

# Hyperfeinwechselwirkung in ZnO unter uniaxialem und biaxialem Druck

Diplomarbeit in Physik

angefertigt im  
Helmholtz-Institut für Strahlen- und Kernphysik

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

von  
Rita Maria Przewodnik

April 2012







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

**Referent:** Priv. Doz. Dr. Reiner Vianden

**Koreferentin:** Priv. Doz. Dr. Elisabeth Soergel

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 20. April 2012



# Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung.....	9
2. Eigenschaften von Zinkoxid.....	11
2.1. Kristallstruktur von einkristallinem Zinkoxid.....	11
2.2. Elastisches Verhalten von Kristallen.....	12
2.3. Einfluss uniaxialer Verspannungen auf den EFG von ZnO .....	14
2.3.1 Der elektrische Feldgradient.....	14
2.3.2 Punktladungsmodell.....	15
3. Messverfahren.....	19
3.1. Die gestörte $\gamma$ - $\gamma$ -Winkelkorrelation.....	19
3.1.1 Sonde .....	19
3.1.2 Winkelkorrelation.....	20
3.1.3 Gestörte Winkelkorrelation.....	21
3.1.4 Hyperfeinwechselwirkung.....	24
3.2. Datenanalyse.....	26
3.2.1 Auswertung der R-Wert-Spektren.....	27
3.3. Ionenimplantation.....	28
3.3.1 Ausheilen der Implantationsschäden.....	29
3.4. Dreidetektoranlage.....	31
4. Hyperfeinwechselwirkung in Zinkoxid unter uniaxialem Druck.....	33
4.1. Druckstempel zur Erzeugung uniaxialer Belastungen.....	33
4.2. Versuchsaufbau zur Messung des EFG.....	35
4.3. Vorbereitung der Proben.....	37
4.4. Aufnahme der Spektren und Datenanalyse.....	39
4.4.1 Fehlerbetrachtung.....	40
4.5. Messreihen von Zinkoxid unter uniaxialer Belastung.....	41
4.5.1 Zinkoxid unter uniaxialer Belastung in Richtung der c-Achse.....	42
4.5.2 Zinkoxid unter uniaxialer Belastung senkrecht zur c-Achse.....	46
4.6. Wechselverformungsmaschine.....	55
4.7. Diskussion.....	57

5. Hyperfeinwechselwirkung von ZnO unter biaxialem Druck.....	62
5.1. Erzeugung biaxialer Spannungen.....	62
5.2. Messung: Biaxialer Druck.....	67
5.2.1 Messung 1: biaxial verspannte, a-orientierte ZnO-Probe.....	68
5.2.2 Messung 2: biaxial verspannte, c-orientierte ZnO-Probe.....	69
5.3. Diskussion.....	70
5.3.1 Biaxialer Druck a-plane.....	71
5.3.2 Biaxialer Druck c-plane.....	72
6. Zusammenfassung und Ausblick.....	74
7. Anhang.....	76
7.1. Anhang 1: Zusammenhang zwischen Dehnung und Druck.....	76
7.2. Anhang 2: vollständige R-Werte der PAC-Messungen.....	80
7.3. Anhang 3: Tabellen Uniaxialer Druck .....	85
7.4. Literaturverzeichnis.....	90



# 1. Einleitung

Zinkoxid (ZnO) ist ein II-VI-Halbleiter mit großer Bandlücke. Die Energie des direkten Übergangs beträgt bei Raumtemperatur 3,34 eV. Damit ähnelt es in seinen Eigenschaften Galliumnitrid und stellt einen geeigneten Kandidaten dar, dieses in einigen Anwendungsbereichen zu ersetzen. ZnO kann industriell preisgünstig mit einer sehr hohen Kristallqualität hergestellt werden. Infolge seiner n-Eigenleitung bereitet es zum heutigen Zeitpunkt jedoch immer noch Probleme, eine hohe, stabile p-Dotierung zu erreichen. Trotz der Schwierigkeiten findet Zinkoxid dank seiner vielfältigen Eigenschaften einen Platz in der Halbleitertechnik und bleibt weiterhin Gegenstand aktueller Forschung. So kann es nicht nur als Volumenkristall, sondern auch in Form von Nanodrähten gezüchtet werden. Hierbei sind vor allem seine piezoelektrischen Eigenschaften von Interesse, die z.B. in der Sensortechnik genutzt werden. Durch seine große Bandlücke ist der Kristall im sichtbaren Bereich transparent. Dotiert mit einem Element der dritten Hauptgruppe (Al, B, Ga, In) wird ZnO als n-leitender, durchsichtiger Kontakt unter anderem in der Solartechnik eingesetzt. Die Abschattung herkömmlicher Kontakte entfällt, die Effizienz der Solarzelle vergrößert sich [ÖAL05], [Jag06].

Leitende, transparente Oxid-Kontakte werden als Dünnschicht epitaktisch gewachsen. Hierbei ist eine Gitteranpassung des Halbleiterkristalls beim Wachstum auf einem Substrat mit abweichenden Gitterparametern unumgänglich. Beim Übergang auf die Substratschicht entstehen somit biaxiale Verspannungen, die optische und elektronische Eigenschaften des Halbleiters verändern [Ber91]. Doch nicht nur äußere Bedingungen können mechanische Verspannungen bewirken. So bilden jegliche Punktdefekte im Kristall, wie Leerstellen, Zwischengitteratome oder Fremdatome auf interstitiellen oder substitutionellen Plätzen, eine Grundlage für weitreichende, innere Verzerrungsfelder [Joh92]. Dabei kann sich der Einfluss einer Verspannung störend auf die Eigenschaften des Halbleitermaterials auswirken oder auch gezielt genutzt werden.

Unter Normalbedingungen kristallisiert Zinkoxid in der Wurtzitstruktur aus. Die Bindung ist zum Teil kovalenter, zum Teil ionischer Natur [ÖAL05]. Durch den ionischen Anteil bildet sich ein elektrisches Feld im Kristall, das von den Positionen der Gitterionen abhängt. Treten Verspannungen im Kristallgitter auf, wirken sie

sich auf die Positionen der Gitteratome aus und beeinflussen das elektrische Feld und somit den elektrischen Feldgradienten (EFG) im Kristall. Hiermit bietet sich nun eine Möglichkeit, Verspannungen mit Hilfe der Methode der gestörten  $\gamma$ - $\gamma$ -Winkelkorrelation (PAC = Perturbed Angular Correlation) experimentell zu bestimmen. Über die Wechselwirkung des EFG mit dem Quadrupolmoment einer Messsonde kann seine Änderung gegenüber dem unverspannten Kristall beobachtet werden. Als Messsonde wird hierzu radioaktives Indium (In) implantiert, welches in stabiler Form auch bei der n-Dotierung des Halbleiters zum Einsatz kommt. Die Messungen erfolgen unter Bedingungen, wie sie auch innerhalb einer technischen Anwendung vorliegen.

Nach einer allgemeinen Einführung über den strukturellen Aufbau von ZnO wird mit einem einfachen theoretischen Modell der zu erwartende Einfluss einer Verspannung auf den EFG betrachtet (Kapitel 2). Die Methode der gestörten  $\gamma$ - $\gamma$ -Winkelkorrelation, mit der der EFG gemessen werden kann, wird in ihren Grundzügen vorgestellt (Kapitel 3). Die anschließenden Messungen gliedern sich in zwei Bereiche. Im ersten Teil dieser Arbeit wird die Druckabhängigkeit des EFG von ZnO unter uniaxialer Belastung des Kristalls in Richtung seiner Kristallachsen untersucht (Kapitel 4). Kennt man die Abhängigkeit des EFG von einem äußeren Druck, so ist es nun möglich, Verspannungen eines Kristalls über den EFG experimentell zu bestimmen. Hierzu werden im zweiten Teil Zinkoxidproben biaxial verspannt. Die auftretenden Verspannungen werden mit Hilfe der Messergebnisse abgeschätzt (Kapitel 5).

## 2. Eigenschaften von Zinkoxid

### 2.1. Kristallstruktur von einkristallinem Zinkoxid

Zinkoxid kristallisiert unter Normalbedingungen in der Wurtzitstruktur aus (Abb. 1). Die Wurtzitstruktur besteht aus zwei hexagonalen Untergittern, die durch die Sauerstoffatome und Zinkatome gebildet werden. Sie sind entlang der c-Achse um den u-Parameter gegeneinander verschoben. In der so entstehenden Struktur sitzt jedes Atom innerhalb eines Tetraeders, der von den Atomen der jeweils anderen Sorte gebildet wird [ÖAL05].

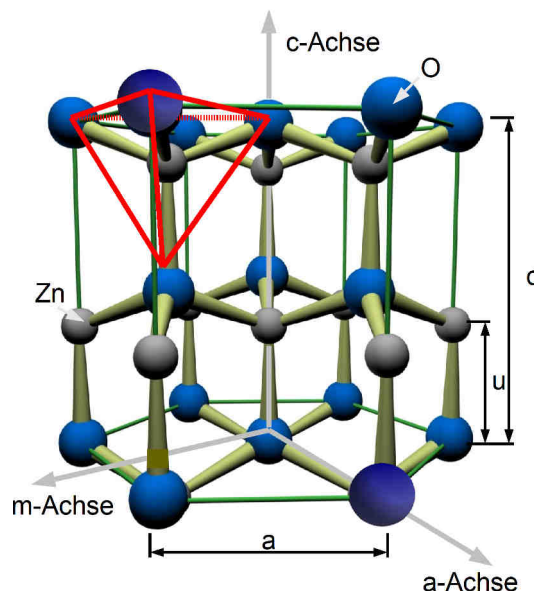


Abbildung 1: Wurtzitstruktur des Zinkoxidkristalls. Die Zinkatome sitzen in einem Sauerstofftetraeder, der gegenüber dem idealen Tetraeder in c-Richtung gestaucht ist.

Bilden Anionen und Kationen ideale Tetraeder, beträgt das Verhältnis der Gitterparameter  $c/a = \sqrt{8/3} \approx 1,63$ . Der u-Parameter wird in Einheiten der Gitterkonstanten c angegeben. In der idealen Struktur beträgt  $u = \sqrt{3/8} \approx 0,375$ .

Die Gitterparameter von ZnO sind in Tabelle 1 zusammengefasst. Das c/a-Verhältnis ist mit 1,603 gegenüber der idealen Struktur kleiner, der Kristall ist in c-Richtung gestaucht. Durch die Abweichung von der idealen Wurtzitstruktur bildet sich am

Ort eines Gitteratoms ein axialsymmetrischer elektrischer Feldgradient in Richtung der c-Achse aus.

Gitterkonstante a [nm]	0,325
Gitterkonstante c [nm]	0,521
Verhältnis c/a	1,603
u-Parameter	0,38

Tabelle 1: Gitterkonstanten von ZnO [ÖAL05]

## 2.2. Elastisches Verhalten von Kristallen

Im Belastungsfall treten im Kristallgitter mechanische Spannungen auf, die eine Verformung bewirken. In Richtung des Drucks wird das Kristallgitter gestaucht, senkrecht hierzu gedehnt. Die elastischen Eigenschaften des Kristalls können dabei, je nach Gittergeometrie, ein richtungsabhängiges Verhalten aufweisen. Die relative Dehnung oder Stauchung des Kristalls, bezogen auf die Ursprungslänge, ändert sich innerhalb des elastischen Bereichs linear zur anliegenden mechanischen Spannung. Das Spannungsfeld des Kristallgitters kann mit dem verallgemeinerten Hookeschen Gesetz beschrieben werden (2.1):

$$\sigma_{ij} = \sum_{kl} c_{klij} \epsilon_{kl} \quad (2.1)$$

Der Dehnungstensor  $\epsilon_{ij}$  beschreibt dabei die Deformation des Kristalls unter einer Spannung  $\sigma_{ij}$  (Abb. 2), die Proportionalitätskonstanten sind durch die insgesamt 81 Komponenten des elastischen Tensors, den verallgemeinerten Elastizitätsmodulen  $c_{klij}$ , gegeben.

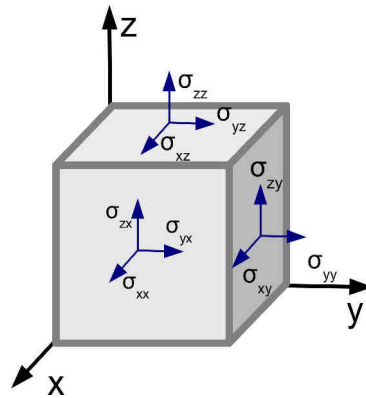


Abbildung 2: Elemente des Spannungstensors eines Würfels.  $\sigma_{ii}$  entsprechen Normalspannungen,  $\sigma_{ij}$  Scherspannungen.

Unter Berücksichtigung der Kristallsymmetrie und der Forderung, dass die elastische Energie eindeutig durch den Dehnungszustand festgelegt ist, reduziert sich die Anzahl unabhängiger Komponenten für ein hexagonales Kristallgitter auf fünf [Iba09]. Im Rahmen dieser Arbeit wird der Kristall ausschließlich in Richtung seiner senkrecht aufeinander stehenden Kristallachsen ( $a = x$ ), ( $m = y$ ), ( $c = z$ ) belastet; es treten nur Normalspannungen auf. Unter Vernachlässigung der Scherspannungen bleiben vier unabhängige Komponenten des elastischen Tensors bestehen. Das Hooke'sche Gesetz für ein hexagonales Kristallgitter, dessen  $c$ -Achse die  $z$ -Richtung des Koordinatensystems festlegt, vereinfacht sich zu der Matrixgleichung (2.2) [Iba09].

$$\begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} \\ c_{12} & c_{11} & c_{13} \\ c_{13} & c_{13} & c_{33} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \epsilon_{xx} \\ \epsilon_{yy} \\ \epsilon_{zz} \end{pmatrix} \quad (2.2)$$

Die in dieser Arbeit verwendeten verallgemeinerten Elastizitätsmodule sind in Tabelle 2 angegeben. Aus der Matrixgleichung (2.2) werden alle benötigten Beziehungen zwischen Druck und Dehnung abgeleitet; die genaue Darstellung ist dem Anhang 1 zu entnehmen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 3 zusammengefasst.

$c_{11}$	209,7 GPa
$c_{12}$	121,1 GPa
$c_{13}$	105,1 GPa
$c_{33}$	210,9 GPa

Tabelle 2: Elastizitätsmodule von einkristallinem ZnO, exp. durch Ultraschallmessungen bestimmt [ÖAL05].

Relative Dehnung	Uniaxialer Druck in c-Richtung	Uniaxialer Druck in a-Richtung	Uniaxialer Druck in m-Richtung	Biaxialer Druck in c-Richtung
$\varepsilon_a$	-0,32	(1/127 GPa) $\sigma$	-0,44 $\varepsilon_m$	(1/226 GPa) $\sigma$
$\varepsilon_m$	-0,32	-0,44 $\varepsilon_a$	(1/127 GPa) $\sigma$	(1/226 GPa) $\sigma$
$\varepsilon_c$	(1/144GPa) $\sigma$	-0,28 $\varepsilon_a$	-0,28 $\varepsilon_m$	-0,997 $\varepsilon_{a/m}$

Tabelle 3: Abhängigkeit zwischen Dehnung und uniaxialem Druck in ZnO, berechnet aus Gleichung 2.2 mit Tab. 2 (siehe Anhang 1).

### 2.3. Einfluss uniaxialer Verspannungen auf den EFG von ZnO

Durch eine Belastung des Kristalls treten im Kristallgitter Verspannungen auf, die zu einer neuen Gleichgewichtslage der Gitterionen führen. Der sich durch die neue Lage der Gitterionen ergebende EFG am Ort eines Zinkatoms, auf dem die Messsonde im Experiment substitutionell eingebaut wird, soll mit einem einfachen Näherungsverfahren im Punktladungsmodell abgeschätzt werden.

#### 2.3.1 Der elektrische Feldgradient

Der EFG kann im Experiment über seine Wechselwirkung mit dem Kernquadrupolmoment einer Messsonde beobachtet werden. Der Sondenkern ist dabei einem elektrostatischen Potential  $\phi(r)$  ausgesetzt, das durch die Ladungen des Kristalls sowie der eigenen Elektronenhülle erzeugt wird. Die zweite Ableitung des Potentials entspricht der Änderung des elektrischen Feldes. Sie wird als elektrischer Feldgradienten-Tensor bezeichnet (2.3).

$$V_{ij} = \frac{\partial^2 \varphi(\vec{r})}{\partial r_i \partial r_j} \quad (2.3)$$

Da sich am Ort eines Kerns nur s-Elektronen aufhalten können, die aufgrund ihrer sphärischen Ortswellenfunktion keinen Beitrag zum EFG liefern, gilt die Laplace Gleichung (2.4).

$$\Delta \phi(\mathbf{r}) = 0 \quad (2.4)$$

Am Ort eines Kerns ist der Tensor des EFG somit spurlos (2.5).

$$V_{xx} + V_{yy} + V_{zz} = 0 \quad (2.5)$$

Der elektrische Feldgradient wird im Hauptachsensystem vollständig durch zwei linear unabhängige Terme beschrieben. Nach Konvention legt die größte Komponente ( $V_{zz}$ ) die z-Richtung fest. Im nicht axialsymmetrischen Fall unterscheiden sich die x- und y-Komponenten ( $V_{xx}$ ,  $V_{yy}$ ) voneinander, dies wird durch den Asymmetrieparameter erfasst (2.6). Er kann Werte zwischen null und eins annehmen [Jac99].

$$\eta = \frac{V_{xx} - V_{yy}}{V_{zz}} ; 0 \leq \eta \leq 1 \quad (2.6)$$

### 2.3.2 Punktladungsmodell

Mit dem Punktladungsmodell lässt sich der Beitrag der Gitterionen zum EFG berechnen. Die Elektronen stellen dabei die Ladungsneutralität des Kristalls sicher, ihr Beitrag zum EFG bleibt unberücksichtigt. Zur Berechnung des Gitteranteils wird das Kristallgitter in einzelne Quader zerlegt, deren Eckpunkte durch die Zinkionen gebildet werden. Ein Quader wird somit durch die Basisvektoren des kartesischen Koordinatensystems aufgespannt, deren Länge durch die Gitterparameter  $c$ ,  $a$  und  $m$  festgelegt werden. Der Beitrag eines Gitterions der Ladung  $Z$  und Koordinate  $r_i$  erzeugt am Ort eines Zinkatoms  $(0,0,0)$  einen Beitrag zum Tensor des EFG, der durch Gleichung (2.7) [Scha 97] gegeben ist.

$$V_{zz, \text{Gitter}} = \frac{Zec}{4\pi\epsilon_0} \frac{1}{r_i^5} \begin{pmatrix} 3x_i^2 - r_i^2 & 3x_i y_i & 3x_i z_i \\ 3x_i y_i & 3y_i^2 - r_i^2 & 3y_i z_i \\ 3x_i z_i & 3y_i z_i & 3z_i^2 - r_i^2 \end{pmatrix} \quad (2.7)$$

Die Summation über die Beiträge aller Gitterionen ergibt den gesuchten EFG am Ort des Zinkatoms. Da der EFG mit der dritten Potenz des Abstands abnimmt, tragen vor allem Ladungen der direkten Umgebung zum EFG bei. Gleichzeitig nimmt jedoch die Anzahl der zu berücksichtigenden Ladungen mit der dritten Potenz des Abstands zu. Die sich hieraus ergebenden Konvergenzprobleme können über die Summation einzelner Ebenen gelöst werden [Wet67]. Eine ausführliche Beschreibung des verwendeten FORTRAN-Programms zur Berechnung des EFG, kann in der Arbeit von M. Aßmann [Ass85] nachgelesen werden.

In dem Programm müssen die Basisvektoren des kartesischen Systems, die Koordinaten der einzelnen Gitterionen einer Einheitszelle, ihre Ladung sowie der Konvergenzparameter  $D = 2(abc)^{2/3}$  angegeben werden. Betrachtet man die Bindung als rein ionisch, wird den Zinkatomen eine zweifach positive Ladung, den Sauerstoffatomen eine zweifach negative Ladung zugeordnet.

Unter uniaxialem Druck in Richtung einer Kristallachse wird die Kristallachse parallel zur Belastung gestaucht, senkrecht hierzu gedehnt. Zur Berechnung des EFG werden die Basisvektoren der neuen Situation angepasst. Ihre Änderung kann mit Hilfe der Elastizitätstheorie nach Tab. 2 berechnet werden. Zusätzlich verschiebt sich die Lage der Anionen und Kationen innerhalb der Einheitszelle zueinander. Ihr Abstand ist durch den  $u$ -Parameter gegeben, der jedoch nur für den unbelasteten Kristall bekannt ist. Um die Änderung des  $u$ -Parameters unter uniaxialem Druck abschätzen zu können, wird seine lineare Abhängigkeit vom  $c/a$ -Verhältnis genutzt. Hierzu trägt man das aus Messdaten bekannte  $c/a$ -Verhältnis verschiedener Halbleiter mit Wurtzitstruktur gegen ihre  $u$ -Parameter auf. Eine lineare Anpassung ergibt die gesuchte Abhängigkeit des  $u$ -Parameters vom  $c/a$  Verhältnis (Gleichung 2.8) [Nie09].

$$u = -0,2092\left(\frac{c}{a}\right) + 0,7173 \quad (2.8)$$

Die so berechneten  $u$ -Parameter können zur Ermittlung der Ionen-Koordinaten einer Einheitszelle unter uniaxialem Druck entlang der  $c$ -Achse sowie der  $a$ -Achse verwendet werden. Erfolgt die Belastung entlang der  $m$ -Achse, wird der Kristall in Richtung der  $c$ - und  $a$ -Achse gedehnt. Dabei ist die Dehnung der  $a$ -Achse infolge des kleineren Elastizitätsmoduls größer; das  $c/a$  Verhältnis nimmt ab. Nach Gleichung 2.8 hätte dies eine Zunahme des  $u$ -Parameters zur Folge. Da die elastischen



Eigenschaften der Wurtzitstruktur in der c-Ebene jedoch isotrop sind, werden zur Berechnung des EFG bei Druck in Richtung der m-Achse dieselben u-Parameter zu Grunde gelegt, wie sie sich bei gleichem Druck entlang der a-Achse ergeben.

Mit dem Punktladungsmodell wird der ionische Feldgradient am Ort eines Zinkatoms (und damit der Messsonde) berechnet. Im Experiment wird der effektive Feldgradient am Ort des Sondenkerne beobachtet. Durch die Polarisation der Elektronenhülle im elektrischen Feld verstärkt sich der EFG am Ort des Kerns. Der Beitrag zum EFG durch die eigene, deformierte Elektronenhülle wird mit dem Sternheimer Anti-Shielding-Faktor  $(1-\gamma_{\infty})$  berücksichtigt (2.9) [FEI69].

$$V_{zz}^{eff} = (1 - \gamma_{\infty}) V_{zz}^{ion} \quad (2.9)$$

Aufgrund der starken Vereinfachung kann das Punktladungsmodell nur Anhaltspunkte über die Größenordnung des erwarteten Feldgradienten sowie sein Verhalten unter äußerer Belastung liefern. Die berechneten ionischen Feldgradienten am Ort eines Zinkatoms sind in Abb. 3 gegen den Druck aufgetragen. Nach dem Punktladungsmodell wird unter Druck in Richtung der c-Achse eine lineare Zunahme von  $V_{zz}$  erwartet (2.10).

$$V_{zz\ ion} [10^{15} V/cm^2] = (3.96 + \frac{0.002261}{(MPa)} \cdot P) [10^{15} \frac{V}{cm^2}] \quad (2.10)$$

Für eine Drucklast senkrecht zur c-Achse ergibt eine lineare Regression eine ungefähr 30 % stärkere lineare Abnahme (2.11). Die Anisotropie des elastischen Verhaltens bedingt eine zunehmende Asymmetrie des EFG.

$$V_{zz\ ion} [10^{15} V/cm^2] = (3.96 - \frac{0.00321}{(MPa)} \cdot P) [10^{15} \frac{V}{cm^2}] \quad (2.11)$$

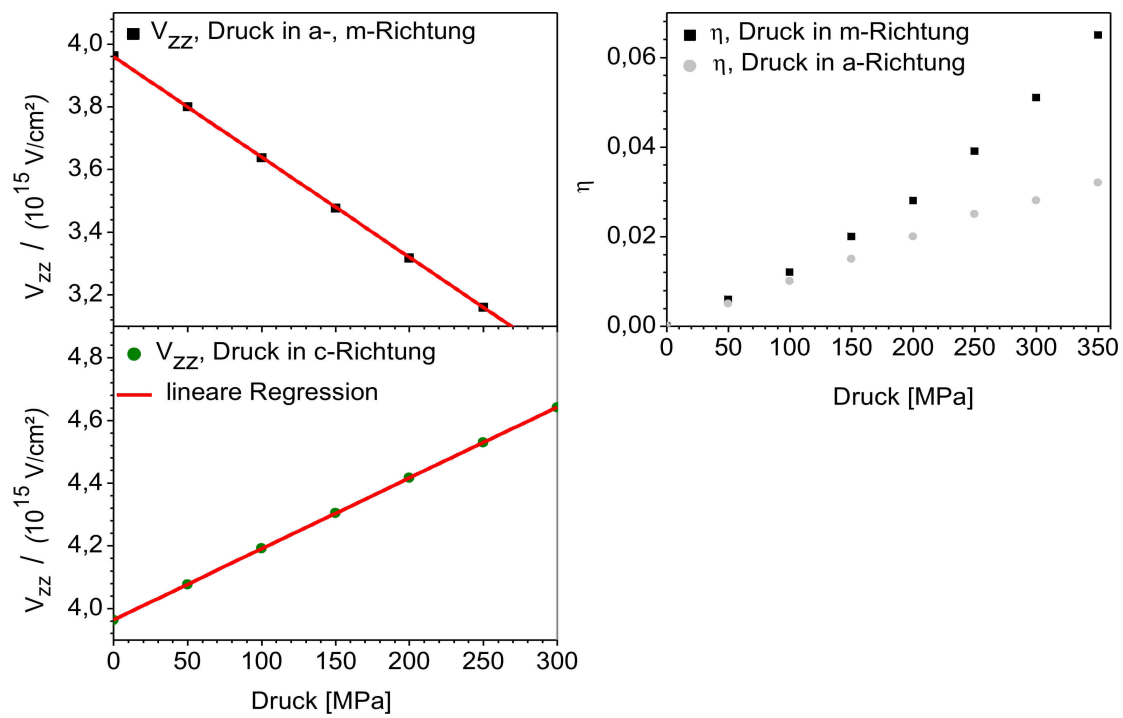


Abbildung 3: Nach dem Punktladungsmodell berechnete Änderung des EFG ( $V_{ZZ}$ ,  $\eta$ ) unter uniaxialer Belastung des ZnO-Kristalls in Richtung der Kristallachsen.

### 3. Messverfahren

#### 3.1. Die gestörte $\gamma$ - $\gamma$ -Winkelkorrelation

Die Methode der gestörten  $\gamma$ - $\gamma$ -Winkelkorrelation (Perturbed Angular Correlation, PAC) wird in der nuklearen Festkörperphysik zur Untersuchung von magnetischen Feldern oder elektrischen Feldgradienten genutzt. In der Literatur findet sich eine ausführliche Beschreibung der zugrunde liegenden Theorie [FRAU 65], [BUTZ 89], [Scha 97]. Für die Messungen werden Radionuklide, die über eine  $\gamma$ - $\gamma$ -Kaskade zerfallen, in das Kristallgitter implantiert. Unter dem Einfluss der Hyperfeinwechselwirkung zwischen zerfallendem Kern und seiner Umgebung ändert sich die Ausstrahlungscharakteristik des  $\gamma$ -Zerfalls.

##### 3.1.1 Sonde

Als Messsonde für den EFG werden im Rahmen dieser Arbeit  $^{111}\text{In}$ -Ionen in das Kristallgitter implantiert. Sie zerfallen mit einer Halbwertszeit von 2,8 d über einen Elektroneneinfang in den angeregten  $7/2^+$ -Zustand von  $^{111}\text{Cd}$ . Dieser geht über eine  $\gamma$ - $\gamma$ -Kaskade in den Grundzustand ( $1/2^+$ ) über. Der Zwischenzustand ( $5/2^+$ ) besitzt eine Halbwertszeit von 85 ns und ein Quadrupolmoment von 0,83 b. In Abb. 4 ist das Zerfallsschema der relevanten Übergänge dargestellt, Tab. 4 fasst die wichtigsten Eigenschaften zusammen.

