

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

Vorzeichenbestimmung des elektrischen Feldgradienten in Halbleitern mit Wurtzitstruktur

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

von
Valentin Germic

Bonn, September 2010

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

Vorzeichenbestimmung des elektrischen Feldgradienten in Halbleitern mit Wurtzitstruktur

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

von
Valentin Germic

Bonn, September 2010

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

Referent: Priv. Doz. Dr. Reiner Vianden

Korreferent: Prof. Dr. Kai-Thomas Brinkmann

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 30.09.2010

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	1
2. Theorie	5
2.1 Theorie der γ - γ -Winkelkorrelation	5
2.1.1 Ungestörte γ - γ -Winkelkorrelation	6
2.1.2 Gestörte γ - γ -Winkelkorrelation	9
2.2 Theorie der β - γ -Winkelkorrelation	13
2.2.1 Der β -Zerfall	13
2.2.2 Anschauliche und mathematische Darstellung	14
2.2.3 Die Asymmetriefunktion	18
3. Versuchsaufbau	21
3.1 Der β -Detektor	22
3.2 Die β - γ -Winkelkorrelationsanlage	27
3.3 Die verwendeten Sonden	30
3.3.1 Die Sonde ^{111}Ag	30
3.3.2 Die Sonde ^{115}Cd	31
3.4 Die untersuchten Proben	33
4. Messvorbereitung	35
4.1 Sondenerzeugung	35
4.2 Probenpräparation	36

5. Messungen	41
5.1 Optimierung und Kalibrierung des β -Detektors	41
5.2 Messungen mit ^{115}Cd	47
5.3 Messungen mit ^{111}Ag	52
5.3.1 β - γ -Winkelkorrelationsmessungen	52
5.3.2 γ - γ -Winkelkorrelationsmessungen	57
6. Zusammenfassung	61
Literaturverzeichnis	65
Abbildungsverzeichnis	68
Tabellenverzeichnis	69
Danksagung	71

1. Einleitung



Abbildung 1.1: Handelsübliche blaue GaInN-LED.

Die Untersuchung und Charakterisierung von Halbleitern mit großer Bandlücke ist ein interessantes und wichtiges Forschungsgebiet in der Physik mit vielen Anwendungsmöglichkeiten in der Industrie und Wirtschaft. Die Entwicklung und Erforschung von solchen Halbleitern mit direkter Bandlücke wird stark vorangetrieben, insbesondere an den Gruppe-III-Nitridhalbleitern wie Galliumnitrid (GaN), Aluminiumnitrid (AlN) und Indiumnitrid (InN). Diese werden zur Herstellung von Leuchtdioden (LEDs¹) verwendet. Mit GaInN- oder AlInN-Verbindungen lassen sich zum Beispiel hocheffiziente grüne, blaue und sogar UV-LEDs erzeugen. Wegen der großen Bandlücke sind diese Halbleiter auch für Hochtemperatur- und Hochleistungsanwendungen, wie zum Beispiel als Detektoren in der Messtechnik, für die Hintergrundbeleuchtung bei Flüssigkristallbildschirmen (LCDs²) oder für Solarzellen von besonderem Interesse. Zusammen mit Zinkoxid (ZnO) sind sie Gegenstand moderner Halbleiterforschung. Bei Zinkoxid handelt es sich um einen II-VI Halbleiter, welcher intrinsisch n-leitend ist. Durch Dotierung mit Indium

¹ LED = Light Emitting Diode

² LCD = Liquid Crystal Display

erhöht sich die Leitfähigkeit von Zinkoxid um einige Größenordnungen, wodurch es auch in der Elektronik als transparenter Kontakt zum Einsatz kommt. Desweiteren gilt Zinkoxid als Kandidat für Spintronik-Anwendungen, da für ZnO in der Theorie [OEZ 05] bei geeigneter Dotierung auch bei Raumtemperatur ferromagnetisches Verhalten vorhergesagt wird. In der Spintronik versucht man neben dem elektrischen Strom auch den Spin und damit das magnetische Moment des Elektrons als Informationsträger zu nutzen. Experimentell wurde Ferromagnetismus bisher für ZnO bei Raumtemperatur jedoch noch nicht nachgewiesen. Auch die p-Dotierung von ZnO erweist sich wegen der natürlichen n-Leitung als schwierig und ist deshalb ein aktuelles Forschungsgebiet.

Mögliche Untersuchungsmethoden für Halbleitereigenschaften bietet unter anderem die nukleare Festkörperphysik. Die in dieser Arbeit benutzte Methode der nuklearen Festkörperphysik ist die gestörte Winkelkorrelation (PAC³), welche die Möglichkeit bietet, über die elektrische Quadrupolwechselwirkung elektrische Feldgradienten (EFG) zu vermessen. Diese können durch Defekte oder durch die Gitterstruktur des zu untersuchenden Materials zustande kommen. Mit der Methode kann somit das Verhalten von Defekten und Leerstellen im Gitter in der unmittelbaren Umgebung einer radioaktiven Sonde im Halbleiter untersucht werden. Zudem lässt sich auch das Verhalten des Gitters selbst unter verschiedenen physikalischen Rahmenbedingungen studieren. Dabei sind vor allem die zeitliche Entwicklung der Gitterstruktur und das Temperaturverhalten von Störstellen und Defekten innerhalb des Halbleiters bevorzugte Untersuchungsgebiete.

Diese Diplomarbeit beschäftigt sich primär mit der Untersuchung und der Charakterisierung von GaN, AlN und ZnO. Diese Halbleiter kristallisieren unter Normalbedingungen in der Wurtzitstruktur, die aus zwei gegeneinander verschobenen hexagonalen Untergittern besteht, welche jeweils mit einem Element besetzt werden. Durch die nicht-kubische Anordnung der Gitteratome bildet sich ein elektrischer Feldgradient in Richtung der Symmetrieachse aus. Das Ziel dieser Arbeit ist die Vorzeichenbestimmung der elektrischen Feldgradienten von Zinkoxid, Galliumnitrid und Aluminiumnitrid. Dies soll mit Hilfe der Methode der gestörten β - γ -Winkelkorrelation erfolgen. Die Vorzeichenbestimmung des EFGs ist vor allem für die Theorie von großem Interesse und kann zur Verbesserung von bestehenden Kristallmodellen und Simulationsrechnungen in Kristallen beitragen. Diese sind wichtig, um Voraussagen über Halbleitereigenschaften, wie z.B. Dotierungs- und Diffusionsverhalten, sowie Schadensanalysen, die vor allem in der Herstellungsindustrie interessant sind, zu erhalten. Die angestrebten Messungen sollen zudem dazu dienen, den u-Parameter der Wurtzitstruktur für die jeweiligen Halbleiter zu vermessen. Dieser ist zum Teil noch nicht sehr genau bekannt und ließe sich aus dem elektrischen Feldgradienten ermitteln. Zur Untersuchung der oben

³ PAC = Perturbed Angular Correlation

genannten Halbleiter wird ein bereits vorhandener β -Detektor modifiziert und optimiert. Darüber hinaus werden Testspektren aufgenommen, um den Detektor näher zu charakterisieren.

Einleitend wird im zweiten Kapitel der Arbeit eine kurze Einführung in die γ - γ -Winkelkorrelation gegeben, bevor die Theorie der β - γ -PAC vorgestellt wird. In Kapitel 3 werden neben dem Detektor und der Detektoranlage auch die in dieser Arbeit benutzten Sonden und die untersuchten Proben kurz vorgestellt. Im vierten Kapitel wird zuerst die Probenpräparation beschrieben, bevor in Kapitel 5 die Messungen präsentiert werden. Die Arbeit schließt mit einer Zusammenfassung der Ergebnisse im letzten Abschnitt.

2. Theorie

In diesem Kapitel wird die Theorie der Winkelkorrelation anhand der γ - γ -PAC erläutert und es werden die wichtigsten Messgrößen eingeführt. Im zweiten Teil wird der Übergang zur β - γ -PAC beschrieben und es werden die Unterschiede zur γ - γ -PAC aufgezeigt.

2.1 Theorie der γ - γ -Winkelkorrelation

Die Methode der gestörten γ - γ -Winkelkorrelation beruht auf der Hyperfeinwechselwirkung zwischen dem elektrischen Quadrupolmoment Q eines radioaktiven Sondenkerns und dem elektrischen Feldgradienten (EFG), hervorgerufen durch die Gitterstruktur eines nicht-kubischen Kristalls oder durch zusätzlich auftretende Gitterdefekte innerhalb des Kristallgitters. Klassisch gesehen führt diese Wechselwirkung zu einer Präzession der Ausstrahlcharakteristik und dadurch zu einer zeitlichen Veränderung dieser.

