ \mu\text{m}$ -dickem AlN bei Raumtemperatur nach den angegebenen Ausheiltemperaturen.

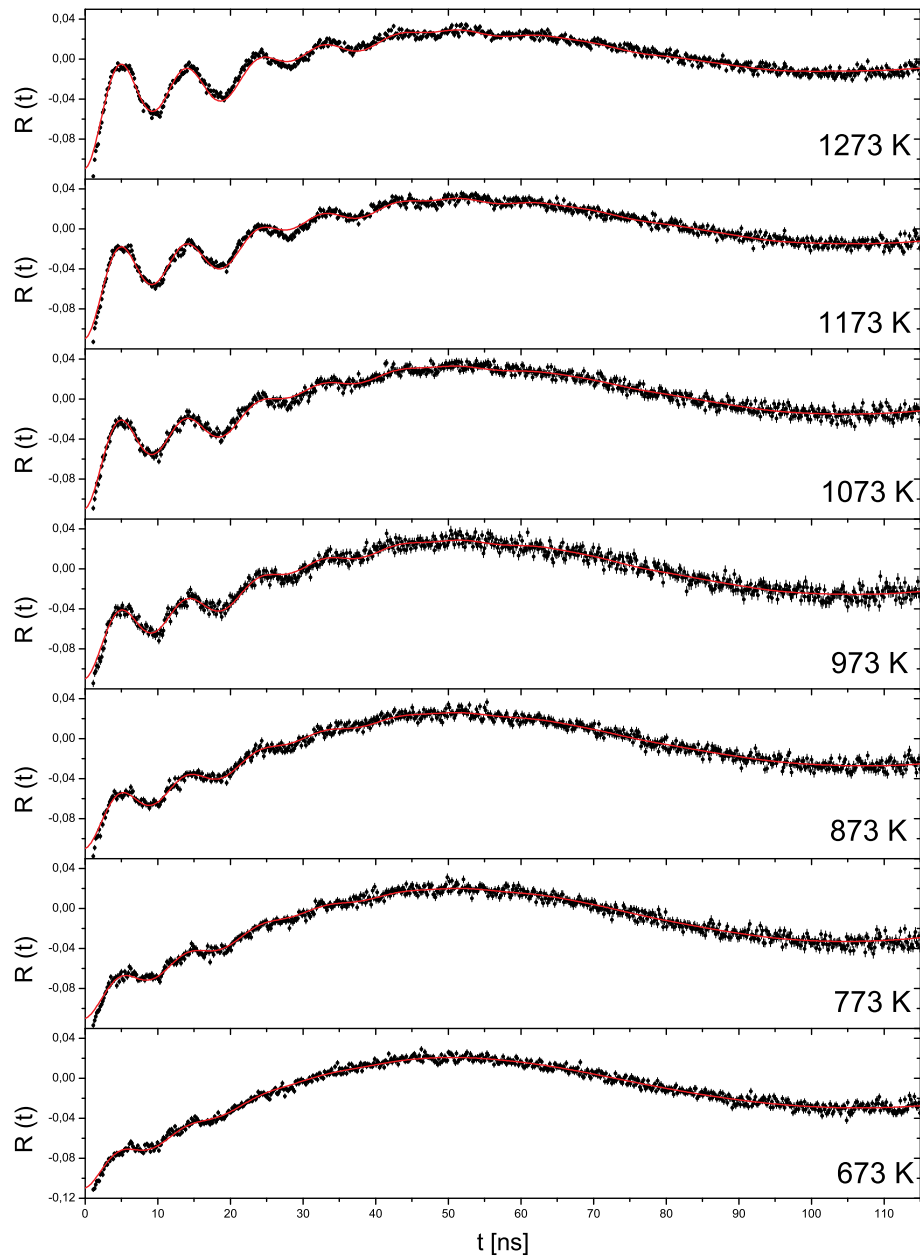


Abbildung B.6: Spektren der Messungen von ^{111}In mit einer kinetischen Energie von 160 keV in $3\ \mu\text{m}$ -dickem AlN bei Raumtemperatur nach den angegebenen Ausheiltemperaturen.

Literaturverzeichnis

- [AASHN53] K. Alder, H. Albers-Schönberg, E. Heer, and T. B. Novey. Measurement of Nuclear Moments of Excited States. *Helv. Phys. Acta*, 26:761–784, 1953.
- [AHP⁺80] R. A. Arends, C. Hohenemser, F. Pleiter, H. Waard, L. Chow, and M. R. Suter. Data reduction methodology for perturbed angular correlation experiments. *Hyperfine Interactions*, 8(1):191–213, 1980.
- [Aßm85] M. Aßmann. *Elektrische Feldgradienten in Metallen und geordneten intermetallischen Verbindungen berechnet im Punktladungsmodell*. Staatsexamensarbeit, Universität Bonn, 1985.
- [Bar96] J. Bartels. *Bau eines β -Detektors und erste β - γ -PAC Messungen von ^{111}Ag (^{111}Cd) in Silizium*. Diplomarbeit, Universität Bonn, 1996.
- [BOSR23] U. Bäverstam, R. Othaz, N. Sousa, and B. Ringström. After-effects in the decay of ^{75}As and $^{197\text{m}}\text{Hg}$. *Nuclear Physics A*, 186(3):500–512, 1972/5/23.
- [BRMS93] N. P. Barradas, M. Rots, A. A. Melo, and J. C. Soares. Magnetic anisotropy and temperature dependence of the hyperfine fields of Cd111 in single-crystalline cobalt. *Phys. Rev. B*, 47(14):8763–8768, Apr 1993.
- [FS65] H. Frauenfelder and R.M. Steffen. *Alpha-, beta and gamma-ray spectroscopy*, chapter XIX. North-Holland, Amsterdam, 1965.
- [FSB⁺96] R. B. Firestone, V. S. Shirley, C. M. Baglin, J. Zipkin, and S. Y. F. Chu. *Table of Isotopes*. Wiley-Interscience, März 1996. CD-ROM Edition.
- [GOH07] M. Galtrey, R. Oliver, and C. Humphreys. Atom probe provides evidence to question InGaN cluster theory. *Comp. Semicond.*, 13:27–30, 2007.