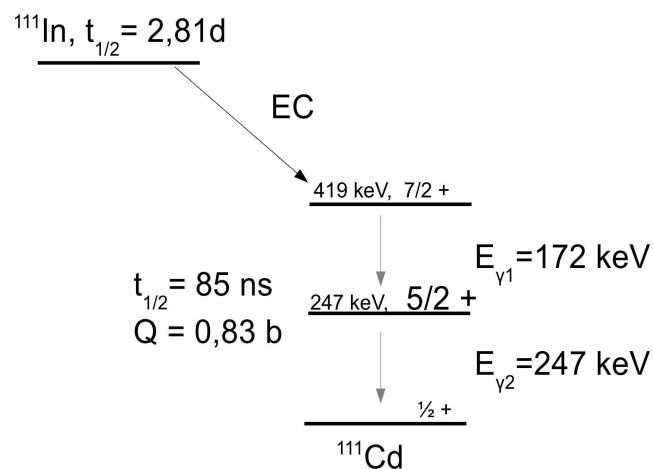


Abbildung 4: Zerfallsschema der Messsonde  $^{111}\text{In}$

Halbwertszeit $^{111}\text{In}$	2,81 d	1
Halbwertszeit des Zwischenniveaus von $^{111}\text{Cd}$	85 ns	1
magnetisches Moment des Zwischenniveaus von $^{111}\text{Cd}$	$-0,7656(25)\mu_n$	4
Quadrupolmoment des Zwischenniveaus von $^{111}\text{Cd}$	$0,83(13)\text{b}$	2
$\gamma$ -Energie der Kaskade $E_{\gamma 1}$	172 keV	1
$\gamma$ -Energie der Kaskade $E_{\gamma 2}$	247 keV	1
Sternheimer Anti-Shielding-Faktor $(1-\gamma_\infty)$ von $^{111}\text{Cd}$	30,3	3

Tabelle 4: Eigenschaften der Messsonde  $^{111}\text{In}$ , <sub>1</sub>[Fir99], <sub>2</sub>[Her80], <sub>3</sub>[Fei69],<sub>4</sub>[Ste56]

### 3.1.2 Winkelkorrelation

Wird ein  $\gamma$ -Quant aus einem angeregten Kernzustand heraus emittiert, legen Paritäts- und Drehimpulserhaltung die möglichen Übergänge fest. Die Winkelverteilung, mit der die  $\gamma$ -Quanten emittiert werden, hängt somit von den beteiligten Kernspinorientierungen ab. Da ein Kernensemble unter Normalbedingungen statistisch verteilt ist, erscheint die Strahlung isotrop. Zerfällt ein Nuklid über eine  $\gamma$ - $\gamma$ -Kaskade, legt die Emissionsrichtung des ersten  $\gamma$ -Quants eine Richtung fest. Weist man dieses  $\gamma$ -Quant nach, wählt man ein Ensemble aus Kernen mit bestimmter Kernorientierung aus. Die Wahrscheinlichkeit, mit der das zweite  $\gamma$ -Quant unter einem Winkel  $\Theta$  emittiert wird, liegt zylindersymmetrisch um diese Emissionsrichtung. Die räumliche Anisotropie der Winkelverteilung bedingt die Ausstrahlungscharakteristik des Übergangs (als Bsp. ist die Ausstrahlungscharakteristik einer Dipolstrahlung in Abb. 5 dargestellt). Sie wird durch eine Richtungskorrelationsfunktion  $W(\Theta)$  beschrieben. Die Funktion kann nach den Legendre-Polynomen entwickelt werden (3.1). Sie beschreiben die Winkelverteilungen der emittierten  $\gamma$ -Quanten in Abhängigkeit ihrer Quantenzahlen. Dabei werden sie mit der Wahrscheinlichkeit gewichtet, mit der die Übergänge stattfinden. Die Entwicklungskoeffizienten  $A_{2k}$  hängen somit von den Spins beteiligter Kernzustände sowie den Multipolordnungen und Mischungsverhältnissen der EM-Übergänge ab.

$$W(\theta) = 1 + \sum_{k=1}^l A_{2k} P_{2k}(\cos \theta) \quad (3.1)$$

Für  $^{111}\text{In}$  nimmt der Laufindex  $k$  aufgrund der Paritäts- und Drehimpulserhaltung nur die Werte 0, 2 und 4 an, wobei  $k=4$  vernachlässigt werden kann. Die Winkelkorrelationsfunktion ist für die interessierenden Übergänge bekannt.

Die emittierten  $\gamma$ -Quanten der Kaskade können mit zwei Szintillationsdetektoren nachgewiesen werden. Trägt man die Anzahl gemessener Koinzidenzen gegen die Zeitdifferenz auf, mit der die  $\gamma$ -Quanten emittiert werden, misst man die exponentiell abfallende Lebensdauerkurve des Zwischenzustands. Infolge der Ausstrahlungscharakteristik ist die Anzahl gemessener Koinzidenzen winkelabhängig. Ein Maß für den Unterschied zwischen den unter  $90^\circ$  und  $180^\circ$  registrierten Koinzidenzen ist durch die Anisotropie  $A_\gamma$  (3.2) gegeben (Abb. 5).

$$A_\gamma = \frac{W(90^\circ) - W(180^\circ)}{W(180^\circ)} \quad (3.2)$$

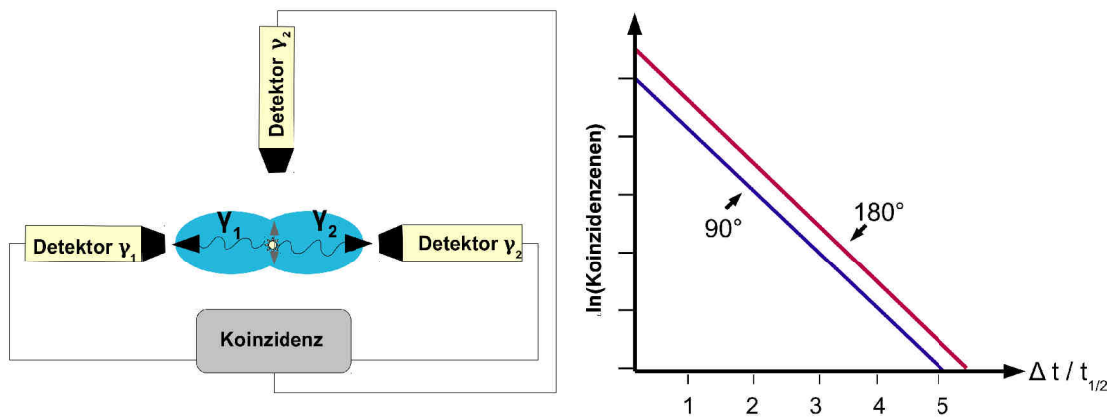


Abbildung 5: Als Bsp. ist die Ausstrahlungscharakteristik einer Dipolstrahlung dargestellt. Sie führt in den Lebensdauerkurven zu unterschiedlichen Koinzidenzen der unter  $90^\circ$  und  $180^\circ$  aufgenommenen Spektren.

### 3.1.3 Gestörte Winkelkorrelation

Werden die Radionuklide in das Kristallgitter eines Festkörpers eingebaut, so können magnetische Felder des Festkörpers mit dem magnetischen Moment oder elektrische Feldgradienten mit dem Quadrupolmoment des Zwischenzustands wechselwirken. Durch die Wechselwirkungsenergie spaltet der Zwischenzustand der Kaskade in  $m$  Unterzustände auf. Im Fall der Quadrupolwechselwirkung bleibt die

Entartung der Energiezustände mit gleicher  $m$ -Quantenzahl und verschiedenen Vorzeichen bestehen (siehe auch Kapitel 3.1.4 Abb. 8).

Die Energie des Systems hängt nun von der relativen Orientierung des Quadrupolmoments zum EFG des Kristallgitters ab. Aufgrund der Drehimpulserhaltung kann der Kern nicht einfach in einen energetisch günstigen Zustand übergehen. Im klassischen Bild beginnt der Kernspin eine Präzessionsbewegung mit der Wechselwirkungsfrequenz  $\omega_0$  um das äußere Feld. Wird das zweite  $\gamma$ -Quant nach der Zeit  $t$  emittiert, ändert sich die Emissionsrichtung um  $\omega_0 t$ , die Anisotropie wird zeitabhängig (Abb.6).

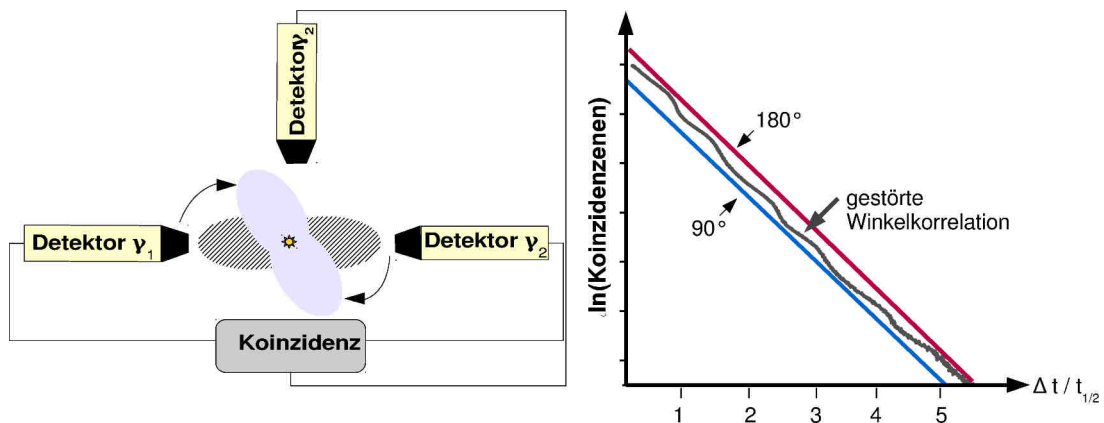


Abbildung 6: Im linken Bild ist die gestörte Winkelkorrelation am Bsp. einer Dipolstrahlung schematisch dargestellt. Im rechten Bild ist die exp. gemessene Lebensdauerkurve des Zwischenzustands von  $^{111}\text{Cd}$  in  $\text{ZnO}$  zu sehen. Sie ist mit einer Störfunktion moduliert, die eine zeitabhängigkeit der Anisotropie bedingt.

Mit ortsfesten Szintillationsdetektoren, die unter Winkeln von  $90^\circ$  und  $180^\circ$  zueinander orientiert sind, werden die Koinzidenzen in Abhängigkeit der Zeitdifferenz, mit der die  $\gamma$ -Quanten registriert werden, aufgenommen. Trägt man die Anzahl der Koinzidenzen  $N$  gegen die Zeitdifferenz auf, so erhält man wieder die Lebensdauerkurve des Zwischenlevels, die nun mit der zeitabhängigen Winkelkorrelationsfunktion  $W(t, \theta)$  moduliert ist (3.3). Der Untergrund  $U$  wird durch Zufallskoinzidenzen gebildet.

$$N(t) = N_0 \exp(-\lambda t) W(t, \theta) + U \quad (3.3)$$

Die zeitabhängige Winkelkorrelationsfunktion kann quantenmechanisch mit Hilfe der Störungstheorie berechnet werden.

Dazu wird zunächst der Fall einer polykristallinen Probe in einem axialsymmetrischen EFG betrachtet. In einer polykristallinen Probe ist die Lage der EFG statistisch verteilt. Es gibt somit keine weitere ausgezeichnete Richtung. Die gestörte Winkelkorrelationsfunktion hängt von der Zeit und, wie im ungestörten Fall, von dem Winkel zwischen den Emissionsrichtungen der  $\gamma$ -Quanten ab. In der Winkelkorrelationsfunktion tritt nun die Störfunktion  $G_{kk}$  hinzu, die die zeitliche Modulation der Winkelverteilung erfasst. Die Störfunktion ist eine Überlagerung von Frequenzen, die von der Hyperfeinwechselwirkung abhängen (siehe Kapitel 3.1.4).

Für eine polykristalline Probe mit axialsymmetrischen EFG [Frau65] ist die gestörte Winkelkorrelationsfunktion durch Gleichung 3.4 gegeben.

$$W(t, \theta) = \sum A_k(1) A_k(2) P_k(\cos \theta) G_{kk}(t) \quad (3.4)$$

$$\text{mit } G_{kk}(t) = \sum_{n=0}^3 s_{kn} \cos(n \omega_0 t)$$

Für <sup>111</sup>In vereinfacht sich die Gleichung (unter Vernachlässigung von  $k=4$ ) zu (3.5).

$$W(\theta, t) = 1 + A_{22} G_{22}(t) P_2(\cos \theta) \quad (3.5)$$

Für eine einkristalline Probe zeichnet der EFG eine weitere Richtung aus. Die Störfunktion hängt nun von der Orientierung des EFG zu den Emissionsrichtungen der  $\gamma$ -Quanten ab (Abb. 7). Für einen Kernspin von 5/2 kann die Störfunktion formal in die gleiche Form gebracht werden wie im polykristallinen Fall (3.6) [Fra65]. Die effektiven Gewichtungskoeffizienten  $s_{kn}$  hängen nun von der Lage des Hauptachsensystems des EFG zu den Detektoren ab (Abb. 7).

$$W(\Theta, \theta_1, \varphi_1, \theta_2, \varphi_2, t) = 1 + A_{22} G(\theta_1, \varphi_1, \theta_2, \varphi_2, t) \quad (3.6)$$

$$G(\theta_1, \varphi_1, \theta_2, \varphi_2, t) = \sum_{n=1}^3 s_n^{eff}(\theta_1, \varphi_1, \theta_2, \varphi_2, \eta, \frac{A_{24}}{A_{22}}, \frac{A_{42}}{A_{22}}, \frac{A_{44}}{A_{22}}) \cdot \cos(\omega_n(\eta, V_{zz}) \cdot t)$$

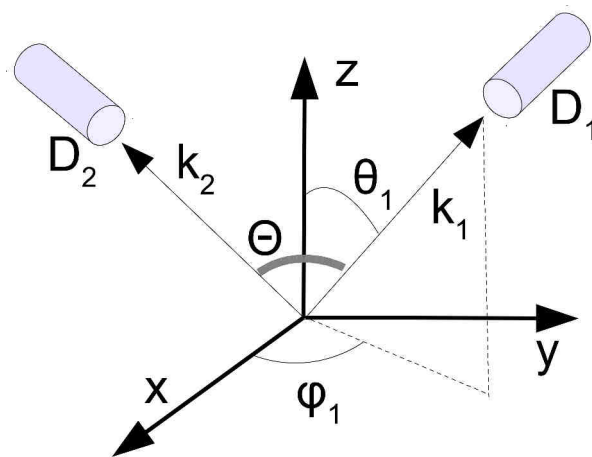


Abbildung 7: Koordinatensystem zur Beschreibung der gestörten Winkelkorrelation, zur besseren Übersicht sind nur die Winkel von  $\gamma_1$  eingezeichnet.

### 3.1.4 Hyperfeinwechselwirkung

Die Quadrupolwechselwirkungsenergie zwischen Quadrupolmoment und EFG ist durch den Hamiltonoperator (3.7) gegeben [Jac99].

$$H = \frac{1}{6} \sum_{ij} Q_{ij} V_{ij} \quad (3.7)$$

Hierbei ist  $Q_{ij}$  ist der Tensor des Quadrupolmoments und  $V_{ij}$  die zweite Ableitung des elektrostatischen Potentials in Richtung  $ij$  (siehe EFG, Kapitel 2.3). Die Quadrupolwechselwirkungsenergie führt zu einer Hyperfeinaufspaltung der Nukleonenzustände. Für die in dieser Arbeit verwendeten Sonde  $^{111}\text{In}$  ist die Hyperfeinaufspaltung des Zwischenzustands in Abb. 8 dargestellt.

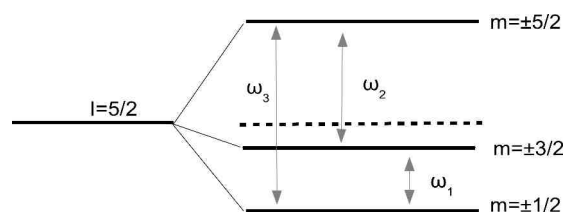


Abbildung 8: Hyperfeinaufspaltung durch die Wechselwirkung des Quadrupolmoments vom Zwischenzustand des  $^{111}\text{Cd}$ -Ions mit einem axialsymmetrischen EFG.



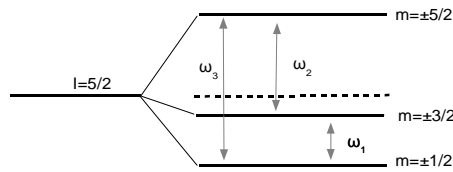


Abbildung 8: Hyperfeinaufspaltung durch die Wechselwirkung des Quadrupolmoments vom Zwischenzustand des  $^{111}\text{Cd}$ -Ions mit einem axialsymmetrischen EFG.

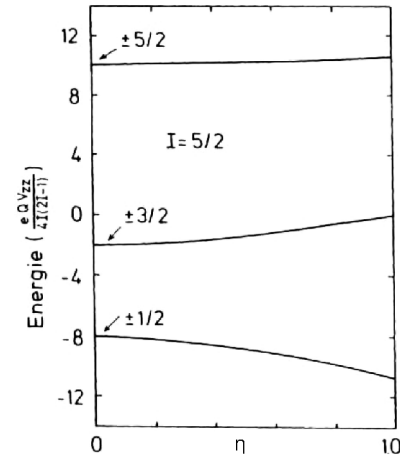


Abbildung 9: Energieaufspaltung eines Kernniveaus mit  $I = 5/2$  in Abhängigkeit der Asymmetrie in einer polykristallinen Probe [SW92].

Für  $I = 5/2$  spalten die Zustände nach  $m = \pm 5/2, \pm 3/2, \pm 1/2$  Unterzuständen auf.

Die Energien der Unterzustände sind für einen axialsymmetrischen EFG durch die Eigenwerte (3.8) des Hamiltonoperators (3.7) gegeben:

$$E_m = \frac{3m^2 - I(I+1)}{4I(2I-1)} eQV_{zz} \quad (3.8)$$

$$= (3m^2 - I(I+1)) \hbar \omega_Q;$$

$$\text{mit } \omega_Q = \frac{eQV_{zz}}{4I(2I-1)\hbar}$$

$\omega_Q$  ist die hierbei eingeführte Quadrupolfrequenz. Die Differenz der Energieniveaus entspricht der Energie eines Übergangs (3.9).

$$|E_{m_1} - E_{m_2}| = 3|m_1^2 - m_2^2| \hbar \omega_Q \quad (3.9)$$

Die kleinste auftretende Übergangsfrequenz  $\omega_0$  steht somit in einem ganzzahligen Verhältnis zu den Quadrupolfrequenzen (3.10).

$$\begin{aligned} \omega_0 &= 3\omega_Q \quad \text{für ganzzahlige Spins} \\ \omega_0 &= 6\omega_Q \quad \text{für halbzahlige Spins} \end{aligned} \quad (3.10)$$

Für einen Kernspin  $I = 5/2$  stehen die auftretenden Übergangsfrequenzen  $\omega_1$ ,  $\omega_2$  und  $\omega_3$  (3.11) in einem Verhältnis von 1:2:3 zueinander. Die Energien der Zustände verschieben sich mit zunehmender Asymmetrie des EFG (Abb.9). Für  $\eta = 1$  erreichen die Übergangsfrequenzen ein Verhältnis von = 1:1:2. Welche Frequenzen durch eine PAC-Messung beobachtbar sind, hängt von der Orientierung der Detektoren zu der z-Komponente des EFG ab.

$$\begin{aligned}\omega_1 &= 6 \omega_Q = \omega_0 \\ \omega_2 &= 12 \omega_Q = 2 \omega_0 \\ \omega_3 &= 18 \omega_Q = 3 \omega_0\end{aligned}\quad (3.11)$$

Statt der Wechselwirkungsfrequenz wird meist die spinunabhängige Quadrupolkopplungskonstante  $\nu_Q$  (3.12) angegeben, sie unterscheidet sich nur durch einen konstanten Faktor. Durch Angabe von  $\nu_Q$  besteht die Möglichkeit, Messungen verschiedener Sonden direkt miteinander zu vergleichen.

$$\nu_Q = \frac{eQV_{zz}}{h} = \frac{10}{3\pi} \omega_0 \quad (3.12)$$

## 3.2. Datenanalyse

In der Störfunktion, mit der die Lebensdauerkurve moduliert ist, steckt die Information über die Wechselwirkung zwischen Quadrupolmoment des Sondenkerns und EFG des Kristallgitters. Für PAC-Messungen werden meist über vier Detektoren mehrere Spektren gleichzeitig aufgenommen. Aus den Untergrund-korrigierten Daten kann durch bilden des R-Werts (3.13) die Lebensdauerkurve mit dem Programm ShowFit [RUS01] aus den Messdaten eliminiert werden. Bildet man dabei den geometrischen Mittelwert der unter  $90^\circ$  bzw.  $180^\circ$  aufgenommenen Spektren, so fallen unterschiedliche Ansprechwahrscheinlichkeiten der Detektoren heraus.

$$R(t, \theta) = 2 \frac{N(t, \theta = 180^\circ) - N(t, \theta = 90^\circ)}{N(t, \theta = 180^\circ) + 2N(t, \theta = 90^\circ)} \quad (3.13)$$

Für eine polykristalline Probe ist der R-Wert dann direkt proportional zu der gesuchten Störfunktion (3.14).

$$R(t) = A_{22} G_{22} \quad (3.14)$$

### 3.2.1 Auswertung der R-Wert-Spektren

Mit dem Fit-Programm Nightmare [NED07] wird die theoretische Störfunktion an den R-Wert angepasst. Die Anpassung erfolgt nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate. Die experimentell beobachteten Anisotropiekoeffizienten sind infolge der endlichen Raumwinkelauflösung der Detektoren kleiner als die theoretischen Literaturwerte. Sie werden durch einen experimentell ermittelten Korrekturfaktor angeglichen. Sind die in das Kristallgitter eingebauten Sondenatome unterschiedlichen Feldstärken ausgesetzt, setzt sich die Störfunktion aus mehreren Anteilen  $f_i$  zusammen. Im Folgenden werden nur die für diese Arbeit relevanten Fitparameter besprochen.

Die Wechselwirkungsfrequenz  $\omega_0$  ist proportional zur Stärke der Wechselwirkung zwischen Quadrupolmoment der Sondenkerne und elektrischem Feldgradienten  $V_{zz}$ . Da das Quadrupolmoment bekannt ist, kann aus der Frequenz die Stärke  $V_{zz}$  bestimmt werden. Weichen die EFG, denen die Sonden ausgesetzt sind, voneinander ab, führt die Überlagerung verschiedener Frequenzen zu einer Dämpfung der Amplitude. Die Dämpfung ist somit ein Maß für die Homogenität der Sondenumgebung. Der Asymmetrieparameter wird beobachtet, wenn die Axialsymmetrie des EFG entlang der c-Achse im Belastungsfall aufgehoben wird. Er kann aus dem sich ändernden Verhältnis der auftretenden Frequenzen bestimmt werden. In Abb. 10 ist der Einfluss der Dämpfung und Asymmetrie auf die Störfunktion dargestellt.

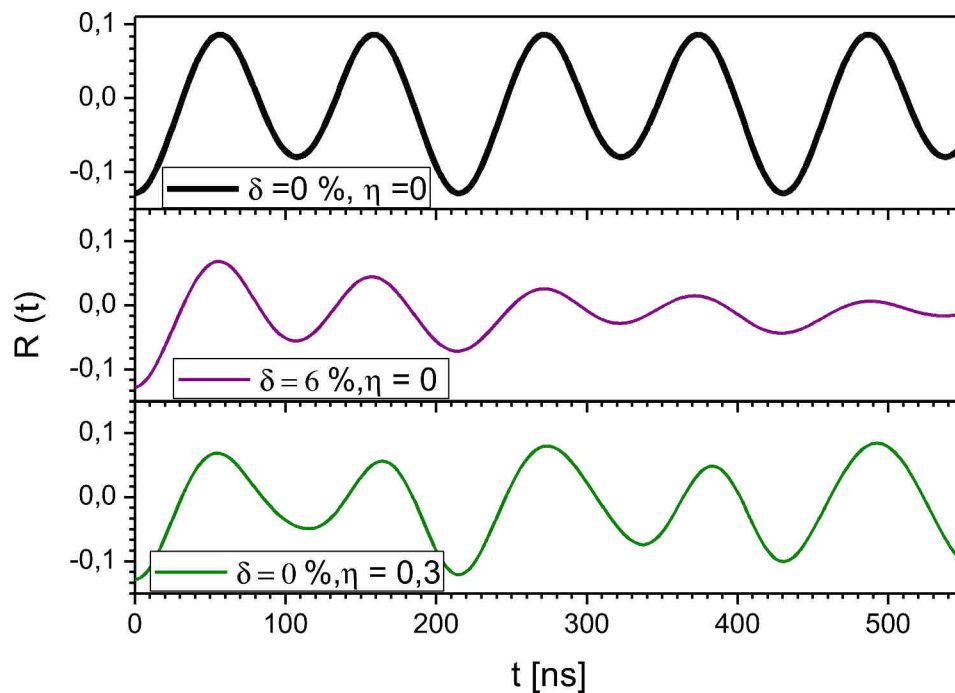


Abbildung 9: Einfluss der Dämpfung  $\delta$  und Asymmetrie  $\eta$  auf die Störfunktion

### 3.3. Ionenimplantation

Die Kristallproben werden am Bonner Isotopenseparator mit  $^{111}\text{In}$  implantiert. Typische Dosen liegen bei  $10^{12}$  Ionen/cm $^2$ . Hierzu wird eine In-Cl Lösung verdampft und ionisiert. Ein Magnetfeld dient als Massenseparator, in einem E-Feld werden sie beschleunigt und dann auf das Target geschossen. Die Eindringtiefe der Ionen hängt von den beteiligten Atommassen, der Kristallstruktur sowie der Einschussenergie ab. Die Lage der implantierten Ionen kann für einen amorphen Kristall mit dem Monte-Carlo-Simulationsprogramm SRIM berechnet werden (Abb. 11). Die Ergebnisse für Indium implantiert in ZnO sind in Tab. 5 zusammengefasst. Das Konzentrationsprofil beschreibt dabei eine gaußförmige Verteilung um die mittlere Reichweite. Blickt man senkrecht auf die Flächen der verwendeten a- und c-orientierten Proben, so sieht man durch den symmetrischen Kristallaufbau Kanäle, durch die die Ionen beinahe ungehindert in den Kristall eindringen können. Durchfliegen sie einen Kanal, wechselwirken sie elektromagnetisch mit den Ionen, ohne dass es dabei zu einem direkten Stoß mit dem Kern kommt. Die Eindringtiefe ist in diesem Fall proportional zum Quadrat ihrer Geschwindigkeit. Zur Vermeidung des Chan-

nelings wird die Probe um  $7^\circ$  gegen den Implantationsstrahl geneigt die Atomlagen verschieben sich aus Sicht der Ionen gegeneinander, die Kanäle "schließen" sich [Rys78]. Eine gleichmäßige Verteilung der Ionen über die Fläche kann erreicht werden, indem der Ionenstrahl während der Implantation gewobbelt wird. Nach der Implantation sind die Indium-Ionen substitutionell auf Zinkplätzen in das Kristallgitter eingebaut [For87].

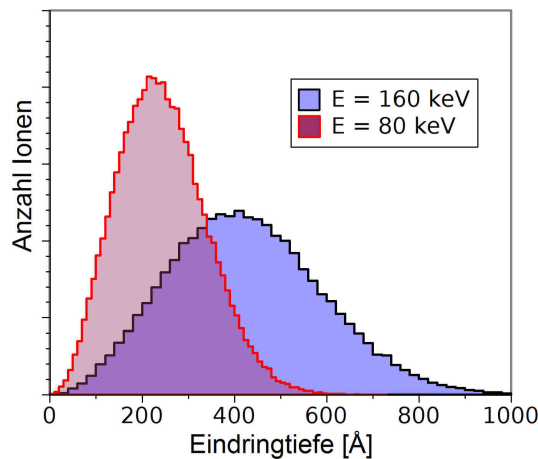


Abbildung 10: Simulation für In in ZnO bei verschiedenen Einschussenergien.

Einschussenergie (keV)	Eindringtiefe (Å)	Breite der Verteilung (Å)
160 keV	426	165
80 keV	293	96

Tabelle 5: Implantationstiefe von In in ZnO bei verschiedenen Einschussenergien

### 3.3.1 Ausheilen der Implantationsschäden

Nach der Implantation sitzen die Ionen in der Regel noch nicht auf ihren regulären Gitterplätzen. Durch den Beschuss entstehen weitere Defekte, so werden Wirts-Atome von ihrem regulären Platz gestoßen, es bilden sich Löcher, Zwischengitterplätze werden besetzt, Versetzungen können entstehen [Rys78].

Um diese Defekte auszuheilen, ist nach der Implantation eine Temperaturbehandlung nötig, die zur Rekristallisation des Kristalls führt.

Um ein Ausdiffundieren der Ionen während dieses Anlassens zu vermeiden, werden die Proben durch ein „proximity cap“ geschützt. Hierzu wird eine zweite ZnO-Probe mit der polierten Oberfläche auf die implantierte Seite der ZnO-Probe gelegt. Beide Proben werden zwischen zwei Graphitstreifen eingebracht. In der Vakuumm-glocke der RTA-Anlage (Rapid Thermal Annealing) [Mar90] wird unter Stickstofffluss eine elektrische Spannung an die Graphitstreifen angelegt. Durch den Stromfluss wird für zwei Minuten eine Temperatur von 1300 K erzeugt. In Abb. 12 sind die R-Wert-Spektren direkt nach der Implantation sowie nach verschiedenen Ausheilsschritten dargestellt.

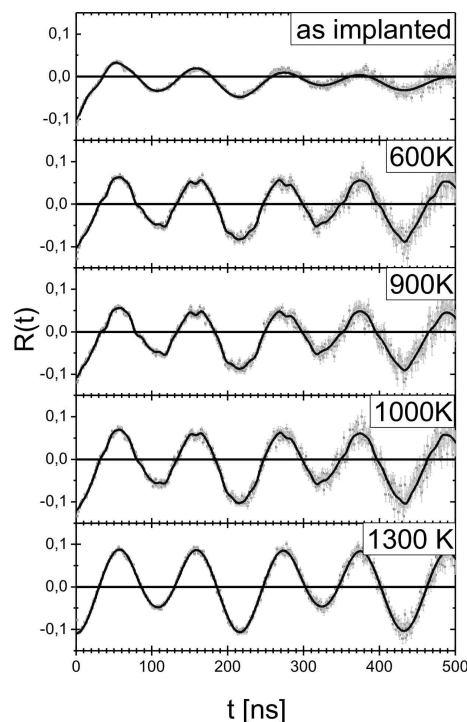


Abbildung 11: R-Werte mit angepasster Störfunktion nach verschiedenen Ausheiltemperaturen für In in ZnO.

