

**Aufbau und Test einer Einrichtung  
zur Beobachtung  
lichtinduzierter Effekte in Halbleitern  
mittels PAC- und Halleffektmessung  
bei tiefen Temperaturen**

von  
Peter Friedsam

Diplomarbeit in Physik  
angefertigt im  
Institut für Strahlen- und Kernphysik

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

im August 1994

Referent:Priv. Doz. Dr. R. Vianden  
Korreferent:Prof. Dr. K. Maier

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

An dieser Stelle möchte ich allen danken, die mit zum Gelingen dieser Arbeit beitrugen.

Ich danke Herrn Priv. Doz. Dr. R. Vianden für die Unterstützung und hervorragende Betreuung bei der Durchführung dieser Arbeit.

Mein ganz besonderer Dank gilt Frau Maria Wehner, die mir stets mit Rat und Tat zur Seite stand.

Für Tips und Vorschläge möchte ich mich bei allen weiteren Mitgliedern meiner Arbeitsgruppe, insbesondere Herrn G.Rohrlack für die Ratschläge zum Bau des Probenhalters, bedanken. Ich bedanke mich für das gute Arbeitsklima und die ausgezeichnete Zusammenarbeit in unserer Gruppe.

Für die Fertigung der Einzelteile der Konstruktionen danke ich Herrn A.Klapperstück und seinen Mitarbeitern in der Werkstatt.

Den Bonner Zyklotronoperatoren gilt mein Dank für die Durchführung der Strahlzeit.

Abschließend möchte ich mich bei meinen Eltern für die Ermöglichung des Physikstudiums bedanken.

# Inhaltsverzeichnis

|                  |   |
|------------------|---|
| Einleitung ..... | 1 |
|------------------|---|

## I. Defekte in III-V Halbleitern

|   |    |
|---|----|
| 1. Der GaAs-Kristall .....                    | 2  |
| 2. Defekte .....                              | 3  |
| 3. Der EL2-Defekt .....                       | 6  |
| 3.1. Experimentelle Daten des EL2 .....       | 7  |
| 3.2. Energieniveaus .....                     | 9  |
| 3.3. Metastabilität .....                     | 10 |
| 3.4. Mikroskopische Modelle für den EL2 ..... | 12 |

## II. Der Sondenkern $^{77}\text{Br}$

|   |    |
|---|----|
| 1. Die Herstellung der Probe .....  | 14 |
| 2. Die Sonde $^{77}\text{Br}$ .....   | 16 |
| 2.1. Zerfallsschema des radioaktiven Kerns $^{77}\text{Br}$ .....                           | 16 |
| 2.2. Energiespektrum .....  | 17 |
| 2.3. Übersicht über die Sondenkernparameter von $^{77}\text{Br}$ ( $^{77}\text{Se}$ ) ..... | 20 |
| 3. Der Sondenkern $^{77}\text{Br}$ im GaAs-Kristallgitter .....                             | 21 |
| 3.1. Einbau des Sondenkerns in den GaAs-Kristall .....                                      | 21 |
| 3.2. Die Metastabilität des Defektes .....  | 23 |

## III. Die Meßmethode

|  |    |
|--|----|
| 1. Theorie .....   | 24 |
| 1.1. Die gestörte $\tilde{\alpha}$ - $\tilde{\alpha}$ -Winkelkorrelation ..... | 24 |
| 1.2. Auswertung der Spektren .....   | 30 |
| 1.3. Der Angleich der theoretischen Funktionen .....                           | 31 |
| 2. Die Meßapparatur .....  | 33 |

## IV. Die Beleuchtungseinrichtung und der neue Probenhalter

|  |    |
|--|----|
| 1. Der Displex.....  | 35 |
| 2. Zielsetzung .....                                       | 36 |
| 3. Der neue Probenhalter .....                             | 36 |
| 3.1. Die Federn .....                                      | 38 |
| 3.2. Einbau einer Probe in den neuen Probenhalter .....    | 39 |
| 4. Die neue Displexkappe mit Beleuchtungseinrichtung ..... | 40 |

## V. Messergebnisse und Auswertung

|   |    |
|---|----|
| 1. Die erwarteten Ergebnisse .....                      | 45 |
| 2. Gemessene Daten und angefittete Störfunktionen ..... | 47 |
| 3. Diskussion der Testmessung .....                     | 50 |
| 4. Zusammenfassung.....                                 | 51 |

|                            |    |
|----------------------------|----|
| Literaturverzeichnis ..... | 53 |
|----------------------------|----|

## Einleitung

Es gibt in Halbleitern eine Reihe von Defekten, die metastabiles Verhalten aufweisen. Metastabil heißt, daß es verschiedene lokal stabile Konfigurationen solcher Defekte gibt.

Einige dieser Defekte lassen sich durch Photoionisation bei tiefen Temperaturen von einer möglichen in eine andere mögliche Konfiguration überführen.

Das mit am besten untersuchte Beispiel stellt der EL2-Defekt in GaAs dar.

Im Rahmen dieser Diplomarbeit sollte eine Möglichkeit geschaffen werden, solche Defekte zu untersuchen. Die Meßmethoden, die dabei angewendet werden, sind PAC- und Halleffektmessungen.

Bei der PAC-Meßmethode werden radioaktive Sondenkerne, an die spezielle Anforderungen gestellt werden, in den Halbleiter eingebaut. Sie ist sensitiv auf die direkte Umgebung des Sondenkerns und damit auch auf Defekte, die sich an den Sondenkern anlagern.

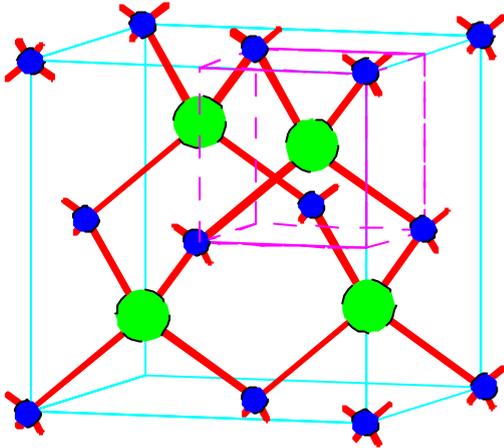
Der Halleffekt zählt zu den klassischen Meßmethoden. Er mißt die Leitfähigkeitseigenschaften, von Störstellen in Halbleitern und benötigt keine radioaktive Sondenkerne.

Für solche Untersuchungsmethoden sollte im Rahmen dieser Arbeit eine Möglichkeit geschaffen werden, bei tiefen Temperaturen an Halbleiterkristallen unter Beleuchtung Messungen durchzuführen. Dazu wurden eine neue Displexkappe und ein neuer Probenhalter für die bereits vorhandene Kältemaschine (Displex) konstruiert und gebaut.

# I. Defekte in III-V Halbleitern

## I.1 Der GaAs-Kristall

Galliumarsenid besteht, wie der Name schon sagt, aus Gallium und Arsen. Es besitzt eine sogenannte Zinkblendestruktur (FCC), die der des Diamantgitters ähnelt..



Die  $sp^3$ -Hybridstruktur des GaAs besitzt zwei kubisch flächen-zentrierte Untergitter, die um  $1/4$  der Raumdiagonalen in  $\langle 111 \rangle$ -Kristallachsenrichtung gegeneinander verschoben sind

Abb. I.1.1 FCC-Struktur des Wirtsgitters

GaAs

Jedes Arsenatom ist an vier Gallium-Atome gebunden, die auf den Ecken eines gleichseitigen Tetraeders liegen. Analog sind die Galliumatome von jeweils vier Arsenatomen umgeben. Man spricht von der sogenannten  $sp^3$ -Hybridstruktur. Die beiden kubisch flächenzentrierten Untergitter (As bzw. Ga) sind gegeneinander um  $1/4$  der Raumdiagonalen verschoben.

Die Bindung ist nicht rein kovalent wie bei den elementaren Halbleitern Ge oder Si. Sie besitzt einen ionischen Anteil von etwa 30 % [BLANK 82]. Die Basisstruktur ist kubisch und damit erfährt ein Atom, das auf einem substitutionellen Gitterplatz sitzt, keinen elektrischen Feldgradienten (EFG) [SCHA 92].

Bei dem verwendeten Probenmaterial handelt es sich um einkristallines,

semiisolierendes (SI) sogenanntes 'Liquid Encapsulated Czochralski' (LEC) -Gallium-arsenid. Dieses Material wurde nach dem sogenannten Czochralski-Verfahren aus einer arsenreichen Schmelze gezogen und enthält zu 50%  $^{75}\text{As}$ , zu 30%  $^{69}\text{Ga}$  und zu 20%  $^{71}\text{Ga}$  [WILK 73]. Es ist dafür bekannt, daß es einen hohen Anteil an EL2-Defekten aufweist. Der EL2 stellt einen Doppeldonor dar und trägt somit zur Kompensation von unabsichtlich eingebrachten Verunreinigungen durch Akzeptoren wie z.B. C, Cd, Cu, Zn bei. Das GaAs nimmt durch diesen Kompensationseffekt einen hohen Widerstand an und wird als semiisolierend bezeichnet. Im Gegensatz dazu erreicht man bei den elementaren Halbleitern Si und Ge einen großen Widerstand, durch hohe Reinheit in den Kristallen.

## I.2 Defekte

Jede Abweichung von der Symmetrie oder Periodizität einer Kristallstruktur kann als Defekt in einem Kristall angesehen werden. Defekte, die durch Atome verursacht werden, die nicht zu den intrinsischen Bestandteilen des Festkörpers zählen, wie etwa Verunreinigungen bei der Herstellung oder gezielt eingebrachte Dotierungen, bezeichnet man als Fremdatomdefekte. Es können sich auch Defektkomplexe ausbilden, die aus zwei oder drei Komponenten bestehen. Solche Defektkomplexe bezeichnet man aufgrund ihrer geringen Ausdehnung noch als punkartige Defekte. Auch gibt es weiter ausgedehnte Komplexe (Cluster), die sich z.B. dann bilden, wenn eingebrachte Fremdatome sich schlecht im Wirtsmaterial lösen lassen.

Wichtig für diese Arbeit sind Defekte in der Gitterstruktur der Kristalle wie z.B. Leerstellen (Vacancies), Zwischengitteratome (Interstitials) oder im Falle eines Kristalls wie GaAs, der aus zwei Arten von Basis-Atomen aufgebaut ist, durch Platzwechsel verursachte Defekte (Antisites). Solche Defekte, die nur durch Atome des Wirtsgitters hervorgerufen werden, bezeichnet man als intrinsische Defekte.

Da GaAs wie erwähnt eine Zinkblendestruktur besitzt, können hier verschiedene Arten von Defekten auftreten.

Im folgenden sei die Notation von Gitterdefekten angegeben:

$V_{\text{Ga}}$ ;  $V_{\text{As}}$  = Ga- bzw. As-Leerstelle

$\text{Ga}_{\text{As}}$  = Ga auf As-Platz ({Gallium}-Kation-Antisite)

$\text{As}_{\text{Ga}}$  = As auf Ga-Platz ({Arsen}-Anion-Antisite)

$\text{Ga}_i$ ;  $\text{As}_i$  = Ga- bzw. As-Zwischengitteratom (interstitial)

$\text{Br}_{\text{As}}$  = Br auf As-Platz

$\text{Br}_i$  = Br auf Zwischengitterplatz

Einen Überblick über Defekte in Festkörpern findet man z.B. bei VIAN 87, MATE 86, MATE 89, MATE 92 .

Die gesamte Anwendung von Halbleitern in der Technik beruht auf dem kontrollierten Einbringen von Fremdatomen in den Halbleiterkristall (Dotierung). Diese Fremdatome geben bereits bei Zimmertemperatur Elektronen ab oder nehmen sie von den umgebenden Bindungspartnern auf. Man bezeichnet Atome, die Elektronen abgeben, als Donatoren, solche die Elektronen aufnehmen, als Akzeptoren.

Bereits durch geringe Fremdatomkonzentrationen ( $10^{15}$ - $10^{16}$  cm<sup>-3</sup>) wird das elektrische Verhalten des Halbleiters entscheidend beeinflusst.

Auch intrinsische Defekte nehmen Einfluß auf die elektrischen Eigenschaften des Halbleiters, wenn sie in entsprechender Konzentration vorliegen. Sie treten ebenfalls als Donatoren (z.B. As<sub>Ga</sub>) oder Akzeptoren (z.B. Ga<sub>As</sub>) auf und ändern somit das elektrische Verhalten des Kristalls. Auch sind sie in der Lage, Komplexe mit Fremdatomen zu bilden und somit diese an sich zu binden.

Befinden sich die Umladungszustände (Änderung des jeweiligen Ladungszustandes durch Abgabe oder Aufnahme von Elektronen) von Akzeptoren bzw. Donatoren nur wenige meV von den Bandkanten des Halbleiters entfernt, werden diese Ionisationszustände entsprechend ihrer leichten Ionisierbarkeit, als "flach" bezeichnet. Man spricht daher von "flachen" Akzeptoren bzw. Donatoren.

Man kann dies auch dahingehend interpretieren, daß z.B. mit "flachen" Akzeptoren solche gemeint sind, bei denen die Wellenfunktion des gebundenen Elektronse über einen gewissen Raum (einige Gitterabstände) verschmiert ist (Wasserstoffmodell; siehe z.B. [SZE 81]).

Beträgt die Ionisierungsenergie der eingebrachten Fremdatome mehrere 100 meV, so können aufgrund der Fermistatistik bei Zimmertemperatur nicht mehr alle diese Fremdatome vollständig ionisiert werden. Zustände, die näherungsweise 300 - 400 meV oder weiter von den Bandkanten entfernt sind, bezeichnet man daher als "tiefe" Störstellen. Im Gegensatz zu den "flachen" Störstellen kann man die an diese Störstellen gebundenen Ladungsträger als sehr stark lokalisiert ansehen. Auch hier unterscheidet man zwischen "tiefen" Akzeptoren bzw. Donatoren. Diese Defekte treten nicht in thermische Wechselwirkung mit den Bändern, können aber, falls freie Ladungsträger vorhanden sind (z.B. durch Einbringung flacher Störstellen), diese Ladungsträger einfangen. Dies tritt dann auf, wenn z.B. verglichen mit dem Wirtsmaterial, elektronegativere Fremdatome auf substitutionellen Gitterplätzen gelöst

werden [MÜSE 60]. Beispiele dafür sind die 3d, 4d und 5d Übergangsmetalle in GaAs wie Cr, Fe, Ti, Hf usw.

Eine wichtige Eigenschaft, die man von undotierten Halbleitern erwartet, ist ein hoher elektrischer Widerstand, d.h. eine möglichst geringe elektrische Leitfähigkeit. Ein Halbleitersubstrat, das durch eine gegenseitige Kompensation von Defekten einen möglichst hohen Widerstand annimmt, bezeichnet man wie schon erwähnt als semiisolierend.

Bei der Herstellung der Kristalle sind Verunreinigungen durch Fremdatome unvermeidbar. Deshalb gibt es im Kristall einen Überschuß an Ladungsträgern (flache Störstellen).

Beim Ziehprozess der Kristalle entstehen in stöchiometrisch unterschiedlich starker Konzentration sogenannte Antisite-Defekte. Diese Defekte stellen Doppeldonatoren bzw. Doppelakzeptoren dar und können somit die flachen Störstellen kompensieren [BOUR 88].

Da es sich bei den meisten, beim Herstellungsprozess unabsichtlich eingebrachten Fremdatomen (C,Cd,Zn,Cu), hauptsächlich um Akzeptor-Atome handelt, benötigt man eine entsprechende Konzentration an Donatordefekten, um diese zu kompensieren. Beim GaAs erreicht man dies, indem man den Kristall aus einer arsenreichen Schmelze zieht, was die Entstehung von Doppeldonatoren ( $As_{Ga}$ ) begünstigt. Beim EL2 handelt es sich um einen solchen Anion-Antisite-Defekt, der flache Akzeptorverunreinigungen im Halbleiter kompensiert.

### I.3. Der EL2-Defekt

Der später zu untersuchende Defekt ähnelt in seinem Verhalten vermutlich einem der wichtigsten intrinsischen Defekte im GaAs, dem sogenannten EL2. Es handelt sich hierbei um den dominanten Defekt in undotiertem GaAs. Er zählt zu den Anion- Antisite Defekten in III-V Halbleitern. Anion-Antisite Defekte entstehen wenn ein Gitterplatz im Untergitter des Galliums (III.-Hauptgruppe) durch ein anderes Atom z.B. aus der V-Hauptgruppe besetzt wird. Setzt sich ein As-Atom auf diesen Gitterplatz, so handelt es sich um einen Doppeldonator, denn es ist jetzt in der Lage zwei Elektronen abzugeben. Für 'Vapour-Phase-Epitaxy' (VPE)-gewachsenes GaAs liegt die Konzentration an EL2-Defekten zwischen  $10^{13} \text{ cm}^{-3}$  und  $10^{16} \text{ cm}^{-3}$ . In nach dem Czochralski Verfahren hergestellten GaAs, kann der Defekt verschiedene Konzentrationen annehmen. Sie variieren zwischen  $5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$  und  $1,7 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$  in Abhängigkeit von der Arsenkonzentration in der Schmelze [SCHU 93].