- [IOF09] IOFFE Physical Technical Institute. New semiconductor materials. Characteristics and properties. Electronic archive, <http://www.ioffe.rssi.ru/SVA/NSM/>, 2009.
- [JPB80] L. G. Haggmark J. P. Biersack. A monte carlo computer program for the transport of energetic ions in amorphous targets. *Nucl. Instr. Meth.*, 174:257–269, 1980.
- [Ley] Leybold-Heraeus GmbH. *Kryo-Refrigeratoren*. Gebrauchsanweisung.
- [LGN09] K. Laaksonen, G. M. Ganchenkova, and M. R. Nieminen. Vacancies in wurtzite GaN and AlN. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 21(1), 2009.
- [Lor02] K. Lorenz. *Implantationsstudien an Gruppe-III-Nitriden*. Dissertation, Universität Bonn, 2002.
- [Mar90] G. Marx. *Aufbau und Test einer RTA- Kurzzeit-Temper-Anlage*. Diplomarbeit, Universität Bonn, 1990.
- [Mor99] H. Morkoç. *Nitride Semiconductors and Devices*. Springer, Berlin Heidelberg, 1999.
- [Néd07] R. Nédélec. *Seltene Erden in GaN und ZnO untersucht mit der PAC-Methode*. Dissertation, Universität Bonn, 2007.
- [Pen07] J. Penner. *Lokale Gitterumgebung von Indium in GaN, AlN und InN*. Dissertation, Universität Bonn, 2007.
- [RRK75] P. Raghavan R.S. Raghavan and E.N Kaufmann. Determination of the sign and magnitude of the nuclear quadrupole interaction by β - γ directional correlation. *Physical Review C*, 12(6), 1975.
- [Rus01] F. Ruske. *Indiumimplantation in Galliumnitrid untersucht mit der γ - γ -Winkelkorrelationsmethode*. Diplomarbeit, Universität Bonn, 2001.
- [SA96] S. Wei and A. Zunger. Valence band splittings and band offsets of AlN, GaN, and InN. *Applied Physics Letters*, 69(18):2719–2721, 1996.

LITERATURVERZEICHNIS

- [Sch07] J. Schmitz. *PAC-Untersuchungen an Gruppe-III-Nitridhalbleitern mit der Sonde ^{111}In* . Diplomarbeit, Universität Bonn, 2007.
- [SR93] M. Schulze-Rojahn. *Aufbau und Test eines PAC-Messofens und TDPAC-Messungen am System ^{111}In in AgGaS_2* . Diplomarbeit, Universität Bonn, 1993.
- [Ste08] B. Steitz. *Der Indium-Defektkomplex in AlN* . Diplomarbeit, Universität Bonn, 2008.
- [SW92] G. Schatz and A. Weidinger. *Nukleare Festkörperphysik*. Teubner, Stuttgart, 1992.

Danksagung

Ich möchte sehr gerne die Chance nutzen, um den Menschen zu danken, die auf die eine oder andere Weise zum Gelingen dieser Diplomarbeit beigetragen haben.

Das ist zuallererst Herrn Priv. Doz. Dr. Reiner Vianden, der diese Arbeit ermöglicht, und mit Rat, Tat und vor allem Interesse begleitet und sehr angenehm gestaltet hat.

Außerdem möchte ich Herrn Prof. Dr. Karl Maier für die unkomplizierte Übernahme des Koreferates danken, und dafür, dass er sich immer hat finden lassen, wenn ich ihn gerade suchte.

Ganz besonders bedanke ich mich auch bei der gesamten Arbeitsgruppe. Im speziellen Thomas Geruschke, ohne den der Arbeit wohl die Hälfte der Messergebnisse fehlte. Makhsud Rasulbaev und Michael Steffens danke ich für das angenehme Raumklima, Patrick Keßler und Dr. Jakob Penner für die Zerstreuung an der Tischtennisplatte, госпожа Nicole Santen für das gemeinsame Leiden bei Frau Magin, Ricardo Valentini für seine freundliche Art und schließlich Krystyna Müller und Katalin Bíró für die weibliche Verstärkung der Arbeitsgruppe. Außerdem jedem für noch tausend andere Dinge.

Ebenfalls gilt mein Dank Herrn Priv. Doz. Dr. Paul-Dieter Eversheim und besonders der Crew des Isotopenseparators Claudia Noll, Albert Dahl und Siegfried Hinderlich für die erfolgreiche Implantation aller meiner Proben.

Außerdem bedanke ich mich bei den Mitarbeitern der feinmechanischen und elektronischen Werkstatt und der Verwaltung.

Für die gute Zusammenarbeit am CERN danke ich Joao Guilherme Martins Correia und allen anderen Portugiesen.

Außerdem Oliver Ambacher und Klaus Köhler vom IAF für die gute Kooperation.

Schließlich gilt mein großer Dank meiner ganzen Familie und allen meinen Freunden.

Besonders bedanke ich mich an dieser Stelle bei meinen Eltern und Großeltern für ihre bedingungslose Unterstützung.