Die Spektren der nicht ausgeheilten Proben können mit zwei Anteilen beschrieben werden. Beide Anteile zeigen eine Dämpfung. Der Hauptanteil kann mit der Wechselwirkungsfrequenz  $\omega_0$  von In in ZnO eines ausgeheilten Kristalls identifiziert werden [Kes08]. Somit sind bereits nach der Implantation In-Ionen auf Zinkplätzen in das Kristallgitter eingebaut. Die Dämpfung zeigt dabei eine uneinheitliche Probeumgebung an. Sie nimmt schon nach der ersten Wärmebehandlung deutlich ab. Der zweite Anteil stammt von Indium-Ionen in gestörter Umgebung. Eine ausführ-

liche Behandlung über Implantationsschäden in ZnO kann in der Diplomarbeit [Kes08] nachgelesen werden. Nach einer Temperaturbehandlung von 1300 K ist nur noch ein ungedämpfter Anteil zu erkennen. Alle Indium-Ionen sind im Kristallgitter substitutionell auf einem Zinkplatz eingebaut, der Kristall ist vollständig ausgeheilt.

### 3.4. Dreidetektoranlage

Die PAC-Messungen werden an einer Dreidetektoranlage durchgeführt. Ihr Blockschaltbild ist in Abb. 13 dargestellt. Eine ausführliche Beschreibung befindet sich in der Dissertation von Schaefer [Scha 92].

Winkelkorrelationen werden nach demselben Messprinzip bestimmt wie Lebensdauerkurven angeregter Kernzustände. Zerfällt eine Messsonde in der Probe, die zwischen den Detektoren angeordnet ist, werden die beiden  $\gamma$ -Quanten der Kaskade von zwei Szintillationszählern registriert. Von den Photomultipliern der Szintillationszähler werden zwei Signale abgegriffen und in die Fast-Slow-Koinzidenzschaltung eingespeist.

Im Fast-Kreis werden die Eingangssignale zunächst vom CFD (Constant Fraction Diskriminator) unabhängig von ihrer Eingangshöhe in logische Impulse umgewandelt. Das Signal von Detektor A startet den TAC (Time to Amplitude Converter), das Signal von Detektor B oder C wird verzögert an den TAC geleitet und liefert das Stopp Signal. Die Höhe des Ausgangssignals das vom TAC geliefert wird, ist proportional zur Zeitdifferenz mit der die  $\gamma$ -Quanten registriert wurden. Das Signal wird an den Eingang des ADC (Analog Digital Converter) weitergeleitet.

Der Slow-Kreis selektiert die Signale nach eingehenden Energien. Hierzu werden sie verstärkt an die SCAs (Single Channel Analyzer) weitergeleitet, die die Energien der  $\gamma$ - $\gamma$ -Kaskade aussortieren und zur Routing-Einheit durchgelassen. Sie überprüft über eine Koinzidenzeinheit, ob eine zulässige Kombination von Zeit und Energiesignal vorliegt; hierdurch wird die Anzahl der Zufallskoinzidenzen herabgesetzt. Eine weitere Einheit registriert, welche Detektorkombination angesprochen wurde, das Signal wird dann einem bestimmten Intervall von Kanälen des MCA (Multi Channel Analyzator) zugeteilt.

Das Signal des Slow-Kreises öffnet das Gate des ADC, wenn die registrierten  $\gamma$ -Quanten aus der gewünschten Kaskade stammen. Das Logiksignal des TAC mit der Zeitinformation wird in den entsprechenden Kanal des MCA einsortiert. Die mit der Störfunktion modulierte Lebensdauerkurve ergibt sich durch Auftragen der registrierten Anzahl von Koinzidenzen gegen die Kanalnummer.

Zur Bildung des R-Werts werden gleichzeitig Spektren unter einem Winkel von  $90^\circ$  und  $180^\circ$  aufgenommen. Die Detektoren B und C sind feststehend unter einem Winkel von  $90^\circ$  montiert. Detektor A kann zwei Positionen anfahren. Die Detektorkombinationen AB ( $90^\circ$ ) und AC ( $180^\circ$ ) liefern vier Spektren. Wechselt der fahrbare Detektor A seine Position, können vier weitere Spektren A\*B ( $180^\circ$ ), A\*C ( $90^\circ$ ) aufgenommen werden. Zur R-Wert-Bildung stehen somit acht Spektren zu Verfügung.

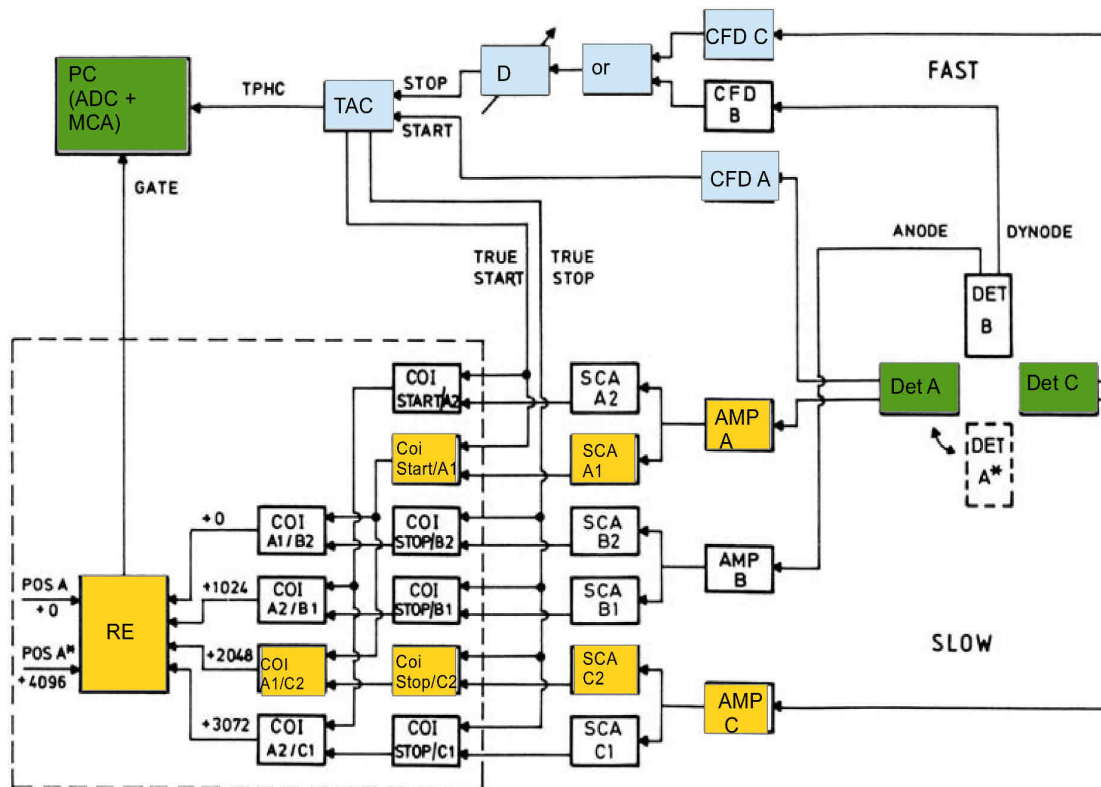


Abbildung 12: Aufbau der 3-Detektor-Apparatur [Scha 92]. Als Bsp. ist der Fall indem  $\gamma_1$  von Detektor A registriert wird und  $\gamma_2$  von Detektor C, farbig unterlegt.



## 4. Hyperfeinwechselwirkung in Zinkoxid unter uniaxialem Druck

Durch die Gitterstruktur von ZnO bildet sich ein axialsymmetrischer EFG am Ort eines Gitteratoms in Richtung der c-Achse aus (Kapitel 2). Im Rahmen dieser Arbeit wird der Kristall uniaxial in einem Druckbereich zwischen null und 300 MPa belastet. Die unter Belastung entstehende Änderung des EFG durch die Verzerrung des Gitters wird mit Hilfe der Methode der gestörten  $\gamma$ - $\gamma$ -Winkelkorrelation bestimmt (Kapitel 3.1).

### 4.1. Druckstempel zur Erzeugung uniaxialer Belastungen

Zur Erzeugung uniaxialer Belastungen wird ein Druckstempel verwendet. Der Aufbau des Druckstempels ist in Abbildung 14 dargestellt. Die Probenhalterung besteht aus zwei Aluminiumquadern (L:10 mm  $\times$  B:4 mm  $\times$  H:4 mm), deren Seiten poliert sind. Sie werden mit 2-Komponenten-Kleber auf einer Saphir-Unterlage fixiert. Der Abstand zueinander entspricht genau einer Probendicke. Die Probe kann aufrecht zwischen die Aluminiumquader gestellt werden und ist gegen seitliches Verkippen geschützt. Der Druck wird durch die aufliegende Gewichtskraft des Druckstempels erzeugt, der über ein Führungsrohr auf der Probe lastet. Mit Hantelgewichten (je 1 kg, 2 kg, 5 kg) kann das Gewicht des Druckstempels zwischen 1 kg und 25 kg variiert werden. Die Probenkante hat eine Fläche von 330  $\mu\text{m}$   $\times$  2,5 mm, so dass ein Druckbereich zwischen 0 MPa der unbelasteten Probe und 300 MPa abgedeckt werden kann.

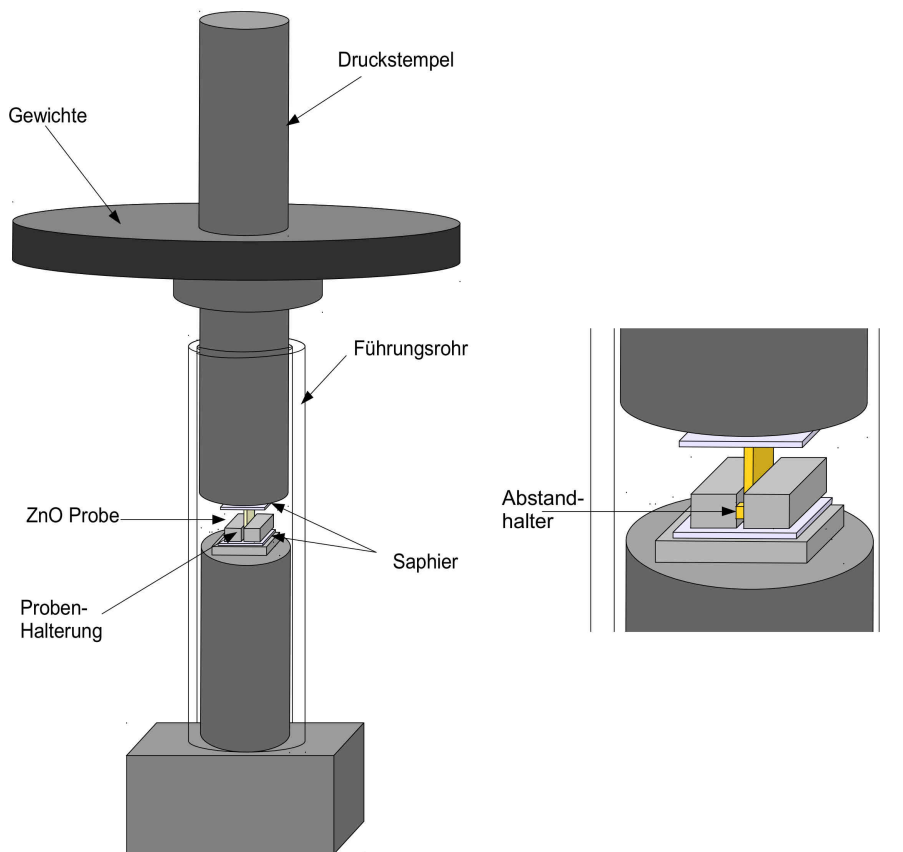


Abbildung 13: Druckstempel zur Erzeugung von uniaxialen Druck. Die ZnO-Probe steht aufrecht zwischen zwei Aluminiumquadern, die ein seitliches Verkappen verhindern. Der Druck wird über die Gewichtskraft der aufliegenden Gewichte erzeugt. Zur Druckübertragung dient eine Saphirplatte.

Zur Druckübertragung wird mit Saphir ein härteres Material gewählt als das üblicherweise eingesetzte Kupfer. Kupfer ist relativ weich und kann im Belastungsfall von der Probe verformt werden, was zu einem Bruch der Probe führt. Ein weiterer Vorteil des Saphirs besteht darin, dass die Platten poliert sind und somit einen planen Untergrund bilden. Eine weitere Ursache für einen frühzeitigen Bruch liegt vor, wenn sich die Aluminiumquader lösen und die Probe seitlich nicht mehr stabilisieren. Um eine hohe Festigkeit der Klebeverbindung zwischen Aluminiumquader und Saphirplatte zu erhalten, wird die Halterung in einem Umlufttrockenschrank geklebt. Mit zunehmender Temperatur erhöht sich die Endfestigkeit der Klebeverbindung. Aufgrund der hohen Wärmeausdehnung von Aluminium kann sich beim Abkühlen der Halterung jedoch eine Spaltöffnung ergeben, die größer als die gewünschte Probendicke ist. Als geeignete Aushärtungstemperatur erwies sich eine Temperatur von 70°C über einen Zeitraum von 45 Minuten. Um die gewünschte

Spaltöffnung zu erzielen, werden zwischen die Aluminiumquader nahe an den Rändern zwei kleine ZnO-Probenstückchen eingeklebt (Abb.14). Sie erhöhen zudem die Festigkeit der Halterung. Druckstempel und Führungsrohr sind so aufeinander abgestimmt, dass sie passgenau ineinander gleiten können. Die Reibungskräfte zwischen Stempel und Rohr werden durch Silikonöl minimiert. Die ZnO-Probe wird aufrecht stehend belastet. Ist eine der belasteten Kanten eine Schnittfläche der Diamantsäge (siehe Kapitel 4.3), so wird diese beim Einsetzen nach oben gedreht. Unebenheiten der Schnittfläche werden durch ein Teflonband zwischen Probe und Saphir ausgeglichen.

## 4.2. Versuchsaufbau zur Messung des EFG

Der Druckstempel wird gesichert zwischen die Detektoren der Dreidetektoranlage (Kapitel 3.4) montiert. Die Probenhalterung ist dabei so justiert, dass sie einen Winkel von  $45^\circ$  zu den Detektoren bildet. Wird die Probe in die Halterung eingesetzt, so bildet die z-Komponente des EFG, je nach Ausrichtung der c-Achse, einen Winkel von  $45^\circ$  oder  $90^\circ$  mit den Detektoren der Detektorebene (Abb. 15). Ändert der fahrbare Detektor A seine Position, erfährt die Anlage beim Stoppen des Detektors eine Erschütterung. Um das Risiko eines frühzeitigen Bruchs der Probe zu minimieren, werden die Messungen bei festgehaltener Position durchgeführt, dadurch reduziert sich die Anzahl gemessener Spektren auf vier.

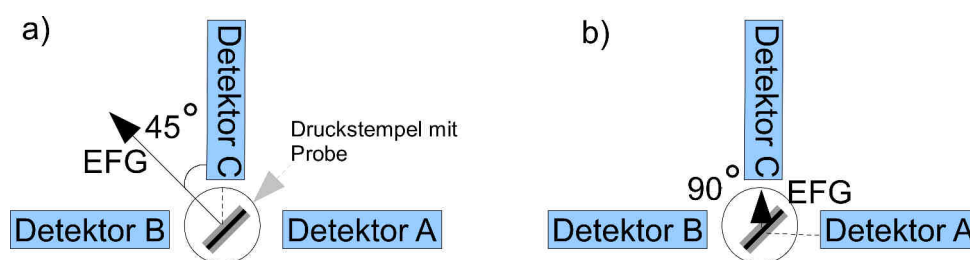


Abbildung 14: Aufsicht auf die Dreidetektoranlage. Die Detektoren stehen in unter Winkeln von  $90^\circ$  und  $180^\circ$  zueinander. Die Probe wird in die Probenhalterung des Druckstempels eingesetzt. Sie steht unter einem Winkel von  $45^\circ$  zu den Detektoren in der Detektorebene. a) Bei uniaxialer Belastung in Richtung a- und m-Achse schließt die z-Komponente des EFG einen Winkel von  $45^\circ$  mit den Detektoren in der Detektorebene ein. b) Bei Belastung in Richtung der c-Achse steht der EFG senkrecht auf der Detektorebene.

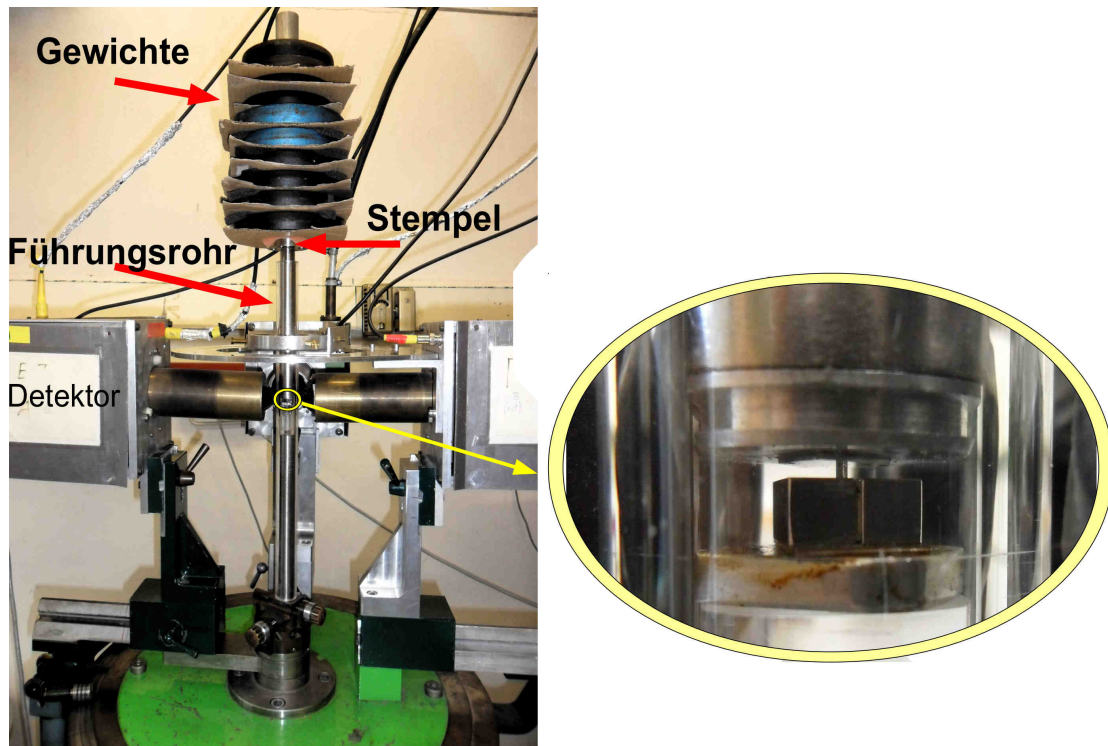


Abbildung 15: Uniaxial belastete ZnO-Probe während einer PAC-Messung mit der Dreidetektoranlage.

### 4.3. Vorbereitung der Proben

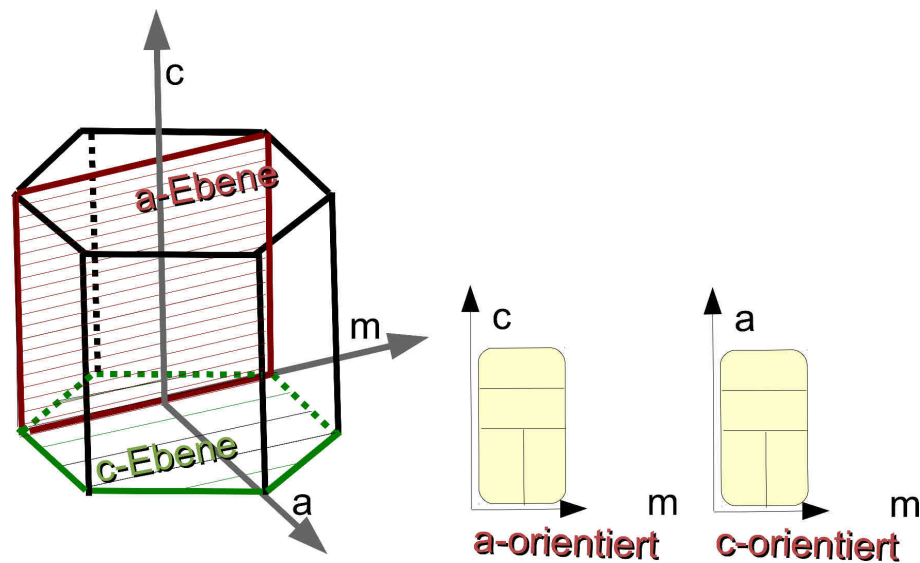


Abbildung 16: Im linken Bild ist die Lage der a- und c-orientierten ZnO-Proben im Kristall dargestellt. Im rechten Bild sind die Schnittkanten der Diamantsäge eingezeichnet. Die Längskanten der vier Proben zeigen in Richtung der zu belastenden Kristallachsen.

Für die Messungen wurden einkristalline ZnO-Proben der Firma Crystec<sup>1</sup> verwendet. Sie werden mit einer Größe von 10 mm x 5 mm x 330  $\mu$ m einseitig poliert geliefert. Die Probekanten verlaufen bei a-orientierten Proben parallel, bei c-orientierten Proben senkrecht zur c-Achse (Abb. 17).

Die Lage der Kristallachsen in der Probenebene wird mit einer Laue-Aufnahme bestimmt. Der Aufbau der benutzten Röntgenanlage wird in der Arbeit von Heinrichs beschrieben [Hei10]. Fällt polychromatisches Röntgenlicht auf den Kristall, so wird es an der dreidimensionalen Struktur des Gitters gebeugt. Betrachtet man die Bedingung für konstruktive Interferenz in Richtung einer Kristallachse, liegen die Maxima auf Kegelmänteln um diese Kristallachse. Für alle drei Kristallrichtungen ist somit die Bedingung für konstruktive Interferenz erfüllt, wenn sich ihre Kegelmäntel schneiden. In dem hieraus entstehenden Punktmuster spiegelt sich die Symmetrie des Kristalls parallel zur einfallenden Röntgenstrahlung wider. Die Laue-Aufnahme einer c-orientierten Probe ist in Abb. 18, die Aufnahme einer a-orientierten Probe in Abb. 19 zu sehen. Durch Vergleich mit Aufnahmen aus dem Laue-Atlas, kann die Probe orientiert werden [PAL74].

<sup>1</sup> Crystec GmbH, Köpenicker Straße 325, 12555 Berlin

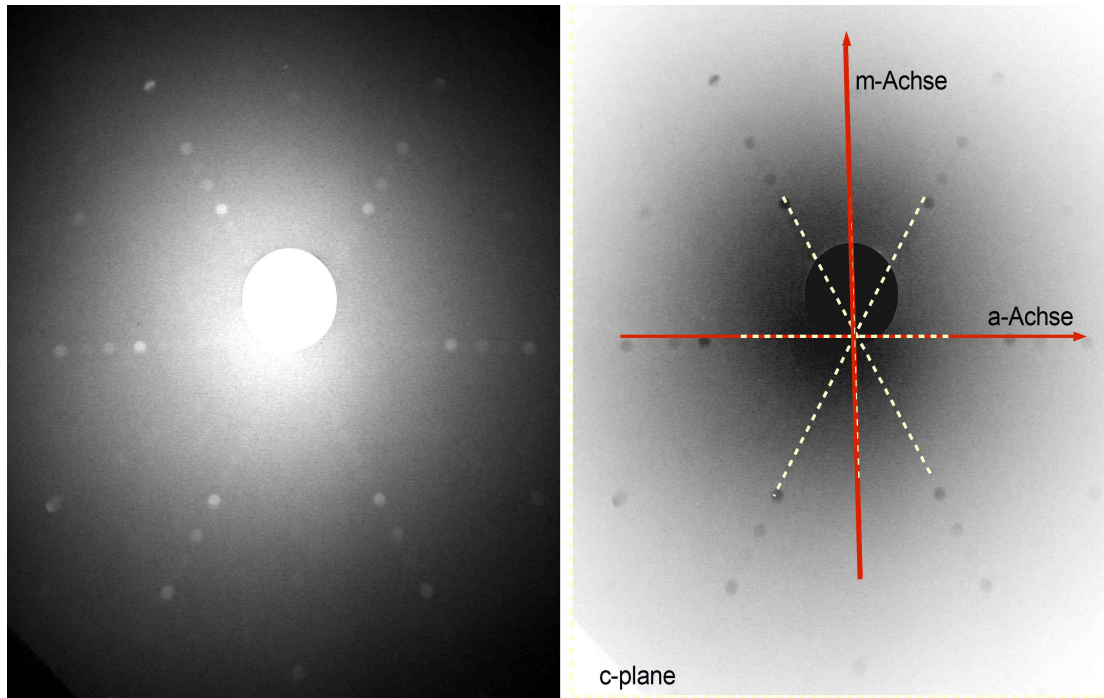


Abbildung 17: Laue Aufnahme einer *c*-orientierten Probe

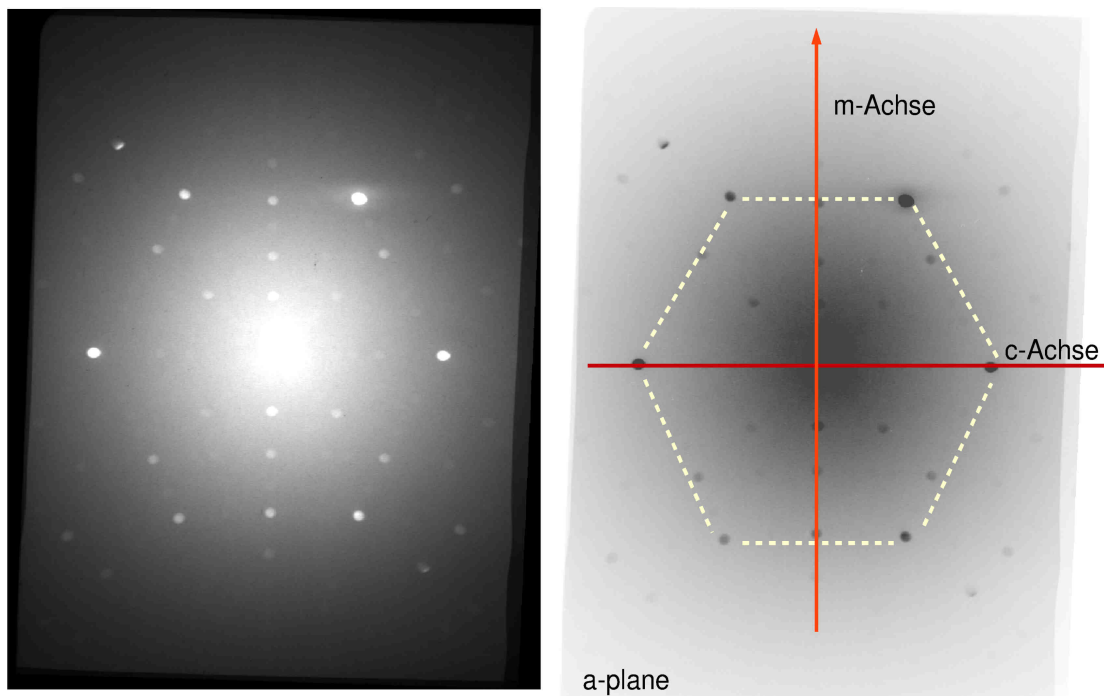


Abbildung 18: Laue Aufnahme einer *a*-orientierten Zinkoxid Probe. In den Bildern spiegelt sich die Symmetrie der Wurtzitstruktur wider. Durch Vergleich mit dem Laue Atlas [PAL74] werden die Richtungen der Kristallachsen bestimmt. Im Zentrum der Aufnahmen ist der Strahlfleck der Röntgenröhre zu erkennen.

Die orientierten Zinkoxid-Proben werden mit der Diamantsäge auf eine Größe von 2,5 mm x 5 mm zugeschnitten werden (Abb. 20). Dabei liegen die Längskanten der Probe parallel zu den Kristallachsen, in deren Richtung die Probe belastet wird (Abb. 17).

Wie in Kapitel 3.3 beschrieben, werden die zugeschnittenen Proben mit  $^{111}\text{In}$ -Ionen implantiert. Die Einschußenergie beträgt 160 keV bei einem Implantationswinkel von  $7^\circ$ . Die entstehenden Implantationsschäden werden vor den Messungen in der RTA-Anlage (Abb. 20) bei 1300 K für 120 Sekunden unter Stickstofffluss ausgeheilt.

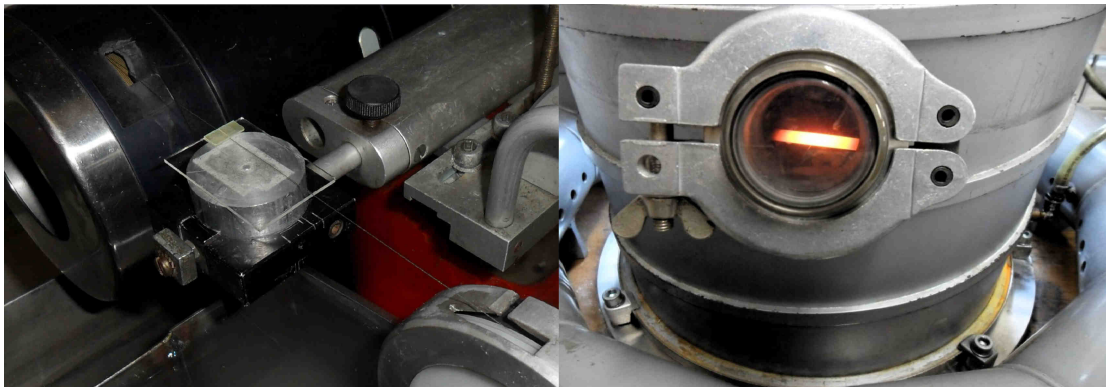


Abbildung 20: Im linken Bild ist die Diamantdrahtsäge, mit der die Proben geschnitten werden, zu sehen. Im rechten Bild werden die implantierten Proben in der RTA-Anlage ausgeheilt. Man sieht den bei einer Temperatur von 1300K glühenden Graphitstreifen.