Um eine gestörte Winkelkorrelation beobachten zu können, müssen die radioaktiven Sondenkerne bestimmte Anforderungen erfüllen. Nach dem radioaktiven Zerfall des Mutterisotops muss eine geeignete Kaskade vorhanden sein, bei dem der angeregte Kern vom Startzustand $|I_i, M_i\rangle$ unter Abgabe eines γ -Quants mit der Energie E_1 über den Zwischenzustand $|I_m, M_m\rangle$ durch Emission eines weiteren γ -Quants mit der Energie E_2 in den Endzustand $|I_f, M_f\rangle$ übergeht (siehe Abbildung 2.1). Die beiden γ -Quanten werden dann in einer Koinzidenzmessung detektiert.

Die Halbwertszeit $t_{1/2}$ des Zwischenzustandes sollte zwischen wenigen ns und einigen μ s liegen. Sie darf nicht zu klein sein wegen der endlichen Zeitauflösung der Messapparatur und auch nicht zu groß, da sonst durch den Untergrund die zufälligen Koinzidenzen dominieren. Desweiteren muss das Zwischenniveau ein ausreichend großes Quadrupolmoment Q besitzen, damit die Quadrupolwechselwirkung stark genug ist, um eine Präzession der Ausstrahlcharakteristik beobachten zu können.

Die Emission der γ -Quanten aus dem Zwischenzustand muss anisotrop sein,

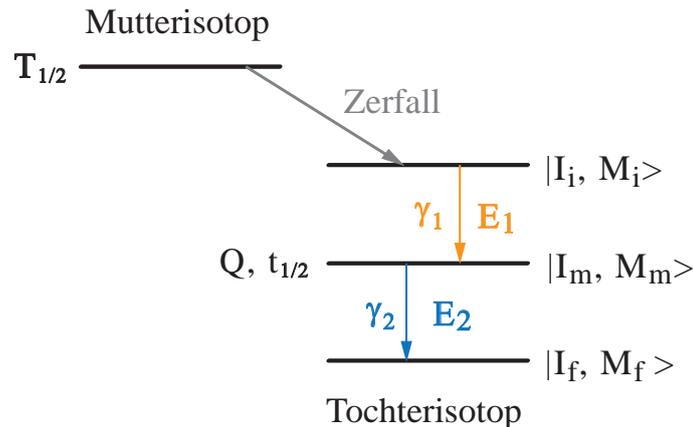


Abbildung 2.1: Zerfallsschema einer γ - γ -Kaskade eines radioaktiven Sondenkerns, welcher für Winkelkorrelationsmessungen verwendet wird.

da eine Drehung der Ausstrahlcharakteristik bei isotroper Abstrahlung nicht beobachtbar ist. Aufgrund der benötigten anisotropen Winkelverteilung werden im folgenden Unterkapitel kurz die mathematischen Grundzüge der ungestörten γ - γ -Winkelkorrelation aufgezeigt, bevor dann Störungen in der Theorie betrachtet werden.

2.1.1 Ungestörte γ - γ -Winkelkorrelation

Normalerweise strahlt ein Ensemble mit einer großen Anzahl radioaktiver Kerne Gammastrahlung isotrop ab, da die Richtungen der Kernspins statistisch verteilt sind. Um die ungestörte Winkelkorrelation beobachten zu können, werden zwei ausgesandte γ -Quanten in zwei Detektoren nachgewiesen. Der Nachweis des ersten γ -Quants geschieht mit einem ortsfesten Detektor, wodurch eine ausgezeichnete Richtung \vec{k}_1 definiert wird. Wählt man diese Richtung quantenmechanisch als Quantisierungsachse, so werden nur Kernübergänge mit $M = 1$ beobachtet, weil die γ -Quanten vollständig polarisiert sind. Beim Übergang in den Zwischenzustand werden die magnetischen Unterzustände $|I_m, M_m\rangle$ nicht gleichmäßig besetzt. Dies lässt sich auf unterschiedliche Übergangswahrscheinlichkeiten zwischen den einzelnen Unterzuständen von Start- und Zwischenniveau zurückführen. Es gilt dann für die Besetzungswahrscheinlichkeit zweier Unterzustände $P(M_m) \neq P(M'_m)$.

Durch diese Ausrichtung, auch Alignment genannt, wird das zweite γ -Quant nicht isotrop bezüglich der Projektionsachse ausgestrahlt. Wie in Abbildung 2.2 gezeigt, kann die Winkelabhängigkeit der Ausstrahlcharakteristik des zweiten γ -Quants gemessen werden, indem der zweite Detektor beweglich um die Probe gedreht wird.

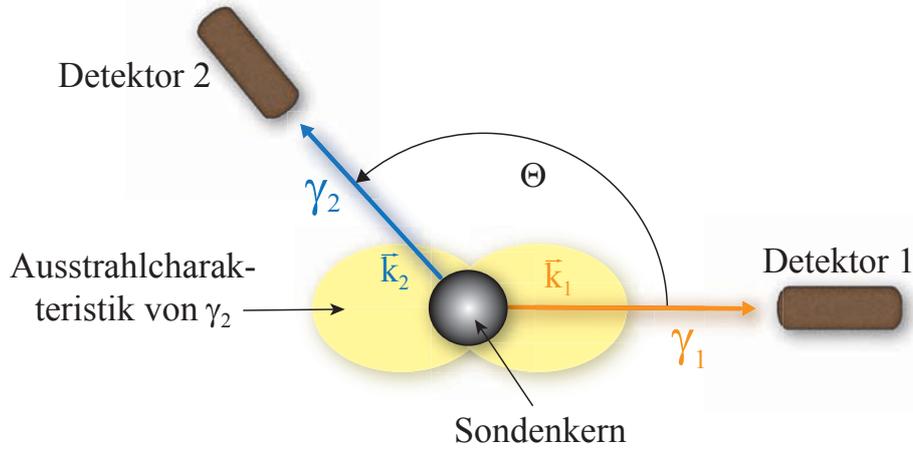


Abbildung 2.2: Messung der Winkelverteilung der γ_2 -Emissionsrichtung mit einem beweglichen Detektor, nachdem das γ_1 -Quant im fixen Detektor beobachtet wurde.

Quantenmechanisch lässt sich die Winkelkorrelation durch Übergangsamplituden, welche die zugehörigen Matrixelemente der beteiligten Übergänge enthalten, beschreiben. Die Wahrscheinlichkeit für einen bestimmten Kernübergang von M_i nach M_f kann wie folgt geschrieben werden [SCH 92]:

$$W(M_i \rightarrow M_f) = \left| \sum_{M_m} \langle M_f | \mathcal{H}_2 | M_m \rangle \langle M_m | \mathcal{H}_1 | M_i \rangle \right|^2. \quad (2.1)$$

Dabei stellen

$$\langle M_f | \mathcal{H}_2 | M_m \rangle := \langle I_f, M_f, \vec{k}_2, \sigma_2 | \mathcal{H}_2 | I_m, M_m \rangle \quad (2.2)$$

und

$$\langle M_m | \mathcal{H}_1 | M_i \rangle := \langle I_m, M_m, \vec{k}_1, \sigma_1 | \mathcal{H}_1 | I_i, M_i \rangle \quad (2.3)$$

jeweils die Übergangsamplituden mit dem Hamiltonoperator $\mathcal{H}_{1,2}$ in verkürzter Schreibweise dar. Der Zwischenzustand $|I_m, M_m\rangle$ wird nicht beobachtet, daher muss man über alle möglichen Unterzustände kohärent summieren. Desweiteren müssen auch die verschiedenen Polarisierungen $\sigma_{1,2}$ der γ -Quanten berücksichtigt werden. Daher ergibt sich für die gesamte beobachtete Winkelkorrelation:

$$W(\vec{k}_1, \vec{k}_2) = \sum_{M_i, M_f, \sigma_1, \sigma_2} \left| \sum_{M_m} \langle M_f | \mathcal{H}_2 | M_m \rangle \langle M_m | \mathcal{H}_1 | M_i \rangle \right|^2. \quad (2.4)$$

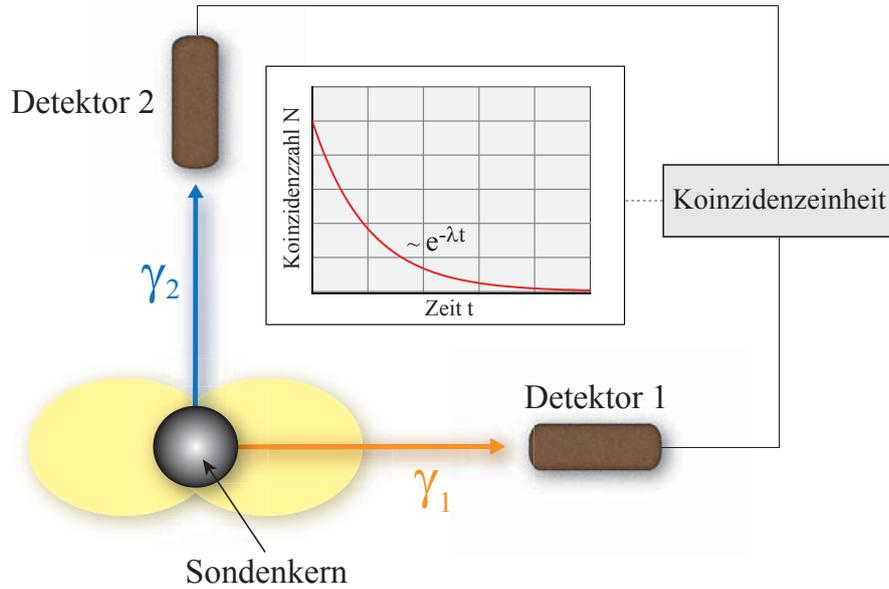


Abbildung 2.3: Lebensdauerermessung des intermediären Zustandes mit zwei Detektoren, die in Koinzidenz geschaltet sind.