### I.3.1 Experimentelle Daten des EL2

Folgendes ist über den EL2 bereits aus verschiedenen Experimenten wie z.B. DLTS oder Photolumineszenzspektroskopie bekannt [DABR 88]:

- Der normale oder auch fundamentale Zustand des EL2 (im folgenden mit EL2-F bezeichnet) hat ein tiefes Donatorniveau in der Bandmitte, mit einer Energie von 0,75 eV oberhalb des Valenzbandes ( $E_v+0,75$  eV)
- EL2-F ist neutral mit einem 0/+ Donator-Niveau
- EL2 ist ein intrinsischer tiefer Defekt, dessen optische Eigenschaften nicht durch Verunreinigungen beeinflusst werden
- EL2 und ein paramagnetischer  $As_{Ga}$ -Defekt zeigen ähnliche Eigenschaften und somit enthält der EL2 vermutlich einen solchen Arsen-Antisite Defekt ( $As_{Ga}$ )
- Der neutrale Ladungszustand EL2-F ist nicht paramagnetisch
- EL2 ist ein tiefer Doppeldonator, zusätzlich zum 0/+ Niveau gibt es ein +/2+ Niveau bei  $E_v+0,54$  eV (nach [SCHU 93]  $E_v+0,5$  eV)
- Es gibt kein weiteres Niveau des EL2-F im oberen Teil der Bandlücke
- Der neutrale EL2-F zeigt einen internen optischen Übergang bei Beleuchtung mit Photonen einer Energie von  $1 \text{ eV} < h\tilde{\nu} < 1,3 \text{ eV}$
- Unterhalb von 140 K kann der EL2-F durch Bestrahlung mit Photonen, deren Energie im Bereich des internen Überganges liegt, in seinen sogenannten metastabilen Zustand überführt werden. Diesen Vorgang nennt man Bleichen des EL2-Defektes. Der metastabile Zustand sei hier mit EL2-M bezeichnet.
- Der EL2-M ist weder elektrisch, noch magnetisch oder optisch aktiv.
- Der Ladungszustand des EL2-M ist identisch mit dem des fundamentalen Zustandes EL2-F (0/+Donator Niveau)

-EL2-M geht bei Temperaturen oberhalb von 140 K wieder in den fundamentalen Zustand zurück, . die Barriere für thermische Regeneration beträgt 0,34 eV

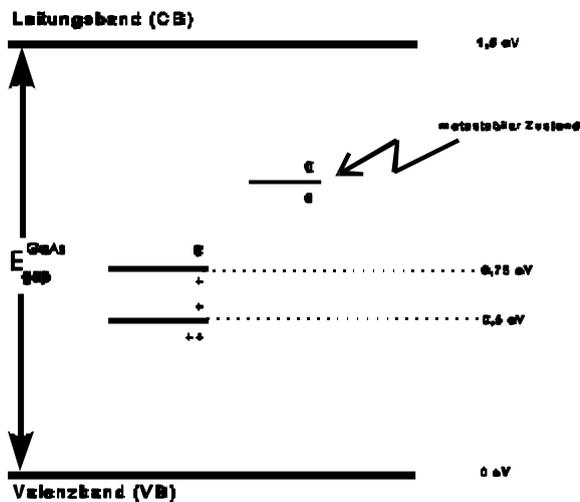
-Die Anwesenheit von Elektronen im Leitungsband senkt die Barriere auf 0,1 eV

-Bei hohen Temperaturen ( $T > 950^\circ\text{C}$ ) kann der EL2 aufbrechen

Wird die Probe anschließend wieder bei etwa  $850^\circ\text{C}$  getempert, so wird der EL2 regeneriert

### I.3.2. Energieniveaus

Die folgende Abbildung zeigt schematisch die Energieniveaus des EL2-Defektes in der Bandlücke des GaAs.



In der Bandlücke des GaAs von ca. 1,5 eV besitzt der EL2 zwei Donatorniveaus und ein neutrales, metastabiles Niveau

Abb.I.2.1 Energieniveau des EL2 in der Bandlücke [VINC 78]

Die Bandlücke des GaAs beträgt etwa ca. 1,5 eV.

Der Defekt besitzt zwei Donator-Niveaus 0,5 eV bzw 0,75 eV oberhalb der Valenzbandkante. Weiterhin existiert ein metastabiles neutrales Niveau. Dieses Niveau rührt von einer Defektkonfiguration, die durch große Gitterrelaxation entstand, her.

Besetzt das As-Atom einen Ga-Platz  $As_{Ga}$ , so besitzt es zwei überzählige Elektronen und stellt somit im allgemeinen einen Doppeldonator dar. Das untere der beiden Donatorniveaus wird normalerweise in DLTS-Messungen nicht beobachtet, da es sehr hohe Temperaturen ( $\gg 300^\circ K$ ) benötigt, um ionisiert werden zu können. Das Niveau wurde durch Lumineszenz- und Lumineszenz-Anregungs-Spektroskopie Messungen nachgewiesen, die zwei zum EL2 gehörende Energiebänder bei 0,63 eV und 0,68 eV

finden [TAJI 87]. In semiisolierendem GaAs ist das Fermi-niveau an das zweite Donator-niveau von 0,75 eV gebunden [SCHU 93].

### I.3.3 Metastabilität

Eine der wichtigsten Eigenschaften des EL2 ist seine Metastabilität. Sie zeigt sich, wenn man den Einkristall bei tiefen Temperaturen beleuchtet. Es ändern sich dann sämtliche an den EL2 gebundene Daten wie elektrische Aktivierung, Absorption und Lumineszenz.

Das metastabile Verhalten des EL2 wurde von Vincent und Bois 1978 [VINC 78] anhand von Photokapazitätsmessungen postuliert. Dabei wurde ein Schottkykontakt auf n-dotiertes GaAs aufgedampft und die Änderung der Kapazität der Probe bei Beleuchtung mit unterschiedlichen Photonenenergien (Wellenlängen) gemessen. Die Probe wurde im Dunkeln auf Temperaturen von etwa 77°K abgekühlt und die Kapazität in Abhängigkeit von der Zeit bestimmt

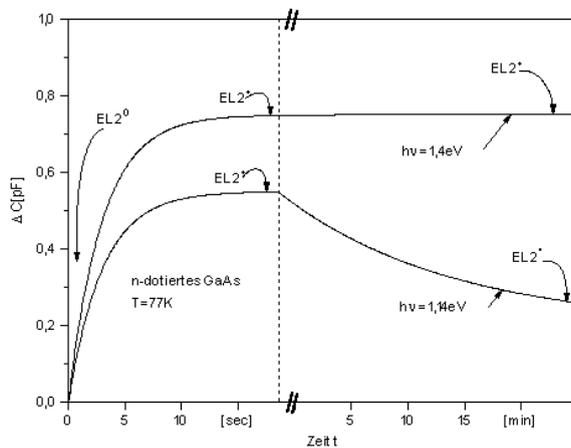


Abb. I.3.2 Photokapazitätsmessung des EL2

Photokapazitätsmessungen [VINC 78] führten zur Entdeckung des metastabilen Verhaltens des EL2. Am Anfang der Messung sind alle EL2 Defekte im fundamentalen Zustand ( $EL2^0$ ) nach Beleuchtung mit  $h\nu = 1,15 \text{ eV}$  und  $1,4 \text{ eV}$  nehmen sie einen ionisierten Zustand ( $EL2^+$ ) ein. Längeres Beleuchten mit  $h\nu = 1,15 \text{ eV}$  führt zu einem Absinken der Kapazität.

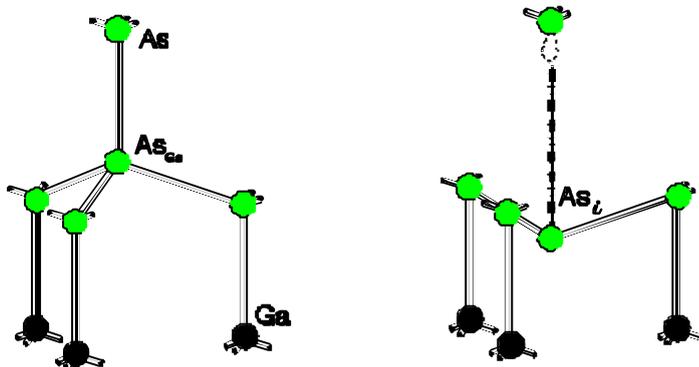
Am Anfang der Messung befinden sich alle EL2-Zentren im neutralen Zustand  $EL2^0$ . Nach Beleuchtung, mit  $h\tilde{\nu}=1,14$  eV oder 1,4 eV, wird das EL2-Niveau ionisiert ( $EL2^+$ ) was sich durch einen Anstieg der Kapazität bemerkbar macht. Natürlich werden auch durch die Beleuchtung einige Übergänge von EL2-Niveaus ins Leitungsband und vom Valenzband in den EL2 induziert. Nach genügend langer Beleuchtung bei ausreichend hoher Intensität des Lichtes wird der größte Anteil des EL2 in diesen ionisierten Zustand ( $EL2^+$ ) übergegangen sein, während noch ein kleiner Rest im Grundzustand ( $EL2^0$ ) verbleibt. Bei einer Photonenenergie von  $h\tilde{\nu} = 1,4$  eV geht die Kapazität gegen einen nahezu konstanten Wert. Bei Beleuchtung mit  $h\tilde{\nu} = 1,14$  eV, beobachtet man hingegen nach einiger Zeit (ca. 20 sec) ein Absinken der Kapazität. Ihr Wert geht wieder gegen den Anfangswert der Kapazitätsmessung zurück. Dies ist nur erklärbar, wenn Anfangs- und Endzustand den gleichen Ladungszustand besitzen. Der Endzustand ( $EL2^*$ ) muß elektrisch neutral sein. Weiterhin muß dieser Zustand metastabil sein, da er sich nicht mehr ionisieren läßt. Das Experiment kann erst wiederholt werden, wenn die Probe auf höhere Temperaturen aufgetaut (140°K) und dann erneut abgekühlt wird (thermische Regeneration).

### I.3.3 Mikroskopische Modelle für den EL2-Defekt

Es gibt mehrere konkurrierende Modelle für den EL2. Er wird unter anderem als  $\text{As}_{\text{Ga}}\text{-As}_i$  Komplex interpretiert [BAR 88]. Dieser Hypothese widersprechen jedoch einige experimentelle Beobachtungen. Der EL2 ist auch bei hohen Temperaturen von 800-900°C noch stabil. Wäre eine Komponente des EL2 ein Zwischengitteratom ( $\text{As}_i$ ), so sollte es bei diesen Temperaturen rasch durch den Kristall diffundieren. Ein solches Diffundieren wurde jedoch nicht beobachtet. Baraff und andere [BARA 88] untersuchten dieses  $\text{As}_{\text{Ga}}\text{-As}_i$  Paar mit Hilfe von Bandstruktur-Rechnungen. Sie fanden jedoch keinen plausiblen Mechanismus, der die beiden Komponenten aneinander bindet. Falls ein solcher Bindungsmechanismus aber tatsächlich nicht existiert, ist die Wahrscheinlichkeit für die Existenz eines solchen  $\text{As}_{\text{Ga}}\text{-As}_i$  Paares sehr gering. Dies wiederum widerspricht der experimentell gefundenen relativ hohen Konzentration an EL2-Defekten von etwa  $1,25 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$  in VPE-GaAs.

Das zur Zeit favorisierte Modell, ist das sogenannte V-I-(Vacancy-Interstitial) Modell [DABR 88, CHAD 88]. Danach stellt man sich den EL2 als isolierten  $\text{As}_{\text{Ga}}$ -Zustand vor.

EL2-F (fundamentaler Zustand)    EL2-M (Metastabiler Zustand)



Nach Einfang eines Elektrons durch das Arsen auf dem Ga-Platz ( $\text{As}_{\text{Ga}}$ ) bricht eine der vier Bindungen dieses zentralen Atoms auf, und das As-Atom wandert entlang der  $\langle 111 \rangle$ -Kristallachse in eine Zwischengitterposition



4-fach Bindung,  $T_d$ -Symmetrie



3-fach Bindung,  $C_{3v}$ -Symmetrie

Abb. I.3.3 Valenz-Interstitial Modell des EL2

Diese Modell ergibt sich aus Berechnung der Elektronendichte und der totalen Energie im Rahmen der Dichte-Funktional-Theorie (DFT) [DABR 88]. Die Berechnungen zeigen, daß nach Einfang eines Elektrons am  $\text{As}_{\text{Ga}}$ -Atoms, eine der vier As-As Bindungen des zentralen  $\text{As}_{\text{Ga}}$  -Atoms aufbricht. Das  $\text{As}_{\text{Ga}}$  -Atom wandert entlang der  $\langle 111 \rangle$ - Kristallachsenrichtung in eine Zwischengitterposition 0,29 Å unterhalb der Ebene, die durch seine drei verbleibenden Bindungspartner aufgespannt wird. Es hinterläßt eine Leerstelle im Galliumuntergitter ( $\text{V}_{\text{Ga}}$ ). Das andere As-Atom, dessen Bindung aufgebrochen wurde, verbleibt auf seinem alten Platz.

Der  $\text{As}_{\text{Ga}}$ -Antisite-Defekt kann spontan in diese metastabilen Konfiguration übergehen. Dies zeigt sich bei Beleuchtung mit Photonen (Photoionisation). Ein ähnliches Verhalten weist das sogenannte DX-Zentrum, ein weiterer wichtiger Defekt in GaAs auf (siehe z.B. BEME 94). Chadi und Chang [CHAD 90] postulieren, daß dieses Modell auch für andere Antisite-Defekte Gültigkeit hat. Speziell wird vorausgesagt, daß auch für einen Kation-Antisite-Defekt, bei dem sich z.B. der Doppeldonator  $^{77}\text{Br}$  auf einem Arsengitterplatz befindet, diese Theorie gilt.

## II. Der Sondenkern $^{77}\text{Br}$

### II.1. Die Herstellung der Probe

Für die durchzuführende PAC-Messung wurde aus einem einkristallinen semiisolierenden (SI) Galliumarsenid-Wafer ein etwa 10 mm x 10 mm großes Stück herausgeschnitten.

Dieses Stück wurde dann am Hochstromplatz des Bonner Zyklotrons für etwa 4 Stunden mit 33 MeV  $\alpha$ -Teilchen bei einem Strom von ca. 300 nA, in  $\langle 100 \rangle$  Kristallachsen Richtung bestrahlt. Die  $\alpha$ -Teilchen haben in GaAs eine Reichweite von etwa 300 nm. Bei der Kernreaktion  $^{75}\text{As}(\alpha, 2n)^{77}\text{Br}$  wurden die  $^{77}\text{Br}$ -Sondenkerne in den GaAs-Kristall, mit etwa 100 keV, rückstoßimplantiert.

Die Messungen wurden etwa 5 Tagen nach der Bestrahlung durchgeführt, da dann Isotope, die bei der PAC-Messung zu unerwünschten Störungen führen könnten, bereits abgebaut sind.

Danach konnten Strahlenschäden, die in der Probe durch das Bestrahlen entstanden sind, mit Hilfe eines Rapid-Thermal-Annealing (RTA)-Verfahrens [MARX 90] ausgeheilt werden. Dazu wurde zunächst ein sogenanntes Cap ( $\text{SiNH}_4$ -Schicht) auf die bestrahlte Seite der Probe aufgebracht. Wird keine solche Schicht aufgebracht, kann das im Kristall enthaltene Arsen, bei Temperaturen oberhalb seines Sublimationspunktes von etwa 613°C ausdampfen. Anschließend wurde die Probe für 120 sec bei 850°C getempert. Das aufgebrachte Cap mußte danach mit Hilfe von Flußsäure wieder entfernt werden, da es die Beleuchtung des Kristall stören könnte.

### II.1.1 Reaktionskanäle bei $\alpha$ -Bestrahlung von SI-GaAs

Bei  $\alpha$ -Bestrahlung von SI-GaAs gibt es verschiedene mögliche Reaktionskanäle, auf die hier kurz eingegangen werden soll.

SI-GaAs enthält wie schon erwähnt  $^{75}\text{As}$ ,  $^{69}\text{Ga}$ , und  $^{71}\text{Ga}$ . Diese werden durch  $\alpha, xn$  bzw.  $\alpha, np$  Reaktionen in folgenden Isotope überführt:

Tabelle II.1 Reaktionskanäle bei  $\alpha$ -Bestrahlung

| Reaktionskanal | $^{75}\text{As}$                    | $^{71}\text{Ga}$                 | $^{69}\text{Ga}$                |
|----------------|-------------------------------------|----------------------------------|---------------------------------|
| $\alpha, 3n$   | $^{76}\text{Br} / 16,0\text{h}$     | $^{72}\text{As} / 26\text{h}$    | $^{70}\text{As} / 53\text{min}$ |
| $\alpha, 2n$   | $^{77}\text{Br} / 56,0\text{h}$     | $^{73}\text{As} / 80,3\text{d}$  | $^{71}\text{As} / 64\text{h}$   |
| $\alpha, n$    | $^{78}\text{Br} / 6,46 \text{ min}$ | $^{74}\text{As} / 17,17\text{d}$ | $^{72}\text{As} / 26\text{h}$   |
| $\alpha, np$   | $^{77}\text{Se} / \text{stabil}$    | $^{73}\text{Ge} / \text{stabil}$ | $^{71}\text{Ge} / 11,2\text{d}$ |

Man sieht, daß hauptsächlich die  $\alpha, xn$  Reaktionen zu radioaktiven Isotopen führen, welche Einfluß auf eine PAC Messungen nehmen können. Von diesen Reaktionsprodukten besitzen  $^{76}\text{Br}$ ,  $^{78}\text{Br}$ ,  $^{70}\text{As}$  und  $^{72}\text{As}$  eine zum  $^{77}\text{Br}$  relativ geringe Halbwertszeit, so daß sie nach ein paar Tagen Wartens abgeklungen sind.