#### 4.4. Aufnahme der Spektren und Datenanalyse

Als Erstes werden die Lebensdauerspektren der unbelasteten Probe bestimmt. Danach wird die Probe in einzelnen Messschritten mit zunehmenden Gewichten bis zum Bruch des Kristalls belastet. Gegebenenfalls wird eine Abschlussmessung der gebrochenen Probe im unbelasteten Zustand vorgenommen.

Mit den aufgenommenen Lebensdauerspektren werden die R-Werte gebildet und die Störfunktionen an die Messdaten angepasst (siehe Kapitel 3.2). Neben der Wechselwirkungsfrequenz  $\omega_0$ , der Dämpfung  $\delta$  sowie dem Asymmetrieparameter  $\eta$  werden zur Anpassung der Störfunktion zwei weitere Parameter benötigt:

- Die effektive Anisotropie hängt vom Abstand der Probe zu den Detektoren ab. Durch Streuung und Absorption der  $\gamma$ -Quanten an der Probenhalterung

wird sie weiter herabgesetzt. Die Abweichung der effektiven Anisotropiekoefizienten wird durch eine multiplikative Konstante ausgeglichen. Sie wird für den ersten Messpunkt einer Messreihe bestimmt und für alle weiteren festgehalten.

- Zur R-Wert-Bildung stehen nur vier Lebensdauerspektren zur Verfügung. Die unterschiedliche Absorption der unter 90° und 180° aufgenommenen Spektren sowie eine Dejustierung der Probe kann bei der R-Wert Bildung nicht vollständig kompensiert werden. Dies wird durch eine additive Konstante ausgeglichen.

Aus der Frequenz  $\omega_0$  wird die Quadrupolkopplungskonstante  $\nu_Q$  berechnet (3.12), sie ist proportional zur z-Komponente des EFG und zum Quadrupolmoment von  $^{111}\text{Cd}$ . Legt man den von Herzog et al. gemessenen Wert von 0,83(13) b zugrunde, ergibt sich ein Proportionalitätsfaktor von 1/4,98 (4.1).

$$V_{zz} = \nu_Q \frac{h}{eQ} = 4,98 \nu_Q \quad (4.1)$$

Der so berechnete EFG entspricht dem effektiven Feldgradienten, dem der Sondenkern ausgesetzt ist. Dividiert durch den Sternheimer-Anti-Shielding-Faktor (2.9) des Cd-Ions ( $(1-\gamma_{\infty})=30$ ) [Fei69] ergibt den Feldgradienten  $V_{zzion}$  am Ort eines Zinkplatzes im Kristallgitter ( Kapitel 2.2 )

Da das gemessene Quadrupolmoment fehlerbehaftet ist und sich der angegebene Sternheimer Anti-Shielding-Faktor auf Cadmiumatome mit abgeschlossenen Elektronenschalen bezieht, bleibt eine Unsicherheit in der Berechnung des ionischen Feldgradienten. In den Auswertungen wird aus diesem Grund auf die Umrechnung verzichtet und die relative Änderung der Quadrupolkopplungskonstanten angegeben.

#### 4.4.1 Fehlerbetrachtung

Der größte Fehler, der bei der Bestimmung der Quadrupolkopplungskonstanten auftritt, liegt in der Zeitkalibrierung. So weichen Quadrupolkopplungskonstanten, die an verschiedenen Anlagen oder unter verschiedenen Einstellungen an einer Anlage ermittelt wurden, um bis zu einem Prozent voneinander ab [Via11]. Um verschiedene Messreihen miteinander vergleichen zu können, wird die relative Ände-



zung der Quadrupolkopplungskonstanten gegenüber dem unbelasteten Zustand angegeben. Innerhalb einer Messreihe tritt keine Änderung der Zeitkalibrierung auf, die gewonnenen Daten können direkt miteinander verglichen werden. Ihr Fehler ist durch den Anpassungsfehler, der bei der Bestimmung der Störfunktion auftritt, gegeben. Das gewichtete  $\chi^2$  liegt zwischen 0,99 und 1,1. Auf Besonderheiten der Fehlerbetrachtung beim Anpassen der Störfunktion unter uniaxialer Belastung senkrecht zur c-Achse wird in Kapitel 4.5 genauer eingegangen.

In den Messungen wird der technische Druck  $P$  betrachtet (die Flächenvergrößerung unter Druck wird vernachlässigt). Er wird durch die Gewichtskraft  $F_g$  des auf der Probenfläche  $A$  lastenden Druckstempels bestimmt (4.2).

$$P = \frac{F_g}{A} = \frac{mg}{A} \quad (4.2)$$

Der Druck ist somit eine Funktion von zwei Messgrößen, die nicht miteinander korreliert sind. Die Streuung wird nach dem Gaußschen Fehlerfortpflanzungsgesetz berechnet.

Die Gewichte werden im Anschluss aller Messungen gewogen. Der Mittelwert pro aufgedrucktem kg Gewicht beträgt 0,9875 kg bei einer Standardabweichung von 0,024 kg. Die Abweichung der Gewichtskraft durch einen eventuell vorhandenen Neigungswinkel des Druckstempels, ist selbst für einige Grad vernachlässigbar klein. Für die Fläche  $A = 2,5 \text{ mm} \times 330 \text{ } \mu\text{m}$  wird eine Abweichung der Schnittkante von 0,05 mm angenommen.

#### 4.5. Messreihen von Zinkoxid unter uniaxialer Belastung

Die einzelnen Messreihen werden wie vorher beschrieben aufgenommen und ausgewertet. Die R-Wert-Spektren sind vollständig im Anhang 2, die Tabellen der Messdaten im Anhang 3 aufgeführt.

### 4.5.1 Zinkoxid unter uniaxialer Belastung in Richtung der c-Achse

Unter Belastung der Probe in Richtung der c-Achse steht der EFG senkrecht auf der Detektorebene (Abb. 15). In den PAC-Spektren tritt die Frequenz  $\omega_1$  auf sowie ein kleiner Anteil von  $\omega_3$ .

#### 4.5.1.1 Messreihe 1

Es werden 5 Messpunkte bis zu einem Druck vom 78 MPa aufgenommen. Die daraus ermittelten Quadrupolkopplungskonstanten  $\nu_Q$  sind in Abb. 21 gegen den Druck aufgetragen. Ab einem Druck von 54 MPa ist ein deutlicher Anstieg der Quadrupolkopplungskonstante erkennbar. Sie steigt gegenüber dem unbelasteten Zustand (30,93 MHz) um 90 KHz an. Bei Erhöhung des Drucks auf 78 MPa nimmt die Frequenz mit einer Änderung von 210 kHz deutlich zu. Die Dämpfung der Störfunktion ist im unbelasteten und belasteten Zustand null. Bei der Anpassung an die theoretische Störfunktion tritt kein Asymmetrieparameter auf. Die Axialsymmetrie des EFG wird nicht beeinflusst. Die Messwerte sind in Tabelle 6 zusammengefasst.

P [MPa]	$\nu_Q$ [MHz]	$\eta$	$\delta$ (%)
0	30,93(2)	0	0,00(1)
7(2)	30,96(2)	0	0,00(1)
31(2)	30,97(1)	0	0,00(1)
54(3)	31,02(2)	0	0,00(1)
78(4)	31,14(3)	0	0,00(1)

Tabelle 6: Messreihe 1; ZnO unter uniaxialem Druck in Richtung der c-Achse.

#### 4.5.1.2 Messreihe 2

Die Probe wird in 13 Messschritten unter zunehmenden Druck bis 300 MPa belastet. Mit der ungebrochenen Probe können drei weitere Messpunkte unter abnehmen-

dem Druck aufgenommen werden. Abb. 21 zeigt die R-Werte mit angepasster Störfunktion der unbelasteten und maximal belasteten Probe. In Abb. 22 sind die aus der Störfunktion ermittelten Quadrupolkopplungskonstanten gegen den Druck aufgetragen.

Im Anfangsbereich steigt die Quadrupolkopplungskonstante sprunghaft von 31,09 MHz auf 31,41 MHz an und ändert sich über die Fehlergrenzen hinaus im Druckbereich von 37 MPa bis 108 MPa nicht. Zwischen 108 MPa und 300 MPa zeigt sich ein linearer Anstieg unter zunehmendem Druck. Die Quadrupolkopplungskonstante der belasteten Probe unter einem Druck von 300 MPa ist gegenüber der unbelasteten Probe um 1,5 MHz erhöht, damit wird eine Änderung von ungefähr 5 % erreicht. Die unter abnehmendem Druck gewonnenen Messpunkte stimmen innerhalb der Fehlergrenzen mit den Messpunkten unter zunehmendem Druck überein. Die Verspannungen im Kristall sind reversibel. Die Dämpfung der unbelasteten Probe steigt im belasteten Fall von 0,66 % auf einen maximalen Wert von 2,41 % an. Es tritt keine Asymmetrie des EFG auf. Ausgewählte Messwerte sind in Tabelle 7 zusammengefasst.

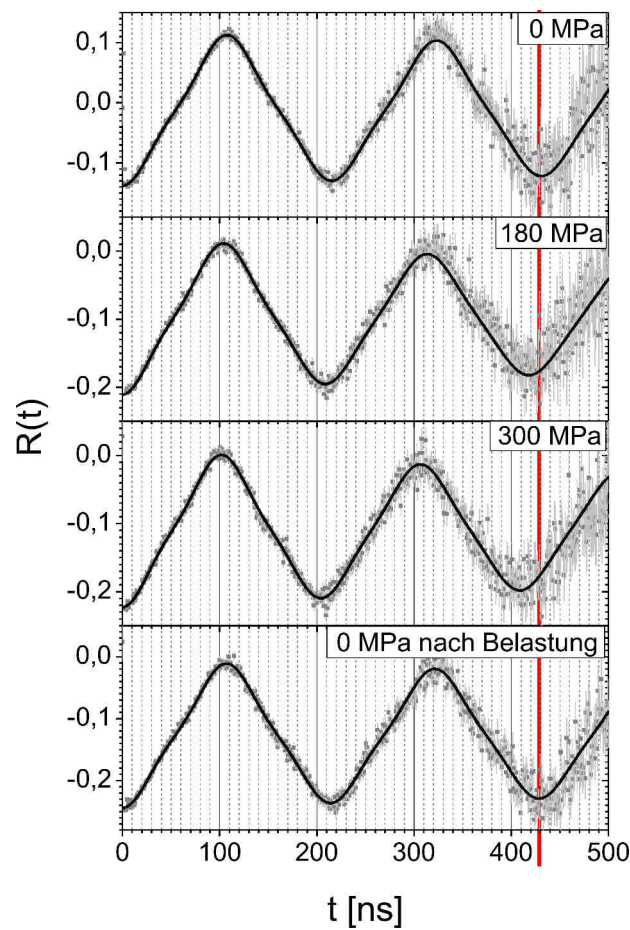


Abbildung 21: R-Werte für ZnO unter uniaxialem Druck in Richtung der  $c$ -Achse. Die Frequenz nimmt bei einer Erhöhung des Drucks auf 300 MPa gegenüber der unbelasteten Probe deutlich zu. Die Frequenzen des R-Werts vor der Belastung und nach der Belastung stimmen überein, die Änderung ist reversibel. Der R-Wert der unbelasteten Probe wurde mit 8 Spektren berechnet. Zur Berechnung der R-Werte unter Druck tragen nur 4 Spektren bei, dies führt zu einer Verschiebung der R-Werte in  $y$ -Richtung.

P [MPa]	$\nu_Q$ [MHz]	$\delta$ [%]
0	31,09(3)	0,66 (1)
37(2)	31,41(5)	1,5(2)
61 (2)	31,41(5)	0,8(2)
108 (3)	31,44(5)	1,2(2)
155(4)	31,78 (4)	2,4(2)
202 (9)	31,99(4)	2,2 (2)
296 (13)	32,59(3)	1,9 (2)

Tabelle 7: Messreihe 2, ZnO unter uniaxialem Druck in c-Richtung

Trägt man die relative Änderung der Quadrupolkopplungskonstanten von Messung eins und zwei in einem Diagramm gegen den Druck auf, so fügen sich die Diagramme ineinander ein (Abb. 22). Im Bereich des linearen Anstiegs wird durch lineare Regression die relative Änderung der Quadrupolkopplungskonstanten in Abhängigkeit von einem uniaxialen Druck in Richtung der c-Achse ermittelt (4.3).

$$\frac{\nu_Q}{\nu_0}(P) = 1 + 1,96(4) \cdot 10^{-4} \left( \frac{1}{\text{MPa}} \right) \cdot P \quad (4.3)$$

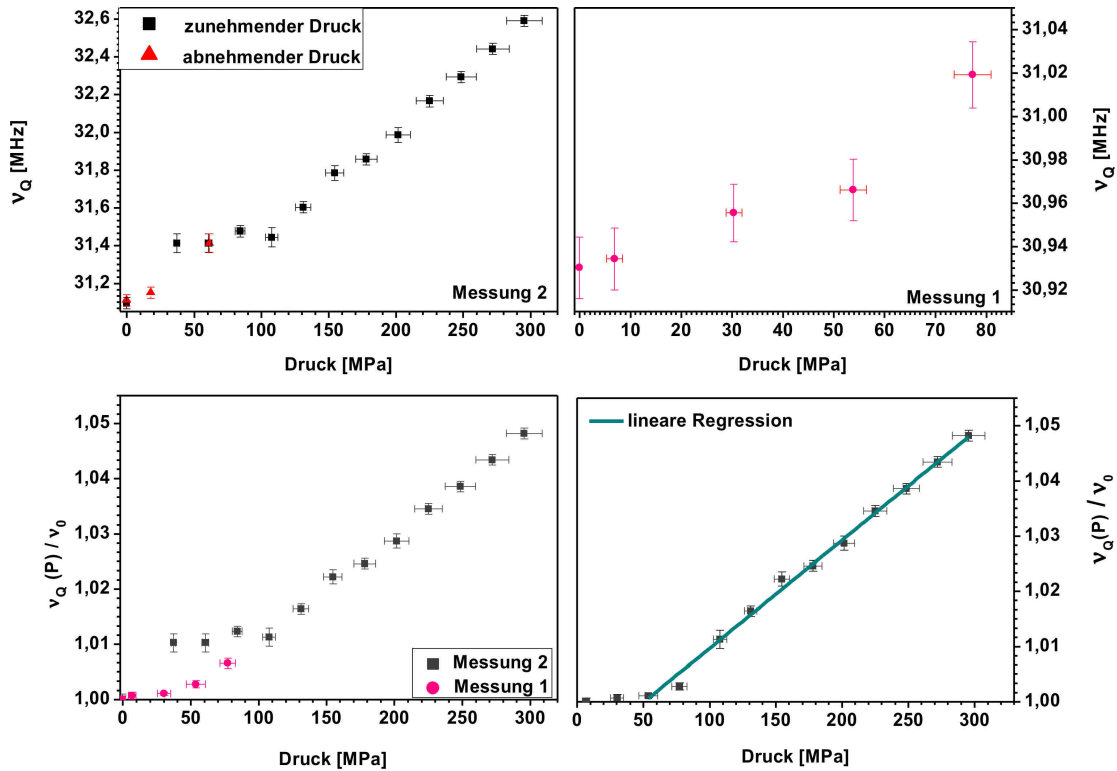


Abbildung 22: Quadrupolkopplungskonstanten unter uniaxialem Druck in Richtung der  $c$ -Achse. Die Werte, die unter zu- und abnehmenden Druck gemessen wurden, stimmen miteinander überein, die Verspannungen sind reversibel. Betrachtet man die relative Änderung, fügen sich die Diagramme der beiden Messreihen ineinander ein. Im linearen Bereich wird durch lineare Regression die Druckabhängigkeit ermittelt.

## 4.5.2 Zinkoxid unter uniaxialer Belastung senkrecht zur $c$ -Achse

Unter Druckbelastungen senkrecht zur  $c$ -Achse ist die  $z$ -Komponente des EFG unter einem Winkel von  $45^\circ$  zu den Detektoren in der Detektorebene ausgerichtet (Abb.15). Im Spektrum treten die Frequenzen  $\omega_1$  sowie  $\omega_2$  auf.

Wird der Kristall senkrecht zur  $c$ -Achse belastet, wird die Symmetrie des Kristallgitters aufgrund des anisotropen elastischen Verhaltens gestört. Durch die Symmetrieverletzung der Wurtzitstruktur tritt ein Asymmetrieparameter des EFG auf. Bei der Anpassung der Störfunktion an die Messdaten muss berücksichtigt werden, dass der Asymmetrieparameter  $\eta$ , vor allen in Bereichen nahe null und eins, mit der Dämpfung  $\delta$  korreliert ist [For73]. Der Asymmetrieparameter kann nur schwer aus den Messdaten ermittelt werden. Von der Asymmetrie wiederum hängt die Auf-

spaltung der Energieniveaus des Zwischenzustands (siehe Kapitel 3.1, Abb.9) und somit auch die beobachtete Frequenz ab. Die Größe der Wechselwirkungsfrequenz  $\omega_0$  bleibt jedoch relativ stabil. Unter uniaxialem Druck in c-Richtung tritt kein Asymmetrieparameter auf, die Dämpfung ist eindeutig bestimmbar. Da diese Messreihe eine Änderung der Dämpfung zeigt, wird die Dämpfung beim Anpassen der Störfunktion weiterhin als freie Variable offen gelassen. In Abb. 23 ist der Einfluss verschiedener Dämpfungen auf die Frequenz sowie der Asymmetrie dargestellt. Hierzu wurde die Störfunktion unter verschiedenen Randbedingungen an die Messreihe (unter uniaxialem Druck in a-Richtung) angepasst. Als Erstes wurden alle drei Parameter ( $\omega_0$ ,  $\eta$ ,  $\delta$ ) als freie Variablen für jeden Messpunkt bestimmt. Um die absoluten Fehler zu ermitteln, die beim Anpassen der Frequenz und des Asymmetrieparameters auftreten können, wurden zwei weitere Anpassungen der Störfunktion an die Messdaten vorgenommen. Im unbelasteten Fall liegt die minimale Dämpfung vor. Sie wird beim Anpassen der Störfunktion für alle weiteren Messpunkte der Reihe festgehalten. Die so erhaltenen Werte der Frequenzen und Asymmetrien liefern die oberen absoluten Fehlergrenzen. Wird die maximale Dämpfung für alle Messpunkte konstant gehalten, erhält man analog die unteren absoluten Fehlergrenzen.

In allen Messungen unter uniaxialer Belastung senkrecht zur c-Achse sind die angegebenen Daten durch die Anpassung der Störfunktion mit der Dämpfung als freiem Parameter ermittelt worden. Die angegebenen Fehlergrenzen sind die absoluten Fehler, die sich durch die Abhängigkeit der Asymmetrie von der Dämpfung beim Anpassen der Störfunktion an die Messdaten ergeben.

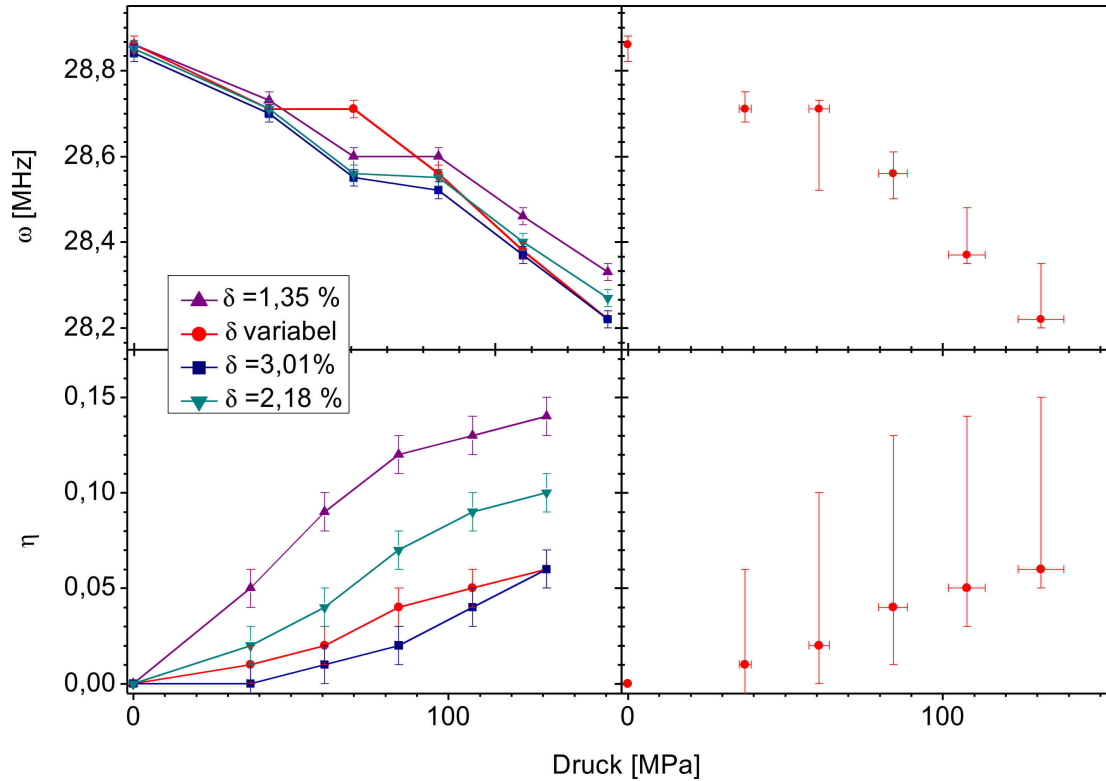


Abbildung 23: Die Werte der Frequenzen und Asymmetrien wurden durch Anpassen der Störfunktion ermittelt, wobei die Dämpfung als freie Variable mitbestimmt wird. Die absoluten Fehler ergeben sich, indem die max. und min. auftretende Dämpfung beim Anpassen der Störfunktion für alle Messreihen konstant gehalten wird. Zum Vergleich wurde eine weitere Anpassung bei konst. mittlerer Dämpfung vorgenommen.

#### 4.5.2.1 Zinkoxid unter uniaxialer Belastung in Richtung der a-Achse

Insgesamt werden sechs Messpunkte zwischen null und 120 MPa aufgenommen. Die R-Werte der unbelasteten und maximal belasteten Probe sind in Abb. 24 dargestellt.

Eine gute Anpassung der Störfunktion für diese Messreihe ist nur möglich, wenn der Winkel des EFG zu den Detektoren als freie Variable bestimmt wird. Für die unbelastete Probe ergibt sich bei der Anpassung ein Winkel von  $35^\circ$ . Er wird für alle weiteren Messpunkte festgehalten.

Die Quadrupolkopplungskonstante nimmt bei einem Druck von 120 MPa von 30,64 MHz im unbelasteten Zustand auf 30,07 MHz ab. Der Asymmetrieparameter ändert sich von 0 auf 0,06. Die Dämpfung steigt von 1,35 % auf 3,01 % an. Ausge-



wählte Messwerte sind in Tab 8 zusammengefasst. Aus dem linearen Anstieg ergibt sich eine relative Änderung der Quadrupolkopplungskonstanten unter Druck in Richtung der a-Achse von  $-2,45(5) \cdot 10^{-4} / \text{MPa}$  (4.4).

$$\frac{v_Q}{v_0}(P) = 1 - 2,45(5) \cdot 10^{-4} \left( \frac{1}{\text{MPa}} \right) \cdot P \quad (4.4)$$

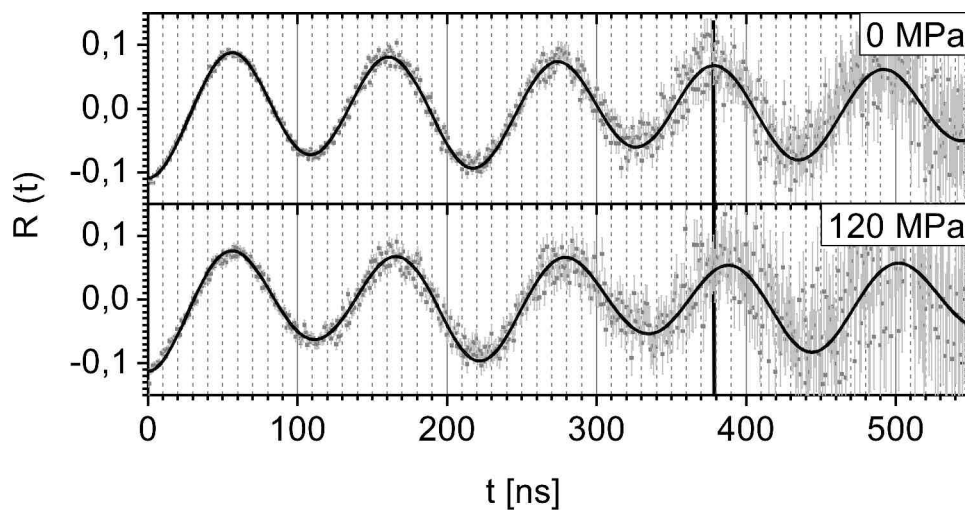


Abbildung 24: Störfunktion für ZnO unter uniaxialem Druck in Richtung der a-Achse. Die Wechselwirkungsfrequenz nimmt mit zunehmendem Druck ab.

P [MPa]	$v_Q$ [MHz]	Fehler $v_Q$ [MHz]	Fehler $v_Q$ [MHz]	$\eta$	Fehler $\eta$	Fehler $\eta$
0	30,64	0,02	-0,01	0	0	0
84(5)	30,32	0,04	-0,04	0,04	0,09	-0,03
108(6)	30,12	0,01	-0,09	0,05	0,09	-0,02
131(7)	29,96	0,01	-0,11	0,06	0,09	-0,01

Tabelle 8: ausgewählte Messwerte der Messreihe: uniaxialer Druck in Richtung der a-Achse

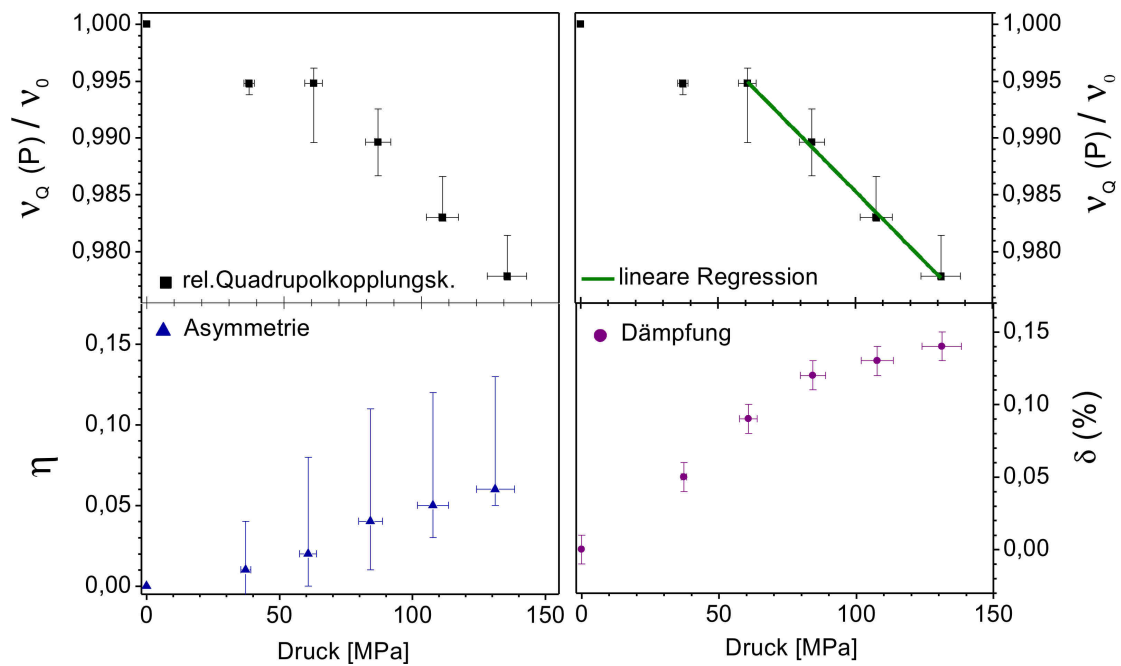


Abbildung 25: Fitparameter unter uniaxialen Druck in Richtung der  $a$ -Achse. Die Quadrupolkopplungskonstante zeigt eine lineare Abnahme unter Druck. Gleichzeitig tritt eine zunehmende Asymmetrie auf. Im linearen Bereich wird durch lineare Regression die Druckabhängigkeit ermittelt.

#### 4.5.2.2 Zinkoxid unter uniaxialer Belastung in Richtung der $m$ -Achse

Zur Bestimmung der Druckabhängigkeit von  $v_Q$  unter Belastung des Kristalls in Richtung der  $m$ -Achse werden drei Messreihen bis zu einem Druck von 180 MPa aufgenommen. Die absoluten Fehler der Messdaten werden wie in der Einführung beschrieben ermittelt.

In Abb. 26 sind die Störfunktionen der zweiten Messreihe für die unbelastete Probe vor und nach der Belastung sowie die mit 140 MPa maximal belastete Probe abgebildet, in Abb. 27 die Störfunktion der dritten Messreihe im unbelasteten und maximal belasteten Fall. Die Wechselwirkungsfrequenz nimmt unter Druck in  $m$ -Richtung ab. Die Frequenzen der unbelasteten Proben stimmen miteinander überein, die Verspannungen des Kristallgitters sind reversibel.