Nach weiteren Umformungen lässt sich folgende Form der Winkelkorrelation entwickeln [FRA 65]:

$$W(\vec{k}_1, \vec{k}_2) = \sum_{k \text{ gerade}}^{k_{max}} A_k(\gamma_1) A_k(\gamma_2) P_k(\cos \Theta). \quad (2.5)$$

$P_k(\cos \Theta)$ sind dabei die Legendre-Polynome und k ein Laufindex, der gerade Werte zwischen $0 \leq k \leq \text{Min}[2I, \text{Max}(2l_1, 2l'_1), \text{Max}(2l_2, 2l'_2)]$ annehmen kann. I ist der Kernspin des Zwischenzustandes und $l_{1,2}$ bzw. $l'_{1,2}$ geben die Multipolaritäten der γ -Übergänge an. Θ ist der Winkel zwischen \vec{k}_1 und \vec{k}_2 . Die Koeffizienten $A_k(\gamma_1)$ bzw. $A_k(\gamma_2)$, auch Winkelkorrelationskoeffizienten genannt, hängen jeweils von dem ersten bzw. zweiten Übergang ab und sind in [FER 55] tabelliert.

Um die zeitliche Veränderung der γ -Ausstrahlcharakteristik der Sondenkerne zu beobachten, wird auch der zweite Detektor fixiert und die Zählraten der Koinzidenzeinheit werden gegen die gemessene Zeit, die zwischen dem Ausstrahlen des ersten und zweiten γ -Quants vergeht, aufgetragen. Ohne Störung erhält man so eine exponentiell abfallende Lebensdauerkurve des Zwischenzustandes. Wie in Abbildung 2.3 illustriert, lässt sich aus der Kurve die Halbwertszeit $t_{1/2} = \frac{\ln 2}{\lambda}$ des Zwischenzustandes bestimmen, welche direkt mit der Zerfallskonstante λ verknüpft ist.

2.1.2 Gestörte γ - γ -Winkelkorrelation

Da der Zwischenzustand der γ - γ -Kaskade eine endliche Lebensdauer hat, kann er während dieser Zeit einer Hyperfeinwechselwirkung ausgesetzt sein. Diese Wechselwirkung kann elektrischer oder magnetischer Natur sein und wird in der Theorie als Störung betrachtet. Neben der magnetischen Dipolwechselwirkung ist für PAC-Messungen die elektrische Quadrupolwechselwirkung von Bedeutung. Der energetische Beitrag der Quadrupolwechselwirkung E_Q kann als Produkt zweier Tensoren zweiter Ordnung geschrieben werden [SCH 92]:

$$E_Q = \sum_{kl} Q_{kl} V_{kl}. \quad (2.6)$$

Q_{kl} ist dabei der Tensor des Kernquadrupolmoments und V_{kl} der Tensor des elektrischen Feldgradienten. Letzterer ist direkt verknüpft mit dem elektrischen Potential am Kernort:

$$V_{kl} = \frac{2}{x_k x_l} (\vec{r})^2. \quad (2.7)$$

Wählt man das Koordinatensystem so, dass man sich im Hauptachsensystem befindet, so sind alle nicht-diagonalen Elemente des Tensors V_{kl} mit $k \neq l$ gleich null. Zusätzlich gilt für den elektrischen Feldgradienten V_{kl} , dass er spurfrei ist. Es gilt also $\sum V_{ii} = 0$. Nach Konvention wählt man die Achsen so, dass $|V_{zz}| \geq |V_{yy}| \geq |V_{xx}|$ gilt. Um den elektrischen Feldgradienten vollständig beschreiben zu können, definiert man den Asymmetrieparameter als

$$\eta = \frac{V_{xx} - V_{yy}}{V_{zz}} \quad \text{mit} \quad 0 \leq \eta \leq 1. \quad (2.8)$$

Für axialsymmetrische Feldgradienten ($V_{xx} = V_{yy}$) gilt, dass η gleich null ist.

Der Energiebeitrag des Quadrupolmoments ergibt sich nach einer etwas längeren Rechnung zu:

$$E_Q = \frac{3M^2 - I(I+1)}{4I(2I-1)} \cdot e \cdot Q \cdot V_{zz}. \quad (2.9)$$

Dabei ist I der Sondenkernspin, Q das Quadrupolmoment und V_{zz} die Hauptkomponente des elektrischen Feldgradienten V_{kl} im Hauptachsensystem. Dementsprechend ergibt sich für die Energieaufspaltung zwischen zwei Unterzuständen M und M' des Sondenkerns, hervorgerufen durch die Quadrupolwechselwirkung:

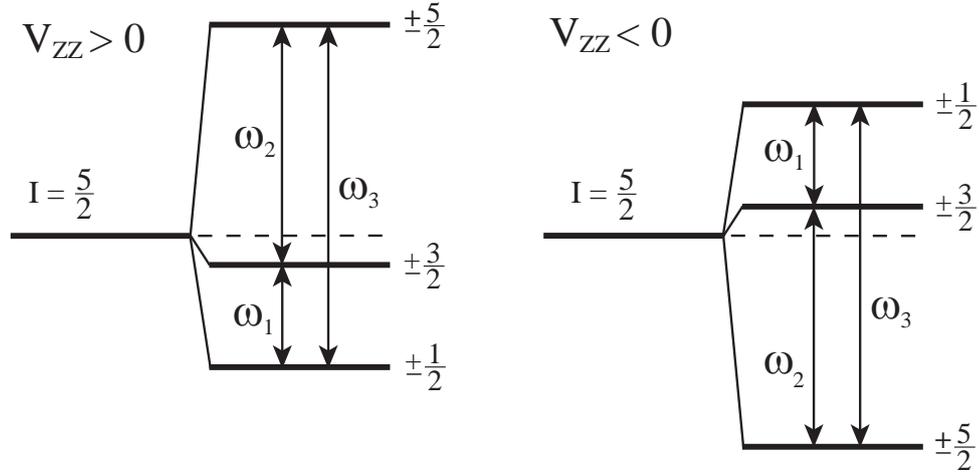


Abbildung 2.4: Beispiel einer Quadrupolaufspaltung eines Kernzustandes mit $I = 5/2$. Die M -Unterzustände bleiben energetisch entartet. Je nach Vorzeichen von V_{zz} ändert sich die Reihenfolge der M -Aufspaltung.

$$E_Q = E_Q(M) - E_Q(M') = 3|M^2 - M'^2| \cdot \hbar \cdot Q. \quad (2.10)$$

Da $|M^2 - M'^2|$ immer ganzzahlig ist, beobachtet man im Experiment immer Vielfache von der Quadrupolfrequenz Q . Diese ist gegeben durch

$$Q = \frac{e \cdot Q \cdot V_{zz}}{4 \cdot I(2I - 1) \cdot \hbar}. \quad (2.11)$$

In der Literatur wird häufig die Quadrupolkopplungskonstante Q statt Q angegeben, da sie unabhängig vom Sondenkernspin ist:

$$Q = \frac{e}{\hbar} \cdot Q \cdot V_{zz}. \quad (2.12)$$

Die Quadrupolaufspaltung ist für einen Kern mit Spin $I = 5/2$ in Abbildung 2.4 dargestellt. Die Energieaufspaltung hängt vom Vorzeichen des EFGs ab, wie aus Formel (2.9) ersichtlich wird. Man erkennt auch, dass das Quadrupolmoment Q groß sein muss, damit die Frequenz der Quadrupolwechselwirkung im Lebensdauerpektrum sichtbar wird.