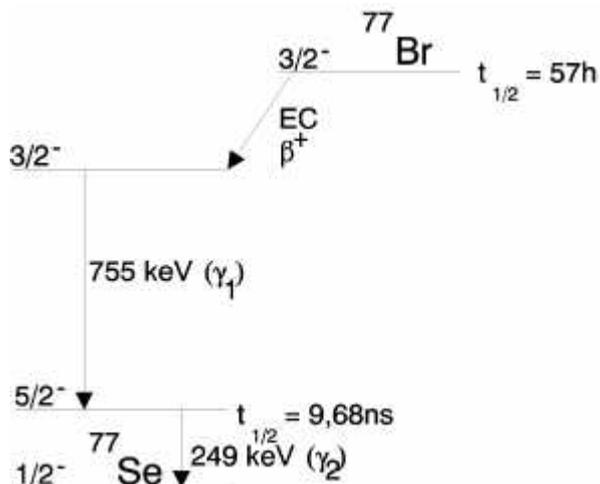
Beim  $^{71}\text{Ge}$ ,  $^{73}\text{As}$  und  $^{74}\text{As}$  hingegen kann man, aufgrund der langen Halbwertszeiten von mehr als 11 Tagen, davon ausgehen, daß sie lediglich zu einem fast konstanten Untergrund beitragen.

Probleme bereitet ausschließlich das Isotop  $^{71}\text{As}$ , dessen Halbwertszeit von 64h nahe bei der von  $^{77}\text{Br}$  liegt. In dessen Zerfall zum  $^{71}\text{Ge}$  wird über verschiedene Zerfallskanäle ein  $t_{1/2} = 70\text{ns}$  Zustand bevölkert. Koinzidente Comptonereignisse dieser Zerfälle führen zu einem exponentiell verlaufenden Untergrund, der in unseren Messungen eigentlich bei einer Untergrundkorrektur berücksichtigt werden müßte.

## I.2 Die Sonde $^{77}\text{Br}$

### II.2.1 Zerfallsschema des radioaktiven Kerns $^{77}\text{Br}$

Der Sondenkern  $^{77}\text{Br}$  besitzt folgendes vereinfachtes Zerfallsschema:



Der Sondenkern  $^{77}\text{Br}$  zerfällt über ein Zwischen-niveau mit  $t_{1/2} = 9,68\text{ ns}$  in einer  $\tilde{\alpha}$ - $\tilde{\alpha}$ -Kaskade zum  $^{77}\text{Se}$

Abb II.2.1 Zerfallsschema des Sondenkerns  $^{77}\text{Br}$ ( $^{77}\text{Se}$ )

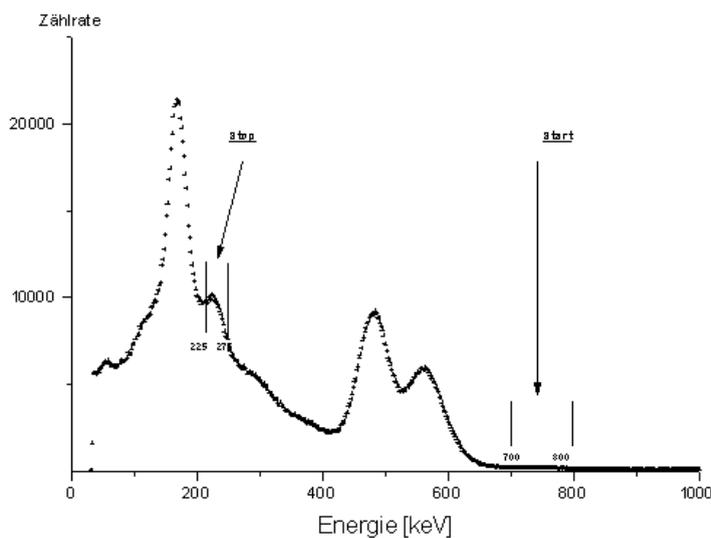
In dieses Schema sind nur die für die gestörte  $\tilde{\alpha}$ - $\tilde{\alpha}$ -Winkelkorrelation relevanten Linien eingetragen, eine vollständige Darstellung findet sich in [LEDE 73].

Der  $3/2^-$ -Zustand des  $^{77}\text{Br}$  zerfällt mit einer Halbwertszeit von 57h durch  $\hat{\alpha}^+$ -Zerfall zum  $3/2^-$ -Zustand des  $^{77}\text{Se}$ . Dieses Niveau wiederum zerfällt, unter Aussendung eines  $\tilde{\alpha}$ -Quantes mit 755 keV, in den  $5/2^-$  Zustand des  $^{77}\text{Se}$ . Dieser Zwischenzustand hat eine charakteristische Lebensdauer von 9,68(6) ns, und geht unter Emission des zweiten  $\tilde{\alpha}$ -Quants mit einer Energie von 249 keV in den  $1/2^-$ -Grundzustand des  $^{77}\text{Se}$  über.

Es laufen aber nur etwa 1,2% aller Zerfälle des  $^{77}\text{Br}$  über diese  $\tilde{\alpha}$ - $\tilde{\alpha}$ -Kaskade, so daß alle anderen von den Detektoren registrierten Zerfallsereignisse nur zu zufälligen Koinzidenzen führen. Somit ist jede Messung mit einem relativ großen Untergrund behaftet.

### II.2.2. Energiespektrum

Auf den beiden folgenden Seiten (Abb. II.2.2.a,b) ist das Energiespektrum einer am Bonner Zyklotron mit 33 MeV  $\alpha$ -Teilchen bestrahlten Probe dargestellt. Es handelt sich dabei um Te dotiertes GaAs mit einer Dotierung von  $10^{16}/\text{cm}^3$ . Bei dieser geringen Dotierung ist die Wahrscheinlichkeit für  $\alpha, xn$ -Reaktionen vom Te aus so niedrig, daß dieses Spektrum dem von bestrahltem SI-GaAs entsprechen sollte. Aufgenommen wurde das Spektrum 6 Tage nach Bestrahlung mit einem Ge-Detektor in 21 cm Abstand. Es wurde versucht möglichst viele Linien anhand von [LEDE 73] zu identifizieren. Angegeben sind die Isotope, sowie der Anteil der Linien an deren Zerfall. Die folgende Abb.2.1 zeigt ein Energiespektrum der gemessenen SI-GaAs Probe, aufgenommen mit einem  $\text{BaF}_2$ -Detektor der Meßapparatur, 3 Wochen nach der Bestrahlung.



Energiespektrum von Si-GaAs aufgenommen mit einem  $\text{BaF}_2$ -Detektor ca. 3 Wochen nach Bestrahlung mit  $\alpha$ -Teilchen. Eingezeichnet sind die Energiefenster für die Start- bzw. Stoplinien

Abb. II.2.1 Energiespektrum von SI-GaAs

Um die Energiefenster der Start und Stop Linien, auf welche die Messapparatur eingestellt wird, richtig setzen zu können, muß man zunächst anhand der Charakteristischen Linien z.B. einer  $^{60}\text{Co}$ -Quelle oder ähnlichem, eine Energieeichung durchführen. Erst danach können die Fenster für  $\tilde{\alpha}_1$  bzw.  $\tilde{\alpha}_2$  richtig gesetzt werden.

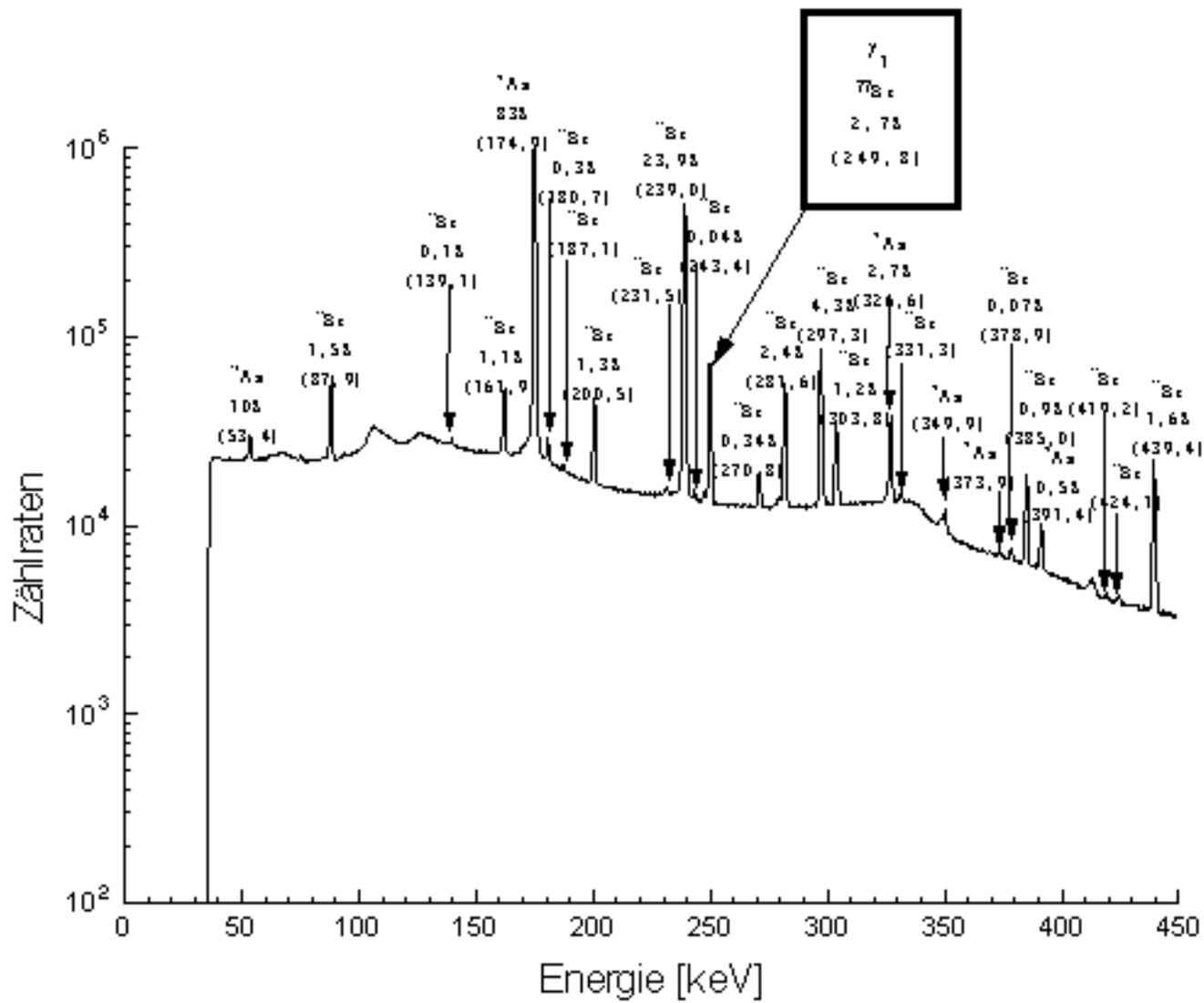


Abb.II.2.2.a Energiespektrum von GaAs nach  $\alpha$ -Bestrahlung



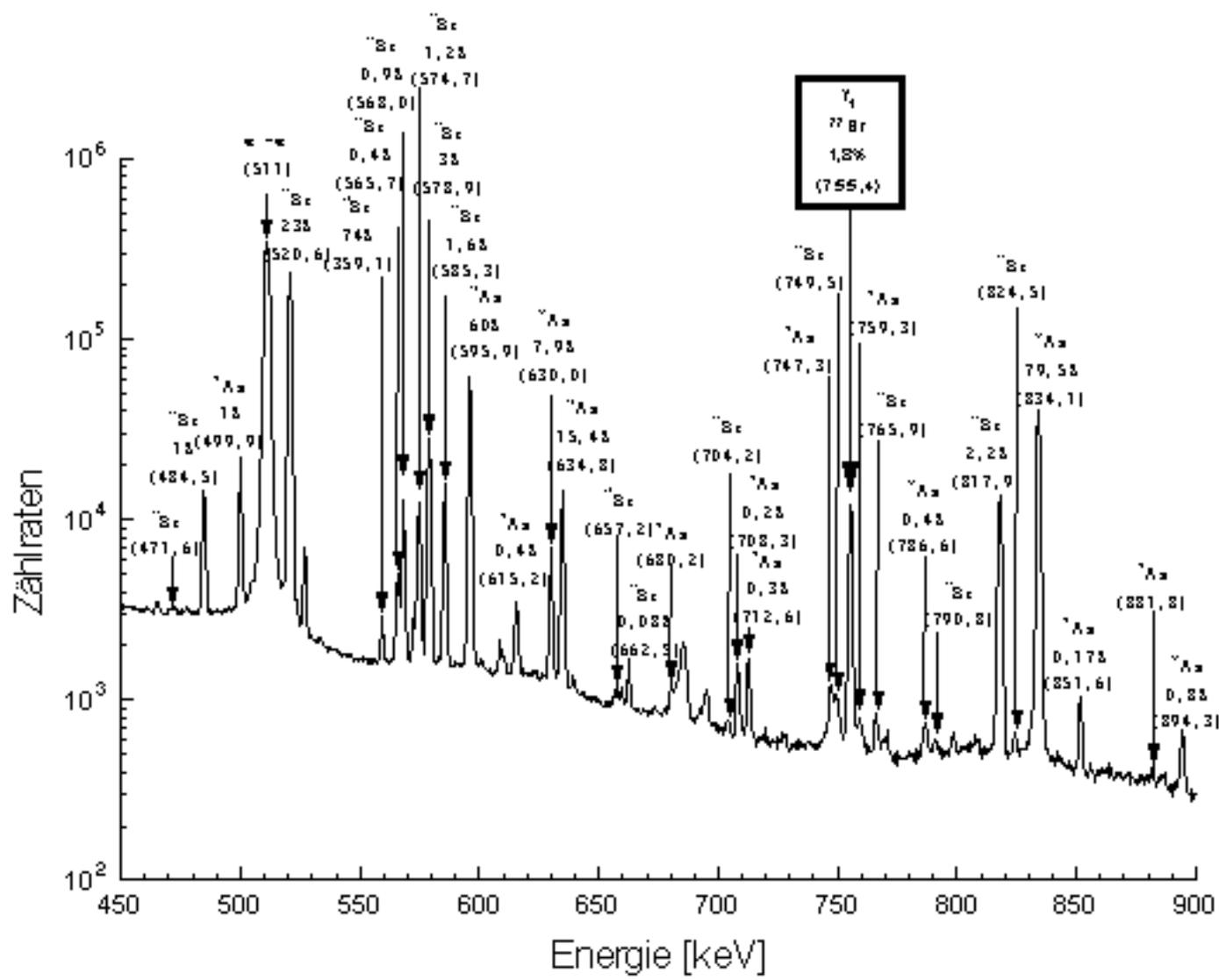


Abb.II.2.2.b Energiespektrum von GaAs nach  $\alpha$ -Bestrahlung



### II.2.3.Übersicht über die Sondenkernparameter von $^{77}\text{Br}$ ( $^{77}\text{Se}$ )

Mutterkern:  $^{77}\text{Br}$

Tochterkern :  $^{77}\text{Se}$

Halbwertszeit: 57h,  $\beta^+$ , EC

(Mutterkern)

Halbwertszeit des  $5/2^-$  Zwischeniveaus: 9,68(6) ns

(Tochterkern)

Quadrupolmoment des  $5/2^-$  Niveaus: 0,43(10)b

Sternheimerkorrekturfaktor ( $1-\tilde{a}$ ): 88 für  $\text{Se}^{2-}$

Energien, Multipolaritäten der :  $\tilde{a}_1$ : 755 keV

$\tilde{a}-\tilde{a}$  Kaskade                      99% M1, 1% E2

$\tilde{a}_2$ : 249 keV

100% E2

Anisotropiekoeffizienten :  $A_{22} = -0,455$

(theoretisch)                       $A_{24} = -0,524$

$A_{42} = 0,031$

$A_{44} = -0,036$

$^{77}\text{Br}$  erzeugt man z.B. durch eine  $\tilde{a}, 2n$  Kernreaktion nach  $\tilde{a}$ -Bestrahlung des  $^{75}\text{As}$  in GaAs (Rückstoßimplantation) oder es wird direkt in den Kristall implantiert. Die Unterschiede beider Verfahren wurden in [WEHN 93] herausgearbeitet.

Es wurden bereits einige Messungen [LOHM 91, SCHAE 92, WEHN 93] mit diesem Sondenkern durchgeführt. Wichtig für diese Arbeit, ist die Kenntnis des Ausheilverhaltens durch Annealing bei 850°C. Es zeigt sich [SCHA 92], daß nach Bestrahlung und anschließendem Tempern für 120 sec bei dieser Temperatur die Sondenkerne  $^{77}\text{Br}$  zu fast 100% einen einheitlichen EFG sehen. Dieser Feldgradient wird experimentell in  $\langle 111 \rangle$  Kristallachsenrichtung beobachtet. Die Wechselwirkungsfrequenz  $\nu_Q$  liegt bei etwa 299 MHz und ändert sich nicht mit der Meßtemperatur. Die Sondenkerne nehmen also alle die gleiche Art von Plätzen im Kristallgitter ein.