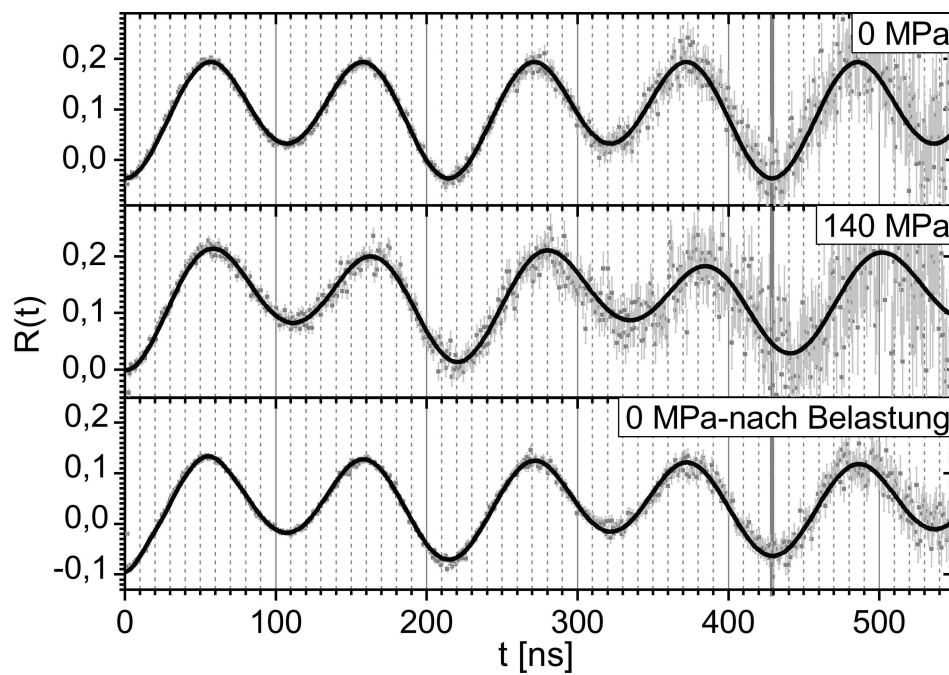


Abbildung 26: An die R-Werte angepasste Störfunktion von In in ZnO unter uniaxialen Druck in Richtung der  $m$ -Achse. Die Frequenz nimmt unter Druck ab, die Verspannungen sind reversibel (Messreihe 2).

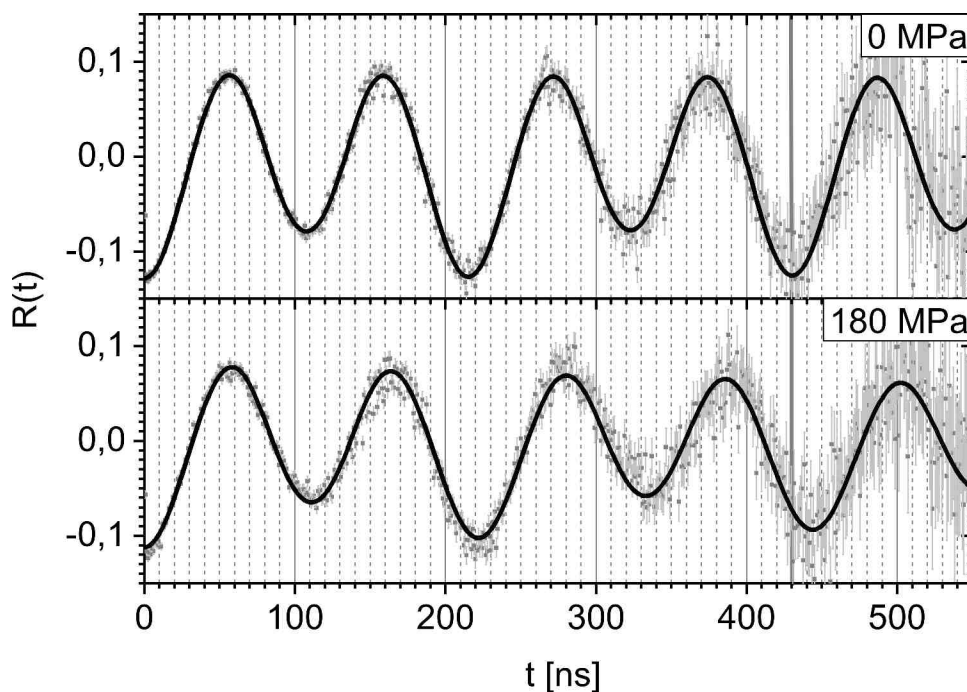


Abbildung 27: Störfunktion von In in ZnO unter uniaxialen Druck in Richtung der  $m$ -Achse. Die Frequenz nimmt unter Druck ab (Messreihe 3).

Die aus den R-Werten durch Anpassen der Störfunktion ermittelten Quadrupolkopplungskonstanten, die linearen Regressionen der relativen Änderungen, die Asymmetrieparameter sowie die Dämpfung sind für die drei Messreihen in Abb. 28 bis 30 dargestellt. Abb. 31 zeigt eine gemeinsame Darstellung der relativen Änderung der Quadrupolkopplungskonstanten sowie der Asymmetrie. Innerhalb der Fehlergrenzen zeigen die Messreihen ein reproduzierbares Verhalten. Nach einem konstanten Verlauf im Anfangsbereich nimmt die Quadrupolkopplungskonstante bei ansteigender Asymmetrie (von null auf max 0,2) unter zunehmenden Druck (bis 180 MPa) linear ab. Bei einem Druck von 180 MPa ändert sich die Frequenz um ungefähr 3%. Aus allen drei Messungen ergibt sich eine mittlere relative Änderung der Quadrupolkopplungskonstanten von  $-2,45(5)/\text{MPa}$ . Ausgewählte Messdaten sind in Tabelle 9, die Steigungen der linearen Regression in Tabelle 10 zusammengefasst.

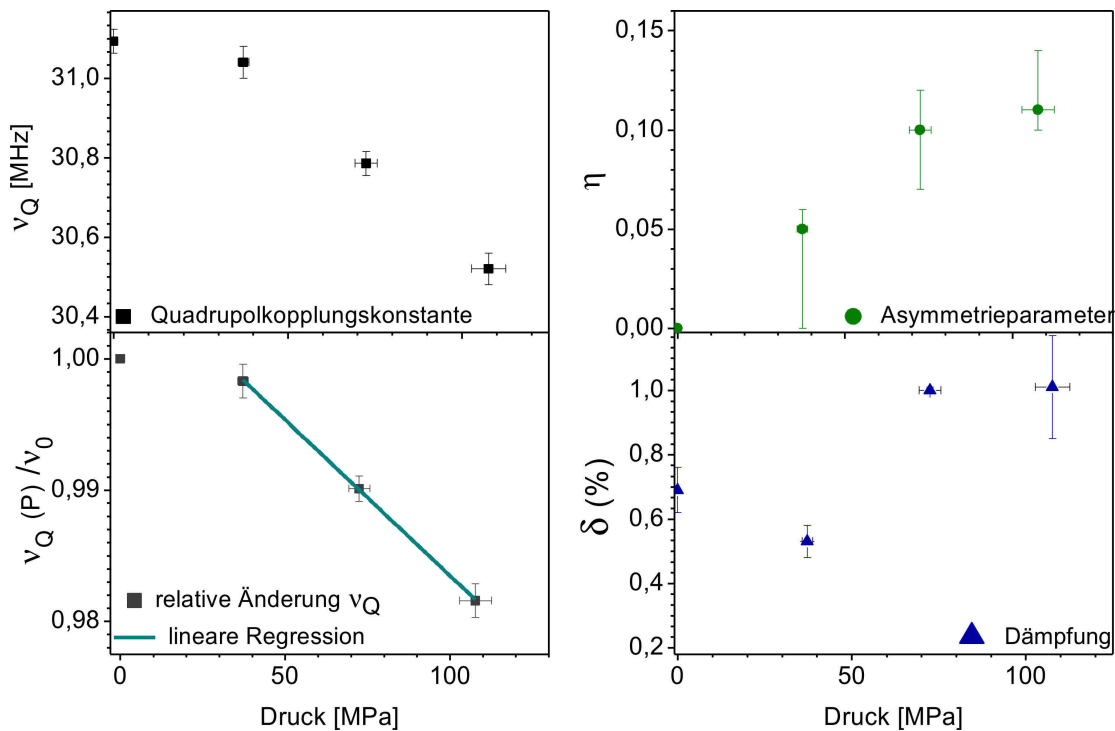


Abbildung 28: Fitparameter unter uniaxialem Druck in Richtung der  $m$ -Achse. Die Quadrupolkopplungskonstante zeigt eine lineare Abnahme unter Druck. Gleichzeitig tritt eine zunehmende Asymmetrie auf. Im linearen Bereich wird durch lineare Regression die Druckabhängigkeit ermittelt (Messreihe 1).

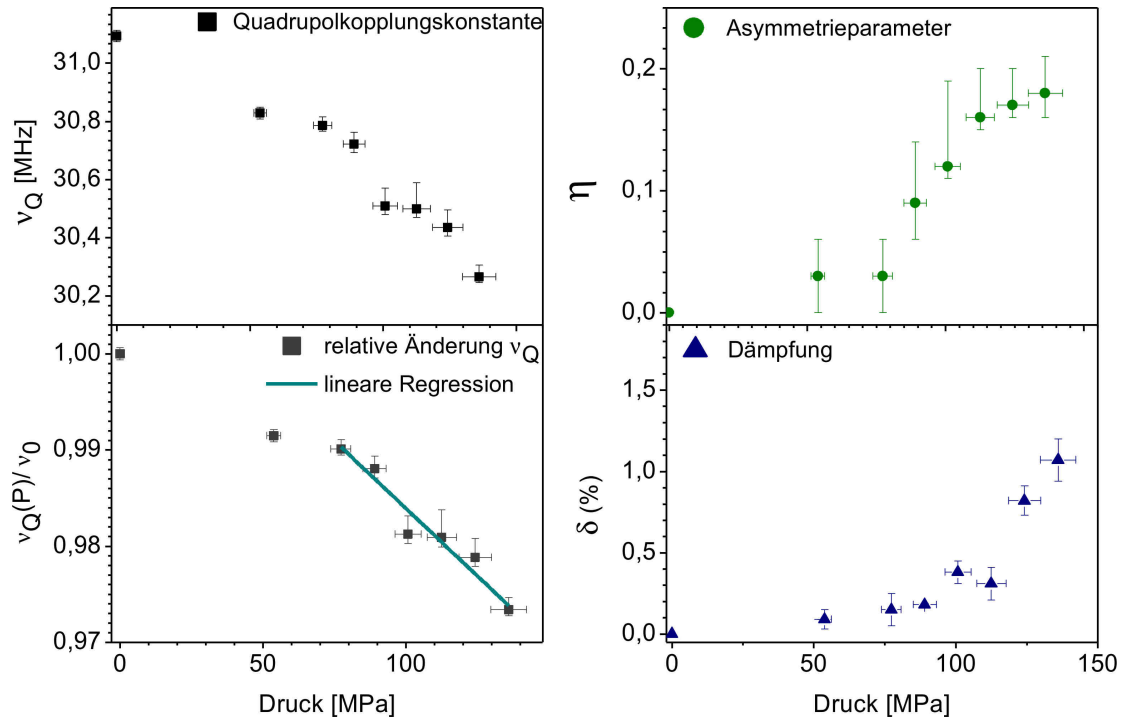


Abbildung 29: Fitparameter unter uniaxialer Druck in Richtung der  $m$ -Achse (Messreihe 2).

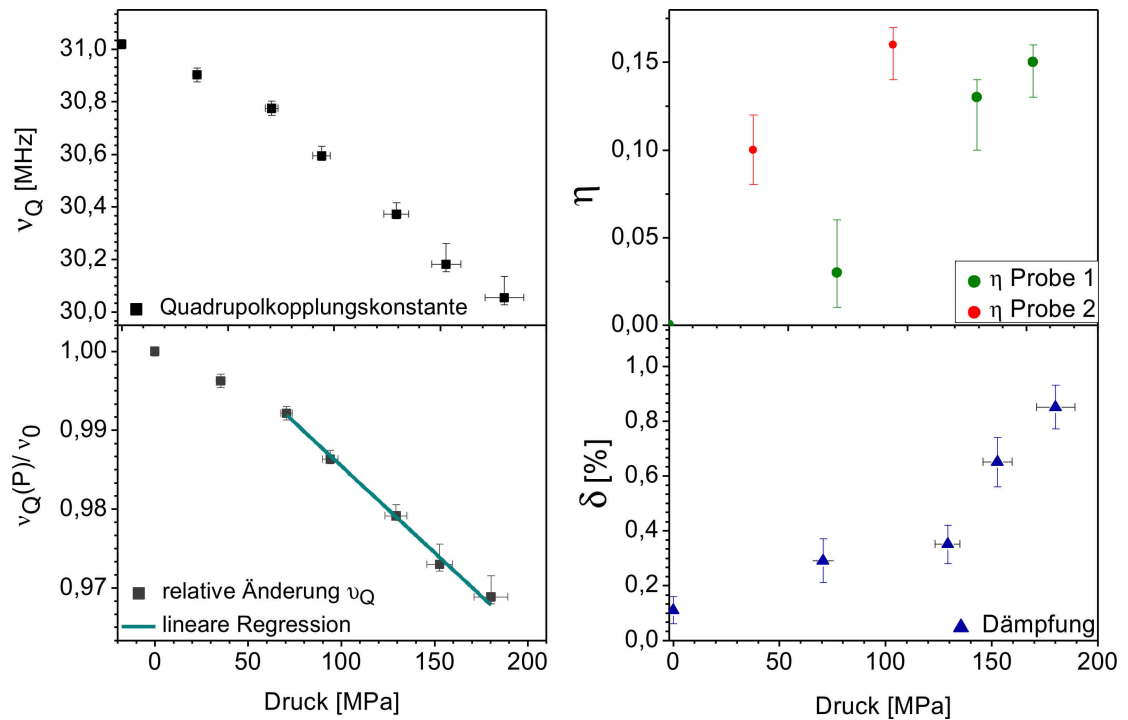


Abbildung 30: Fitparameter und lineare Regression unter uniaxialer Druck in Richtung der  $m$ -Achse. (Messreihe 3). In dieser Messreihe wurde nach dem Bruch der ersten Probe mit einer zweiten implantierten Probe zwei weitere Messpunkte aufgenommen. Die Proben stammen von demselben Kristall, die Einstellungen der Apparatur wurden nicht geändert. Die Frequenzen fügen sich ein, die Asymmetrien zeigen eine deutliche Abweichung.

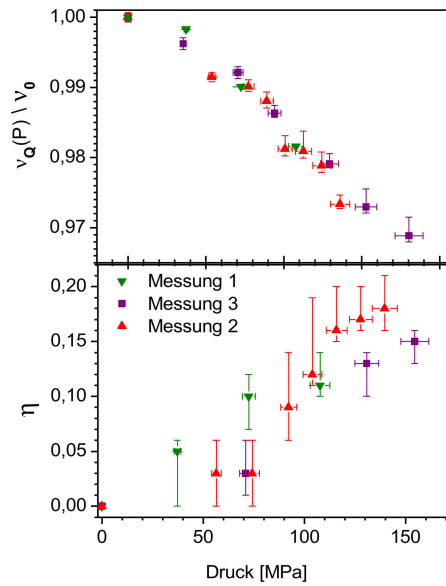


Abbildung 31: In den beiden Diagrammen sind die Messreihen, die unter uniaxialem Druck in Richtung der  $m$ -Achse aufgenommen wurden gemeinsam dargestellt. Die Änderung der Frequenz und Asymmetrie zeigen ein reproduzierbares Verhalten unter Druck.

P [MPa]	$v_Q$ [MHz]	Fehler $v_Q$ [MHz]	Fehler $v_Q$ [MHz]	$\eta$	Fehler $\eta$	Fehler $\eta$
0	31,02	0,02	-0,02	0	0	0
129(6)	30,37	0,04	-0,02	0,13	0,01	-0,03
153(7)	30,18	0,08	-0,03	0,15	0,01	-0,02
180(9)	30,05	0,08	-0,03	0,16	0,01	-0,02

Tabelle 9: Ausgewählte Messdaten von In in ZnO unter uniaxialer Belastung in Richtung der  $m$ -Achse.

Messreihe	relative Änderung $v_Q$ / MPa
1	-0,000237(3)
2	-0,00028(2)
3	-0,0002,19(7)
Mittelwert	<b>-0,000245(5)</b>

Tabelle 10: Steigungen der linearen Regressionen unter uniaxialem Druck in Richtung der  $m$ -Achse

#### 4.6. Wechselverformungsmaschine

Die Druckabhängigkeit der Quadrupolkopplungskonstanten zeigt in allen Messreihen denselben Verlauf. Ab einem Druck, der je nach Probe zwischen 30 und 80 MPa variiert, ändert sich die Kopplungskonstante in Übereinstimmung mit dem Punktladungsmodell (Kapitel 2.3.2) proportional zum äußeren Druck. Im Anfangsbereich wird keine oder eine sprunghafte Änderung der Frequenz mit anschließendem konstanten Verlauf beobachtet. Der elektrische Feldgradient ändert sich linear mit zunehmendem Druck durch das Verrücken der Gitterionen. Da jede äußere Kraft zu einer neuen Gleichgewichtslage der Gitterionen führt, sollte unter idealen Versuchsbedingungen der lineare Anstieg der Frequenz von Anbeginn zu beobachten sein. Es ist denkbar, dass die Ursachen für den verzögerten Anstieg geometrischer Natur sind. Liegen Probenkanten und Druckunterlagen nicht plan aufeinander, wird das Kristallgitter nicht gleichmäßig belastet. Um das elastische Verhalten des Kristalls im Anfangsbereich genauer zu untersuchen, werden Aufnahmen mit der Wechselverformungsmaschine (Rupfe) vorgenommen (Abb. 22). Eine ausführliche Beschreibung kann den Diplomarbeiten von Löwenhoff [Loe08] und Wider [Wid97] entnommen werden. Mit der Wechselverformungsmaschine können Proben im Mikrometerbereich zwischen 0 und 80  $\mu\text{m}$  kontrolliert verformt werden. Dabei kann eine Kraft von bis zu 2000 N aufgebracht werden. Ein Piezotranslator drückt die Probe gegen eine starre Halterung. Der zuvor vorgegebene Stellweg wird im Verlauf des Versuchs von einem kapazitiven Sensor ermittelt. Die dabei aufgebrachte Kraft wird über Dehnungsmessstreifen der Kraftmessdose erfasst. Die gemessenen elektrischen Spannungen der Kraftmessdose und des kapazitiven Wegaufnehmers werden

während der Messung abgespeichert. Die aufgezeichneten elektrischen Spannungen werden umgerechnet und als Kraft-Weg-Diagramm dargestellt.

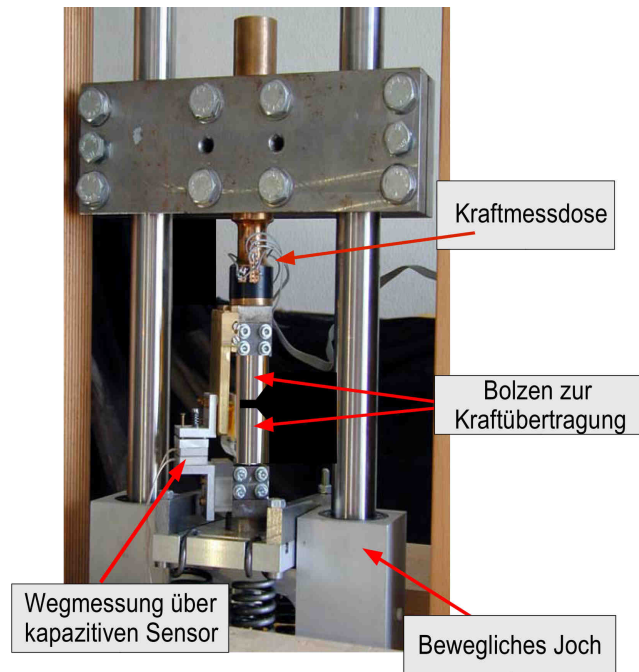


Abbildung 32: Wechselperformungsmaschine. Der untere Bolzen wird über ein Piezoelement gegen den oberen gedrückt. Aus dem zurückgelegten Weg und der aufbrachten Kraft, kann ein Kraft-Dehnungs Diagramm gemessen werden

Die ZnO-Probe wird in ihrer Druckstempelhalterung zwischen die Bolzen der Wechselperformungsmaschine gestellt und gegen den oberen Bolzen gedrückt. Die Messung wird für alle drei Kristallrichtungen an verschiedenen Proben vorgenommen. Als Vergleichsmessung werden zwei Proben liegend belastet. Ein so ermitteltes Kraft-Weg-Diagramm ist in Abb. 33 dargestellt. Im Gegensatz zu den liegend belasteten Proben nimmt die Kraft der stehend belasteten Proben erst zwischen 50 und 80 N linear mit der Deformation zu. Der lineare Anstieg beginnt analog zu den PAC-Messungen, verzögert ab einem Druck zwischen 60 und 100 MPa. Die Verzögerung des Anstiegs kann somit auf geometrische Ursachen zurückgeführt werden.



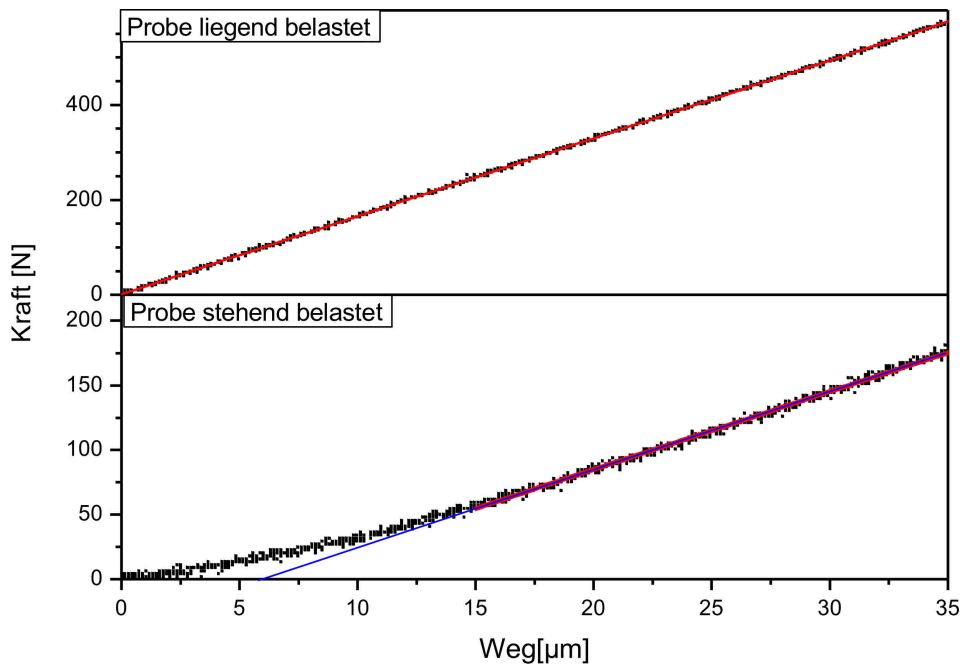


Abbildung 33: Kraft-Dehnungsdiagramme mit der Wechselverformungsmaschine aufgenommen. Die liegend belastete Probe zeigt ein elastisches Verhalten im linearen Hooke'schen Bereich, dieser Bereich beginnt für die stehend belastete Probe ab etwa 50N.

## 4.7. Diskussion

Das Kristallgitter von Zinkoxid weicht von der idealen Wurtzitstruktur ab. Betrachtet man einen Sauerstofftetraeder, in dessen Zentrum ein Zinkatom Platz findet, so ist dieser Tetraeder gegenüber der idealen Struktur in  $c$ -Richtung gestaucht. Die Sauerstoffatome sind so angeordnet, dass sie am Ort des Zinkatoms einen axialsymmetrischen EFG erzeugen, der in Richtung der  $c$ -Achse liegt. Deformiert man das Kristallgitter durch eine Belastung, verändert sich der EFG. Experimentell kann der Feldgradient am Ort eines Zinkatoms im Kristallgitter bestimmt werden, wie er von einem Cd-Kern gesehen wird. Die Dämpfung nimmt in allen Messreihen um weniger als 2 % zu. Die Sonden sehen eine einheitliche Probenumgebung. Der Kristall ist somit gut ausgeheilt und wird gleichmäßig deformiert. Die auftretenden Deformationen des Kristallgitters sind reversibel, die Quadrupolkopplungskonstanten vor und nach der Belastung stimmen innerhalb der Fehlergrenzen miteinander überein. Die Reaktion des Gitters auf einen äußeren Druck ist reproduzierbar; verschiedene

Messreihen zeigen gleiches Verhalten. Innerhalb der ersten 80 MPa liegt für alle Messreihen ein konstanter Bereich, in dem sich die Quadrupolkopplungskonstante unter steigendem Druck nicht ändert. Die Aufnahmen der Wechselverformungsmaschine zeigen in demselben Bereich für stehend belastete Proben eine Änderung des elastischen Verhaltens an. Die Ursache dafür könnte die nicht plan auf der Saphirunterlage anliegende Probenkante sein. Neben einer rauen Schnittkante führen bereits kleinste Staubpartikel, die vorwiegend aus Silizium bestehen, zu Unebenheiten zwischen Probenkante und Saphirunterlage, die zunächst eine ungleichmäßige Belastung des Kristalls verursachen können. Für die liegend belastete Probe zeigt der Kristall ausschließlich ein Verhalten im elastischen Hooke'schen Bereich, der direkt in den Sprödbruch übergeht an. Es ist somit zu erwarten, dass die Quadrupolkopplungskonstante unter idealen Versuchsbedingungen genau die vom Punktladungsmodell vorhergesagte lineare Änderung ohne Verzögerung zeigen würde.

Unter uniaxialem Druck in Richtung der  $c$ -Achse nimmt die Abweichung gegenüber der idealen Struktur weiter zu, die  $z$ -Komponente des EFG steigt unter zunehmenden Druck an. Da die Symmetrie des Systems hierbei nicht verändert wird, bleibt die Axialsymmetrie des EFG erhalten. Bei der Anpassung der Störfunktion an die Messdaten tritt kein Asymmetrieparameter auf (Abb. 34).

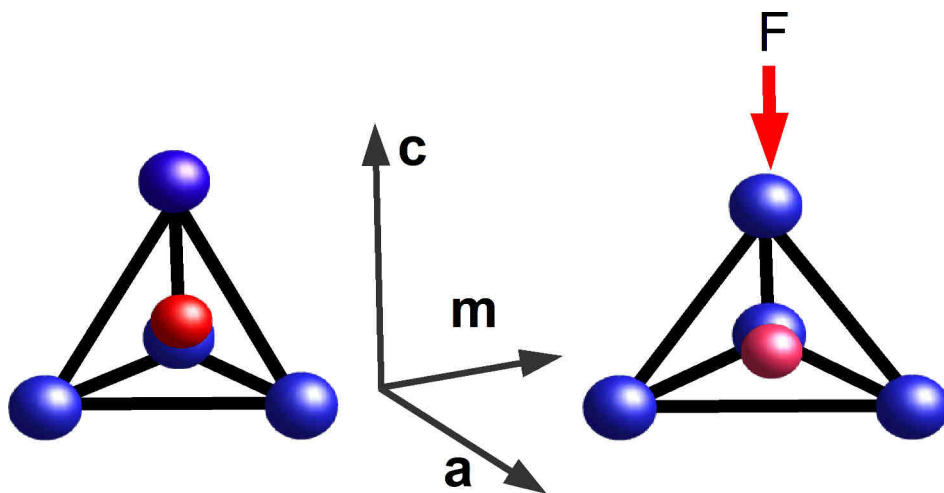


Abbildung 34: Unter uniaxialer Belastung in Richtung der  $c$ -Achse weicht der Sauerstofftetraeder, in dem eine Messsonde sitzt, weiter von der idealen Struktur ab,  $V_{zz}$  nimmt zu. Die Asymmetrie des Systems wird hierbei nicht gestört.

Durch Belastung der Probe senkrecht zur c-Achse wird der Sauerstofftetraeder in c-Richtung gedehnt. Die Kristallstruktur nähert sich der idealen Struktur an, der EFG nimmt linear mit zunehmenden Druck ab. Innerhalb der Fehlergrenzen ist die relative Änderung der Quadrupolkopplungskonstanten unter uniaxialem Druck in Richtung a- und m-Achse gleich (Abb. 36). Da die Basis des Tetraeders in Richtung des Drucks gestaucht wird und senkrecht hierzu gedehnt, wird die Symmetrie des Tetraeders gestört (Abb. 35). Die Abweichung von der Axialsymmetrie spiegelt sich im Verhalten des EFG wider. Bei Belastung des Kristalls in Richtung der a- und m-Achse nimmt die Asymmetrie unterschiedlich stark zu (Abb. 37).

Die aus den Messdaten bestimmten relativen Änderungen der Quadrupolkopplungskonstanten, in Abhängigkeit von einer zunehmenden Druckspannung in Richtung der verschiedenen Kristallrichtungen, sind durch die Gleichungen (4.5), (4.6) gegeben.

$$\text{Druck in c-Richtung: } \frac{v_Q}{v_0}(P) = 1 + 1,96(4) \cdot 10^{-4} \left( \frac{1}{\text{MPa}} \right) \cdot P \quad (4.5)$$

$$\text{Druck in a, m Richtung: } \frac{v_Q}{v_0}(P) = 1 - 2,45(5) \cdot 10^{-4} \left( \frac{1}{\text{MPa}} \right) \cdot P \quad (4.6)$$

Bei gleichem Druck ist die relative Änderung der Quadrupolkopplungskonstante gegenüber der in c-Richtung belasteten Probe größer. Dies spiegelt die Anisotropie des elastischen Verhaltens wider. Das Elastizitätsmodul in a- und m-Richtung ist mit 127 GPa gegenüber 144 GPa in c-Richtung kleiner (Tabelle 3). Der Kristall lässt sich leichter deformieren, der EFG ändert sich stärker.