Durch Rückstoß- oder Ionenimplantation sowie Diffusion kann die radioaktive Sonde in das Gitter eingebracht werden. Bei einer perfekten sphärischen Symmetrie wirkt kein EFG auf die Sonde, da sich die einzelnen Beiträge der Nachbaratome im Kristall gegenseitig aufheben. Ist die Umgebung um die Sonde nicht sphärisch

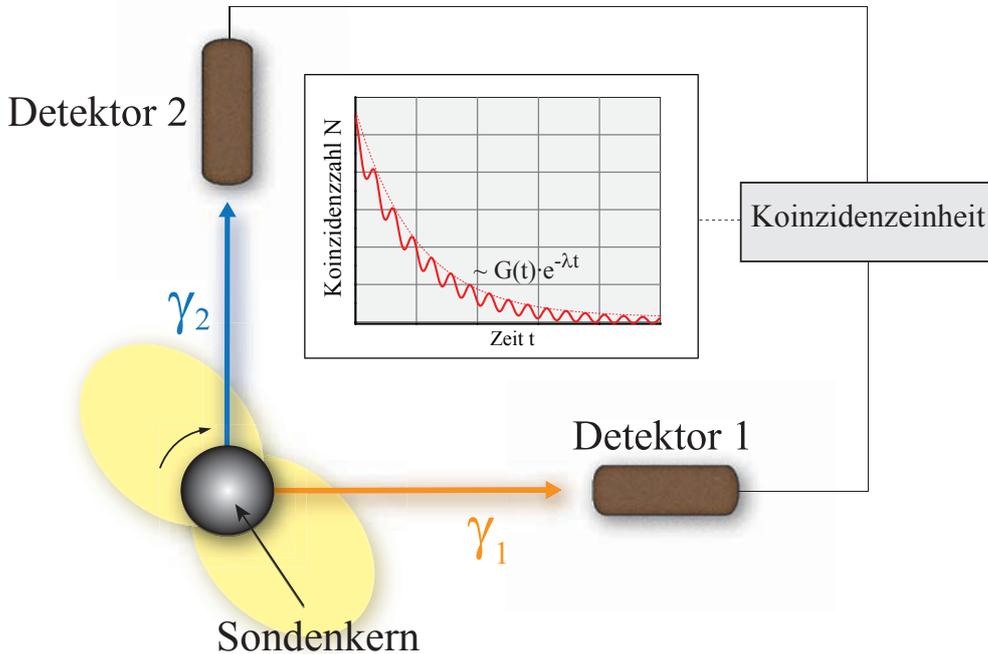


Abbildung 2.5: Messung der Frequenz der Quadrupolwechselwirkung über die frequenzmodulierte Lebensdauerkurve des Zwischenzustands.

symmetrisch, zum Beispiel bei einem realen hexagonalen Gitter, so wirkt ein EFG auf die Sonde. Durch die elektrische Quadrupolwechselwirkung kommt es zu einer energetischen Aufspaltung und damit verbunden zur Umbesetzung der magnetischen Unterzustände des Zwischenzustandes $|I_m, M_m\rangle$. Dies äußert sich durch eine zeitliche Änderung der Ausstrahlcharakteristik der Sondenkerne. Die Lebensdauerkurve des Zwischenzustands ist jetzt überlagert mit der Frequenz der Quadrupolwechselwirkung, welche im Zeitspektrum sichtbar wird.

Eine zeitliche Störung wird mit dem Zeitentwicklungsoperator $\Lambda(t)$ ausgedrückt, so dass wir für die gestörte Winkelkorrelation analog zu Formel (2.4) schreiben können:

$$W(\vec{k}_1, \vec{k}_2) = \sum_{\substack{M_i, M_f \\ \sigma_1, \sigma_2}} \left| \sum_{M_m} \langle M_f | \mathcal{H}_2 \Lambda(t) | M_m \rangle \langle M_m | \mathcal{H}_1 | M_i \rangle \right|^2. \quad (2.13)$$

$\Lambda(t)|M_m\rangle$ berücksichtigt die Umbesetzung der magnetischen Unterzustände $|I_m, M_m\rangle$ infolge einer Hyperfeinwechselwirkung. Nach einer Reihe von Umformungen lässt sich die gestörte Winkelkorrelation schreiben zu:

$$W(\vec{k}_1, \vec{k}_2, t) = \sum_{\substack{k_1, k_2 \\ N_1, N_2}} A_{k_1}(\gamma_1) A_{k_2}(\gamma_2) G_{k_1, k_2}^{N_1, N_2}(t) \frac{Y_{k_1}^{N_1*}(\Theta_1, \varphi_1) Y_{k_2}^{N_2}(\Theta_2, \varphi_2)}{\sqrt{(2k_1 + 1)(2k_2 + 1)}}. \quad (2.14)$$

Für **statische** und **axialsymmetrische** Wechselwirkungen zwischen Quadrupolmoment und dem EFG lässt sich der Störfaktor für die elektrische Quadrupolwechselwirkung analytisch darstellen:

$$G_{k_1 k_2}^{NN}(t) = \sum_n s_{nN}^{k_1 k_2} \cdot \begin{cases} \cos(n \cdot \omega_0 t), & \text{für } (k_1 + k_2) \text{ gerade} \\ (-i) \sin(n \cdot \omega_0 t), & \text{für } (k_1 + k_2) \text{ ungerade.} \end{cases} \quad (2.15)$$

Dabei gilt für ω_0 als kleinste nichtverschwindende Frequenz:

$$\omega_0 = \begin{cases} 3 \cdot \omega_Q & \text{für ganzzahliges } I \\ 6 \cdot \omega_Q & \text{für halbzahliges } I. \end{cases} \quad (2.16)$$

Die $s_{nN}^{k_1 k_2}$ sind Geometriefaktoren (siehe [HAR 59]), auf die hier nicht näher eingegangen werden soll. Wichtig aus Formel (2.15) ist, dass die Störfunktion $G(t)$ eine Überlagerung aus Sinus- und Kosinusfunktionen ist. Ziel ist es diese Störfunktion aus der frequenzmodulierten Lebensdauerkurve zu separieren und so die Grundfrequenz ω_0 mit eventuell auftretenden Oberfrequenzen der Funktionen zu bestimmen.

Die beiden Laufindizes k_1 und k_2 aus Formel (2.15) können bei der γ - γ -PAC nur gerade Werte annehmen. Dies liegt daran, dass in beiden Übergängen die Polarisation der γ -Quanten nicht beobachtet und deshalb über beide zirkularen Polarisationszustände gemittelt wird. Dadurch wird die Summe $k_1 + k_2$ auch gerade und man erhält in der Störfunktion $G_{k_1 k_2}^{NN}(t)$ nur Kosinusterme.

Nach der Auswertung kann man auf die Quadrupolfrequenz $|\omega_Q|$ und somit auf $|V_{zz}|$ schließen. Neben der durch das Gitter hervorgerufenen Wechselwirkungsfrequenz und deren Oberfrequenzen lassen sich auch andere Frequenzen messen, die zum Beispiel durch Defekte hervorgerufen werden können. Je nach Größe der Frequenz lässt sich etwas über die Stärke der Wechselwirkung zwischen Sonde und Kristallgitter bzw. Defekten aussagen.

Die Methode der γ - γ -PAC eignet sich zur Bestimmung der Größe und Orientierung des EFGs, jedoch hat man keine Möglichkeit das Vorzeichen des EFGs zu bestimmen, weil die beobachtete Drehrichtung der γ -Ausstrahlcharakteristik

bei positivem und negativem EFG wegen der Besetzungsgleichheit der M -Unterstufen $P(M) = P(-M)$ gleich ist. Auch aus Formel (2.15) ist ersichtlich, dass durch die achsensymmetrische Kosinusfunktion eine Vorzeichenbestimmung von ϱ nicht möglich ist. Ziel ist es also eine ungleiche Besetzung zwischen den jeweiligen Unterzuständen M und $-M$ im Zwischenzustand $|I_m, M_m\rangle$ zu erreichen. Dazu bietet sich als Startübergang statt der γ -Strahlung der paritätsverletzende β -Zerfall an.

2.2 Theorie der β - γ -Winkelkorrelation

Die β - γ -Winkelkorrelationsmessung beruht auf dem selben Prinzip wie die γ - γ -PAC, jedoch ist es mit solch einer Messung auch möglich das Vorzeichen des EFG zu bestimmen. Dabei wird beim ersten Übergang kein γ -Quant, sondern ein β^+ - oder β^- -Teilchen detektiert. Bevor das Messprinzip näher erläutert wird, soll kurz der β -Zerfall vorgestellt werden.