### II 3. Der Sondenkern $^{77}\text{Br}$ im GaAs-Kristallgitter

#### II.3.1 Einbau des Sondenkerns in den GaAs-Kristall

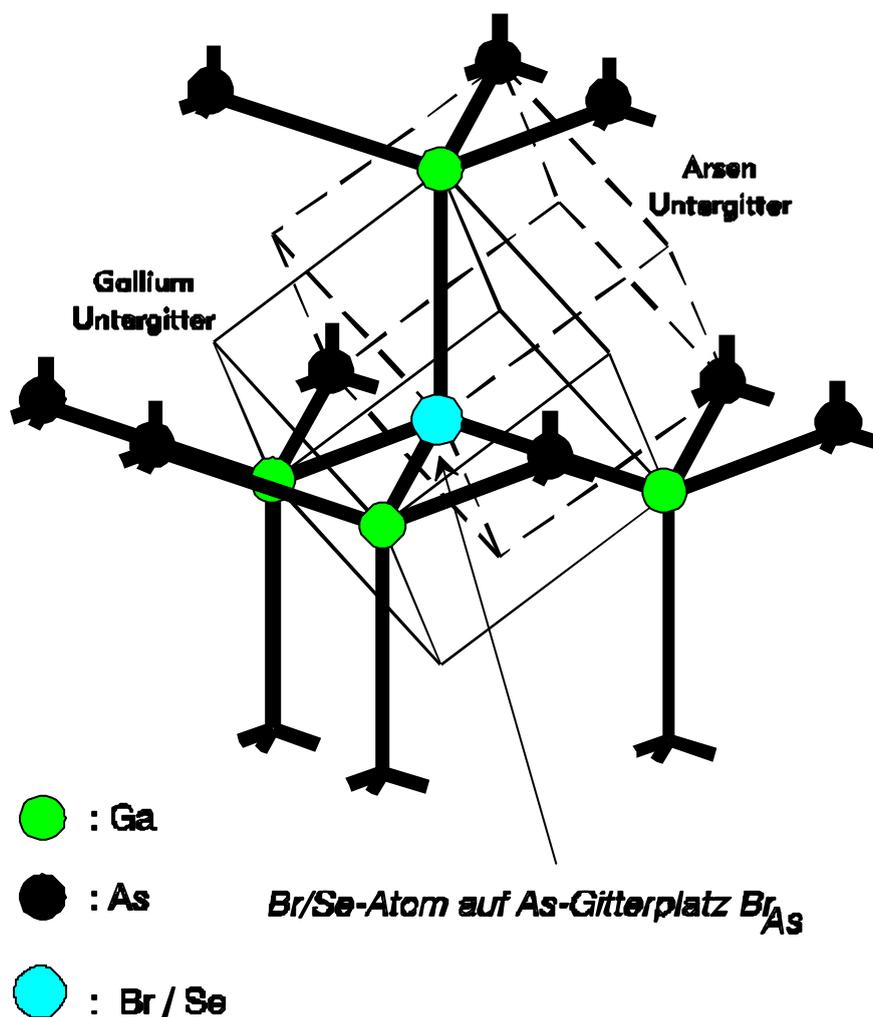
Es stellt sich die Frage, welchen Gitterplatz die Sondenatome  $^{77}\text{Br}$  nach Bestrahlung bzw. Implantation und anschließendem Ausheilen der Strahlungsschäden in unserem Wirtskristall GaAs einnehmen. Es gibt theoretische Rechnungen von G.Uliyashin et. al. [JULYA 91], die zeigen, daß F( wie Br ein Element der VII.-Hauptgruppe) in GaAs den As-Platz besetzt. Der kovalente Radius des Br (1,14 Å) liegen näher bei dem des Arsens (1,20 Å), als bei dem des Galliums (1,26Å). Der wahrscheinlichste Platz, den das Br-Atom im Gitter besetzt, ist also der eines Arsenatoms im Arsenuntergitter.

Aufgrund der Coulombwechselwirkung würde ein positiv geladenes Br-Atom einen negativ geladenen Gitterdefekt eingefangen werden. Es könnte sich dabei etwa um eine Arsenleerstelle ( $V_{\text{As}}$ ) oder einen Gallium-Antisite ( $\text{Ga}_{\text{As}}$ ) handeln. Beide sind Defekte des Arsenuntergitters. Berechnungen im Punktladungsmodell zeigen, daß solche Defekt Komplexe einen EFG aufweisen, dessen Hauptkomponente in  $\langle 110 \rangle$  Richtung zeigt. Experimentell beobachtet man jedoch einen EFG in  $\langle 111 \rangle$  Kristallachsenrichtung. Weiterhin kann die Bildung von Defektclustern am Ort der Probe

aufgrund der Axialsymmetrie des EFG ausgeschlossen werden.

Als mögliche Erklärung der experimentellen Resultate kann das Modell von Chadi und Chang [CHAD 90] herangezogen werden. Sie sagen voraus, daß ihr Modell für den EL2 auch auf Kation-Antisite-Defekte in III-V Halbleitern übertragbar ist. In unserem konkreten Fall handelt es sich um den Doppeldonor ( $^{77}\text{Br}$ ) auf einem Arsengitterplatz, für den diese Theorie anwendbar sein müßte.

Ähnlich wie beim EL2-Defekt sollte es zwei Niveaus in der Mitte der Bandlücke (++/+ bzw. +/0) geben [DABR 88]. Es ist jedoch nicht bekannt, welche der Konfigurationen stabil und welche metastabil ist. Auch weiß man nichts darüber, unter welchen Bedingungen ein Übergang zwischen beiden Zuständen stattfindet.



Das  $^{77}\text{Br}$  Sonden-atom besetzt voraussichtlich den Platz eines Arsenatoms im Arsenuntergitter des GaAs-Kristalls.

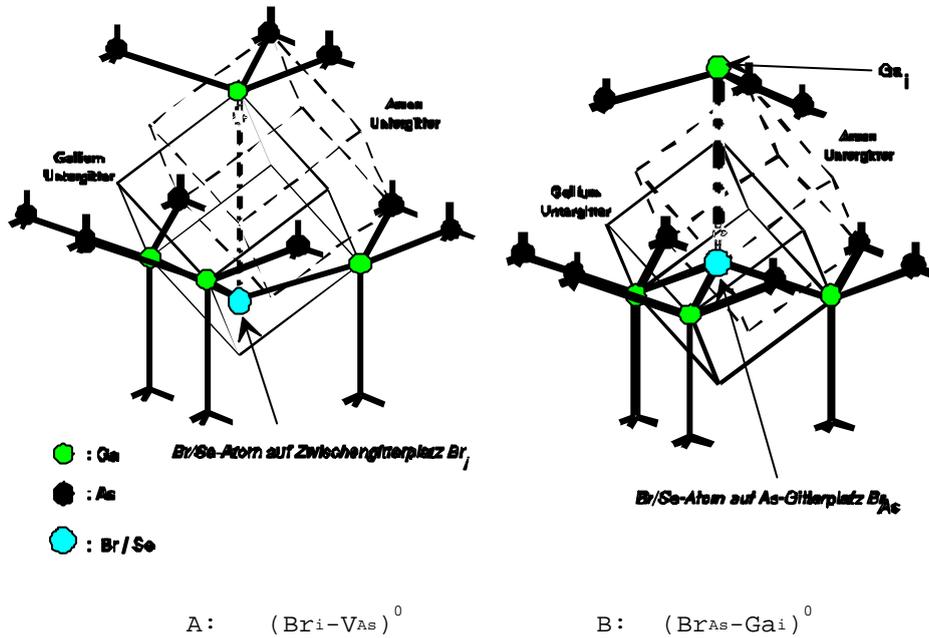
Abb.II.3.1 Modell des Sondenkernatom  $^{77}\text{Br}$  im GaAs-Kristallgitter

Das Br-Atom ist dabei von vier Ga-Atomen umgeben und sitzt auf einen Arsenuntergitterplatz (Kation-Antisite  $\text{Br}_{\text{As}}$ ).

Da aber hier das  $^{77}\text{Br}$  auf einem substitutionellen Gitterplatz sitzt, sieht es keinen EFG. Damit widerspricht aber diese Konfiguration dem experimentell gefundenen EFG mit  $\nu_{\text{Q}} = 299 \text{ MHz}$  in  $\langle 111 \rangle$ - Kristallachsenrichtung. Es liegt daher die Vermutung nahe, daß es sich bei dem beobachteten Zustand (analog zum EL2-M) um eine Art relaxierten Zustand handelt.

### II.3.2 Die Metastabilität des Defektes

Es gibt zwei Möglichkeiten wie man sich diesen relaxierten Zustand im mikroskopischen Modell vorstellen kann.



Es gibt zwei Möglichkeiten wie man sich den relaxierten Br Zustand vorstellen kann. Das  $^{77}\text{Br}$ -Atom kann (analog zum EL) auf einen Zwischengitterplatz wandern und eine Leerstelle im As-Untergitter hinterlassen (A). Es besteht aber auch die Möglichkeit, daß ein dem  $^{77}\text{Br}$  benachbartes Ga-Atom seinen Gitterplatz verläßt, auf einen Zwischen-gitterplatz wandert, um eine Leerstelle im Ga-Untergitter hinterläßt (B).

Abb. II.3.2

Mögliche Struktur des relaxierten Br-Zustandes

Zum einen kann das Sondenkernatom seinen substitutionellen Gitterplatz verlassen und in  $\langle 111 \rangle$  Richtung auf einen Zwischengitterplatz wandern (siehe A). Eine weitere Möglichkeit besteht darin, daß das Br-Atom auf seinem substitutionellen Gitterplatz bleibt und sich stattdessen eines der vier benachbarten Galliumatome verschiebt. Es wandert von seinem regulären Gitterplatz auf einen Zwischengitterplatz ( $\text{Ga}_i$ ) (siehe B). Beide Konfigurationen sind von der Theorie her möglich [DABR 88]. Betrachtet man nun diesen Defekt, so müßte ein Übergang in den fundamentalen Zustand (Abb. II.3.1) durch Photoionisation möglich sein. Dies würde sich in einer Änderung des EFG in der Sondenkernumgebung manifestieren. Bei einer PAC-Messung würde daher ein weiterer Anteil  $f_2$  in der Störfunktion auftauchen. Der Anteil der Sondenkernatome, die einen einheitlichen EFG mit  $\nu_Q = 299$  MHz sehen, würde sich verringern.

### **III. Die Meßmethode**

Zur Untersuchung dieses Defektes bedienen wir uns der gestörten  $\alpha$ - $\alpha$ -Winkelkorrelation, auf die hier kurz eingegangen wird. Die exakte Theorie kann in [FRAU 65] oder deren Zusammenfassung in [SCHA 92] nachgelesen werden.

Die gestörte  $\alpha$ - $\alpha$  Winkelkorrelation kurz PAC (**P**erturbed **A**ngular **C**orrelation) bedient sich der Zeit- und Richtungsabhängigkeit der Emission von  $\alpha$ -Quanten einer  $\alpha$ - $\alpha$  Kaskade aus dem radioaktiven Zerfall eines Atomkerns. Es handelt sich um eine Methode, die sensitiv auf die Gitterumgebung der eingebrachten radioaktiven Sondenatome ist. Es können mit ihr Defekte oder Defektkomplexe in Kristallgittern untersucht werden.

#### **III.1. Theorie**

##### **III.1.1 Die gestörte $\alpha$ - $\alpha$ -Winkelkorrelation**

Im allgemeinen erfolgt die Aussendung von  $\alpha$ -Quanten beim radioaktiven Zerfall eines Atomkerns gleichverteilt in alle Raumrichtungen. Weist man jedoch in einer  $\alpha$ - $\alpha$  Kaskade das erste  $\alpha$ -Quant  $\alpha_1$  in einer bestimmten Richtung nach, so bedeutet dies aus Drehimpulserhaltungsgründen eine bevorzugte Orientierung des Kernspins  $I$  des Zwischenniveaus. Bezüglich dieser nun ausgezeichneten Raumrichtung kann jetzt ebenfalls aus Drehimpulserhaltungsgründen die Aussendung des zweiten  $\alpha$ -Quants  $\alpha_2$  nur in bestimmte Richtungen, d.h. unter Benachteiligung anderer Raumrichtungen erfolgen.

Dies bedeutet, daß die  $m$ -Unterzustände des durch den Kernspin  $I$  charakterisierten Zwischenniveaus, ungleich besetzt werden.

Die beobachtete Winkelverteilung  $W(\tilde{\alpha})$  ( $\tilde{\alpha}$  ist der Winkel zwischen den Emissionsrichtungen  $\vec{k}_1$  und  $\vec{k}_2$  der beiden emittierten  $\tilde{\alpha}$ -Quanten), läßt sich nach Legendrepolynomen  $P_k$  entwickeln:

$$W(\mathbf{u}) = \sum_{k=0}^{k_{\max}} A_{kk} P_{kk}(\cos \mathbf{u}) \quad \text{III.1}$$

Die Entwicklungskoeffizienten  $A_{kk}$  dieser Reihe heißen Anisotropiekoeffizienten und werden durch den Kernspin  $I$  und die Multipolaritäten  $L_1, L_2$  der beiden  $\tilde{\alpha}$ -Quanten festgelegt. Der Maximalwert von  $k$ ,  $k_{\max}$  erfüllt die Bedingung  $k_{\max} \leq \text{MIN}(2I, 2L_1, 2L_2)$  und darf aufgrund der Paritätserhaltung nur gerade Werte annehmen.

Ein elektrischer Feldgradient EFG am Kernort des Sondenatoms verursacht eine Hyperfeinwechselwirkung, die anschaulich zu einer Präzession des Kernspins  $I$  um die Richtung des EFG führt. Das Zwischenniveau spaltet in seine  $m$ -Unterzustände auf. Die Präzessionsbewegung entspricht dann einer periodischen Umbesetzung dieser  $m$ -Unterzustände. Die allgemeine Winkelverteilung muß um diese zeitabhängige Störung  $G_{kk}(t)$  erweitert werden. Für eine statistische Gleichverteilung der Richtung des EFG im Bezug auf die Nachweisrichtung  $k_1$  von  $\tilde{\alpha}_1$  erhält man dann [FRAU 65]:

Ein EFG ist mathematisch betrachtet ein Tensor  $V_{ij}$  ( $i, j = x, y, z$ ). Da sich am Kernort keine Ladungen befinden, die zum EFG beitragen, gilt für den in sein Hauptachsensystem

$$W(\mathbf{u}) = \sum_{k=0}^{k_{\max}} A_{kk} G_{kk}(t) P_{kk}(\cos \mathbf{u}) \quad \text{III.2}$$

transformierten Tensor die Laplacegleichung:

$$\Delta V = V \quad \text{III.3}$$

Damit kann also eine Beschreibung des EFG mit nur zwei Größen erfolgen.

Nach Konvention setzt man  $|V_{xx}| \leq |V_{yy}| \leq |V_{zz}|$  und gibt die Maximalkomponente  $V_{zz}$  und den Asymmetrieparameter  $\varphi = (V_{xx} - V_{yy})/V_{zz}$  an. Beide Parameter des EFG sind in der

Störfunktion  $G_{kk}(t)$  enthalten. Praktisch wird jedoch anstelle von  $V_{zz}$  meist die Quadropolkopplungskonstante  $\tilde{\omega}_Q = (e Q V_{zz})/\hbar$  zur Charakterisierung eines EFG angegeben. Hierbei ist  $Q$  das Kernquadropolmoment.