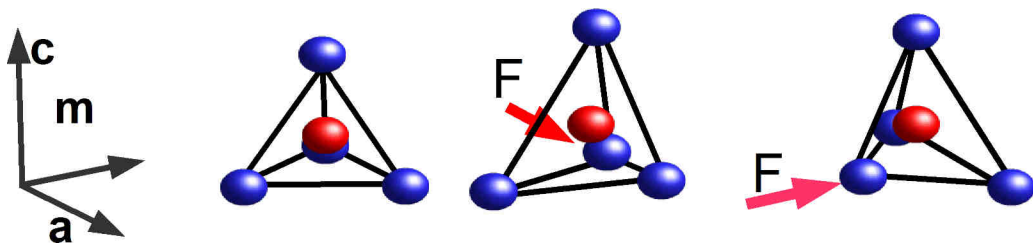


Abbildung 35: Unter uniaxialer Belastung senkrecht zur c-Achse weicht der Sauerstofftetraeder - in dem eine Messsonde sitzt - weiter von der idealen Struktur ab,  $V_{zz}$  nimmt ab. Die Störung der Symmetrie spiegelt sich in einem auftretenden Asymmetrieparameter des EFG wider.

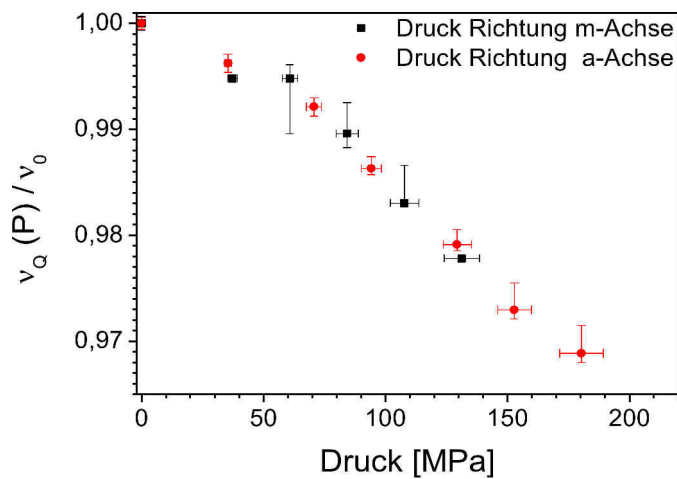


Abbildung 36: Bei Druck in Richtung  $a$ - und  $m$ -Achse (Messreihe 3) zeigt die Quadrupolkopplungskonstante denselben linearen Abfall unter zunehmendem Druck.

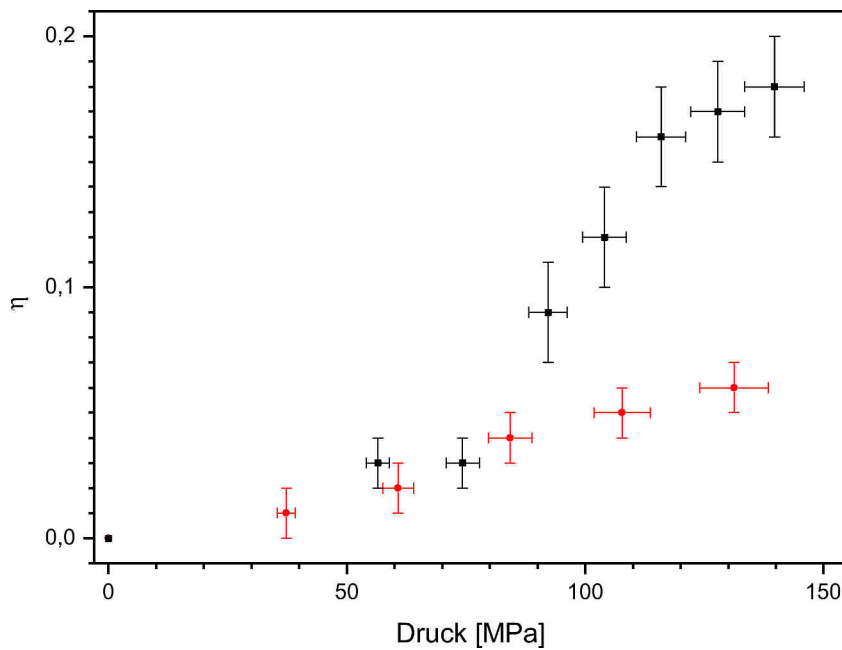


Abbildung 37: Unter uniaxialem Druck in Richtung der  $a$ - und  $m$ -Achse (Messreihe 2) nimmt die Asymmetrie unterschiedlich stark zu. In dem Diagramm sind statt der absoluten Fehler, die Fehler des gewichteten  $\chi^2$ , die sich beim Anpassen der Störfunktion ergeben, aufgetragen.

Vergleicht man die experimentellen Werte mit dem Punktladungsmodell, so zeigt das Punktladungsmodell qualitativ das richtige Verhalten an. Die Änderung des EFG kann somit auf die Verrückung der Gitterionen zurückgeführt werden. In

Abb. 38 sind die mit dem Punktladungsmodell berechneten Werte des ionischen Feldgradienten den experimentellen Daten gegenübergestellt. Im Experiment wird die Quadrupolkopplungskonstante gemessen. Da sie sich nur um einen Faktor von dem EFG unterscheidet, entspricht ihre relative Änderung auch der relativen Änderung des EFG am Ort des Indiumkerns bzw. der relativen Änderung des ionischen EFG – sofern der Sternheimerfaktor unabhängig vom äußeren Druck ist.

Die Ursachen für die Abweichungen sind vor allem durch die Näherungen des Punktladungsmodells gegeben. Zum einen wird der kovalente Anteil der Bindung vollständig vernachlässigt, zum anderen ist der zur Berechnung nötige  $u$ -Parameter aus der Wurtzitstruktur anderer Materialien abgeschätzt. Da der Sternheimerfaktor nur für freie Cadmiumatome mit abgeschlossener Elektronenhüllen bekannt ist, tritt ein weiterer Fehler bei der Umrechnung des effektiven Feldgradienten in den ionischen Gitterfeldgradienten auf. Sollte er eine Druckabhängigkeit zeigen, würde sich der Umrechnungsfaktor zwischen Quadrupolkopplungskonstante und EFG unter Druck ändern (2.9).

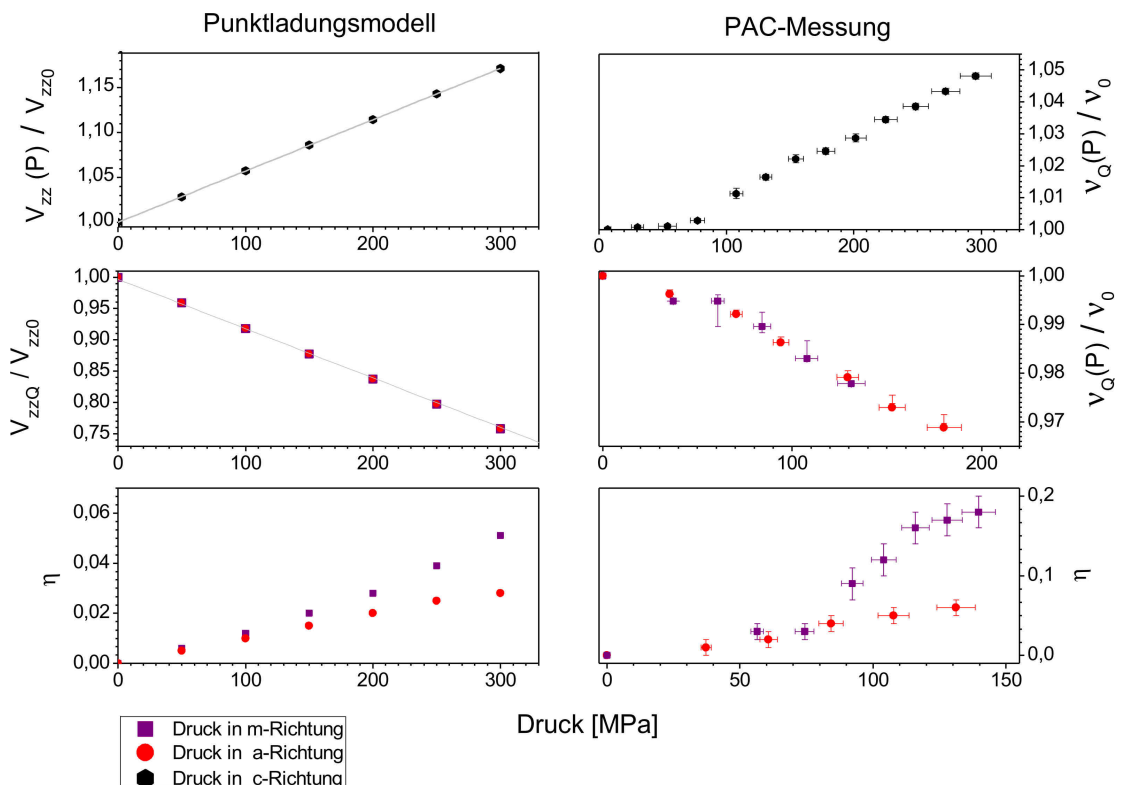


Abbildung 38: Alle Voraussagen des PLM für das Verhalten des EFG unter uniaxialem Druck wurden erfüllt, die Änderung des EFG lässt sich auf die Verrückung der Gitterionen zurückführen. Abweichungen in der Größenordnung sind auf die Näherungen des Punktladungsmodells zurückzuführen.

## 5. Hyperfeinwechselwirkung von ZnO unter biaxialem Druck

Beim epitaktischen Wachsen dünner Schichten auf einem Substrat treten große Verspannungen auf, wenn die Wachstumstemperatur über der Arbeitstemperatur liegt. Beim Abkühlen der Materialien mit verschiedenen Ausdehnungskoeffizienten wird der Halbleiterkristall in der Verbindungsebene verspannt [Ber91].

Im folgenden Versuchsteil wird diese Situation experimentell nachgestellt, indem die ZnO-Proben starr mit einer Aluminiumplatte verbunden werden. Durch Abkühlen mit flüssigem Stickstoff wird der Kristall in der Verbindungsebene verspannt. Die auftretende biaxiale Verspannung kann nach dem Superpositionsprinzip in zwei uniaxiale Spannungen zerlegt werden [DUB74]. Es ist somit möglich, aus dem bekannten Zusammenhang zwischen uniaxialem Druck und Änderung der Quadrupolkopplungskonstanten (Kapitel 4) die Größenordnung der auftretenden Verspannungen durch eine PAC-Messung abzuschätzen.

### 5.1. Erzeugung biaxialer Spannungen

Um biaxiale Spannungen im ZnO Kristall zu erzeugen, wird die Probe auf eine Aluminiumplatte geklebt und mit flüssigem Stickstoff auf 77 K gekühlt. Der Wärmeausdehnungskoeffizient von Aluminium ist im Vergleich zu ZnO deutlich größer. Bei abnehmender Temperatur wird das ZnO-Kristallgitter entlang der Klebeverbindung gestaucht, senkrecht hierzu gedehnt (Abb. 39).

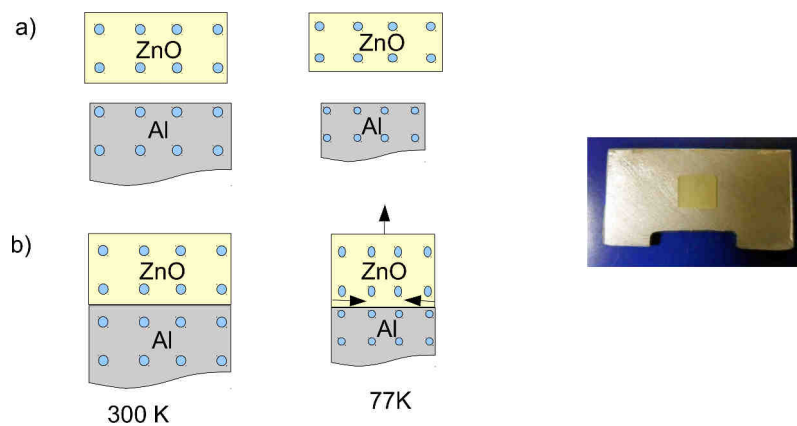


Abbildung 39: a) ZnO und Al dehnen sich bei abnehmender Temperatur unterschiedlich stark aus.  
 b) Werden sie starr miteinander verbunden, führt dies zu einer Stauchung des ZnO-Kristalls entlang der Verbindungsebene.  
 Rechts ist die aufgeklebte ZnO-Probe zu sehen.

	Linearer thermischer Wärmeausdehnungskoeffizient
Al	$\alpha (300\text{K}) = 23,8 \cdot 10^{-6}$ <sup>1</sup>
ZnO	$\alpha_a (300\text{K}) = 4,31 \cdot 10^{-6}$ $\alpha_c (300\text{K}) = 2,49 \cdot 10^{-6}$ <sup>2</sup>

Tabelle 11: Wärmeausdehnungskoeffizienten, <sup>1</sup>[WIL92], <sup>2</sup>[COL06]

Damit die Klebefläche eine starre Verbindung zwischen den Proben herstellt und den Druck des Aluminiumkristalls auf den Zinkoxidkristall übertragen kann, sollte sie wenig elastisch und gleichzeitig innerhalb eines weiten Temperaturbereichs beständig sein. Als geeignet erweist sich 2-komponentiger Epoxidharzklebstoff. Für die Messungen wurde „UHU plus endfest 300“<sup>1</sup> verwendet. Die höchste Bindefestigkeit erreicht man durch eine Vorbehandlung der Klebeflächen, bei der sie gründlich gereinigt und entfettet werden. Hierzu wird die ZnO-Probe mit Ethanol gereinigt. Die Aluminiumplatte wird mit Schleifpapier der Körnung 200 angeraut und mit Aceton entfettet. Das Mischungsverhältnis der Klebstoffkomponenten beträgt 100 Gewichtsteile Binder zu 50 Gewichtsteilen Härter. Die Aushärtung erfolgt bei

<sup>1</sup> UHU GmbH, D-77813 Bühl

180°C für 5 Minuten im Umlufttrockenschrank. Durch die beschriebene Vorgehensweise wird bei Zimmertemperatur eine Endfestigkeit von über 69 N/mm<sup>2</sup> erreicht. Für das physikalische Verhalten des Klebstoffs bei Temperaturen unter -30°C liegen keine Daten vor [UHU].

Um die maximale Spannung abzuschätzen, die sich im ZnO-Kristallgitter durch die verschiedenen Wärmeausdehnungskoeffizienten von Al und ZnO aufbauen kann, werden folgende Näherungen gemacht:

1. Die gegenüber der ZnO-Probe sehr viel größere Aluminiumplatte gibt die Ausdehnung vor.
2. Der Kleber stellt eine starre Verbindung zwischen den Proben her, seine elastischen Eigenschaften bleiben unberücksichtigt.
3. Es treten nur Normalspannungen entlang der Klebefläche auf, Biegungen werden ausgeschlossen.
4. Die Abnahme des Drucks von der Oberfläche bis zur Implantationstiefe der Indium-Ionen ist vernachlässigbar klein.

Die ZnO-Probe wird bei einer Temperatur von 480 K auf die Aluminiumplatte geklebt. Bei Abkühlung der Probe auf Zimmertemperatur führen die elastischen Eigenschaften des Klebstoffs zu einem Druckausgleich innerhalb der Verbindung. Bei einer Abkühlung auf 77 K stellt die Verklebung eine starre Verbindung zwischen beiden Kristallgittern her. Die voluminösere Aluminiumplatte gibt die Ausdehnung bei abnehmender Temperatur vor. Der ZnO-Kristall wird mit abnehmender Temperatur zunehmend gestaucht. Im Kristallgitter baut sich eine biaxiale Spannung auf, die von der relativen Dehnung  $\epsilon$  der ZnO-Probe abhängt (5.1):

$$\epsilon = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{l - l_0}{l_0} = \frac{l_{Al}(77\text{ K}) - l_{ZnO}(77\text{ K})}{l_{ZnO}(77\text{ K})} \quad (5.1)$$

$l$  ist hierbei die Länge der ZnO-Probe im belasteten Fall und wird durch das Aluminium festgelegt,  $l_0$  ist die Länge der unbelasteten ZnO-Probe. Mit der Elastizitätstheorie lässt sich aus der bekannten Dehnung die Spannung berechnen (5.2).

$$\epsilon = \frac{1}{E} \sigma \quad (5.2)$$



Um die Dehnung zu berechnen, wird zunächst die relative Längenänderung, die sich für freies Aluminium und Zinkoxid bei einer Absenkung der Temperatur von 300 K auf 77 K ergibt, bestimmt. Die Länge eines Körpers ändert sich bei einer Temperaturänderung proportional zur Temperaturdifferenz  $\Delta T$  und seiner Ausgangslänge  $l_0$ . Die Proportionalitätskonstante ist durch den linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten  $\alpha$  gegeben:

$$\alpha = \frac{1}{l} \frac{\Delta l_0}{\Delta T} \quad (5.3) \text{ [Ger97]}$$

Die Lösung dieser DGL liefert die Länge des Körpers bei der Temperatur T:

$$l(T) = l_0 e^{\int_0^T \alpha(T) dT} \quad (5.4)$$

Um die relative Längenänderung von Aluminium zu bestimmen, werden fünf Messpunkte [MPI09] des Ausdehnungskoeffizienten im Temperaturbereich zwischen 300 K und 77 K gegen die Temperatur aufgetragen. Zwischen zwei Messpunkten wird der Ausdehnungskoeffizient  $\alpha$  (t) durch eine Gerade angenähert (Abb. 40). Für Aluminium ergibt sich beim Abkühlen von 300 K auf 77 K eine relative Längenänderung von 0,0034 %.

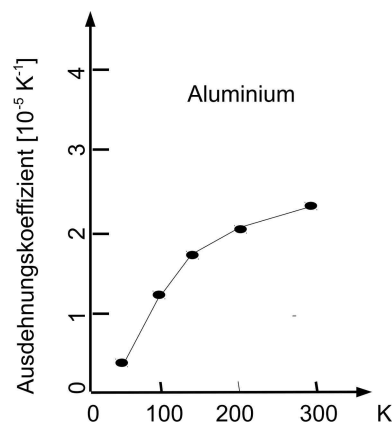


Abbildung 40: lin. therm. Ausdehnungskoeffizient von Aluminium[MPI09]

Für Zinkoxid kann die Abhängigkeit der Gitterkonstanten von der Temperatur nach den Formeln 5.5 [ÖAL09] berechnet werden. Die hieraus berechneten Werte sind in Tab. 12 zusammengefasst.

$$\begin{aligned}
 a(T) &= 3,2468 + 0,23 \cdot 10^{-5} \cdot T + 12,94 \cdot 10^{-9} \cdot T^2 \\
 c(T) &= 5,2042 + 0,522 \cdot 10^{-5} \cdot T + 12,13 \cdot 10^{-9} \cdot T^2
 \end{aligned}
 \tag{5.5}$$

	77K	300K	Änderung [%]
a(T)	3,24688	3,24983	0,000908
c(T)	5,2045	5,205296	0,00015

Tabelle 12: Gitterkonstanten von ZnO bei 77 K und 300 K

Die aufgezwungene Dehnung des ZnO-Kristalls bei einer Abkühlung von 300 K auf 77 K kann nun bestimmt werden (5.6):

$$\begin{aligned}
 \epsilon &= \frac{l_{alu}(77\text{K}) - l_{ZnO}(77\text{K})}{l_{ZnO}(77\text{K})} \\
 \epsilon_{a,m} &= \frac{(l_0 - l_0 \cdot 0,0034) - (l_0 - l_0 \cdot 0,000908)}{(l_0 - l_0 \cdot 0,000908)} = -0,00249 \\
 \epsilon_c &= \frac{(l_0 - l_0 \cdot 0,0034) - (l_0 - l_0 \cdot 0,00015)}{(l_0 - l_0 \cdot 0,00015)} = -0,00325
 \end{aligned}
 \tag{5.6}$$

Aus der Dehnung wird mit Hilfe der Elastizitätstheorie die Spannung berechnet (Anhang A16, A17). Der maximal erzeugbare Druck liegt für die c-Richtung des Kristalls bei 625 MPa. Aufgrund des richtungsabhängigen elastischen Verhaltens sind die erreichbaren Spannungen in a- und m-Richtung geringer (5.7).

$$P \parallel c: \sigma_{a,m} = 563 \text{ MPa} \tag{5.7}$$

$$\begin{aligned}
 P \perp c: \sigma_m &= 493 \text{ MPa} \\
 \sigma_c &= 625 \text{ MPa}
 \end{aligned}$$

Die im Experiment auftretenden Spannungen sollten aufgrund von Relaxationsprozessen und den elastischen Eigenschaften des Klebstoffs unter den maximalen theoretischen Werten liegen.

## 5.2. Messung: Biaxialer Druck

Die durch die verschiedenen Wärmeausdehnungen erzeugte Spannung entlang der Klebeverbindung nimmt mit zunehmender Tiefe im Kristallgitter ab. Bei einer Einschußenergie von 80 KeV liegt die erwartete Implantationstiefe mit 293 [Å] jedoch nahe der Oberfläche (SRIM-Simulation, Abb. 11). Die Implantationsschäden werden vor der Messung durch eine Temperaturbehandlung (Kapitel 3.3) ausgeheilt. Um die Messungen miteinander vergleichen zu können, werden alle Messpunkte unter gleichen Versuchsbedingungen ermittelt. Die Proben können an einem Stab fixiert in einen Dewar eingeführt werden. Dieser wird zwischen den Detektoren der Dreidetektoranlage platziert (Abb.41), für die Messung bei einer Temperatur von 77 K wird er mit flüssigem Stickstoff befüllt.



Abbildung 41: Versuchsaufbau zur Bestimmung biaxialer Verspannungen. Die Probe wird über eine Halterung in den Dewar eingebracht. Dieser ist zwischen den Detektoren der Dreidetektoranlage platziert und kann mit flüssigem Stickstoff befüllt werden.

### 5.2.1 Messung 1: biaxial verspannte, a-orientierte ZnO-Probe

Die Quadrupolkopplungskonstante wird zunächst im unbelasteten Zustand der Probe bei Raumtemperatur ermittelt. Als nächstes erfolgt eine PAC-Messung der unbelasteten Probe bei einer Temperatur von 77 K. Für die Messung der biaxial verspannten Probe wird der Zinkoxidkristall wie in Kapitel 5.1. beschrieben auf eine Aluminiumplatte geklebt und auf 77 K gekühlt. Als Abschlussmessung wird die Probe erneut bei Raumtemperatur vermessen.

In Abb. 42 sind die R-Werte mit angepasster Störfunktion aufgetragen. Aus den Spektren werden Quadrupolkopplungskonstante und Asymmetrieparameter ermittelt, die Messwerte sind in Tabelle 13 zusammengefasst. Bei einer Temperatur von 300 K wird keine Frequenzänderung beobachtet. Die Frequenz der belasteten Probe nimmt gegenüber der unbelasteten bei einer Temperatur von 77 K um 1,05 MHz zu, gleichzeitig tritt ein Asymmetrieparameter auf. Die Quadrupolkopplungskonstanten unterscheiden sich im unbelasteten Zustand bei einer Temperaturänderung von 300 K auf 77 K nur geringfügig voneinander. Die Dämpfung liegt für alle Messpunkte bei etwa 1%.

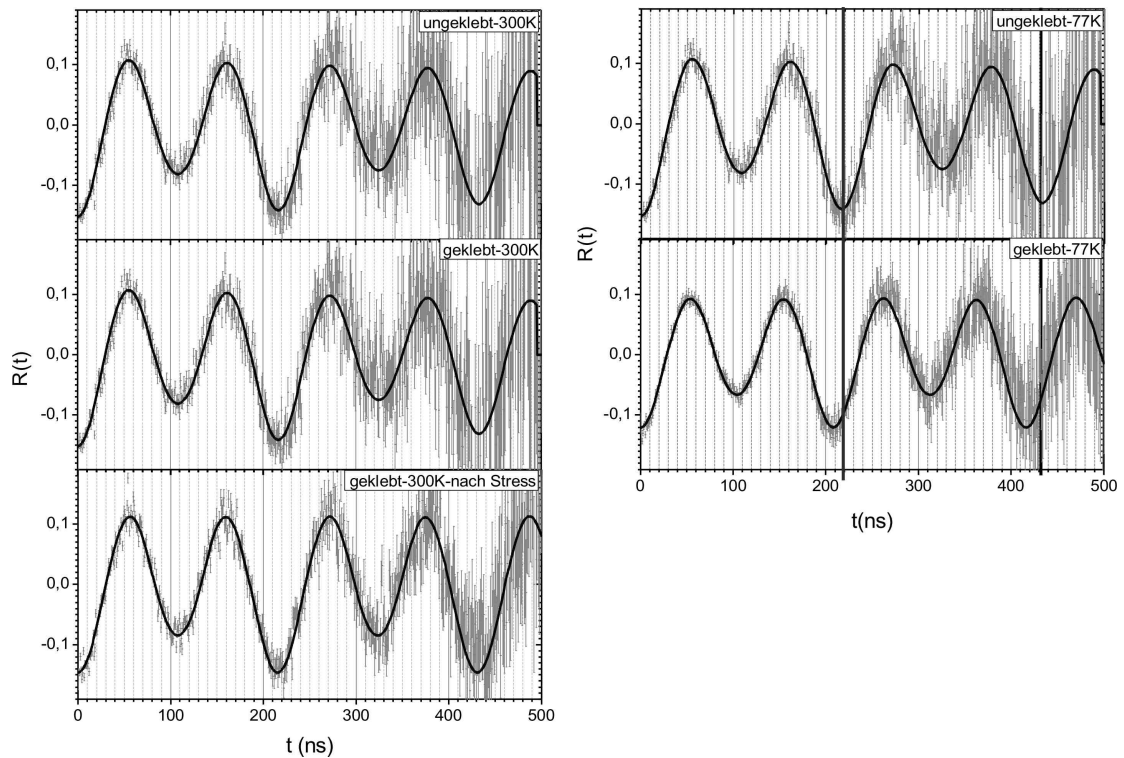


Abbildung 42:  $R$ -Werte der biaxial verspannten ZnO-Probe. Bei einer Temperatur von 77 K nimmt die Frequenz gegenüber der unbelasteten Probe zu. Bei Raumtemperatur wird keine Änderung der Frequenz beobachtet.

	Quadrupolkopplungs- konstante	Asymmetrie - parameter
ZnO bei 300 K	30,85(4)	-
ZnO geklebt bei 300 K	30,98(3)	0,01(1)
ZnO geklebt bei 300 K nach Belastung	30,97(2)	0,02(1)
ZnO bei 77 K	31,02(5)	-
ZnO geklebt bei 77 K	32,07(3)	0,11(1)

Tabelle 13: Messdaten der  $a$ -orientierten ZnO-Probe unter biaxialem Druck

### 5.2.2 Messung 2: biaxial verspannte, $c$ -orientierte ZnO-Probe

Die Quadrupolkopplungskonstante wird im unbelasteten sowie biaxial verspannten Zustand der Probe bei einer Temperatur von 77 K bestimmt. Da ein Großteil des

Indiums bei der Wärmebehandlung ausdiffundiert ist, wird aufgrund der geringen Intensität auf eine Messung bei Raumtemperatur verzichtet. In Abb. 43 ist die angepasste Störfunktion für den belasteten und unbelasteten Zustand dargestellt.

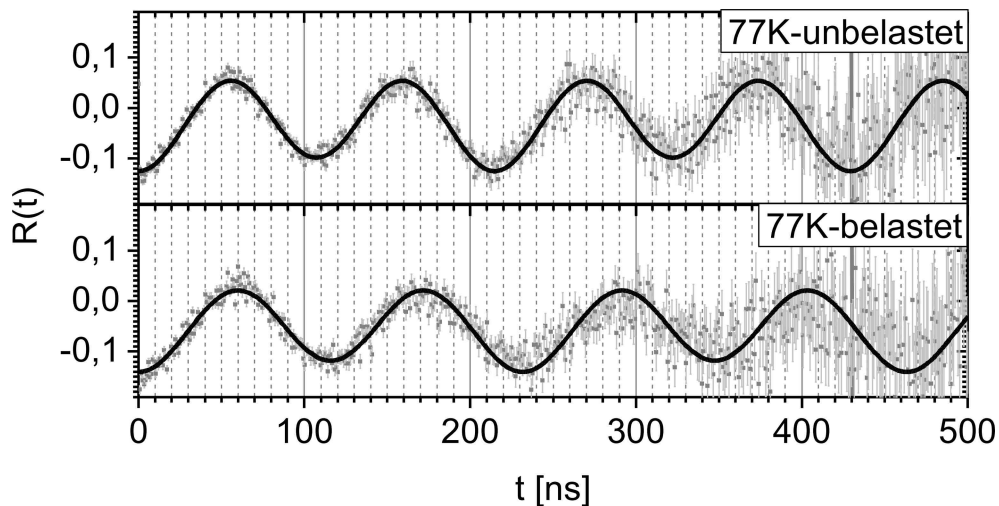


Abbildung 43:  $R$ -Werte der  $c$ -orientierten, biaxial verspannten ZnO-Probe.

Die Quadrupolkopplungskonstante der belasteten Probe nimmt von 31,08 auf 28,82 MHz ab. Ein Asymmetrieparameter tritt bei der Anpassung der Störfunktion nicht auf. Die Dämpfung liegt für beide Messpunkte unter einem Prozent.