2.2.1 Der β -Zerfall

Beim β -Zerfall handelt es sich um einen radioaktiven Zerfallstyp, welcher in zwei Klassen eingeteilt wird. Je nach emittiertem Teilchen unterscheidet man zwischen dem β^- - und β^+ -Zerfall. Betrachten wir im folgenden den β^- -Zerfall der Form:



Die Antineutrinos aus Formel (2.17) sind wegen ihrer vernachlässigbar kleinen Masse vollständig polarisiert, es gilt $P_{\bar{\nu}} = 1$. Der Polarisationsgrad der Elektronen hängt dagegen von ihrer Energie bzw. von ihrer Geschwindigkeit ab (siehe Abbildung 2.6). Es gilt:

$$P_{e^-} = -\frac{v_e}{c} = \frac{N^+ - N^-}{N^+ + N^-}. \quad (2.18)$$

Dabei ist $v_e > 0$ die Geschwindigkeit der Elektronen, c die Lichtgeschwindigkeit und N^\pm die Anzahl der Elektronen, deren Spin parallel/antiparallel zur Flugrichtung orientiert ist. Man erkennt sofort aus Formel (2.18), dass $N^- > N^+$ sein muss. Ein Ungleichgewicht von Elektronen, deren Spin parallel oder antiparallel zur Flugrichtung orientiert ist, bedeutet, dass der β -Zerfall nicht invariant gegenüber Raumspiegelung ist. Man sagt auch, der β -Zerfall ist nicht paritätserhaltend. Verantwortlich für diese Paritätsverletzung ist die schwache Wechselwirkung, da die zugehörigen W -Austauschbosonen nicht gleichermaßen an links- und rechtshändige Teilchen koppeln.

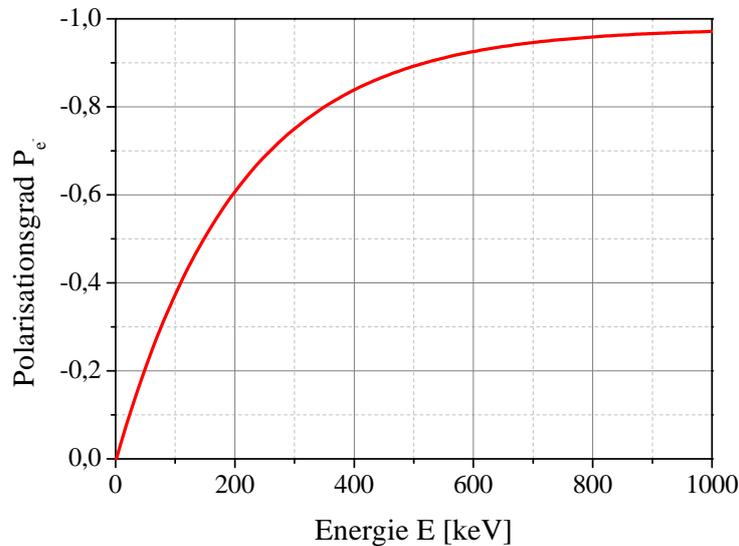


Abbildung 2.6: Polarisationsgrad der Elektronen als Funktion ihrer Energie.

2.2.2 Anschauliche und mathematische Darstellung

Anders als bei paritätserhaltenden Prozessen wie der elektronmagnetischen Wechselwirkung, wird beim β -Zerfall wegen der Paritätsverletzung ein Ensemble an polarisierten Kernen beobachtet. Um dies zu verstehen und die Konsequenzen daraus ziehen zu können, kann man das Phänomen anschaulich oder mathematisch betrachten.

Anschauliche Darstellung

Anschaulich lässt sich dies wie folgt erklären: Beim β -Zerfall werden wegen der Paritätsverletzung vorwiegend Elektronen mit antiparallelem Spin bezüglich ihrer Flugrichtung emittiert. Die Flugrichtung der Elektronen wird gleichzeitig als Quantisierungsachse der Spinzustände gewählt. Die z-Komponente des Spins beträgt für den überwiegenden Teil der Elektronen also $m_e = -\frac{1}{2}$ bezüglich der gewählten Quantisierungsachse, wohingegen für die statistisch ausgesandten Antineutrinos $m = \frac{1}{2}$ gilt, das heißt im zeitlichen Mittel ist die Zahl der Antineutrinos mit parallelem und antiparallelem Spin bezüglich der gewählten Quantisierungsachse gleich. Addiert man die z-Komponenten der Spins von Elektronen und Antineutrinos (Abbildung 2.7), so ist zu erkennen, dass die z-Komponente des Gesamtleptonenspins kleiner gleich null ist. Als Konsequenz bleiben demnach mit größerer Wahrscheinlichkeit Kerne mit der Spinquantisierung $M > 0$ im Ensemble übrig. Dadurch wird eine Ungleichbesetzung der M-Niveaus des Kernzwischenzustandes erreicht, wie in Abbildung 2.8 gezeigt:

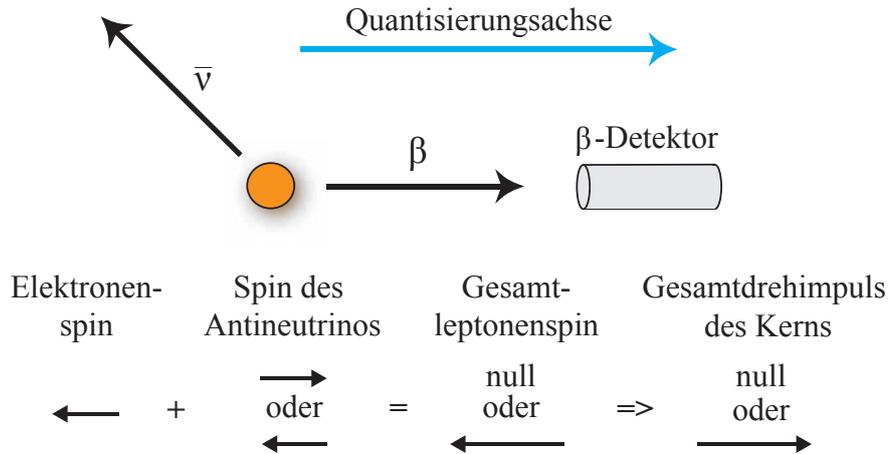


Abbildung 2.7: Anschauliche Erklärung für die Ungleichbesetzung der Kernzwischenzustände verursacht durch den β -Zerfall.

$$P(M) \neq P(-M). \tag{2.19}$$

Wird als neue Quantisierungsachse eine Achse parallel zur Hauptkomponente des elektrischen Feldgradienten V_{zz} der Probe und senkrecht zur Flugrichtung der Elektronen gewählt, so gilt wieder eine Besetzungsgleichheit bezüglich dieser Achse $P(M^*) = P(-M^*)$. Die Kerne mit positiver und negativer Quantisierungszahl präzedieren bei einer Hyperfeinwechselwirkung in entgegengesetzte

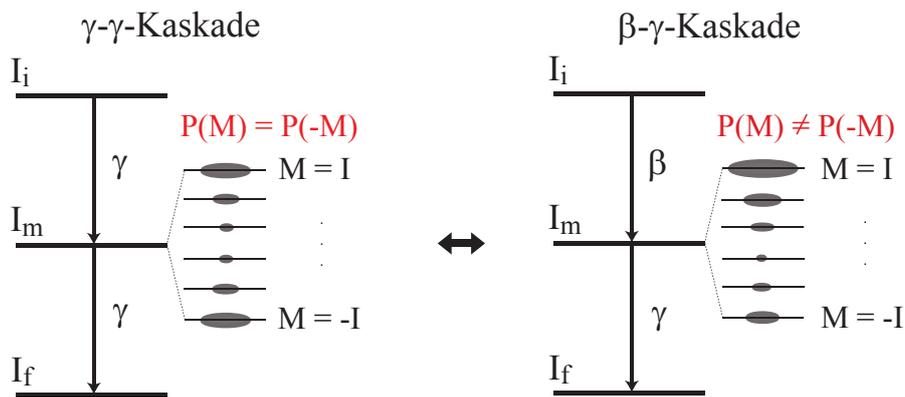


Abbildung 2.8: Darstellung der unterschiedlichen Besetzungsverteilung der Kernzustände nach dem β -Zerfall und nach der γ -Abstrahlung. Während es bei der Aussendung der γ -Quanten zu einer Ausrichtung der Kernzustände kommt, werden die Kerne beim β -Zerfall teilweise polarisiert, wodurch es zu einer Ungleichbesetzung der magnetischen Unterzustände kommt.