Die Energien des Zwischenniveaus lassen sich als Funktion von  $\varphi$  darstellen; für den Fall  $I = 5/2$  (beim Sondenkern  $^{77}\text{Br}$ ) ergibt sich [GERD 69]:

$$E_{\pm 3/2} = E_0 + 2\mathbf{a}\hbar\mathbf{w}_Q \cos\left(\frac{1}{3}(\mathbf{p} + \arccos \mathbf{b})\right)$$

III.4.1

III.4.2

III.4.3

mit

$$\mathbf{w}_Q = \frac{e Q V_{zz}}{4I(2I-1)\hbar}$$

$$\mathbf{a} = \sqrt{\frac{28}{3}(3 + \mathbf{h}^2)}$$

$$\mathbf{b} = \frac{80(1 - \mathbf{h}^2)}{\mathbf{a}^3}$$

Die Aufspaltung der m-Unterstufen erfolgt im axialsymmetrischen Fall ( $\varphi=0$ ) äquidistant. Aus den Energiedifferenzen der Unterzustände errechnen sich dann die folgenden Wechselwirkungsfrequenzen  $\tilde{\omega}_1, \tilde{\omega}_2, \tilde{\omega}_3$ , die sich im axialsymmetrischen Fall wie 1:2:3 verhalten.

$$\begin{aligned}
 \mathbf{w}_0 &= 0 \\
 \mathbf{w}_1 &= 2\sqrt{3}\mathbf{a}\mathbf{w}q \sin(1/3 \arccos \mathbf{b}) \\
 \mathbf{w}_2 &= 2\sqrt{3}\mathbf{a}\mathbf{w}q \sin(1/3(\mathbf{p} - \arccos \mathbf{b})) \\
 \mathbf{w}_3 &= \mathbf{w}_1 + \mathbf{w}_2
 \end{aligned}
 \tag{III.5}$$

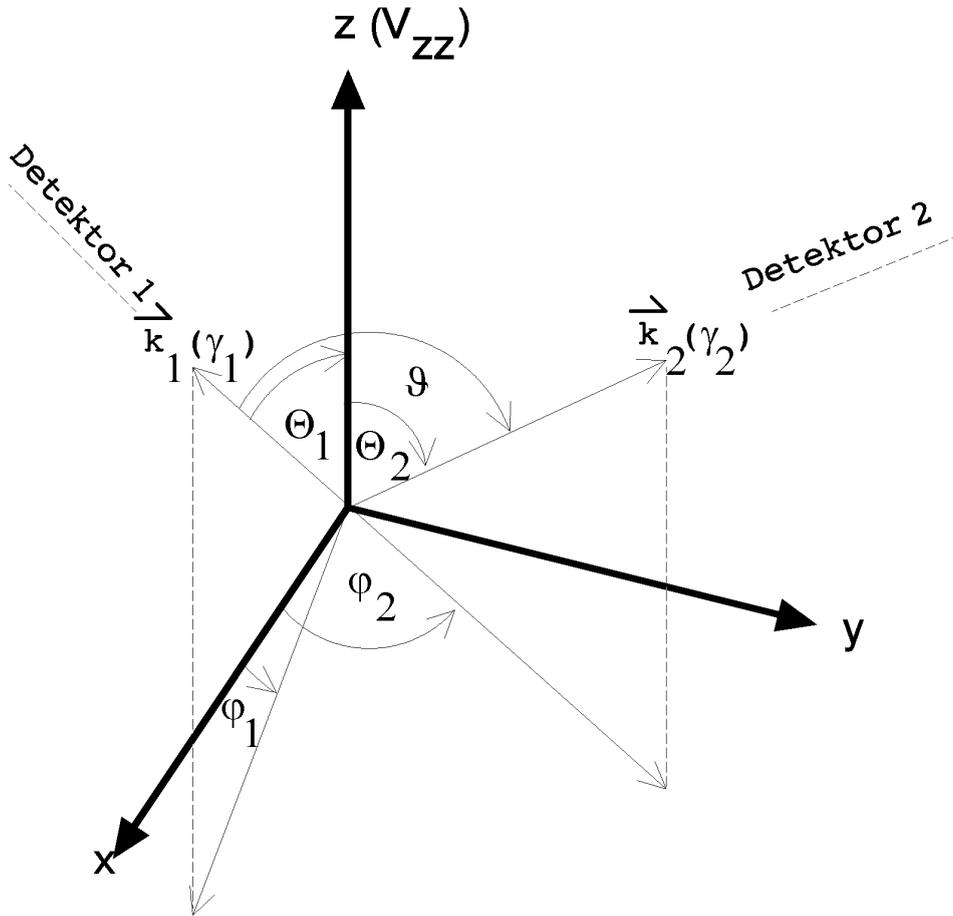
Da beim Sondenkern  $^{77}\text{Br}$  der Anisotropiekoeffizient  $A_{44}$  gegenüber  $A_{22}$  vernachlässigbar ist, tritt als einzige Störfunktion  $G_{22}(t)$  auf, die sich im Fall  $I=5/2$  als Überlagerung dieser drei Wechselwirkungsfrequenzen darstellen lässt:

$$G_{22}(t) = \sum_{n=0}^3 s_{2n}(\mathbf{h}) \cos(\mathbf{w}_n(\mathbf{h})t)
 \tag{III.6}$$

Die  $s_{2n}$  sind Fourierkoeffizienten, die im polykristallinen Fall nur noch von  $\varphi$  abhängen.

Gegenüber den Achsen eines Einkristalls hat das Hauptachsensystem des EFG eine feste Lage. Dadurch ist im Gegensatz zu einer polykristallinen Probe eine weitere Raumrichtung neben der Emissionsrichtung  $\vec{k}_1$  ausgezeichnet.

Die Störfunktion wird dann abhängig von der in der folgenden Abbildung dargestellten Lage der Detektoren in Hauptachsensystem des EFG



Die Störfunktion ist im Fall einer einkristallinen Probe abhängig von der Lage der Detektoren relativ zum Hauptachsensystem des EFG

Abb.III.1.1 Detektoren im Hauptachsensystem des EFG

Die Richtungskorrelationsfunktion

nimmt dann folgende allgemeine Form an [FRAU 65]:

$$W(\Theta_{1,-1}, \Theta_{2,-2}) = \sum_{\substack{N_1, N_2 \\ k_1, k_2}} A_k(\mathbf{g}_1) A_k(\mathbf{g}_2) G_{k_1 k_2}^{N_1 N_2}(t) ((2k_1 + 1)(2k_2 + 1))^{-1/2} Y_{k_1}^{N_1*}(\Theta_{1,-1}) Y_{k_2}^{N_2}(\Theta_{2,-2})$$

III.7

Hierbei sind  $G_{k_1 k_2}^{N_1 N_2}(t)$  die Störfunktionen und  $Y_k^N(\Theta, \_)$  die Kugelflächenfunktionen.  $\Theta_{1,-1}$  und  $\Theta_{2,-2}$  entsprechen den in der Abbildung III.1 eingezeichneten Winkeln.

Diese Gleichung lässt sich für den Spezialfall  $l=5/2$  unter Verwendung effektiver  $s_n$ -Koeffizienten in die Form

$$W(\Theta) \quad \text{III.8}$$

bringen, wobei

$$G(\mathbf{u}, t) = \sum_{n=0}^3 s_n^{\text{eff}}(\Theta_1, -1, \Theta_2, -2, \mathbf{h}) \cos(\mathbf{w}_n t) \quad \text{III.9}$$

formal der Störfunktion  $G_{22}$  der polykristallinen Substanzen entspricht.

Allerdings hängen die  $s_n^{\text{eff}}$  jetzt von der Lage der Detektoren im Hauptachsensystem des EFG und von den sondenspezifischen Anisotropiekoeffizienten  $A_{22}, A_{24}, A_{42}, A_{44}$  [PÜTZ 82] ab.

Durch Winkelkorrelationsmessungen an Einkristallen lässt sich demzufolge auch die Orientierung des EFG im Kristallgitter bestimmen. Das Verfahren zur Berechnung ist in [WEGE 85] ausführlich dargestellt.

### III.1.2 Auswertung der Spektren

In PAC-Messungen wird die mit der Störfunktion  $G_{22}(\tilde{\alpha}, t)$  modulierte Lebensdauerkurve des Zwischenniveaus aufgenommen [PÜTZ 82]:

$$Z(\mathbf{u}, t) = Z_0 e^{-\frac{t}{\tau}} (1 + A_{22} G_{22}(\mathbf{u}, z) P_2(\cos \mathbf{u})) \quad \text{III.10}$$

Bei Messungen an Einkristallen zeigen die Detektoren für die  $\tilde{\alpha}$ -Quanten der  $\tilde{\alpha}$ - $\tilde{\alpha}$ -Kaskade jeweils in Richtung gleichindizierter Kristallachsen. Wenn die Detektoren entlang der  $\langle 100 \rangle$  oder  $\langle 110 \rangle$ -Achsen ausgerichtet sind, werden also Ereignisse unter  $\tilde{\alpha}_1 = 180^\circ$  und  $\tilde{\alpha}_2 = 90^\circ$  beobachtet, während für eine  $\langle 111 \rangle$  Messung  $\tilde{\alpha}_1 = 180^\circ$  und  $\tilde{\alpha}_2 = 110^\circ$  bzw.  $\tilde{\alpha}_1 = 180^\circ$  und  $\tilde{\alpha}_2 = 70^\circ$  beträgt..

Der Einfluß der Lebensdauer kann durch Bildung eines Asymmetrieverhältnisses  $R(t)$ , dem sogenannten R-Wert, eliminiert werden:

$$R(t) = 2 \frac{Z(180_{-}, t) - Z(90_{-}, t)}{Z(180_{-}, t) + 2 Z(90_{-}, t)} \quad \text{III.11}$$

Für Messungen mit Detektoren in Richtung der  $\langle 110 \rangle$  und der  $\langle 111 \rangle$ -Kristallachsen gilt in guter Näherung [SCHA 92]:

$$3 + A_{22} (G_{22}(180^\circ, t) + 2G_{22}(\tilde{\alpha}_2, t)) \approx 3 \quad \text{III.12}$$

Damit folgt

$$R(t) = \frac{2}{3} A_{22} (G_{22}(180^\circ, t) - G_{22}(\tilde{\alpha}_2, t)) \quad \text{III.13}$$

### III.1.3 Der Angleich der theoretischen Funktionen

Der erste Schritt der Auswertung einer PAC-Messung besteht zunächst in der Berechnung des Asymmetrieverhältnisses  $R(t)$  (III.11). Dann wird eine theoretische Störfunktion an die R-Wert Daten angepaßt. Hierzu wird ein Fitprogramm benutzt, das nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate arbeitet. Da im allgemeinen nicht alle Sondenkerne dem gleichen EFG unterliegen, kann sich die Störfunktion aus verschiedenen Anteilen zusammensetzen:

$$G(t) = \sum_i f_i G_i(t) \quad \text{mit} \quad \sum_i f_i = 1 \quad \text{III.14}$$

Hierbei wird den verschiedenartigen Wechselwirkungen, denen die Sondenkerne unterliegen, durch verschiedene Anteile  $f_i$  mit den dazugehörigen Störfunktionen  $G_i(t)$  Rechnung getragen. Sitzt z.B. ein Teil der Sonden auf einem substitutionalen Platz des GaAs-Gitters, dessen Umgebung im Abstand mehrere Gitterabstände durch ungestörte Symmetrie gekennzeichnet ist, so erfährt dieser Anteil (z.B.  $f_0$ ) keine Störung durch einen EFG am Kernort und wird durch

$$f \quad \text{III.15}$$

beschrieben. Ist die Umgebung eines Teils der Sondenkerne (z.B.  $f_1$ ) im Abstand einiger Gitterkonstanten zur Sonde durch Gitterdefekte gestört, können im allgemeinen zwei Fälle unterschieden werden. Zum einen gibt es die sogenannte "einheitliche" Störung, die z.B. durch einen Defekt erzeugt wird, welcher sich an der substitutionell platzierten Sonde ausschließlich in Richtung gleichartig induzierter Kristallachsen und ausschließlich im gleichen Abstand zur Sonde anlagert. Dieser EFG erzeugt ein Wechselwirkungsmuster, das im Falle einkristalliner Proben durch eine Störfunktion der Art

$$G(\mathbf{u}, t) = \sum_{n=0}^3 s_n^{\text{eff}}(\Theta_{1,-1}, \Theta_{2,-2}, \mathbf{h}) \cos(\mathbf{w}_n t) \quad \text{III.16}$$

beschrieben wird.

Zum anderen kann jedoch die durch den EFG erzeugte Störfunktion lorentzförmig um einen Mittelwert  $\tilde{u}$  mit einer zugehörigen Breite  $\tilde{\Delta}$  verteilt sein. In diesem Fall spricht man von einem "uneinheitlichen" EFG. Die Störfunktion muß dann um einen exponentiellen Anteil erweitert werden, was zu einer Dämpfung des "einheitlichen" Wechselwirkungsmusters führt. Man erhält z.B. im Fall polykristalliner Proben [PÜTZ 82]:

$$f_1 G_I(\mathbf{u}, t) = f_1 \sum_{n=0}^3 s_{2n}(\mathbf{h}) \cos(\mathbf{w}_n t) e^{-w_n(\mathbf{h}) t} \quad \text{III.17}$$

Da im Falle unserer Messung  $\ddot{a}=\dot{\varphi}=0$  gesetzt werden, wurde eine Funktion der folgenden Art angefitet:

$$G_{22}(t) = f_1 A_{22} \sum_{n=0}^3 s_n^{\text{eff}} \cos(\mathbf{w}_n t) + f_2 A_{22} \quad \text{III.18}$$

mit  $\tilde{u}_n = n\tilde{u} = 2n\delta_{v_Q}$  ;  $v_Q$  : Wechselwirkungsfrequenz

$f_1$  bezeichnet einen Anteil, der einen einheitlichen EFG sieht,  $f_2$  einen zweiten Anteil, der einen weiteren (geänderten) EFG sieht. Dieser zweite auftretende EFG sollte, da das Sondenkernatom nach dem Übergang auf einem kubischen Gitterplatz sitzen sollte, ungestört sein.

### III.2. Die Meßapparatur

Zur Messung unserer Spektren wurde eine Apparatur mit sehr hoher Zeitauflösung (FWHM = 200-300 psec bei 755 keV / 249 keV [SCHA 92]) verwendet, da die Lebensdauer der  $^{77}\text{Br}$  nur 9,68 nsec beträgt und damit eine hohe Anforderung an die Winkelkorrelationsmaschine stellt. Das Blockschaltbild der verwendeten 3-Detektor-Winkelkorrelations-Messapparatur, die mit  $\text{BaF}_2$ -Detektoren bestückt ist, befindet sich auf der folgenden Seite ( Abb III.2).

Eine genaue Beschreibung des Funktionsprinzips findet man in [SCHA 87, SCHA 92], die die Optimierung dieser Apparatur auf eine hohe Zeitauflösung hin dokumentieren. Es sei hier lediglich erwähnt, daß bei dieser Apparatur im Gegensatz zu herkömmlichen Winkelkorrelationsmaschinen nur drei, statt der sonst üblichen vier Detektoren verwendet werden. Das Funktionsprinzip, welches auf dem mit Fast-Slow-Prinzip beruht, ist jedoch das gleiche. Der Detektor A mißt jeweils für eine bestimmte Zeit in Position A und fährt dann auf Position A<sup>\*</sup>. Dort mißt er wiederum während einer gleichen Zeitspanne und wechselt wieder in die Ausgangsposition usw. Es werden 8-Spektren mit jeweils 1024 Kanälen aufgenommen. Für die Auswertung wird ein spezielles Programm benutzt, da alle Spektren, bei denen der fahrbare Detektor sich in Position A<sup>\*</sup> befindet, gespiegelt aufgezeichnet werden.

Mit Hilfe dieser Apparatur wurden alle Messungen durchgeführt.

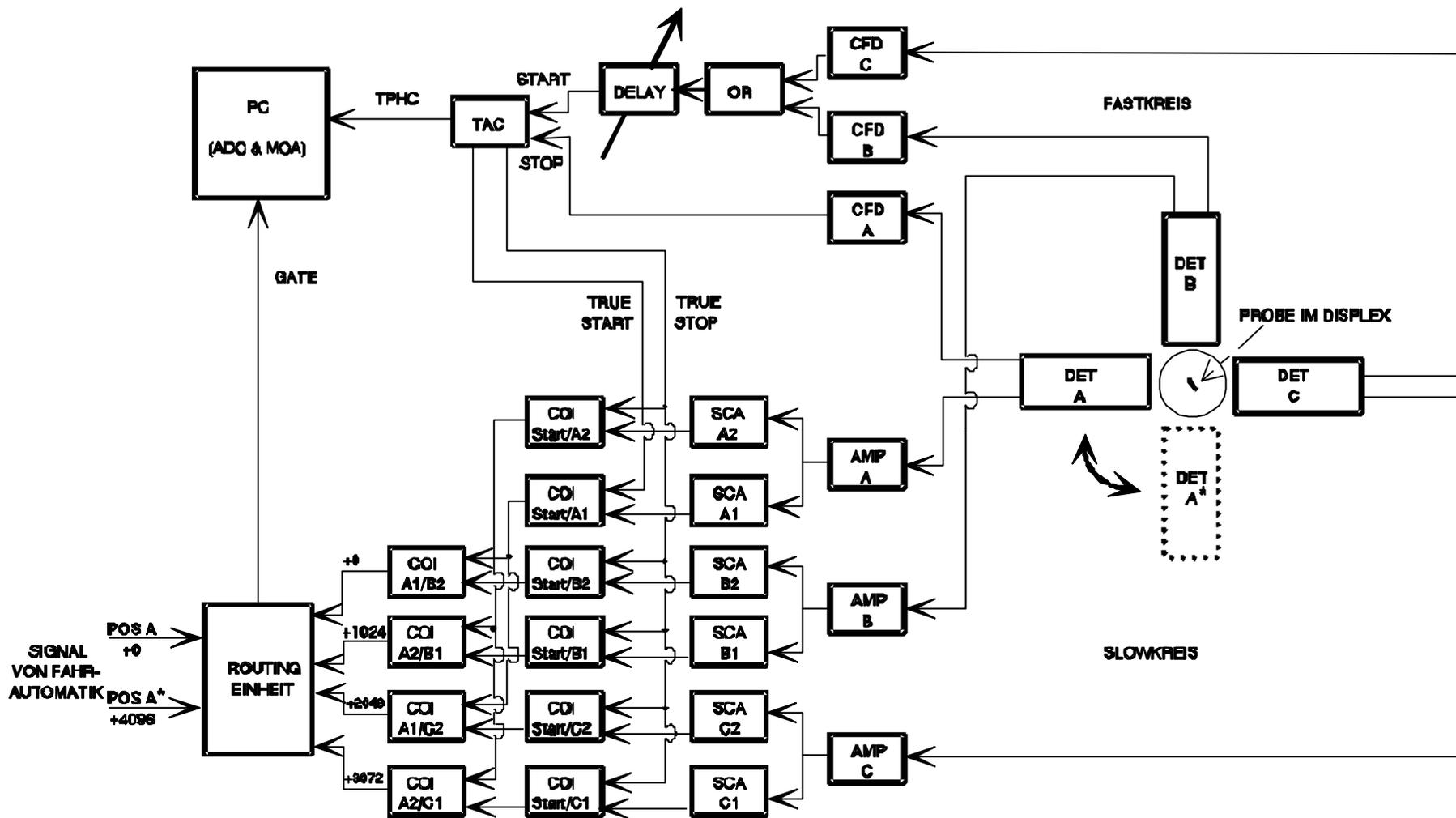


Abb.III.2.1 Blockschaltbild der 3-Detektor-Winkelkorrelations-Messapparatur



## **IV. Beleuchtungseinrichtung und neuer Probenhalter**

### **IV.1 Der Displex**

Der Displex der Firma Airproducts ist ein geschlossenes Kühlsystem, das mit Helium betrieben wird. Es erlaubt variable Kühlung zwischen Zimmertemperatur (300 K) und 10 K. Das System besteht aus einem Kompressormodul mit den elektrischen Kontrollanzeigen und der Displex-Steuerung, flexiblen He-Leitungen für die Verbindung, sowie dem eigentlichen Expansionsmodul. Außerdem existiert noch ein Pumpstand, mit dessen Hilfe die Luft aus dem Expansionsmodul abgesaugt wird. Für dieses Expansionsmodul wurde eine neue Aufsatzkappe samt Beleuchtungseinrichtung konzipiert, die den Probenhalter vakkumdicht umschließt.