### 5.3. Diskussion

Die Zinkoxidprobe wird bei einer Temperatur von 480 K auf Aluminium geklebt. Bei der Abkühlung wird der Zinkoxidkristall durch die stärkere Längenänderung des Aluminiums gestaucht. Bei Raumtemperatur ist keine Frequenzänderung erkennbar. Die Spannungen können durch die elastischen Eigenschaften der Klebstofffläche ausgeglichen werden. Bei einer Abkühlung der Probe auf 77 K tritt eine deutliche Frequenzverschiebung gegenüber der unbelasteten Probe auf. Wie die Messungen zeigen, sind die erzeugten Verspannungen reversibel. Die bei Raumtemperatur gemessenen Frequenzen stimmen vor und nach der Belastung überein. Die auftretende Dämpfung ist gering, die Sonden sind einer einheitlichen Umgebung ausgesetzt, der Kristall wird gleichmäßig belastet. Der erzeugte biaxiale Druck wird anhand der Änderung der Quadrupolkopplungskonstanten abgeschätzt. Grundlage hierfür bilden die bei Raumtemperatur ermittelten Abhängig-

keiten der Quadrupolkopplungskonstanten bei einer uniaxialen Belastung. Die Ergebnisse wurden bei Raumtemperatur gewonnen, sie können jedoch für die Abschätzung des biaxial erzeugten Drucks genutzt werden, da sich die Quadrupolkopplungskonstante und somit das  $c/a$ -Verhältnis, von dem der EFG abhängt, beim Absenken der Temperatur nur sehr geringfügig ändert.

### 5.3.1 Biaxialer Druck a-plane

Die a-orientierte Probe wird bei biaxialer Belastung in c- und m-Richtung des Kristalls gestaucht, in a-Richtung gedehnt. Das  $c/a$ -Verhältnis nimmt ab, das Kristallgitter entfernt sich weiter von der idealen Wurtzitstruktur, der Feldgradient nimmt zu. Durch die ungleichmäßige Stauchung des Tetraeders tritt eine Asymmetrie des EFG auf. Sieht man davon ab, dass die Stauchung in m-Richtung durch das Aluminium vorgegeben wird und sich nicht frei einstellt, kann die Verzerrung des Kristallgitters ebenso durch einen uniaxialen Zug in Richtung der a-Achse erzeugt werden (Abb. 44). Der Asymmetrieparameter liegt mit 0,11 in der gleichen Größenordnung, wie es bei uniaxialen Druck zu erwarten wäre, der Vergleich ist somit gerechtfertigt. Hierdurch ergibt sich die Möglichkeit, aus der Kenntnis über die uniaxiale Druckabhängigkeit der Frequenz den biaxialen Druck zu bestimmen.

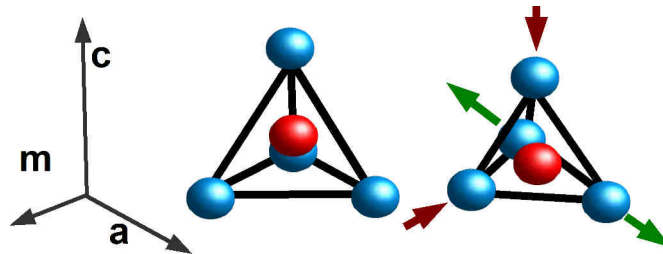


Abbildung 44: Verzerrung des Sauerstofftetraeders unter biaxialem Druck in m- und c-Richtung des Kristalls, entspricht einem uniaxialen Zug in a-Richtung.

Die Quadrupolkopplungskonstante der biaxial belasteten Probe ändert sich gegenüber der unbelasteten von 29,22 MHz auf 30,21 MHz.

Um diese Frequenzänderung durch uniaxialen Zug in Richtung der a-Achse zu erreichen, ist eine Zugspannung von 138 MPa nötig (5.8):

$$\frac{v_Q}{v_0} = \frac{32,07}{31,02} = 1 + \frac{2,45 \cdot 10^{-4}}{[MPa]} \cdot P \quad (5.8)$$

$$P = 138 \text{ MPa}$$

Bei gleichen Quadrupolkopplungskonstanten sollte dasselbe  $c/a$ -Verhältnis der Gitterparameter vorliegen. Das vom Druck abhängige  $c/a$ -Verhältnis der Gitterparameter kann somit für die uniaxiale Zugbelastung und biaxialen Druckbelastung gleichgesetzt und nach dem zu bestimmenden biaxialen Druck aufgelöst werden. Für die  $c$ -Richtung kann der Druck nach Gleichung (5.9) berechnet werden:

$$\left(\frac{c}{a}\right)_{\text{uniaxial}} = \frac{c_0 + \epsilon c_0}{a_0 - \epsilon a_0} = \left(\frac{c}{a}\right)_{\text{biaxial}} \quad (5.9)$$

$$\frac{1 - \frac{0,28}{127\text{GPa}} \cdot P_u}{1 + \frac{1}{127\text{GPa}} \cdot P_u} = \frac{1 - \frac{1}{192\text{GPa}} P_{zb}}{1 + \frac{0,94355}{192\text{GPa}} P_{zb}}, \text{ mit } P_u = 138\text{MPa}$$

Die relativen Dehnungen des Kristalls werden in Gleichung 5.9 mit Hilfe der Elastizitätstheorie berechnet (A.7, A.9, A.16). In Gleichung A. 16 wird dabei berücksichtigt, dass die Dehnung des ZnO-Kristalls von der Aluminiumplatte vorgegeben wird, wodurch der erwartete Druck in  $c$ -Richtung um den Faktor 0,79 geringer ist als in  $m$ -Richtung (5.7). Hieraus berechnet sich der biaxiale Druck in  $c$ -Richtung zu 137 MPa, in  $a$ -Richtung zu 173 MPa (5.10).

$$P_{cb} = 137\text{MPa}$$

$$P_{mb} = 173\text{MPa} \quad (5.10)$$

### 5.3.2 Biaxialer Druck $c$ -plane

Unter biaxialem Druck einer  $c$ -orientierten Probe wird der Kristall in  $a$ - und  $m$ -Richtung gestaucht, in  $c$ -Richtung gedehnt. Hierbei tritt keine Verzerrung des Kristallgitters in der  $c$ -Ebene auf. Ein Asymmetrieparameter wird nicht beobachtet. Durch die Dehnung des Kristalls in  $c$ -Richtung nähert sich das Kristallgitter der idealen Wurtzitstruktur an, der EFG nimmt ab. Die Quadrupolkopplungskonstante ändert sich von 31,08 auf 28,82 MHz. Dies entspricht einer Änderung von 7,3%.



Dieselbe Verzerrung des Kristalls kann durch einen Zug in Richtung der c-Achse erreicht werden (Abb. 45)

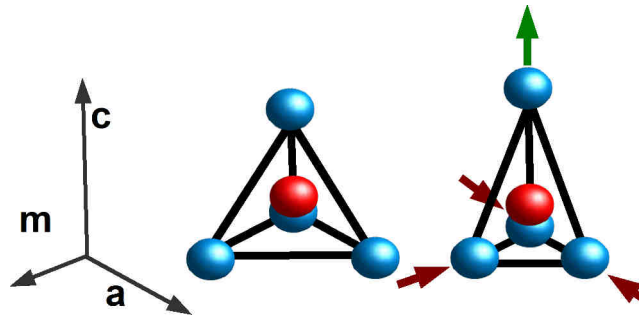


Abbildung 45: Die Verzerrung des Sauerstofftetraeders unter biaxialem Druck in a- und m-Richtung entspricht einem uniaxialen Zug in Richtung der c-Achse.

Um durch einen uniaxialen Zug in Richtung der c-Achse eine Frequenzänderung von 7,3% zu erreichen, ist eine Zugspannung von 409 MPa nötig (5.11).

$$\frac{\nu_0}{\nu_0} = \frac{27,23}{29,6} = 1 - \frac{1,96 \cdot 10^{-4}}{[MPa]} \cdot P \quad (5.11)$$

$$P = 409 \text{ MPa}$$

Wie bei der vorherigen Messung wird das Verhältnis der Achsenparameter gleichgesetzt und durch Auflösen nach dem Druck die biaxiale Spannung bestimmt (5.12). Hierbei werden die Dehnungen nach den Gleichungen (A 3, A 5; A 15, A 16) berechnet. Der entstehende biaxiale Druck ergibt sich in a- und m-Richtung zu 424 MPa.

$$\left(\frac{c}{a}\right)_{\text{uniaxial}} = \left(\frac{c}{a}\right)_{\text{biaxial}}$$

$$\frac{1 + \frac{1}{144 \text{ GPa}} \cdot P_u}{1 - \frac{0,32}{144 \text{ GPa}} \cdot P_u} = \frac{1 + \frac{0,997}{226 \text{ GPa}} P_b}{1 - \frac{1}{226 \text{ GPa}} P_b}, \text{ mit } P_u = 409 \text{ MPa} \quad (5.12)$$

$$P_b = 424 \text{ MPa}$$

Die erzeugte biaxiale Verspannung liegt somit in der Nähe der maximal erreichbaren. Durch den Fehler der uniaxialen Druckabhängigkeit ergibt sich eine Ungenauigkeit von etwa 10 MPa. Zu beachten ist jedoch, dass eine mögliche Temperaturabhängigkeit der Elastizitätsmodule nicht berücksichtigt wurde, wodurch sich der Fehler der Abschätzung erhöht.

## 6. Zusammenfassung und Ausblick

Verspannungen im Halbleiterkristall beeinflussen seine elektronischen und optischen Eigenschaften. Dies kann sich sowohl störend auswirken, als auch gezielt genutzt werden. Ziel dieser Arbeit war es, Verspannungen im Zinkoxidkristall experimentell zu untersuchen. Aufgrund der Abweichung seines Aufbaus von der idealen Wurtzitstruktur bildet sich am Ort eines Gitteratoms ein zur c-Achse axialsymmetrischer elektrischer Feldgradient (EFG) aus, dessen Betrag vom  $c/a$  Verhältnis der Kristallachsen abhängt. Durch die resultierende Verrückung der Gitterionen beeinflusst eine Verspannung das elektrische Feld des Kristallgitters und somit den EFG. Damit bietet sich eine Möglichkeit, Verspannungen experimentell mit Hilfe der Methode der gestörten  $\gamma$ - $\gamma$ -Winkelkorrelation über die Wechselwirkung des Quadrupolmoments einer Messsonde mit dem EFG des Gitters zu untersuchen. Für die Messungen wurden  $^{111}\text{In}$ -Ionen als Sonden implantiert, die substitutionell auf Zinkplätzen in das Kristallgitter eingebaut wurden. Die dabei entstandenen Implantationsschäden wurden vor der Messung durch eine Temperaturbehandlung ausgeheilt. Mit Hilfe eines Druckstempels wurden die Proben uniaxial bis zu einem Druck von 300 MPa belastet. Alle Verspannungen zeigten dabei ein reversibles Verhalten, der Kristall wurde somit innerhalb des elastischen Hook'schen Bereichs belastet.

Das Kristallgitter weist eine richtungsabhängige Reaktion auf die anliegende Spannung auf. Die Experimente zeigen in dem betrachteten Druckbereich eine lineare Zunahme des EFG bei uniaxialer Druckerhöhung in Richtung der c-Achse. Eine Druckerhöhung entlang der a- oder m-Achse führt zu einer linearen Abnahme bei zunehmender Asymmetrie des EFG. Für die Quadrupolkopplungskonstante konnten folgende Druckabhängigkeiten ermittelt werden:

$$\text{Druck in c-Richtung: } \frac{v_Q}{v_0}(P) = 1 + 1,96(4) \cdot 10^{-4} \left( \frac{1}{\text{MPa}} \right) \cdot P \quad (4.5)$$

$$\text{Druck in a, m-Richtung: } \frac{v_Q}{v_0}(P) = 1 - 2,45(5) \cdot 10^{-4} \left( \frac{1}{\text{MPa}} \right) \cdot P \quad (4.6)$$

Für die Messungen unter Druck in Richtung der m- und c-Achse wurden mehrere Messreihen aufgenommen. Sie stimmen innerhalb der Fehlergrenzen gut miteinander

der überein; die Messergebnisse sind reproduzierbar. Die Quadrupolkopplungskonstante konnte unter Druck in Richtung der c-Achse mit einer sehr hohen Genauigkeit bestimmt werden. Die Probe wurde ohne Bruch bis zu 300 MPa belastet. Die Proben, die uniaxial in a- und m-Richtung belastet wurden, brachen dagegen bereits bei Drücken unterhalb von 200 MPa. Der Grund dafür könnte in einer geringeren Kristallqualität gelegen haben; die betreffenden Proben stammten aus derselben Charge und zeigten am Rand kleine Abplatzungen. Aufgrund der Korrelation zwischen Dämpfung und Asymmetrie, die die gemessene Quadrupolkopplungskonstante beeinflusst, wäre es wünschenswert, diese Messreihen zu höheren Drücken hin fortzusetzen und so die Druckabhängigkeit der Quadrupolkopplungskonstanten in Bereichen kleinerer Korrelationen zu verifizieren. Eine Möglichkeit, hohe uniaxiale Drücke zu erzielen, besteht im Biegen einer dünn geschliffenen Probe. Der Vorteil des Druckstempels liegt jedoch in seiner hohen Genauigkeit bezüglich des aufgetragenen Drucks, weswegen einer Messung mit dem Druckstempel und Proben höherer Kristallqualität der Vorzug zu geben wäre.

Die experimentellen Ergebnisse stimmen mit den Vorhersagen des Punktladungsmodells weitestgehend überein. Die lineare Änderung der Frequenz und der Verlauf der auftretenden Asymmetrie wird qualitativ richtig beschrieben. Die gemessenen Änderungen weichen jedoch deutlich von den berechneten ab. Die Messergebnisse liefern somit wichtige Grundlagen für die Weiterentwicklung theoretischer Modelle. In diesem Zusammenhang wäre es interessant, die experimentellen Ergebnisse mit Berechnungen der Dichtefunktionaltheorie zu vergleichen.

Der aus den Messungen bekannte Zusammenhang zwischen Quadrupolkopplungskonstante und uniaxialem Druck kann zur Bestimmung von Verspannungen herangezogen werden. Hierzu wurden biaxiale Verspannungen, wie sie beim Wachsen auf einer Substratschicht entstehen, nachgestellt und anhand der Messergebnisse abgeschätzt. Durch das unterschiedliche Ausdehnungsverhalten von ZnO und Al ließen sich hohe biaxiale Verspannungen von 400 MPa erzeugen.

## 7. Anhang

### 7.1. Anhang 1: Zusammenhang zwischen Dehnung und Druck berechnet mit Hilfe der Elastizitätstheorie.

Übt man einen Druck in Richtung einer Kristallachse aus, wird der Kristall entlang dieser Achse gestaucht, senkrecht hierzu gedehnt. Im elastischen Bereich wird die Verspannung des Kristalls mit dem Hooke'schen Gesetz beschrieben. Für die Wurtzitstruktur ist unter Vernachlässigung der Scherspannungen das allgemeine Hooke'schen Gesetz durch die Matrixgleichung A.1 gegeben [Iba09].

$$\begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} \\ c_{12} & c_{11} & c_{13} \\ c_{13} & c_{13} & c_{33} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \epsilon_{xx} \\ \epsilon_{yy} \\ \epsilon_{zz} \end{pmatrix} \quad (\text{A.1})$$

Die Normalspannungen  $\sigma_{ii}$  zeigen in Richtung der äußeren Kraft und bewirken eine relative Dehnung  $\epsilon$ , die verwendeten Elastizitätsmodule sind in Tab. A1 zusammengefasst. Die Zusammenhänge zwischen Druck und Dehnung werden für alle betrachteten Belastungsfälle hieraus abgeleitet.

$c_{11}$	209,7 GPa
$c_{12}$	121,1 GPa
$c_{13}$	105,1 GPa
$c_{33}$	210,9 GPa

Tabelle A.1: Elastizitätsmodule von einkristallinem ZnO, exp. bestimmt durch Ultraschallmessungen [ÖAL05]

#### 7.1.1.1 Uniaxialer Druck in Richtung der c-Achse

Wird der Kristall uniaxial in Richtung der c-Achse deformiert, so tritt nur in z-Richtung eine Normalspannung auf (A.2). Unter Druck wird der Kristall in z-Richtung mit einem Elastizitätsmodul von 144 GPa gestaucht. In c-Ebene zeigt das Gitter ein

isotropes Verhalten, der Kristall wird in x- und y-Richtung gleichförmig gedehnt (A.3), (A.4).

$$\begin{pmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \sigma_z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ \sigma \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11} c_{12} c_{13} \\ c_{12} c_{11} c_{13} \\ c_{13} c_{13} c_{33} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \epsilon_x \\ \epsilon_y \\ \epsilon_z \end{pmatrix} \quad (\text{A.2})$$

$$\begin{aligned} \epsilon_x &= \frac{c_{12} c_{13} - c_{11} c_{13}}{c_{11} c_{11} - c_{13} c_{13}} \epsilon_z \\ &= -0,32 \epsilon_z \end{aligned} \quad (\text{A.3})$$

$$\begin{aligned} \epsilon_y &= \frac{c_{11} c_{13} - c_{12} c_{13}}{c_{12} c_{12} - c_{11} c_{11}} \epsilon_z \\ &= -0,32 \epsilon_z \end{aligned} \quad (\text{A.4})$$

$$\begin{aligned} \epsilon_z &= \frac{1}{E_{\parallel}} \sigma \quad ; \quad E_{\parallel} = c_{33} + 2c_{13} \left( \frac{c_{12} c_{13} - c_{11} c_{13}}{c_{11} c_{11} - c_{13} c_{13}} \right) \\ &= 144 \text{GPa} \end{aligned} \quad (\text{A.5})$$

### 7.1.1.2 Uniaxialer Druck in Richtung der a-Achse

Wird der Kristall uniaxial in Richtung der a-Achse deformiert, so tritt nur in x-Richtung eine Normalspannung auf (A.6). Unter Druck wird der Kristall in a-Richtung mit einem Elastizitätsmodul von 127 GPa gestaucht (A.9). Die auftretende Dehnung in der a-Ebene ist anisotrop, der Kristall wird stärker in y-Richtung als in z-Richtung gedehnt (A.7), (A.8).

$$\begin{pmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \sigma_z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sigma \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11} c_{12} c_{13} \\ c_{12} c_{11} c_{13} \\ c_{13} c_{13} c_{33} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \epsilon_x \\ \epsilon_y \\ \epsilon_z \end{pmatrix} \quad (\text{A.6})$$

$$\begin{aligned} \epsilon_y &= \frac{c_{13} c_{13} - c_{12} c_{33}}{c_{11} c_{33} - c_{13} c_{13}} \epsilon_x \\ &= -0,44 \epsilon_x \end{aligned} \quad (\text{A.7})$$

$$\begin{aligned}\epsilon_z &= \frac{c_{11}c_{13} - c_{12}c_{13}}{c_{13}c_{13} - c_{11}c_{33}} \epsilon_x \\ &= -0,28 \epsilon_x\end{aligned}\quad (\text{A.8})$$

$$\begin{aligned}\epsilon_x &= \frac{1}{E_{\perp}} \sigma, & E_{\perp} &= \left( c_{11} + c_{12} \frac{c_{13}c_{13} - c_{12}c_{33}}{c_{11}c_{33} - c_{13}c_{13}} + c_{13} \frac{c_{11}c_{13} - c_{12}c_{13}}{c_{13}c_{13} - c_{11}c_{33}} \right) \sigma \\ & & &= 127 \text{ GPa}\end{aligned}\quad (\text{A.9})$$

### 7.1.1.3 Uniaxialer Druck in Richtung der m-Achse

Wird der Kristall uniaxial in Richtung der m-Achse deformiert, so tritt nur in y-Richtung eine Normalspannung auf (A.10). Unter Druck wird der Kristall in a-Richtung mit einem Elastizitätsmodul von 127 GPa gestaucht (A.13). Die auftretende Dehnung in der m-Ebene ist anisotrop, der Kristall wird stärker in x-Richtung als in z-Richtung gedehnt. (A.11), (A.12).

$$\begin{pmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \sigma_z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ \sigma \\ 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} \\ c_{12} & c_{11} & c_{13} \\ c_{13} & c_{13} & c_{33} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \epsilon_x \\ \epsilon_y \\ \epsilon_z \end{pmatrix}\quad (\text{A.10})$$

$$\begin{aligned}\epsilon_x &= \frac{c_{12}c_{33} - c_{13}c_{13}}{c_{13}c_{13} - c_{11}c_{33}} \epsilon_y \\ &= -0,44 \epsilon_y\end{aligned}\quad (\text{A.11})$$

$$\begin{aligned}\epsilon_z &= \frac{c_{11}c_{13} - c_{12}c_{13}}{c_{13}c_{13} - c_{11}c_{33}} \epsilon_y \\ &= -0,28 \epsilon_y\end{aligned}\quad (\text{A.12})$$

$$\begin{aligned}\epsilon_y &= \frac{1}{E_{\perp}} \sigma, & E_{\perp} &= \left( c_{11} + c_{12} \frac{c_{12}c_{13} - c_{13}c_{13}}{c_{13}c_{13} - c_{11}c_{33}} + c_{13} \frac{c_{11}c_{13} - c_{12}c_{13}}{c_{13}c_{13} - c_{11}c_{33}} \right) \sigma \\ & & &= 127 \text{ GPa}\end{aligned}\quad (\text{A.13})$$

Die Wurtzitstruktur zeigt ein isotropes elastisches Verhalten in a- und m-Richtung. Mit 127 GPa ist das Elastizitätsmodul jedoch kleiner, als das Elastizitätsmodul in Richtung der c-Achse (144 GPa). Durch eine Belastung senkrecht zur c-Achse, lässt sich der Kristall somit leichter deformieren.

### 7.1.1.4 Biaxialer Druck in c-Ebene

Wird der Kristall gleichzeitig in a- und m-Richtung belastet, treten biaxiale Spannungen in x- und y-Richtung auf. Betrachtet wird der Fall, dass die Spannungen in x- und y-Richtung gleich groß sind. Da die elastischen Eigenschaften in diesen beiden Richtungen isotrop sind, können die Dehnungen  $\epsilon_x$  und  $\epsilon_y$  gleichgesetzt werden (A.14). Da der Kristall in x- und y-Richtung gleichzeitig gestaucht und gedehnt wird, ist das Elastizitätsmodul mit 226 GPa gegenüber uniaxialer Belastung fast doppelt so groß (A.16). Unter biaxialem Druck wird der Kristall in c-Ebene gestaucht und in c-Richtung gedehnt (A.15).

$$\begin{pmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \sigma_z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sigma \\ \sigma \\ 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} \\ c_{12} & c_{11} & c_{13} \\ c_{13} & c_{13} & c_{33} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \epsilon \\ \epsilon \\ \epsilon_z \end{pmatrix} \quad (\text{A.14})$$

$$\epsilon_z = \frac{-2c_{13}}{c_{33}} \epsilon \quad (\text{A.15})$$

$$= -0,997 \epsilon$$

$$\epsilon_{x,y} = \frac{1}{E} \sigma_{x,y}$$

(A.16)

$$E = \left( c_{11} + c_{12} - \frac{2c_{13}^2}{c_{33}} \right) = 226 \text{ GPa}$$

### 7.1.1.5 Biaxialer Druck in a-Ebene

Wird der Kristall gleichzeitig in c- und m-Richtung belastet, treten biaxiale Spannungen in z- und y-Richtung auf. Da die elastischen Eigenschaften in diesen beiden Richtungen anisotrop sind und keine weiteren Randbedingungen vorliegen, wird nur die allgemeine Matrixgleichung (A.17) angegeben.

$$\begin{pmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \sigma_z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ \sigma_y \\ \sigma_z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} \\ c_{12} & c_{11} & c_{13} \\ c_{13} & c_{13} & c_{33} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \epsilon_x \\ \epsilon_y \\ \epsilon_z \end{pmatrix} \quad (\text{A.17})$$