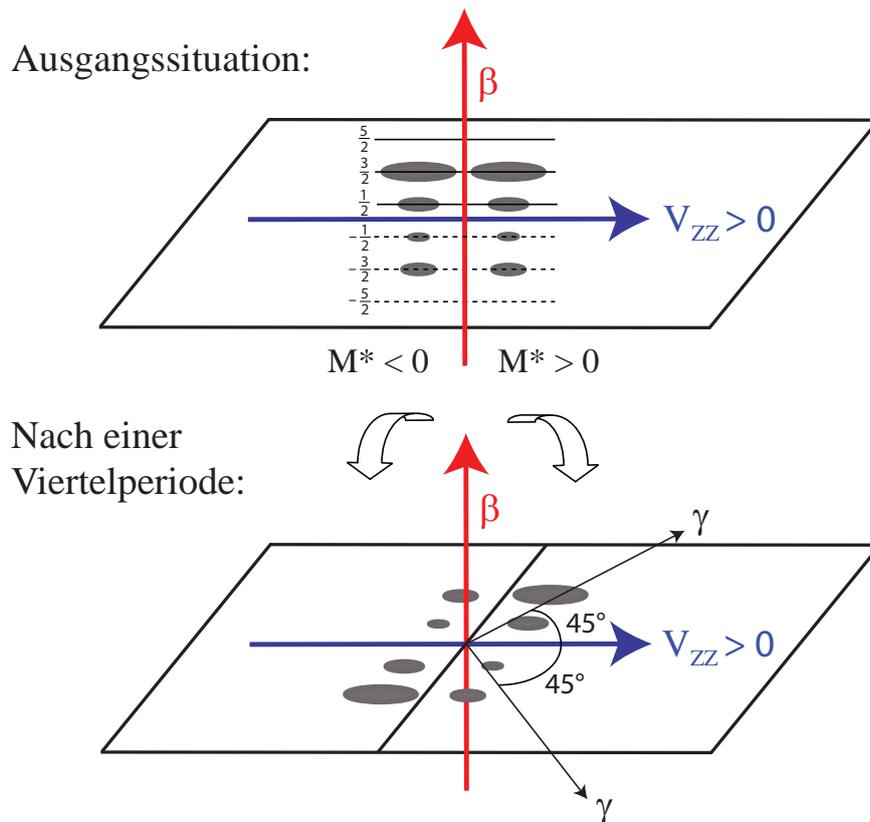


Abbildung 2.9: Spinausrichtung der Kerne nach einer Viertelperiode: Die Kerne mit positiver und negativer Quantisierungszahl präzedieren in entgegengesetzte Richtungen. Je nach Vorzeichen des EFG lässt sich die Drehung der γ -Ausstrahlcharakteristik in verschiedene Richtungen beobachten.

Richtungen. Man erhält so nach einem Periodenviertel Spinzustände mit unterschiedlicher Ausrichtung (siehe Abbildung 2.9), welche sich durch eine Drehung der γ -Ausstrahlcharakteristik äußert. Wird das Vorzeichen des EFG getauscht, so wird die Reihenfolge der Aufspaltung der M -Unterszustände, hervorgerufen durch die Quadrupolwechselwirkung, umgedreht. Dies führt dazu, dass die Spinzustände in die umgekehrte Richtung präzedieren als im vorherigen Fall, was zu einer entgegengesetzten Präzessionsrichtung der Emissionskeule führt. Die Messung der Präzessionsrichtung der γ -Ausstrahlcharakteristik erlaubt so eine Bestimmung des EFG-Vorzeichens. Voraussetzung ist jedoch die schon oben erwähnte Ungleichbesetzung der Unterszustände des Zwischenniveaus. Durch eine geeignete Anordnung aus β - und γ -Detektoren, die jeweils senkrecht zueinander stehen, lassen sich die unterschiedlichen Präzessionsbewegungen feststellen.

Durch vorherige Überlegungen ergibt sich, dass nur Einkristalle verwendet werden können, da die Orientierung des EFGs wohldefiniert und bekannt sein muss. Als

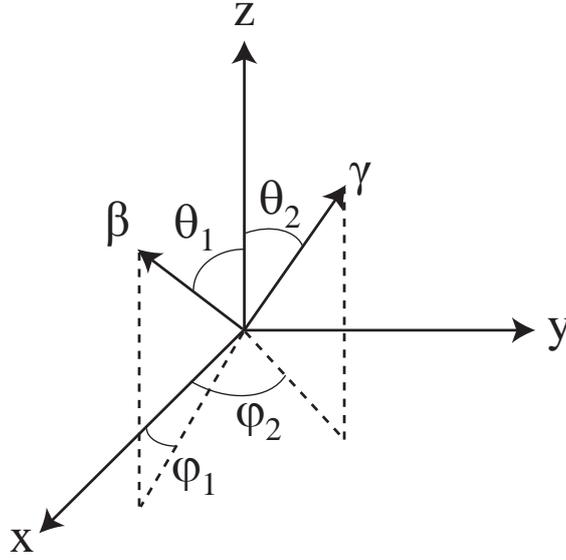


Abbildung 2.10: Koordinatensystem für die β - γ -Winkelkorrelation.

Konsequenz folgt, dass die Orientierung des EFGs vor der β - γ -Messung durch zum Beispiel γ - γ -PAC bestimmt werden muss. Da die in dieser Arbeit verwendeten Halbleiter eine hexagonale Kristallstruktur besitzen, fällt die c -Achse mit der Orientierungsachse des EFG zusammen. Die c -Achse der Kristalle kann anhand von Laue-Aufnahmen durch Röntgenbeugung bestimmt werden.

Mathematische Darstellung

Mathematisch wird die β - γ -Winkelkorrelation analog zur γ - γ -PAC beschrieben. Als allgemeinsten Ansatz erhält man für die Wahrscheinlichkeit, nach der Emission des β -Teilchens in \vec{k}_1 -Richtung nach der Zeit t ein γ -Quant in \vec{k}_2 -Richtung zu detektieren [RAG 75]:

$$W(\vec{k}_1, \vec{k}_2, t) = \sum_{\substack{k_1, k_2 \\ N_1, N_2}} \frac{(-1)^{k_1+k_2} A_{k_1}(\beta) A_{k_2}(\gamma)}{\sqrt{(2k_1+1)(2k_2+1)}} G_{k_1, k_2}^{N_1, N_2}(t) Y_{k_1}^{N_1*}(\Theta_{1, 1}) Y_{k_2}^{N_2}(\Theta_{2, 2}). \quad (2.20)$$

$\Theta_{1, 1}$ sowie $\Theta_{2, 2}$ sind die Winkel der β - bzw. γ -Emission bezüglich der Quantisierungsachse. Diese werden in Polarkoordinaten angegeben (siehe Abbildung 2.10). Die Y_k s sind Kugelfunktionen, die den Winkelanteil der Winkelkorrelation beschreiben. Sie sind bereits aus Formel (2.14) bekannt.

N_1, N_2, k_1 sowie k_2 sind ganze Zahlen und die N_i s laufen jeweils von $-k_i$ bis $+k_i$. k_1 berücksichtigt den β -Zerfall und läuft diesmal über alle **ganzen** Zahlen, während k_2 , welcher den γ -Übergang charakterisiert, nur über alle **geraden** Zahlen

läuft. Der Term $G_{k_1, k_2}^{N_1, N_2}(t)$ beschreibt auch hier die Störung, verursacht durch den EFG und wird analog zur γ - γ -PAC durch Formel (2.15) beschrieben.

Mathematisch lässt sich nun der Unterschied zur γ - γ -PAC feststellen. Da k_1 über alle ganzen Zahlen läuft, kommen in der Störfunktion (2.15) neben den Kosinusfunktionen nun auch Sinusfunktionen vor. Zur Zeit $t = 0$ oder im feldfreien Fall sind die Sinusterme null. Erst nach Beginn der Quadrupolwechselwirkung machen sich die Sinusfunktionen im Spektrum bemerkbar und das Vorzeichen des EFGs kann bestimmt werden, denn die Sinusfunktionen sind im Vergleich zu den Kosinusfunktionen sensitiv auf das Vorzeichen ihrer Argumente und damit auch auf das Vorzeichen des EFGs. Daraus kann somit die volle Information des EFGs entnommen werden.