Im Expansionsmodul, an das der Probenhalter angeschraubt wird, befindet sich ein zweistufiges Expansionsystem.

Es wird hier nicht weiter auf das Funktionsprinzip des Displex eingegangen, dafür sei auf die entsprechende Literatur [FAST 73] verwiesen.

An der Spitze der Hülle des zweiten Expansionskreises ist ein Innengewinde M6 angebracht, in das verschiedenartige Probenhalter eingeschraubt werden können.

Die Probenhalter müssen so konzipiert sein, daß sie in möglichst guten Wärmekontakt zum Expansionsmodul gebracht werden können (breite Anschraub-Auflagefläche). Über den Probenhalter wird dann eine Kappe z.B. aus Plexiglas gesteckt, die diesen vakkumdicht abschließt. Durch Abpumpen der die Probe umgebenden Luft wird diese nach außen hin thermisch völlig isoliert und befindet sich nur noch (über den Probenhalter) in Wärmekontakt mit der Kältemaschine (Displex). Jetzt ist lediglich noch Wärmestrahlung in der Lage die Probe zu erwärmen, so daß Temperaturen um 10 K erreicht werden können.

#### **IV.2 Zielsetzung**

Es war Ziel dieser Diplomarbeit, einen Defekt zu untersuchen, der bei tiefen Temperaturen unter Beleuchtung ein charakteristisches Verhalten aufweist.

Um dies überprüfen zu können, mußte für den bereits vorhandenen Displex eine neue Kappe konstruiert werden, die es erlaubt, Proben bei tiefen Temperaturen zu beleuchten.

Da später auch das elektrische Leitungsverhalten unter Beleuchtung bei tiefen Temperaturen studiert werden soll, wurde außerdem ein neuer Probenhalter für den Displex konstruiert. Dieser sollte es ermöglichen, Proben auf tiefe Temperaturen abzukühlen, um dann an ihnen Halleffekt- und Leitfähigkeits-Messungen durchführen zu können. Letzteres wurde bisher noch nicht getestet, da noch Probleme bei der Leitungszuführung in den Displex bestehen.

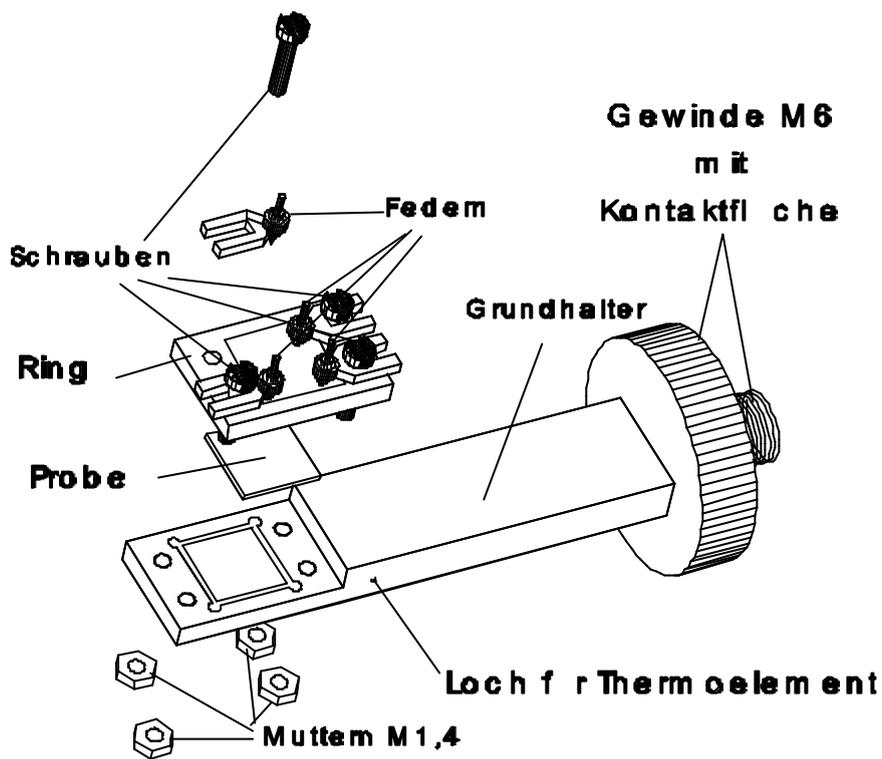
#### **IV.3 Der neue Probenhalter**

An die Konstruktion des Probenhalters wurden mehrere Anforderungen gestellt.

Zum einen muß das Material gute Wärmeleiteigenschaften besitzen, um die Proben auf möglichst tiefe Temperaturen abkühlen zu können. Andererseits darf die Probe nicht in Berührung mit elektrisch leitfähigem Material kommen, da sonst keine Leitfähigkeitsmessungen oder Halleffektmessungen durchgeführt werden können.

Weiterhin sollte die Probe leicht auszutauschen sein, d.h. es durften keine permanenten Leitungen zur Probe etwa durch Verlötung der Kontakte bestehen.

Mit der folgenden Konstruktion werden diese Anforderungen realisiert.:



Durch Verschraubung von Ring und Grundplatte sind die Proben leicht auswechselbar.

Der Halter besitzt eine große Kontaktfläche um eine gute Wärmeleitung zum Displex zu gewährleisten.

Abb.IV.1 Schematische Darstellung des Probenhalters

Der Probenhalter ist aus Kupfer gefertigt, um gute Wärmeleiteigenschaften zu garantieren.

Er besteht aus einem Grundhalter und einem rechteckigen Kupferring.

Der Grundhalter besitzt ein M6-Schraubgewinde, mit einer breiten runden Auflagefläche. Dadurch kann er leicht in den Kopf des Expansionsmoduls geschraubt werden und steht somit in gutem Wärmekontakt zu diesem.

Die elektrische Isolation erfolgt durch einen Nagellackfilm, der den gesamten Bereich, in dem sich später die Probe befinden wird, überzieht.

In den Grundhalter wurde ein Loch von 0.5 mm gebohrt, um dort, nahe bei der Probe, ein NiCrNi-Thermoelement zur Temperaturbestimmung hineinstecken zu können. Am Ort wo die Probenkristalle positioniert werden, befindet sich im Grundhalter ein 5 mm x 5 mm großes Loch. Damit soll verhindert werden, daß bei PAC-Messungen nicht zu viele  $\alpha$ -Quanten bereits im Kupfer absorbiert werden. Um dieses Loch herum wurde der Halter etwas eingefräst, um das Positionieren der Kristalle zu erleichtern. Proben, die mit diesem Halter gemessen werden, müssen in Länge und Breite zwischen 5 mm und 7 mm liegen. Die Dicke der Probe spielt hierbei keine allzu große Rolle, da durch die spätere Verschraubung von Ring und Halter der Abstand variiert werden kann.

Der Kupferring besitzt ein rechteckiges Loch von 7.2 mm x 7.2 mm. Auch er wurde innen durch Nagellack elektrisch isoliert. An seinen Ecken befinden sich Löcher mit einem Innengewinde von 1,4 mm Durchmesser, in welche entsprechende Schrauben gedreht werden können. Die Enden der Schrauben führt man durch die entsprechende Löcher am Grundhalter und verschraubt das ganze mit Sechskant-Muttern.

#### IV.3.1 Die Federn

Die Schrauben halten gleichzeitig jeweils eine Feder folgender Art:

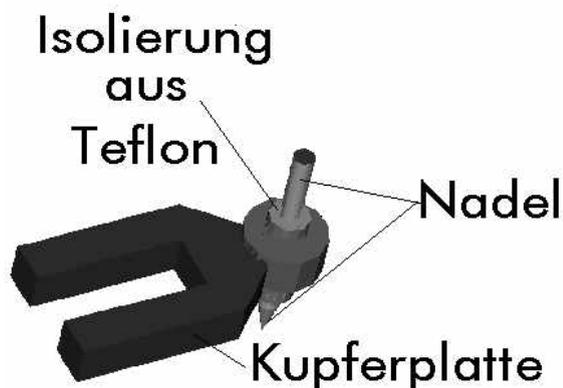


Abb. IV.2 Feder

Durch ein Stück Teflon wird die Nadel gegenüber der Feder isoliert.

An den Enden der Nadeln werden die Messleitungen angelötet

Das Langloch dient zur Justierung der Nadeln auf die, auf der Probe aufgebracht,

Die Feder besteht aus einer U-förmigen Kupferplatte, mit einem ringförmigen Kopf. Dieser Ring hat außen eine Durchmesser von

2 mm und einen Innenradius von 0,75 mm. In ihm befindet sich ein

Stück Teflon mit einem 1 mm großen Loch in der Mitte. Das Teflon dient zur

elektrischen Isolation der in dieses Loch eingeführten Nadel gegenüber dem Kupfer der Halterung.

Die Nadel ist aus hochwertigem Silberlot gedreht und hat eine Länge von ca. 8 mm. Ihre Spitze drückt später in die auf der Probe aufgebrauchten Kontakte. Damit ist gewährleistet, daß die Probenkontakte vollständig gegeneinander isoliert sind. Die Kupferplatte ist geformt wie ein U. Das Langloch dient zur Justierung der Federn auf die Kontakte der Probe. Am anderen Ende der Nadel wird die eigentliche Mess- oder Stromleitung für die Hallmessung angelötet. Alle vier angelöteten Leitungen werden auf einen Stecker geführt, der am Probenhalter durch eine Klammer fixiert ist. Das Gegenstück zum Stecker befindet sich am Displex. Somit kann der Probenhalter ohne Probleme ein- bzw. ausgebaut und schnell eine elektrische Verbindung mit den Nadeln hergestellt werden. Die Fixierung der Probe im Halter erfolgt ausschließlich durch den Anpressdruck der vier Nadeln.

Durch Auseinanderschrauben von Halter und Ring lassen sich die Probenkristalle leicht auswechseln.

#### **IV.3.2 Einbau einer Probe in den neuen Probenhalter**

Der Zusammenbau des Probenhalters geschieht folgendermaßen:

Man nimmt die Probe, legt sie in die Aussparung auf dem Grundhalter und schraubt die Federn mit Hilfe der Schrauben auf dem Ring locker fest. Die Schrauben steckt man nun durch die Löcher auf dem Grundhalter. Als nächstes werden die Federn justiert und Ring und Halter mit Hilfe von vier Sechskantmuttern zusammengeschaubt. Anschließend kontrolliert man noch einmal, ob die Spitzen der Nadel auch auf den Kontakten sitzen (am besten mit beleuchteter Lupe) und justiert gegebenenfalls noch einmal die Federn nach. Schließlich werden diese durch die Schrauben endgültig fixiert und die Muttern angezogen. Jetzt ist der Probenhalter fertig zum Einbau in den Displex. Er wird in den Displex eingeschraubt und die Steckerverbindung zu den Nadeln wird hergestellt. Um den Probenhalter in einer bestimmten Richtung zu orientieren, wird Indium zwischen Displex und Halter gelegt. So bleibt ein guter Wärmekontakt zum Halter gewährleistet.

#### **IV.4 Die neue Displexkappe mit Beleuchtungseinrichtung**

Ein Hauptaugenmerk dieser Arbeit lag bei der Testmessung des EL2 ähnlichen Defektverhaltens bei tiefen Temperaturen. Dazu mußte wie schon erwähnt eine neue Plexiglaskappe mit Beleuchtungseinrichtung konzipiert werden.

Das auf der folgenden Seite (Abb.IV.3) dargestellte Bild zeigt die neu konstruierte Kappe und ihre Funktion.

Sie besteht aus Plexiglas, dessen Wandstärke am Ort der Probe nur 1 mm beträgt. An ihrem Ansatz ist eine Nut eingefräst, in die Klammern zur Befestigung am Expansionsmodul greifen. Ein Dichtungsring aus Gummi sorgt für einen vakuumdichten Anschluß an das Expansionsmodul.

Auf der Kappe ist eine Doppelschiene aufgeklebt, auf der ein Reiter in vertikaler Richtung verschoben werden kann.

In diesen Reiter wird ein industriell gefertigter Halter für Lichtleiterkabel (Glasfasern) befestigt. Statt eines solchen Halters kann später auch eine Leucht(Infrarot)-Diode am Reiter angebracht werden.

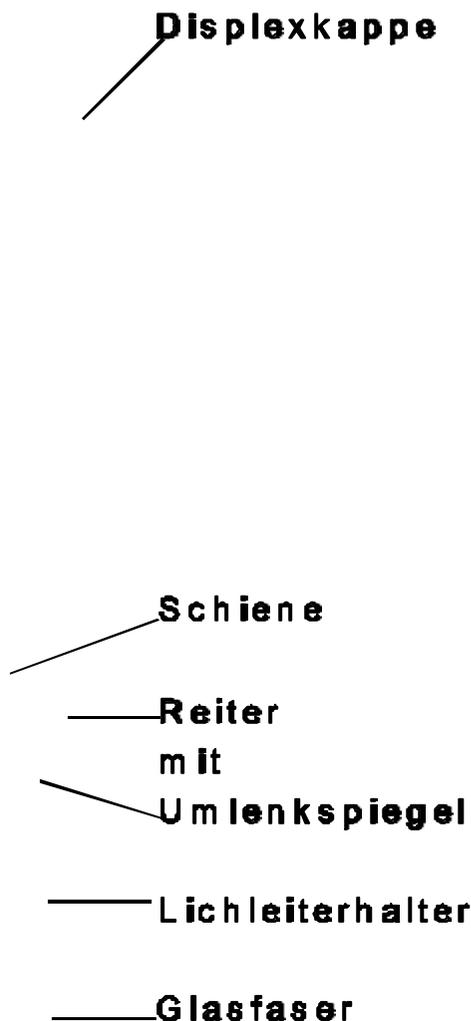
Der Reiter enthält weiterhin einen 1 cm<sup>2</sup> großen Glasspiegel der im Winkel von 45° zur optischen Achse des ankommenden Licht steht. Er dient dazu, das Licht um 90° in den Displex hinein zu spiegeln. Diese etwas umständliche Art der Lichtführung ergab sich, da der Abstand der Detektoren von der Probe möglichst gering bleiben sollte (Zählrate  $\sim 1/r^2$ ). Aus dem gleichen Grund wurde der Durchmesser der Displexxappe ebenfalls so klein wie möglich gehalten.

Die Kappe mit Beleuchtungseinrichtung wird mit einer schwarzen, lichtundurchlässigen Kunststoffolie verhüllt, die nur vom Ende des Lichtleitershalters bzw. Stromzuführung der Diode durchstoßen wird.

## Profilansicht

Expansionsmodulkopf  
mit  
Probenhalter

**Displexkappe**



**Schiene**

**Reiter**

mit

**Um lenkspiegel**

**Lichtleiterhalter**

**Glasfaser**

Abb.IV.3 Displexkappe mit Beleuchtungseinrichtung

Mit Hilfe eines Umlenkspiegels wird das Licht um  $90^\circ$  auf die Probe umgelenkt.

Der Lichtleiterhalter ist auch durch einen Halter für Dioden ersetzbar.

Auf der Schiene kann der Reiter in vertikaler Richtung verschoben werden.

In diesen Halter wurde für die durchzuführenden PAC-Messungen eine 600  $\mu$ m starke und etwa 3 m lange Multimode-Lichtleitfaser eingeführt. Es können für spezielle Messungen, bei denen die Frequenzen exakt stimmen sollten, auch Singlemode-Fasern in den Halter eingesetzt werden. Die Multimode Faser hat den Vorteil, daß sie ein relativ breites Frequenzspektrum abdeckt. Benutzt man einen Laser bei dem die Frequenz variierbar ist, so kann mit einer solchen Glasfaser ohne Umbau bei verschiedenen Frequenzen gemessen werden.

In diese Faser wurde mit Hilfe eines HeNe-Lasers und einer Linse monochromatisches Licht mit einer Wellenlänge von 643 nm eingestrahlt. Die Linse ist zum Einkoppeln des Lichtes in den Lichtleiter, bei der Verwendung eines Lasers als Lichtquelle, nicht unbedingt erforderlich. Sie dient lediglich der Fokussierung der Lichtquelle auf den Eingang der Glasfaser. Beim Laser genügt es jedoch, den Lichtleiter in den Laserstrahl zu bringen.