## 7.2. Anhang 2: vollständige R-Werte der PAC-Messungen

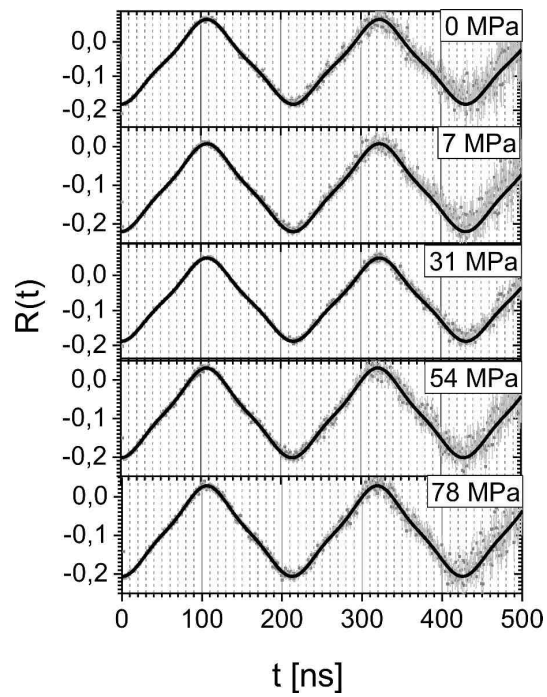


Abbildung 46: Uniaxialer Druck in Richtung der  $c$ -Achse, Messung 1



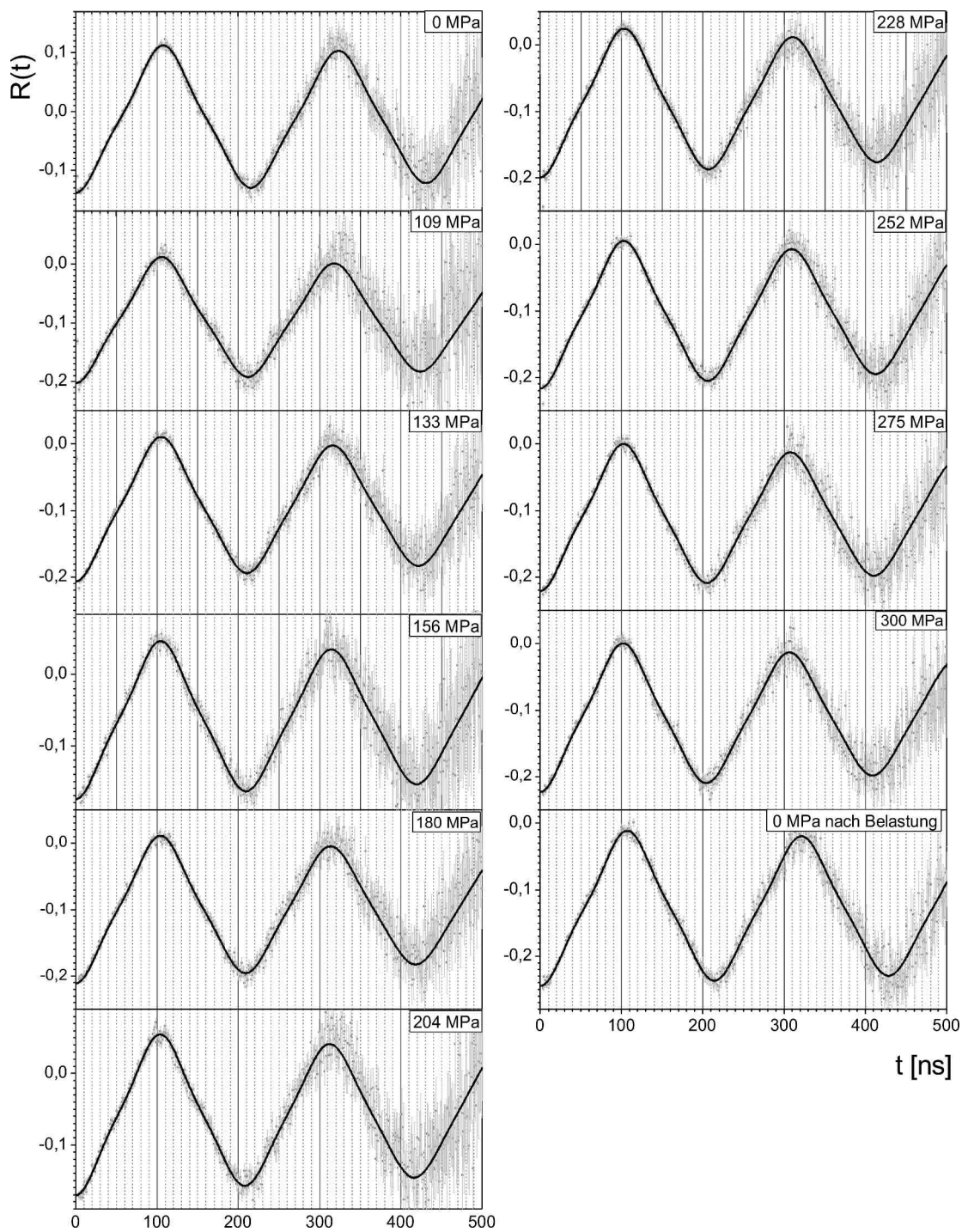


Abbildung 47: Uniaxialer Druck in Richtung der  $c$ -Achse; Messung 2

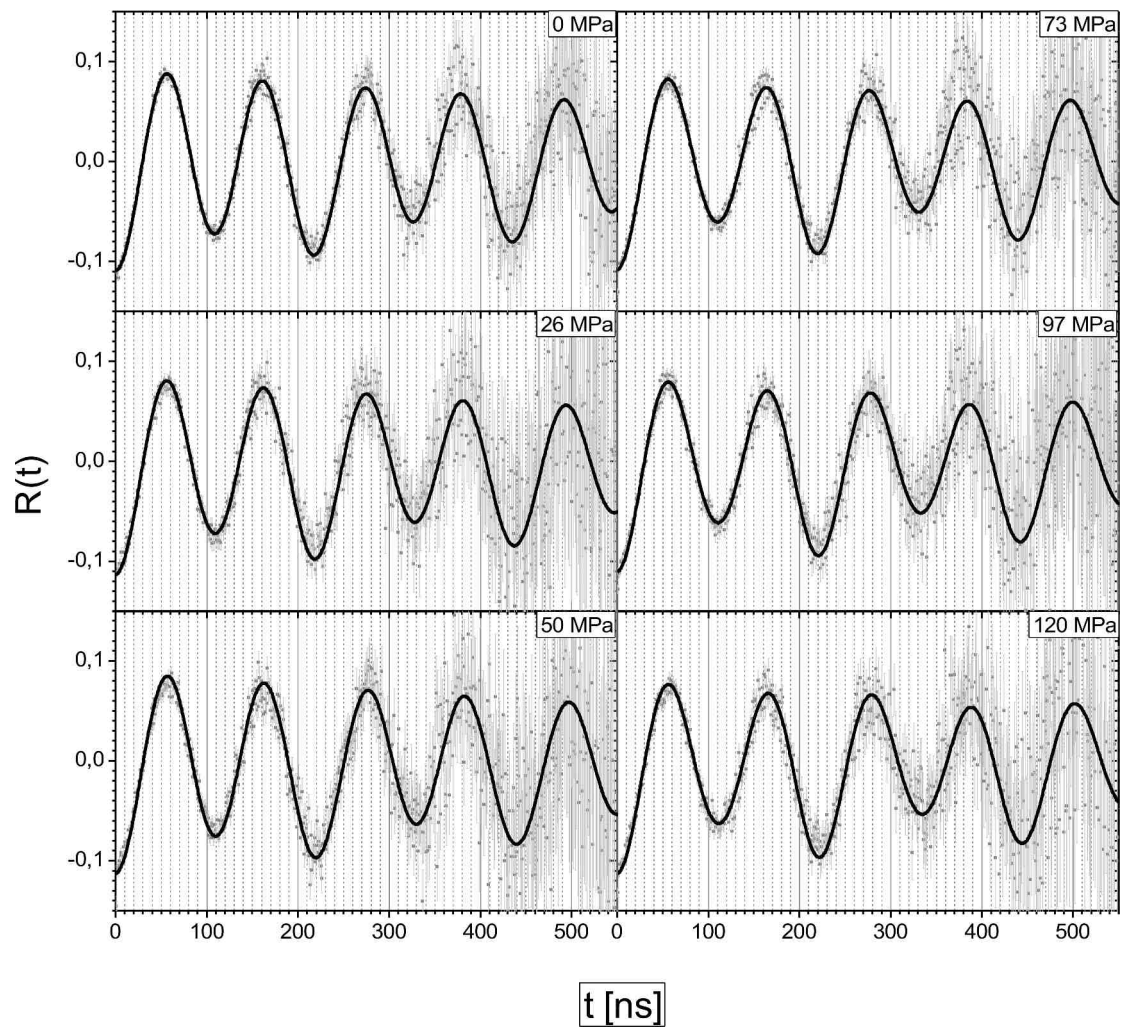


Abbildung 48: Uniaxialer Druck in Richtung der  $a$ -Achse

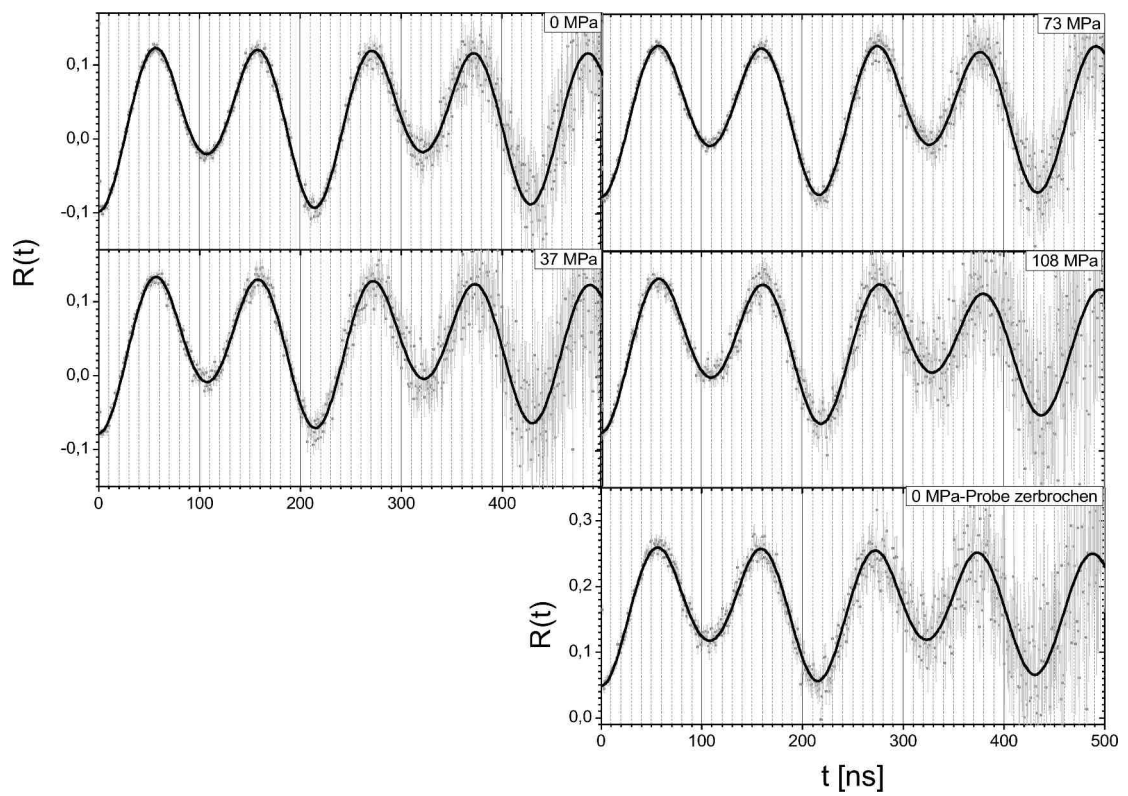


Abbildung 49: Uniaxialer Druck in Richtung der  $m$ -Achse; Messung 1

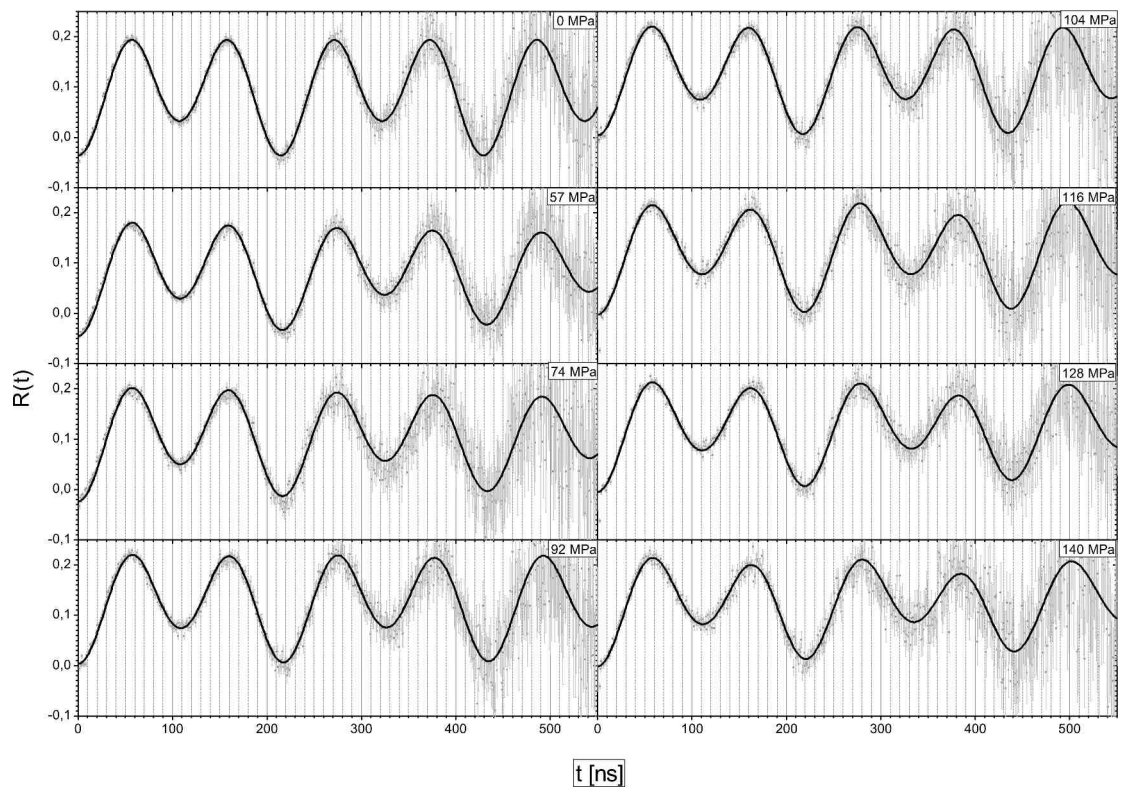


Abbildung 50: Uniaxialer Druck in Richtung der  $m$ -Achse; Messung 2

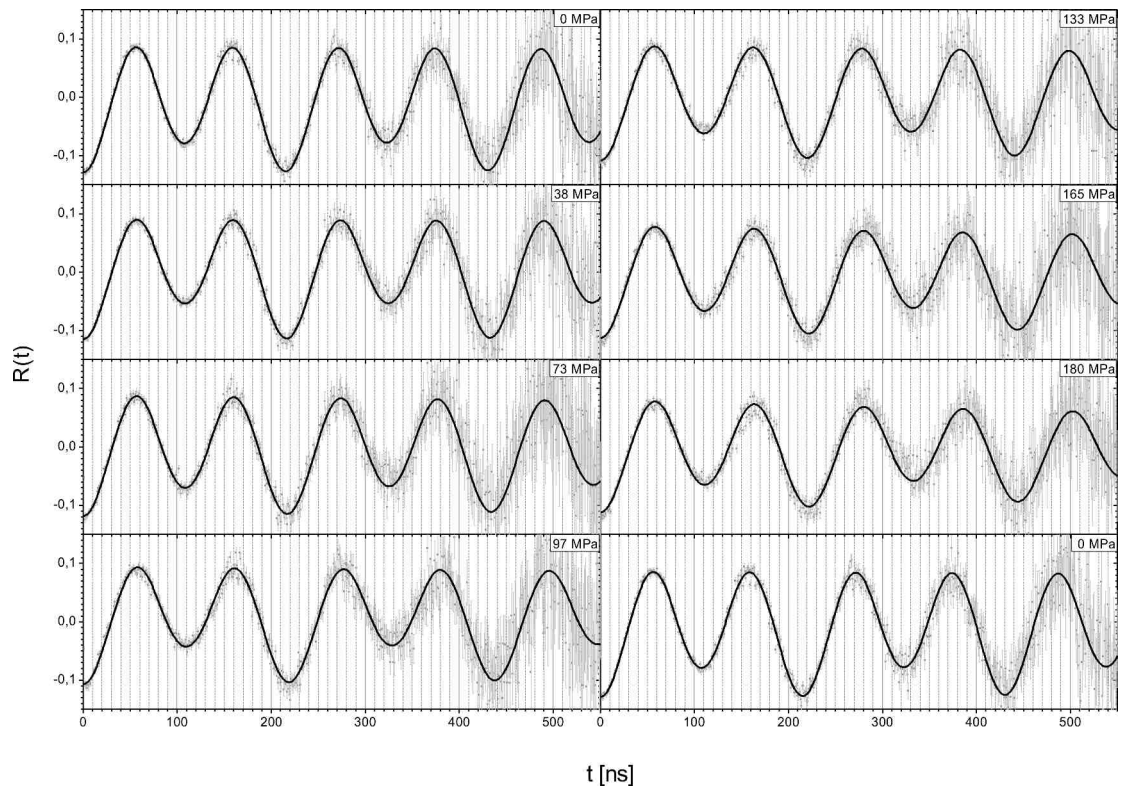


Abbildung 51: Uniaxialer Druck in Richtung der  $m$ -Achse; Messung 3

### 7.3. Anhang 3: Tabellen Uniaxialer Druck

Uniaxialer Druck in Richtung der c-Achse, Messung 1				
Druck P [MPa]	Quadrupol-kopplungs-konstante $\nu_Q$ [MHz]	Dämpfung $\delta$ (%)	$V_{zz}$ [ $10^{15}$ V/cm <sup>2</sup> ]	relative Änderung $\nu_Q$
0	30,93(2)	0,00(1)	5,135(3)	1,000(1)
7(1)	30,96(2)	0,00(1)	5,139(3)	1,001(1)
31(2)	30,97(1)	0,00(1)	5,140(2)	1,001(0)
54(3)	31,02(2)	0,00(1)	5,149(3)	1,003(1)
78(4)	31,14(3)	0,00(1)	5,169(5)	1,007(1)

Uniaxialer Druck in Richtung der c-Achse, Messung 2				
Druck P [MPa]	Quadrupol-kopplungs-konstante $\nu_Q$ [MHz]	Dämpfung $\delta$ (%)	$V_{zz}$ [ $10^{15}$ V/cm <sup>2</sup> ]	relative Änderung $\nu_Q$
0	31,09(3)	0,66(9)	5,162(5)	1(0)
37(2)	31,41(5)	1,54(18)	5,214(8)	1,010(2)
61(3)	31,41(5)	0,85(19)	5,214(8)	1,010(2)
84(4)	31,48(3)	1,23(12)	5,225(5)	1,012(1)
108(5)	31,44(5)	1,16(17)	5,220(8)	1,011(2)
131(6)	31,60(3)	2,39(11)	5,246(5)	1,016(1)
155(7)	31,78(4)	2,41(16)	5,276(7)	1,022(1)
178(8)	31,86(3)	2,12(11)	5,288(5)	1,025(1)
202(9)	31,99(4)	2,17(14)	5,310(7)	1,029(1)
225(10)	32,17(3)	2,28(15)	5,339(5)	1,034(1)
249(11)	32,29(3)	1,74(9)	5,361(5)	1,039(1)
272(12)	32,44(3)	1,68(10)	5,385(5)	1,043(1)
296(13)	32,59(3)	1,85(12)	5,410(5)	1,048(1)

Druck Uniaxial – a				
Druck P [MPa]	Quadrupol-kopplungs-konstante $v_Q$ [MHz]	(+) Fehler $v_Q$ [MHz]	(-) Fehler $v_Q$ [MHz]	Dämpfung $\delta$ (%)
0	30,64	0,02	-0,01	1,35(6)
37(2)	30,48	0,01	-0,02	1,39(12)
61(3)	30,48	0,16	-0,01	1,24(12)
84(5)	30,32	0,04	-0,04	1,79(8)
108(6)	30,12	0,01	-0,09	2,12(13)
131(7)	29,96	0,01	-0,11	3,01(12)

Druck P [MPa]	$V_{zz}$ [ $10^{15}$ V/cm <sup>2</sup> ]	(+) Fehler $V_{zz}$ [ $10^{15}$ V/cm <sup>2</sup> ]	(-) Fehler $V_{zz}$ [ $10^{15}$ V/cm <sup>2</sup> ]
0	5,09	0	-0,01
37(2)	5,06	0	-0,01
61(3)	5,06	0,03	-0,01
84(5)	5,03	0,01	-0,01
108(6)	5,00	0	-0,02
131(7)	4,97	0	-0,02

Druck [MPa]	Asymmetrie $\eta$	(+) Fehler $\eta$	(-) Fehler $\eta$
0	0	0	0
37(2)	0,01	0,05	-0,02
61(3)	0,02	0,08	-0,02
84(5)	0,04	0,09	-0,03
108(6)	0,05	0,09	-0,02
131(7)	0,06	0,09	-0,01

Druck P [MPa]	relative Änderung $v_Q$	(+) Fehler relative Änderung $v_Q$	(-) Fehler relative Änderung $v_Q$
0	1,000	0	0
37(2)	0,995	0,001	-0,001
61(3)	0,995	0,005	-0,001
84(5)	0,990	0,002	-0,002
108(6)	0,983	0,001	-0,003
131(7)	0,978	0,001	-0,004

Uniaxialer Druck in Richtung der m-Achse, Messung 1				
Druck P [MPa]	Quadrupol-kopplungs-konstante $\nu_Q$ [MHz]	(+) Fehler $\nu_Q$ [MHz]	(-) Fehler $\nu_Q$ [MHz]	Dämpfung $\delta$ (%)
0	31,09	0,03	-0,03	0,69(7)
37(2)	31,04	0,04	-0,04	0,53(5)
73(3)	30,79	0,03	-0,03	1,00(1)
108(5)	30,52	0,04	-0,04	1,01(16)

Druck P [MPa]	$V_{zz}$ [ $10^{15}$ V/cm <sup>2</sup> ]	(+) Fehler $V_{zz}$ [ $10^{15}$ V/cm <sup>2</sup> ]	(-) Fehler $V_{zz}$ [ $10^{15}$ V/cm <sup>2</sup> ]
0	5,162	0,004	-0,004
37(2)	5,153	0,007	-0,007
73(3)	5,110	0,004	-0,004
108(5)	5,066	0,007	-0,007

Druck P [MPa]	Asymmetrie $\eta$	(+) Fehler Asymmetrie $\eta$	(-) Fehler Asymmetrie $\eta$
0	0	0	0
37(2)	0,05	0,01	-0,05
73(3)	0,10	0,02	-0,03
108(5)	0,11	0,03	-0,01

Druck P [MPa]	rel. Änderung $\nu_Q$	(+) Fehler rel. Änderung $\nu_Q$	(-) Fehler rel. Änderung $\nu_Q$
0	1,000	0,001	-0,001
37(2)	0,998	0,001	-0,001
73(3)	0,990	0,001	-0,001
108(5)	0,982	0,001	-0,001

Uniaxialer Druck in Richtung der m-Achse, Messung 2				
Druck P [MPa]	Quadrupol-kopplungs-konstante $\nu_Q$ [MHz]	(+) Fehler $\nu_Q$ [MHz]	(-) Fehler $\nu_Q$ [MHz]	Dämpfung $\delta$ (%)
0	31,09	0,02	-0,02	0(0)
54(2)	30,83	0,02	-0,02	0,09(6)
77(3)	30,79	0,03	-0,02	0,15(10)
89(4)	30,72	0,04	-0,03	0,18(1)
101(5)	30,51	0,06	-0,03	0,38(7)
113(5)	30,50	0,09	-0,03	0,31(10)
124(6)	30,44	0,06	-0,03	0,82(9)
136(6)	30,27	0,04	-0,02	1,07(13)

Druck P [MPa]	$V_{zz}$ [ $10^{15}$ V/cm <sup>2</sup> ]	(+) Fehler $V_{zz}$ [ $10^{15}$ V/cm <sup>2</sup> ]	(-) Fehler $V_{zz}$ [ $10^{15}$ V/cm <sup>2</sup> ]
0	5,162	0,003	-0,003
54(2)	5,117	0,003	-0,003
77(3)	5,110	0,005	-0,003
89(4)	5,100	0,007	-0,005
101(5)	5,065	0,010	-0,005
113(5)	5,063	0,015	-0,005
124(6)	5,052	0,010	-0,005
136(6)	5,024	0,007	-0,003

Druck P [MPa]	Asymmetrie $\eta$	(+) Fehler Asymmetrie $\eta$	(-) Fehler Asymmetrie $\eta$
0	0	0	0
54(2)	0,03	0,03	-0,03
77(3)	0,03	0,03	-0,03
89(4)	0,09	0,05	-0,03
101(5)	0,12	0,07	-0,01
113(5)	0,16	0,04	-0,01
124(6)	0,17	0,03	-0,01
136(6)	0,18	0,03	-0,02

Druck P [MPa]	rel. Änderung $\nu_Q$	(+) Fehler rel. Änderung $\nu_Q$	(-) Fehler rel. Änderung $\nu_Q$
0	1,000	0	0
54(2)	0,991	0,001	-0,001
77(3)	0,990	0,001	-0,001
89(4)	0,988	0,001	-0,001
101(5)	0,981	0,002	-0,001
113(5)	0,981	0,003	-0,001
124(6)	0,979	0,002	-0,001
136(6)	0,973	0,001	-0,001



Uniaxialer Druck in Richtung der m-Achse, Messung 3				
Druck P [MPa]	Quadrupolkopplungs-konstante $v_Q$ [MHz]	(+) Fehler $v_Q$ [MHz]	(-) Fehler $v_Q$ [MHz]	Dämpfung $\delta$ (%)
<b>Probe 1</b>				
0(0)	31,02	0,02	-0,02	0,1(1)
71(3)	30,77	0,03	-0,03	0,3(1)
129(6)	30,37	0,04	-0,02	0,4(1)
153(7)	30,18	0,08	-0,03	0,7(1)
180(9)	30,05	0,08	-0,03	0,9(1)
<b>Probe 2</b>				
35(1)	30,90	0,03	-0,03	--
94(4)	30,59	0,04	-0,02	--

Druck P [MPa]	rel. Änderung $v_Q$	(+) Fehler rel. Änderung $v_Q$	(-) Fehler rel. Änderung $v_Q$
<b>Probe 1</b>			
0	1,000	0,000	0,000
71(3)	0,992	0,001	-0,001
129(6)	0,979	0,001	-0,001
153(7)	0,973	0,003	-0,001
180(9)	0,969	0,003	-0,001
<b>Probe 2</b>			
35(1)	0,996	0,001	-0,001
94(4)	0,986	0,001	-0,001

Druck P [MPa]	$V_{zz}$ [ $10^{15}$ V/cm $^2$ ]	(+) Fehler $V_{zz}$ [ $10^{15}$ V/cm $^2$ ]	(-) Fehler $V_{zz}$ [ $10^{15}$ V/cm $^2$ ]
<b>Probe 1</b>			
0	5,149	0,003	-0,003
71(3)	5,109	0,004	-0,004
129(6)	5,042	0,007	-0,003
153(7)	5,010	0,013	-0,004
180(9)	4,989	0,014	-0,004
<b>Probe 2</b>			
35(1)	5,130	0,004	-0,004
94(4)	5,079	0,006	-0,003

Druck P [MPa]	Asymmetrie $\eta$	(+) Fehler Asymmetrie $\eta$	(-) Fehler Asymmetrie $\eta$
<b>Probe 1</b>			
0	0	0	0
71(3)	0,03	0,03	-0,02
129(6)	0,13	0,01	-0,03
153(7)	0,15	0,01	-0,02
180(9)	0,16	0,01	-0,02
<b>Probe 2</b>			
35(1)	0,1	0,02	-0,02
94(4)	0,16	0,01	-0,02

## 7.4. Literaturverzeichnis

- [Ass85] *Aßmann M.* Elektrische Feldgradienten in Metallen und geordneten intermetallischen Verbindungen berechnet im Punktladungsmodell. *Staatsexamensarbeit; Universität Bonn ; (1985).*
- [Ber91] *Bergmann L; Schaefer C.* Lehrbuch der Experimentalphysik. Bd. 6; Festkörper; de Gruyter; (1991).
- [Butz 89] *Butz T.* Analytic Perturbation Functions for Static Interactions in Perturbed Angular Correlations of X-Rays. *Hyp. Int. 52, 189–228;(1989).*
- [Col06] *Coleman; Jagadish C.* Basic Properties and Applications of ZnO. *Australia; (2006)*
- [Fei69] *Feiock F D; Johnson W R.* Atomic susceptibilities and shielding factors. *Phys.Rev.;vol.187; (1969).*
- [Fir99] *Firestone R B ; Chu F NY.* Table of Isotops. *Wiley-Interscience; 8 edition; (1999).*
- [For73] *Forker M.* The Problematic of the Derivation of the electric Fieldgradient Asymmetry Parameter from TDPAC Measurements or Mössbauer Spectroscopy in imperfekt Crystal Lattices Nuclear Instruments and Methods 106. *North-Holland; Publishing CO. ;(1973).*
- [For87] *Forkel D.* Die gestörte Winkelkorrelation, eine mikroskopische Methode zur Untersuchung von Halbleitern. *Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg; Diss; (1987).*
- [Frau65] *Frauenfelder H; Steffen R M.* Alpha-, Beta-, and Gamma-Ray Spectroscopy. Vol. 2; Hrsg. K. Siegbahn; *Amsterdam; (1965).*
- [Ger97] *Gerthsen C; Vogel H.* Physik.19. Auflage; *Springer-Verlag; Berlin;Heidelberg; New York; (1997).*
- [Hag80] *Haggmark L G; Biersack J P.* A monte carlo computer program for the transport of energetic ions in amorphous targets. *Nucl. Instr. Meth.; 174257269; (1980).*
- [Hei10] *Heinrichs M.* Aufbau einer Anlage zur Kristallorientierung mit Hilfe des Laue-Verfahrens. *Diplomarbeit; Universität Bonn; (2010).*
- [Her80] *Herzog P; Freitag K; Reuschenbach M; Walitzki H.* Nuclear orientation of the 111m Cd and Be and the quadrupole moment of the 245 keV state. *Z. Phys. A 294; ( 1980 ).*
- [Iba09] *Ibach H; Lüth H.* Festkörperphysik. 7rd ed; (2009).
- [Jac99] *Jackson J D.* Classical Electrodynamics. 3rd ed; (1999).
- [Jag06] *Jagadish C; Pearton S J.* Zink Oxid, Bulk, Thin Films and Nanostrukturen. (2006).
- [Joh92] *John V.* Introduction to Engineering Materials. 3rd ed; *MacMillian Press; (1992).*
- [Kes08] *Keßler P.* Implantationsschäden in polaren und unpolaren ZnO Einkristallen. *Diplomarbeit; Universität Bonn; (2008).*
- [Mar90] *Marx G.* Aufbau und Test einer RTA-Kurzzeit-Temper-Anlage. *Diplomarbeit; Universität Bonn; (1995).*
- [MPI09] *Forschungsbericht 2009. Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH.*

- [Nie09] *Niederhausen J.* Temperaturverhalten eines Indium-Defekt-Komplexes in Aluminiumnitrid. *Diplomarbeit; Universität Bonn; (1985).*
- [Nye85] *Nye J F.* Physical properties of crystals: their representation by tensors and matrices. *Oxford University Press; (1985).*
- [ÖAL05] *Özgür U; Alivov Y I; Liu C; Teke A; Reshchikov M A; Dogan S; Avrutin V; Cho S J; Morkoc H.* A comprehensive review of ZnO materials and devices. *J Appl. Phys.* 98 Nr. 42301; (2005).
- [ÖAL09] *Özgür U; Morkoc H.* Zinkoxide. *Wiley-VCH; USA (2009)*
- [PAL74] *Preuss E; Krahl-Urban B; Butz R.* Laue Atlas. *Bertelsmann Universitätsverlag; Jülich ;(1974).*
- [Rys78] *Ryssel H; Ruge I.* Ionenimplantation. *Teubner; Stuttgart; (1978).*
- [Scha 97] *Schatz G; Weidinger A.* Nukleare Festkörperphysik. *B. G. Teubner; 3.Auflage ;(1997).*
- [Scha92] *Schaefer T.* Donator-Defektkomplexe in GaAs untersucht mit der Winkelkorrelation unter Einsatz der Sonden <sup>73</sup>Se und <sup>77</sup>Br. *Dissertation; Universität Bonn; (1992).*
- [Ste56] *Steffen R M.* Influence of the time-dependent quadrupol interaction on the directional correlation of the <sup>111</sup>Cd gamma rays. *Phys.Rev.*103 ;(1956).
- [UHU] UHU. technisches Merkblatt; DIN-Vorschrift 53281; Blatt1. *Beuth-Verlag; GmbH Berlin .*
- [Via11] *Vianden R.* Persönliche Mitteilung. *Universität Bonn; (2011).*
- [Wet67] *De Wette F; Schacher G E.* Electric Field Gradients in Point-Ion and Uniform-Background Lattices. *Journal of Computational Physics* 2; 87-89; *Academic Press Inc. ; (1967).*
- [Wil92] *Haynes W M.* CRC Handbook of Chemistry and Physics. 92. *Auflage; Taylor & Francis; ISBN 978-1439855119; (2011).*

## Danksagung

Zum Schluß noch ein herzliches Dankeschön an alle, die zum Entstehen dieser Arbeit beigetragen haben.

An erster Stelle zu nennen ist Herr Priv. Doz. Dr. Reiner Vianden, der es mir ermöglicht hat, in seiner Arbeitsgruppe die Diplomarbeit anzufertigen. Besonders dankbar bin ich für sein Interesse an den Messungen und der guten Betreuung während des gesamten Jahres.

Bei Frau Priv. Doz. Dr. Elisabeth Soergel bedanke ich mich für die Übernahme des Ko-referats.

Herrn Prof. Dr. Karl Maier danke ich für seinen Tipp, dass man auf Pudding nicht gut steht und für seinen Einsatz, ohne den die Rupfenaufnahmen nicht mehr zustande gekommen wären.

Beim Team vom Bonner Isotopenseparator bedanke ich mich, für die Ionenimplantationen, bei der Feinmechanikerwerkstatt für die Produktion der Aluminiumquader und selbstverständlich auch bei allen Sekretariaten.

Ein riesiges Dankeschön gilt der gesamten Arbeitsgruppe Vianden: Patrick Keßler, für seine nicht nachlassende Hilfsbereitschaft, Riccardo Valentini, dass er mich überredet hat, in dieser Gruppe anzufangen, Ronni Simons, Henning, dass er das Büro nicht verließ, Philipp fürs Ausleihen seiner Hanteln, Marius für sein morgendliches Stickstoff-nachfüllen, Michi und Jakob natürlich nicht zu vergessen und der ganze Rest.

Danke auch an meinen Bruder Andreas für die Hilfe beim Setzen der Arbeit, an meinen Bruder Bernd für das Ausleihen der restlichen Hantelgewichte und an Pascal Hirsch, für, ,das Umsetzen ,so ,mancher, verirrter Kommas,, in letzter ,Sekunde,

und selbstverständlich bei meinen Freunden und meiner Familie