2.2.3 Die Asymmetriefunktion

Bei der Winkelkorrelationsfunktion $W(\vec{k}_1, \vec{k}_2, t)$ aus Formel (2.20) interessiert nur die Störfunktion $G(t)$, da nur sie Informationen über die Wechselwirkung mit der umgebenden Kristallstruktur beinhaltet. Um die Störung beobachten zu können, wird für die β - γ -PAC eine geeignete Messanordnung wie in Abbildung 2.11 gewählt. Sie besteht aus einem β - und zwei γ -Detektoren. Die γ -Detektoren sind in einer Ebene platziert und stehen in einem Winkel von 45° zur c-Achse der Halbleiterprobe und damit auch zur Richtung von V_{zz} . Durch den Aufbau erhält man zunächst zwei Winkelkorrelationen $W_1(t)$ und $W_2(t)$. Man misst somit unter Berücksichtigung der Zerfallskonstanten des Zwischenniveaus λ folgende Koinzidenzzählraten:

$$\begin{aligned} \beta\text{-Detektor} \rightarrow \gamma\text{-Detektor 1: } N_1(t) &= W_1(t) \cdot e^{-\lambda t} \\ \beta\text{-Detektor} \rightarrow \gamma\text{-Detektor 2: } N_2(t) &= W_2(t) \cdot e^{-\lambda t}. \end{aligned} \quad (2.21)$$

Diese beiden Spektren werden nun in der Asymmetriefunktion $A(t)$ verrechnet, um die Exponentialfunktionen zu eliminieren. Theoretisch ergibt sich so:

$$A_{theo}(t) = \frac{2 \cdot [N_2(t) - N_1(t)]}{N_2(t) + N_1(t)} = \frac{2 \cdot [W_2(t) - W_1(t)]}{W_2(t) + W_1(t)}. \quad (2.22)$$

Bei den Messungen muss berücksichtigt werden, dass zusätzlich zufällige Koinzidenzen entstehen können, welche den Untergrund der Messung bilden. Dieser ist konstant und muss bei der Auswertung von den Spektren subtrahiert werden. Daraus ergibt sich für die gemessene Asymmetriefunktion:

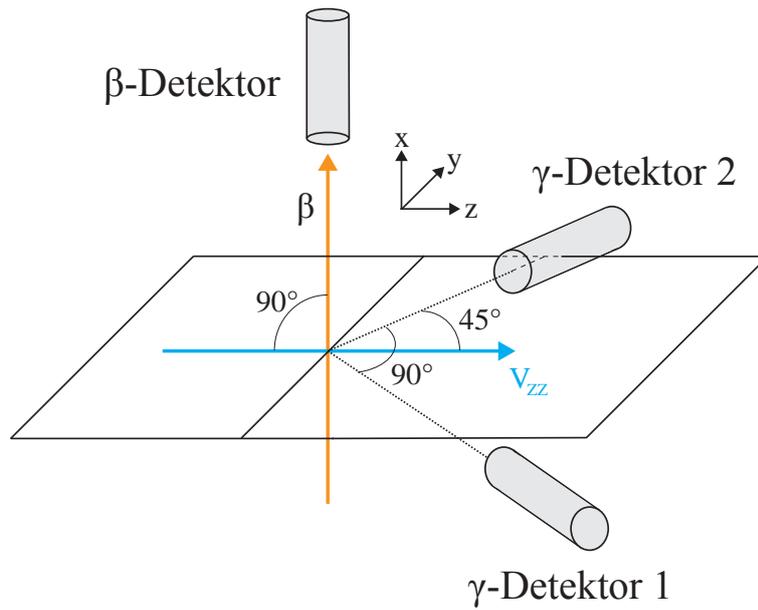


Abbildung 2.11: Aufbau für die zeitdi erentielle β - γ -Winkelkorrelationsmessung zur Bestimmung des Vorzeichens des elektrischen Feldgradienten.

$$A_{mess}(t) = \frac{2 \cdot [N_2(t) - K_2 - N_1(t) + K_1]}{N_2(t) - K_2 + N_1(t) - K_1}. \quad (2.23)$$

K_1 und K_2 sind die zufälligen Koinzidenzen für die jeweiligen Spektren. Die genaue Form der Asymmetriefunktion hängt von den Eigenschaften der β - γ -Kaskade ab und kann für die in dieser Arbeit benutzen Sonden berechnet werden. Sie besteht hauptsächlich aus einer oder mehreren Sinusfunktionen.

In der Theorie wird ein bestimmtes Vorzeichen angenommen, daraus die theoretische Asymmetriefunktion errechnet und schließlich mit der gemessenen Asymmetriefunktion verglichen:

$$A_{mess}(t) = A_{theo}(t). \quad (2.24)$$

Um aus der Quadrupolfrequenz ω_0 den elektrischen Feldgradienten zu bestimmen, muss auch das Vorzeichen und der Betrag des Quadrupolmomentes bekannt sein.

3. Versuchsaufbau

β - γ -Winkelkorrelationsmessungen sind geeignete Untersuchungsmethoden zur Bestimmung des Vorzeichens von elektrischen Feldgradienten in Halbleitern. Im Folgenden soll der für die Messungen benutzte Versuchsaufbau vorgestellt werden. Dieser muss einige Grundvoraussetzungen erfüllen, die hier kurz zusammengefasst werden.

β -Detektor

Aus dem vorherigen Kapitel ergeben sich einige Grundanforderungen an den β -Detektor. Der Aufbau muss gewährleisten, dass der β -Detektor senkrecht zu der Ebene der γ -Detektoren liegt. Desweiteren sollte sich die Probe sowie die Strecke zwischen Detektor und Probe im Vakuum befinden, damit so viele ausgesandte Elektronen wie möglich ohne Zwischenreaktionen im Detektor registriert werden können. Der Abstand zwischen Probe und Detektor sollte variabel und so klein wie möglich gehalten werden.

Messung

Für die Beobachtung einer Winkelkorrelation werden Koinzidenzmessungen gemacht. Neben dem β -Detektor werden noch γ -Detektoren für die Messungen benötigt. Um die Asymmetrie messen zu können, verwendet man den in Abbildung 2.11 bereits gezeigten Aufbau aus einem β - und zwei γ -Detektoren. Der β -Detektor wird als Startdetektor und die γ -Detektoren jeweils als Stoppdetektoren betrieben. Zudem soll das β -Detektorsystem in verschiedenen PAC-Anlagen zum Einsatz kommen. Dies erfordert ein transportfähiges System.

Orientierung der Probe

Für eine β - γ -Winkelkorrelationsmessung muss die Orientierung der Einkristallprobe bekannt sein. Diese muss vorher durch andere Messmethoden bestimmt werden. Die Probe muss präzise ausgerichtet werden können, um die optimale Geometrie zu gewährleisten.

Zeitauflösung

Winkelkorrelationsmessungen verlangen eine gute Zeitauflösung der gesamten Anlage. In dieser Arbeit wird ein System aus Szintillatorkristall, Photomultiplier und Koinzidenzelektronik mit schneller Zeitkomponente verwendet, wodurch die zufälligen Koinzidenzen minimiert werden sollen. Bei der

Elektronik handelt es sich um eine übliche Fast-Slow-Koinzidenz Zähllektronik.

Sonden

Als Sonden werden ^{115}Cd und ^{111}Ag verwendet. Diese werden erst produziert und dann in die Halbleiterproben eingebracht. Sie bieten geeignete β - γ -Übergänge und ein hinreichend großes Quadrupolmoment. Zudem sind die Quadrupolmomente Q des Zwischenzustands und deren Vorzeichen bekannt.

3.1 Der β -Detektor

Der β -Detektor ist von Jörn Bartels an der Universität Bonn während seiner Diplomarbeit entwickelt und konstruiert worden. Detaillierte Informationen zum Aufbau findet man in [BAR 96]. Nach einigen Tests zeigte sich jedoch, dass der Detektor nicht optimal arbeitete, weshalb dessen Überarbeitung notwendig war.

Als erstes wird der Detektor komplett in seine Einzelteile zerlegt. Die wichtigsten Komponenten zur β -Detektion bilden ein Plastikszintillator und ein Photomultiplier. Der Plastikszintillator ist von der Firma Nuclear Enterprises und trägt die Bezeichnung NE111. Beim Photomultiplier handelt es sich um einen XP2020 von Philips. Alle Komponenten werden vor dem erneuten Zusammenbau gereinigt. Abbildung 3.1 zeigt eine seitliche Schnittzeichnung des Detektors.

An das Glasfenster des Photomultipliers wird ein Lichtleiter aufgedrückt und auf diesen wird der zylinderförmige Plastikszintillator plaziert. Der Szintillator hat eine Dicke von 3 mm und einen Durchmesser von 25,4 mm. Damit bei den Übergängen zwischen Szintillator und Lichtleiter sowie Lichtleiter und Photomultiplier wenig Szintillationslicht verloren geht, wird jeweils eine dünne Schicht Silikongel aufgetragen. Der Szintillator wird samt Lichtleiter mit Te onband umwickelt, damit das Licht komplett reflektiert wird. Da der Detektor lichtdicht sein muss, werden einige Lagen schwarzes Klebeband am Szintillator und Lichtleiter sowie eine 5 μm dünne Schicht Aluminium an die Frontseite des Szintillators angebracht. Die Klebebandschichten dürfen an der Frontseite des Szintillator nicht zu dick sein, damit nicht zu viele Elektronen vor der Detektion darin absorbiert werden. Zum einen muss der Detektor also lichtdicht sein, zum anderen müssen die Absorptionsverluste der β -Strahlung möglichst gering gehalten werden.