#### IV.4.1 Durchführung einer Messung mit Beleuchtung

Im folgenden sei der Versuchsaufbau und die Benutzung der Beleuchtungseinrichtung dargestellt. Abb. IV.4 zeigt die Anordnung der Geräte im Labor für eine solche PAC-Messung mit Beleuchtung bei tiefen Temperaturen.

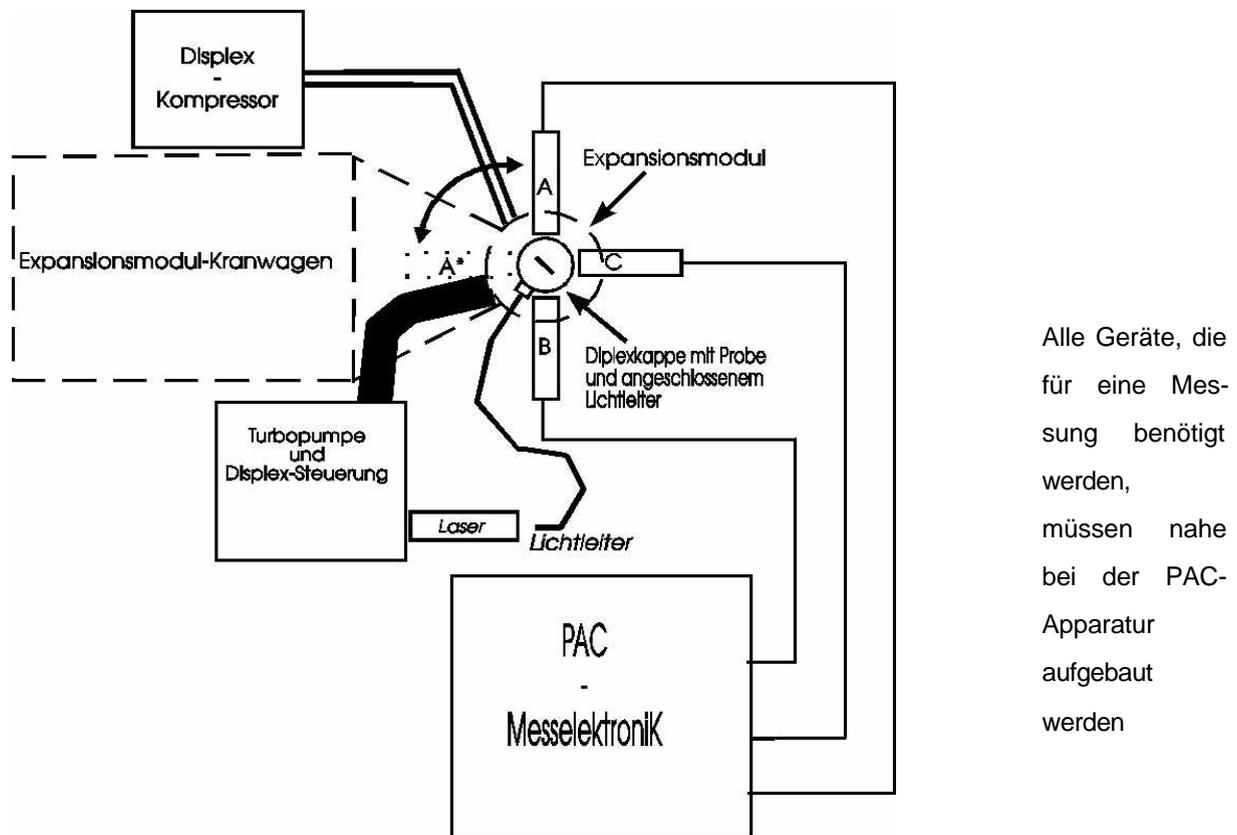


Abb.IV.4 Anordnung der Geräte für die Messung

Zuerst wird die Displexapparatur sowie Laser und Pumpstand aufgebaut und grob zwischen den Detektoren justiert. Alle Kabel für die Displexsteuerung und falls benötigt für ein Thermoelement werden verbunden. Weiterhin wird die Vakuumverbindung des Expansionsmoduls mit dem Turbopumpstand hergestellt.

Die Probe wird in einen Probenhalter eingesetzt und dieser in das Expansionsmodul des Displex eingeschraubt. Gegebenenfalls wird mit Hilfe von Indium der Probenhalter justiert.

Sollen Halleffektmessungen oder Leitfähigkeitsmessungen durchgeführt werden, so muß die Steckerverbindung zu den Kontakten auf der Probe hergestellt werden.

Anschließend wird die Displexkappe zunächst ohne Reiter so eingesetzt, daß durch die

Mitte der beiden auf der Kappe angebrachten Schienen die Probe gut sichtbar ist. Jetzt kann die Vorpumpe und anschließend die Turbopumpe eingeschaltet werden. Das eine Ende des Lichtleiters wird in den dafür vorgesehen Halter am Reiter gesteckt und bis zum Anschlag (Spiegel) geschoben.

(Achtung : Der Lichtleiter muß auch durch die Öffnung der schwarzen Abdeckfolie gesteckt werden, da er später nicht mehr entfernt werden sollte !)

Nun nimmt man den Reiter mit dem Lichtleiter, schiebt ihn auf die Schiene und positioniert ihn.

Der Laser wird eingeschaltet und das freie Ende des Lichtleiters solange im Laserstrahl justiert, bis am anderen Ende im Spiegel maximale Intensität des Lichtes vorliegt.

Man sollte nicht direkt in den Laserstrahl sehen, da die Strahlintensität sehr hoch ist und sonst Gefahr für die Augen besteht.

Das freie Ende des Lichtleiters wird in dieser Position fixiert (Schraubklemme) und der Reiter wird mit dem Lichtleiterhalter vertikal auf der Schiene solange verschoben, bis die Probe gut ausgeleuchtet ist. Der Reiter wird mit etwas Klebeband in dieser Position ebenfalls fixiert.

Der Laser kann nun wieder ausgeschaltet werden, darf aber nicht mehr bewegt werden, damit weiterhin eine gute Einkopplung des Lichtes in die Glasfaser garantiert ist. Ein- bzw. Ausschalten erfolgt über das separate Netzteil des Lasers.

Die Displexkappe samt Halter wird nun exakt zwischen den Detektoren so positioniert, daß die Probe auf deren Höhe liegt. Diese werden so nahe wie möglich an die Kappe herangefahren (geringer Abstand zur Probe).

Die ganze Apparatur wird dadurch fixiert, daß man durch Schrauben den Expansionsmodul-Kranwagen auf Stützen bockt.

Anschließend streift man die schwarze Folie über die Kappe und befestigt sie mit einem langen Kabelbinder oder einem Gummi am Expansionsmodul.

Jetzt kann man den Kompressor des Displex einschalten und die Probe auf die gewünschte Temperatur abkühlen.

## V Messergebnisse und Auswertung:

### V.1. Die erwarteten Ergebnisse

Die folgende Abbildung wurde von Wehner [WEHN 94] übernommen. Es handelt sich um eine Zusammenstellung der möglichen Störfunktionen  $A_{22}G_{22}$  für  $^{77}\text{Br}$ ( $^{77}\text{Se}$ ) im kubischen Einkristall.

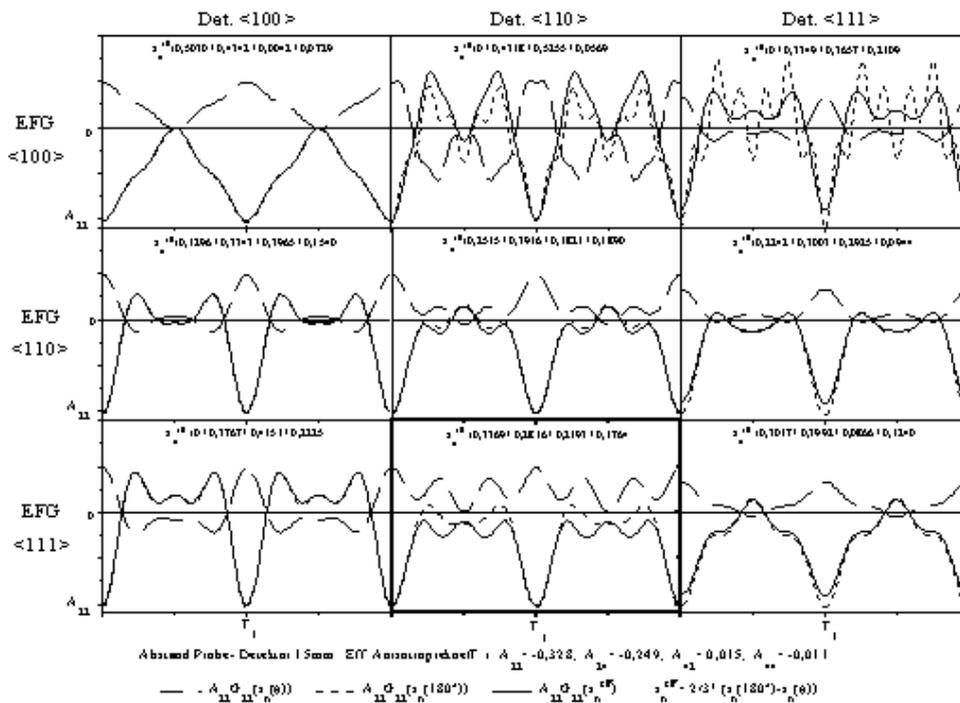


Abb.V.1 Darstellung der Störfunktionen für  $^{77}\text{Br}$ ( $^{77}\text{Se}$ ) im kubischen Einkristall

Anhand der Abb.V.1 kann man leicht bei bekannter Detektor-Orientierung Orientierung des EFG bestimmen. Die berechneten Funktionen für den Fall EFG in  $\langle 111 \rangle$ - und Detektoren in  $\langle 110 \rangle$ - Kristallachsenrichtung wurde dicker eingerahmt. Die durchgezogene Kurve gibt den Verlauf der bei den durchgeführten Messungen aufgenommen R-Werte qualitativ wieder.

Da jedoch in einem etwas größeren Detektorabstand (25mm) gemessen wurde, verändern sich die  $s_n^{\text{eff}}$  etwas, weil auch die Anisotropiekoeffizienten größer werden.

Um die experimentellen Anisotropiekoeffizienten bestimmen zu können, benötigt man eine Öffnungswinkelkorrektur, die die Geometrie der hier verwendeten 3-Detektorapparatur, sowie Sondenkern ( $^{77}\text{Br}$ ) und den Abstand Detektor-Probe berücksichtigt. Die dazu benötigten  $Q_2$  und  $Q_4$  wurden per Monte-Carlo-Simulation mit einem Programm berechnet. Für unseren Fall, bei dem der Abstand Detektor-Probe 25 mm betrug, erhält man  $Q_2=0,9158$ ;  $Q_4=0,7398$ . Damit konnten nun die experimentellen Anisotropiekoeffizienten mit Hilfe der in Kap. II.2.3 angegebenen theoretischen Werte bestimmt werden.

$$A_{22\text{exp}} = A_{22\text{theo}} \circ Q_2 \circ Q_2 = -0,3616$$

$$A_{24\text{exp}} = A_{24\text{theo}} \circ Q_2 \circ Q_4 = -0,3550$$

$$A_{42\text{exp}} = A_{42\text{theo}} \circ Q_4 \circ Q_2 = 0,0210$$

$$A_{44\text{exp}} = A_{44\text{theo}} \circ Q_4 \circ Q_4 = -0,0197$$

Es ergeben sich somit folgende  $s_n^{\text{eff}}$ -Werte:

$$s_0^{\text{eff}} = 0,3387; s_1^{\text{eff}} = 0,2671; s_2^{\text{eff}} = 0,2349; s_3^{\text{eff}} = 0,1808$$

Der Verlauf der Störfunktion ändert sich dadurch aber nur quantitativ.

Wenn es ( analog zum EL2) einen photoinduzierten Übergang zwischen dem relaxierten Zustand  $\text{Br}_{\text{As}}\text{-Ga}_i$  bzw.  $\text{Br}_i\text{-V}_{\text{Ga}}$  und dem fundamentalen Zustand  $\text{Br}_{\text{As}}$  gibt, müßte der Anteil  $f_1$  der Sondenkerne, die einen EFG in  $\langle 111 \rangle$  mit  $\nu_Q=299$  MHz sehen abnehmen. Es würde ein zweiter Anteil  $f_2$  von Sondenkerne auftreten, die auf einem substitutionellen Gitterplatz sitzen und somit keine Quadropolwechselwirkung erfahren. Dies muß sich durch eine Verschiebung der angepassten Störfunktion nach unten bemerkbar machen, wobei jedoch die Anisotropie beim gleichen Wert liegt.

## V.2 Gemessenen Daten und angefittete Störfunktionen

Es folgen nun die durchgeführten Messungen und die mit Hilfe des Programms "Graph" an die Daten angefitteten Störfunktionen.

Abb. V.2.1 Messung 1

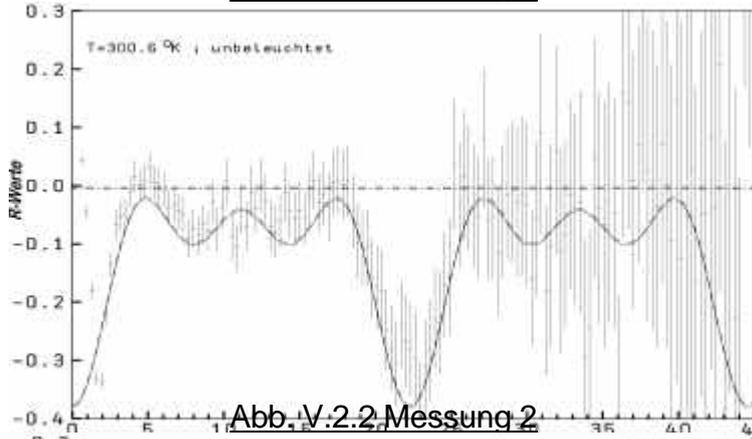


Abb. V.2.2 Messung 2

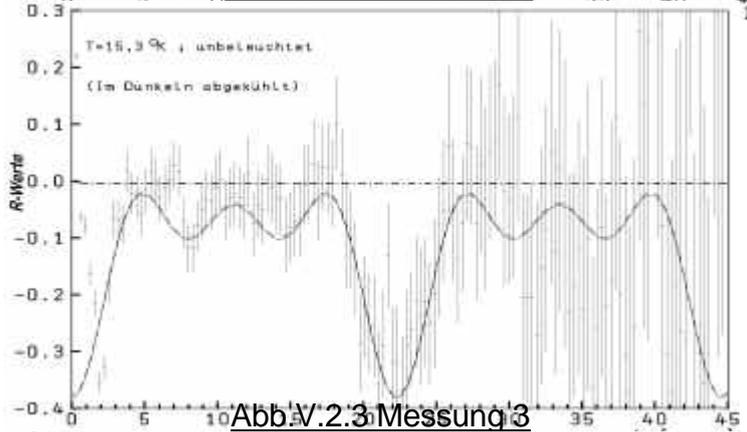
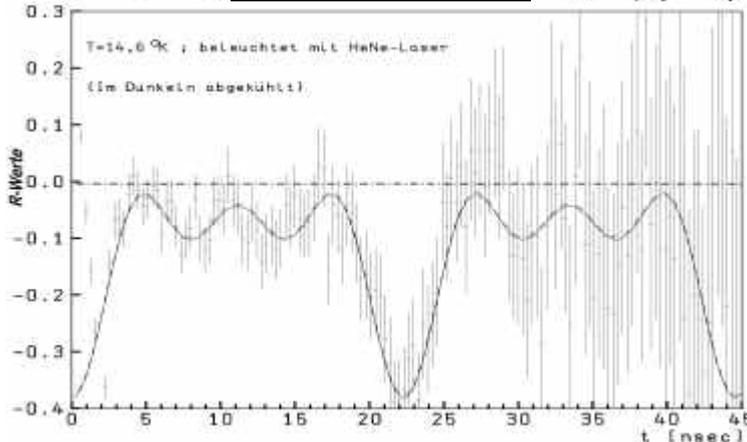


Abb. V.2.3 Messung 3



Die Probe wurde zuerst bei Zimmertemperatur ohne Beleuchtung im Dunkeln gemessen

Messzeit: 20,1h

$f_1 = 99 \pm 1.48\%$

Danach wurde der Kristall mit Hilfe des Displex im Dunkeln auf eine Temperatur von 15,3 K abgekühlt und erneut gemessen.

Messzeit: 23,7h

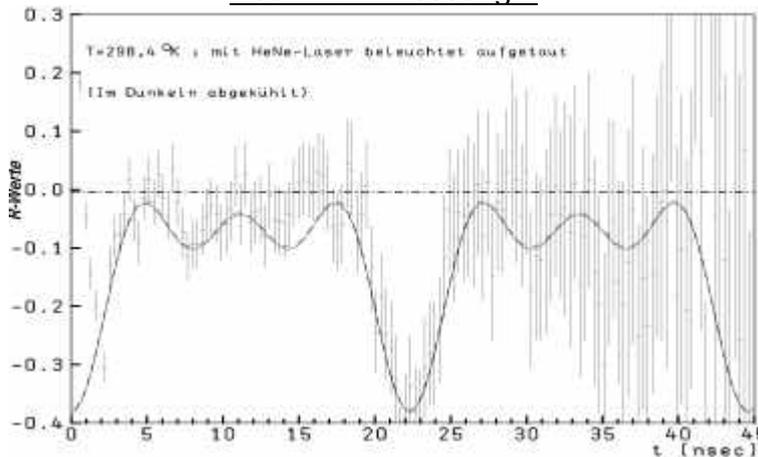
$f_1 = 99 \pm 2.14\%$

Als nächstes wurde der HeNe-Laser eingeschaltet und eine Messung unter Beleuchtung bei einer Temperatur von etwa 14,6 K durchgeführt.

Messzeit: 42h

$f_1 = 99 \pm 1,97\%$

Abb. V.2.4 Messung 4



Die nächste Messung erfolgte nachdem die Probe unter Laserbeleuchtung wieder auf Zimmertemperatur aufgetaut wurde.

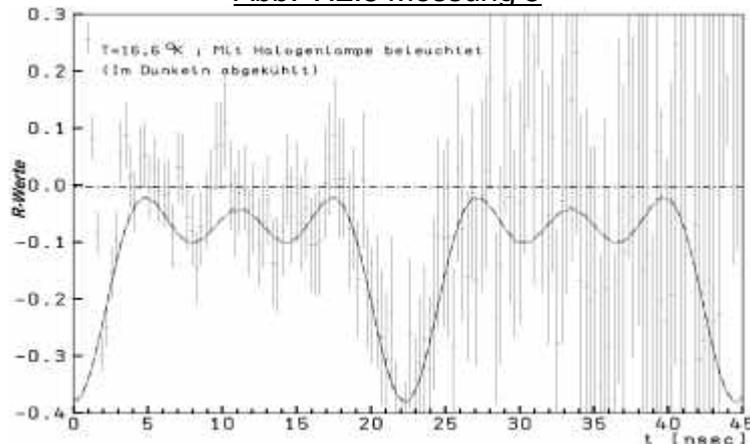
Messzeit: 47,4h

$f_1 = 99 \pm 1.90\%$

Da die entscheidene dritte Messung nicht das erwartete Ergebnis zeigte wurde eine weitere Messung

durchgeführt. Bei dieser ist statt des HeNe-Lasers eine Halogenlampe zur Beleuchtung des Kristalls verwendet worden, um so ein möglichst breites Frequenzspektrum für die Anregung durch Photonen abzudecken.

Abb. V.2.5 Messung 5



Die Probe wurde also erneut im Dunkeln auf eine Temperatur von 16,6 K abgekühlt und unter Bestrahlung mit einer Halogenlampe gemessen.

Messzeit: 144h

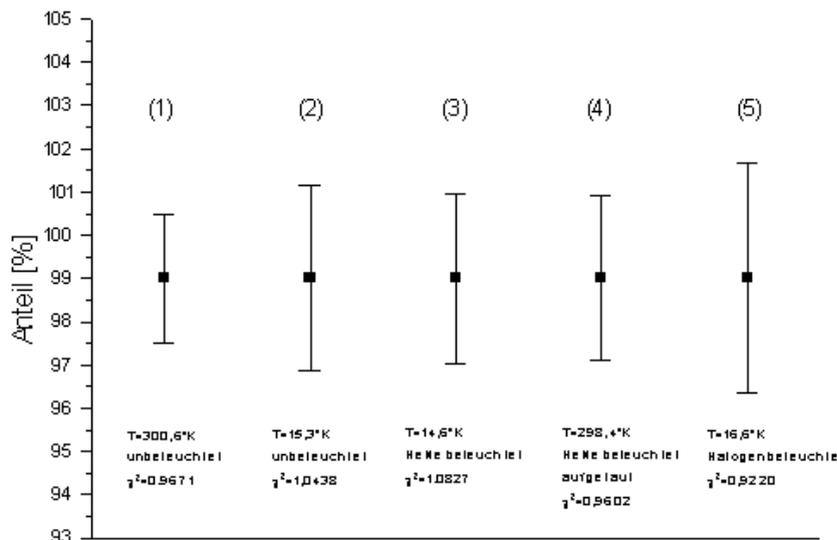
$f_1 = 99 \pm 2.66\%$

Eingezeichnet sind die gefitteten Störfunktionen

$A_{22}G_{22}$  die mit dem Messauswertprogramm 'Graph' auf einem Atari St an die Daten angepaßt wurden. Dabei wurde zunächst bei allen fünf Messungen nur die Wechselwirkungsfrequenz  $\nu_Q$  anfitzen lassen. Die so bestimmten Frequenzen wurden gemittelt. Der Mittelwert beträgt  $\bar{\nu}_Q = 299,1 \pm 1,6$  MHz. Dieser Wert stimmt im Rahmen der Fehler mit früheren Messungen [WEHN 93] recht gut überein.

Die beobachtete Wechselwirkungsfrequenz sollte sich nicht mit der Temperatur ändern [SCHA 92], was aufgrund der geringen Standardabweichung ebenfalls als bestätigt angesehen werden kann .

Mit dieser, von nun an als fest angenommen gemittelten Frequenz, wurde bei allen fünf Messungen ein zweiter Anteil anfiten lassen. Im folgender Abb. V.2 ist die Änderung des ersten Anteils  $f_1$  der Störfunktion für die fünf durchgeführten Messungen dargestellt.



Hier sind für alle fünf durchgeführten Messungen die Anteile  $f_1$  der Sondenkerne die einen einheitlichen EFG in  $\langle 111 \rangle$  mit  $\nu_0 = 299,1$  MHz sehen dargestellt.

Man erkennt, daß sich dieser Anteil im Rahmen der Fehler unter Beleuchtung nicht ändert.

Abb.V.2 Darstellung des Gitteranteils ( $f_1$ ),welcher einen einheitlichen EFG sieht

Man erkennt, daß sich bei den Messungen unter Beleuchtung (3. bzw. 5. ) keine Änderung des Anteils deseinheitlichen EFG zeigt. Es kann also anhand dieser Messung nicht von einem Übergang aus dem relaxierten ( $Br_i-V_{As}$  bzw.  $Br_{As}-Ga_i$ ) in den Grundzustand ( $Br_{As}$ ) ausgegangen werden. Ein solcher, durch Photoionisation induzierter Übergang, findet nicht statt.

### V.3.Diskussion der Testmessung

Es gibt verschiedene Möglichkeiten dafür, daß die Messung nicht das erwartete Ergebnis zeigt. Ein möglicher Grund liegt darin, daß nicht die richtige Wellenlänge des Lichtes für einen erwarteten Übergang eingestrahlt wurde. Die Photolumineszenz-Messungen beim EL2 wurden mit Licht einer Energie von etwa  $1,14 \text{ eV} = 1088 \text{ nm}$  durchgeführt. Dies liegt im Infrarotbereich. Der Laser strahlt eine wesentlich höhere Energie von etwa  $1,928 \text{ eV} = 643 \text{ nm}$  ab, während das Licht der Halogenlampe eine noch höhere Energie besitzt. Da für den angenommenen Übergang die Anregungsenergie durch Photoionisation nicht bekannt ist und auch der Übergang in Abhängigkeit von der Energie des eingestrahlten Lichtes noch nicht untersucht wurde, kann keine Aussage darüber getroffen werden, bei welcher Wellenlänge ein solcher Übergang stattfindet. Man kann sich allenfalls an den EL2-Messungen orientieren und stellt damit fest, daß dann die Energie zu hoch gewählt wurde (siehe Kap. I.3.1).

Bei den experimentell verwendeten Frequenzen, die größer als der Bandabstand in GaAs sind kann eine Band zu Band Anregung von  $e^-$  auftreten. Durch Verschiebung des Fermi-niveaus in der Bandlücke des GaAs kann es zu Ladungszustandsänderungen, die Einfluß auf den Übergang nehmen können. Um dies zu umgehen, kann man eine Art Filter bestehend aus einem dünnen unbestrahlten GaAs-Kristall vor der zu messenden Probe anbringen und diese Anordnung mit einer sehr starken Halogenlampe bestrahlen. Der Filterkristall würde Frequenzen, die zur Bandanregung führen absorbieren. Die Band zu Band Anregung findet bereits in ihm statt. So würden nur noch Photonen mit  $h\tilde{\nu} \leq 1,45 \text{ eV}$  hindurchgelassen.

Ein experimentelles Problem der Messung liegt darin, daß die Temperatur nicht am Ort der Probe d.h. am Probenhalter, sondern im Expansionsmodulkopf des Displex gemessen wurde. Dies lag daran, daß zu Zeit der Messung kein NiCrNi-Mantelthermoelement in den Displex eingesetzt war, um die Temperatur kontrollieren zu können. (Es gab Probleme mit der Vakuumdurchführung des Thermoelementes aus dem Displex). Frühere Messungen hatten jedoch gezeigt, daß die vom Displex-Thermoelement angezeigten Temperaturen in etwa ( $\pm 2 \text{ K}$ ) mit denen am Ort der Probe übereinstimmten. Beim Ausbau des Probehalters wurde jedoch festgestellt, daß dieser sich nicht in optimalem Wärmekontakt mit dem Displex befand, da sich das Gewinde sehr leicht aus dem Expansionsmodulkopf schrauben ließ. So kann es sein, daß die Temperaturen, die der Displex anzeigte, nicht mit den Proben-temperaturen übereinstimmten und somit die Proben nicht tief genug heruntergekühlt wurden. Um dies zu kontrollieren sollen die Messungen mit eingebautem Mantelthermoelement später noch einmal wiederholt werden.

Als letzte Möglichkeit kann hier noch angeführt werden, daß es nicht unbedingt gesichert ist, welchen Platz unser Sondenkernatom in Gitter des Einkristalls einnimmt. Channeling-Messungen an Si-GaAs mit implantiertem  $^{82}\text{Br}$  brachten bisher keine eindeutigen Aussagen über die Position des Sondenkerns im Kristallgitter. Diese Messungen wurden von einer Gruppe in Konstanz von H. Hofsäss<sup>1</sup> mit implantierten und anschließend für 120 sec bei 850°C getemperten Proben durchgeführt. Da es aber in dem Kristall selbst nach dem Ausheilen noch sehr viele Defektkomplexe und Cluster gab, konnte trotz dieser empfindlichen Meßmethode keine eindeutige Aussage getroffen werden. Die Theorie von Ulyashin [ULYA 91] bezieht sich auf F, nicht aber auf Br in GaAs.

#### V. 4. Zusammenfassung

Ziel dieser Diplomarbeit war es, für PAC-Messungen eine Möglichkeit zu schaffen, bei tiefen Temperaturen Halbleiterkristalle zu beleuchten. Damit sollten sich Defekte wie z.B. EL2 oder DX-Center untersuchen lassen. Des weiteren wurde die Funktion der neu konstruierten Displexkappe mit Beleuchtungseinrichtung anhand einer Testmessung an einem vermuteten EL2 ähnlichen Zustand in Si-GaAs überprüft. Zusätzlich wurde noch ein neuer Probenhalter für Halleffektmessungen bei tiefen Temperaturen konzipiert, der jedoch bisher noch nicht getestet wurde (Probleme mit der Kabelführung und Lötstellen). Es hat sich gezeigt, daß die Beleuchtungseinrichtung funktioniert, wobei jedoch die Testmessung nicht das erwartete Ergebnis brachte.

In Zukunft wird diese Einrichtung auch mit der Möglichkeit versehen, Infrarotdioden oder andere Leuchtdioden zur Beleuchtung von Proben nutzen zu können. Die Messungen werden später noch einmal wiederholt, wobei diesmal die experimentellen Fehlerquellen weitestgehend ausgeschaltet werden. Auch sind Messungen mit einem Filter vor dem Probenkristall, wie oben erwähnt, geplant. Weiterhin wird der neue Probenhalter baldmöglichst getestet und in Einsatz genommen. Es sollen später einmal Leitfähigkeitsmessungen an DX-Zentren in III-V-Halbleitern bei tiefen Temperaturen sind geplant. Ähnliche Defekte wie der hier untersuchte können dann mit der klassischen Messmethode 'Halleffekt' untersucht werden. Diese Methode kommt weitgehend ohne die aufwendige Implantation von Sondenkernen aus. Da das Bonner Zyklotron in den nächsten sechs Monaten vorraussichtlich nicht zur Probenherstellung zur Verfügung steht, wird der Schwerpunkt der kommenden Untersuchungen bei Halleffektmessungen liegen.

---

Wir danken Herrn H.Hofsäss für die freundliche Unterstützung <sup>1</sup>



## Literaturverzeichnis

BAUR 89 A.Baurichter, M.Deicher, S.Deubler, D.Forkel, H.Plank, H.Wolf and W.Witthuhn; Appl. Phys. Lett. 55(22) (1989) 2301

BOUR 83J.Bourgoin and M.Lannoo; Point Defects in Semiconductors II, Springer Verlag Berlin Heidelberg New York (1983)

BOUR 88J.C.Bourgoin and H.J. von Bardleben, D.Stievenard; J. Appl. Phys. 64(9) (1988) R65

BLAK 82 J.S. Blakemore; J. Appl. Phys. 53 (1982) R123

BARA 85 G.A. Baraff and M.Schluter; Phys. Rev. Lett. 55(21) (1985) 2340

BARA 86 G.A. Baraff and M.Schluter; in MATE 86

BARD 86H.J. von Bardeleben, J.C. Bourgoin and A.Miret; Phys. Rev. B 34(2) (1986) 1360

BEME 94H.Bemelmans, G.Borhs, and G.Langouche; Phys. Rev. Lett. Vol. 72 Nr.6

CHAD 88D.J.Chadi and K.J.Chang; Phys. Rev. Lett. 60 (21) (1988) 2187 und D.J.Chadi and K.J.Chang; Phys. Rev. Lett. 61 (7) (1988) 873

DABR 88J.Dabrowski and M.Scheffler; Phys. Rev. B 40 (15) (1988) 10391

GERD 69E.Gerdau, J.Wolf, H.Winkler, J.Braunsfurth; Proc. Roy.Soc. A311 (1969) 197

FAST 70 W.G.Fastowski,J.W.Petrowski,A.I.Rowinski,"Kryotechnik";  
Akademie-Verlag Berlin 1970

FRAU 65 H.Frauenfelder, R.M.Steffen; in "Alpha-, Beta- and Gamma-Ray-  
Spectroscopy", Hrsg. K.Siegbahn, NHPC, Amsterdam (1965) 997

KNAU 91H.Knauf; Diplomarbeit Bonn (1991)

KOCH 92H.Koch; Dissertation Bonn (1992)

KOPI 86 K.Kopitzki; Einführung in die Festkörperphysik; B.G.Teubner Stuttgart (1986)

LANG 79 D.V.Lang. R.A.Logan and M.Jaros; Phys. Rev. B19 (2) (1979) 1015

LEDE 73 C.M.Lederer, J.M.Hollander and J.Perlman; "Table of the Isotopes"  
John Wiley and Sons. New York, London, Sidney (1973)

LOHM 91E.Lohmann; Diplomarbeit Bonn (1991)

LOHM 94E.Lohmann, Th.Schaefer, M.Weherner and R.Vianden; Material Science Forum  
1994, Vol 143-147, S. 1155

MARX 90 G.Marx; Diplomarbeit Bonn (1990)

MATE 86Material Science Forum Vol. 10-12 (1986); Proc. of the 14.th International Conference on Defects in Semiconductors; Paris 1986

MATE 89Material Science Forum Vol. 38-41 (1989); Proc. of the 15.th International Conference on Defects in Semiconductors; Budapest 1988

MATE 92Material Science Forum Vol. 83-87 (1992); Proc. of the 16.th International Conference on Defects in Semiconductors; Bethlehem USA 1991

MAYE 79T.Mayer-Kuckkuck; Kerphysik; B.G. Teubner, Stuttgart 1979

MÜSE 60H.A.Müser; Einführung in die Halbleiterphysik, D.Steinkopff Verlag Darmstadt (1960)

NDS 89 Nuclear Data Sheets; Vol. 57, Nr. 3

PÜTZ 82H.Pütz; Dissertation Bonn (1982)

SCHA 87T.Schaefer, Diplomarbeit Bonn (1987)

SCHA 90T.Schaefer, R.Vianden and E.Bodenstedt, Z. Phys. A - 335 (1990) 387

SCHA 92T.Schaefer; Dissertation Bonn (1992)

SCHU 93E.F. Schubert; "Doping in III-V" Semiconductors";  
AT&T Bell Laboratories, Cambridge University Press 1993

SZE 81S.M. Sze; Physics of semiconductors; Bell Laboratories, Incorporated Murray Hill, New Jersey

TAJI 87M.Tajima; Jpn.J.Appl.Phys 26, L885

ULYA 91 A.G.Ulyashin, Yu.A.Bumay, V.E.Malahovskaya, N.V.Shlopak; in MATE 92 83-87, 1009

UNTE 83S.Unterricker and F.Schneider; Hyp.Int,1983, 14 119

VIAN 87R.Vianden; Hyp. Int. 35 (1987) 1079

VINC 78G.Vincent and D.Bois; Solid State Commun. 27,431

WEGN 85 D.Wegner; Hyp. Int. 23 (1985) 179

WEHN 93 M.Wehner; Diplomarbeit Bonn (1993)

WEHN 94 M.Wehner; private Mitteilung (1994)

WILK 73K.-Th.Wilke; J.Bohm; Kristallzüchtung, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften Berlin (1973)

ZHAN 90S.B.Zhang and D.J.Chadi; Phys. Rev. Lett. 64 (15) (1990) 1789