Der Photomultiplier ist von einer aus Pb -Metall bestehenden Abschirmung umgeben, welches vor äußeren Magnetfeldern schützen soll. Die einzelnen Komponenten werden in ein Aluminiumgehäuse eingebaut. Dieses besteht aus dem Gehäusemittelstück und dem Gehäuserohr, welche mit M5 Inbusschrauben zusammengeschaubt

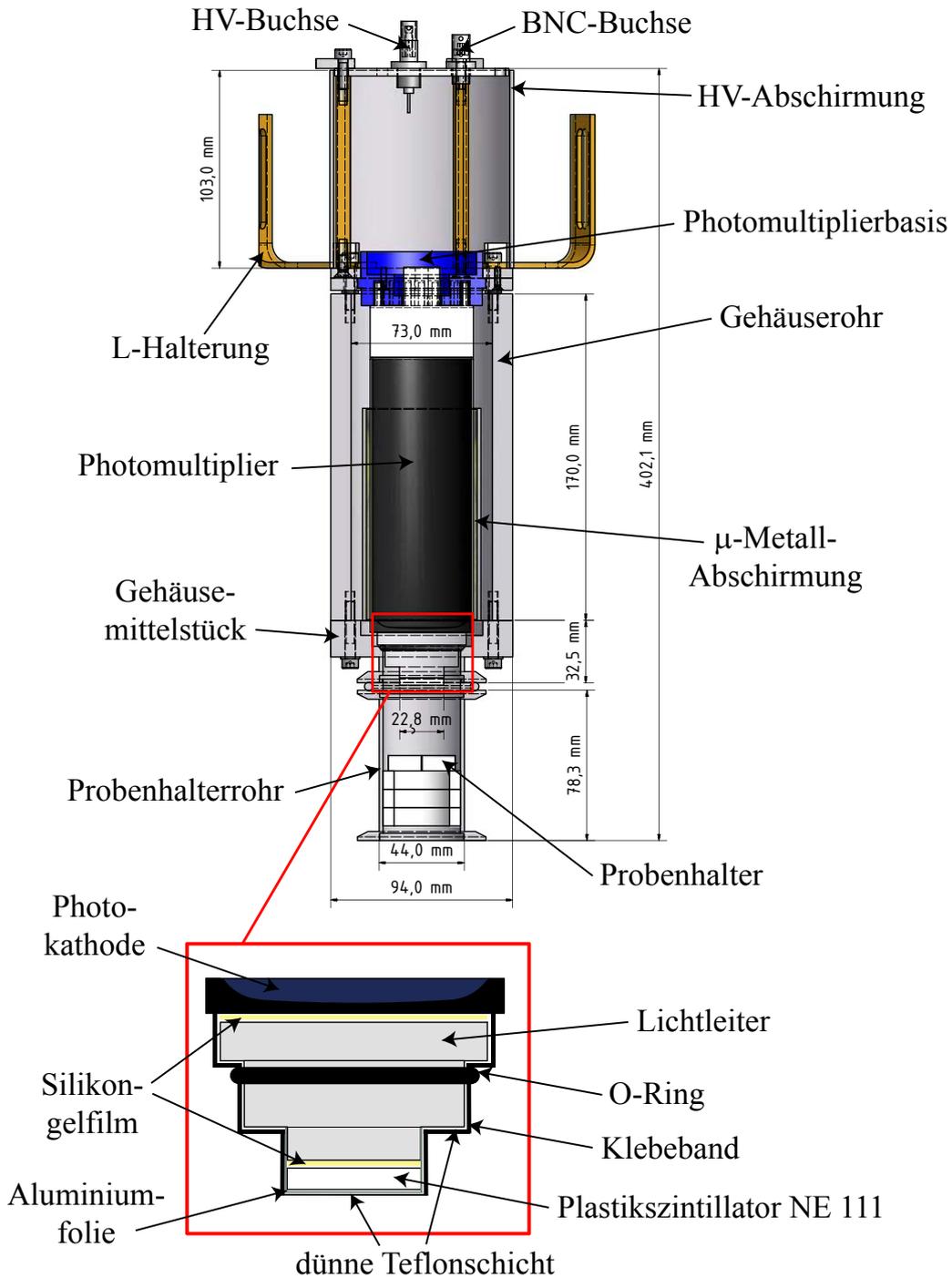


Abbildung 3.1: Seitliche Schnittzeichnung des β -Detektors: Die wichtigsten Komponenten sind der Plastikszintillator, der Photomultiplier sowie das Gehäuse aus Aluminium.

	Bezeichnung	Spannung U
Kathode	K	0 V
Gitter	G	9,7 V
1. Dynode	D1	16,7 V
2. Dynode	D2	21,9 V
3. Dynode	D3	29,5 V
4. Dynode	D4	34,4 V
5. Dynode	D5	39,3 V
6. Dynode	D6	44,3 V
7. Dynode	D7	49,2 V
8. Dynode	D8	59,4 V
9. Dynode	D9	69,8 V
10. Dynode	D10	75,3 V
11. Dynode	D11	80,8 V
12. Dynode	D12	86,5 V
Anode	A	92,3 V

Tabelle 3.1: Spannungswerte der Abgriffe der Basisschaltung bei einer angelegten Spannung von 100 V.

mit dem Detektorgehäuse verbunden. Zusätzlich dazu wird noch ein Hohlzylinder zur HV-Abschirmung gefertigt, welche nach der Montage geerdet ist.

Weiterhin wird eine Halterung für den β -Detektor gebaut, so dass dieser von oben senkrecht auf die Ebene der γ -Detektoren zeigt. Die vorhandene provisorische Halterung aus Holz wird durch eine stabilere Konstruktion aus Aluminium ersetzt. Sie besteht aus einer 25 mm dicken kreisförmigen Aluminiumplatte mit einem Durchmesser von 365 mm. In der Mitte ist ein Loch mit 94,4 mm Durchmesser eingefräst, sodass der β -Detektor genau durchgeschoben werden kann. Um den Detektor fixieren zu können, werden drei L-Halterungen an dem Detektor angebracht, welche den zusätzlichen Vorteil haben, dass man den Detektor drehen und justieren kann. Die Platte hat an einer Seite einen dreieckigen Einschnitt, um besser am Detektor arbeiten zu können. An den vorgebohrten Löchern können drei 56 cm lange Metallstangen mit M8 Inbusschrauben montiert werden. Diese bilden zusammen mit drei 25 mm dicken Metallscheiben die Füße des Detektorsystems.

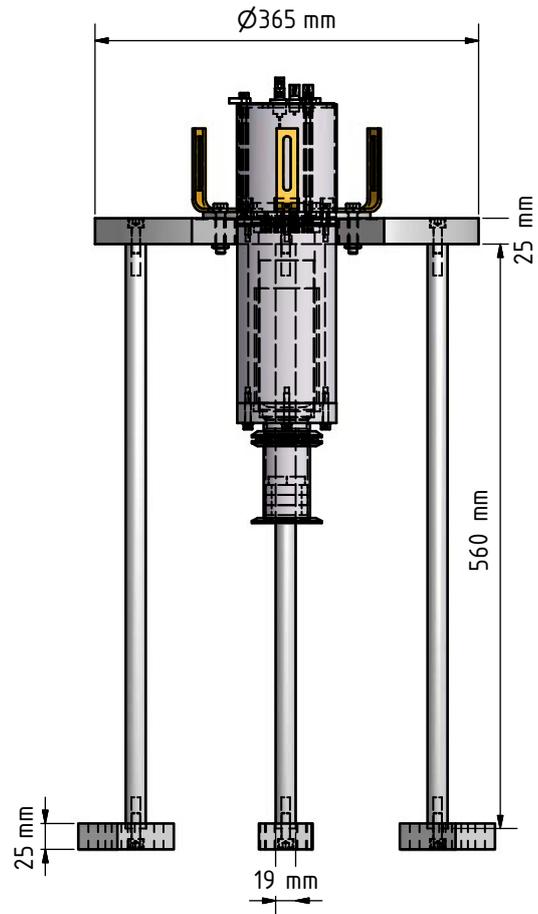


Abbildung 3.3: Konstruktionszeichnung des β -Detektors und der Halterung.

Ein weiterer wichtiger Punkt ist, dass die Konstruktion des Detektors und der Halterung eine Installation in verschiedene PAC-Anlagen ermöglichen soll. Insbesondere im Hinblick auf PAC-Messungen an ISOLDE¹ am CERN² sollte das Detektorsystem transportfähig sein. Dementsprechend sollten die Dimensionen sowie das Gewicht des Detektors und der Halterung nicht zu groß sein.

Mit dem Programm Inventor Professional 2010 von Autodesk [INV 10] wird ein vollständiges 3D-Modell des β -Detektors sowie der Halterung entworfen (siehe Abbildung 3.4). Dies soll zukünftige Änderungen am β -Detektorsystem erleichtern, da die Einzelteile des Detektors im Programm betrachtet und modifiziert werden können. Desweiteren sind im Programm alle Maße des Detektors gespeichert und können jederzeit eingesehen werden.

¹ ISOLDE = Isotope Separator On Line

² CERN = Conseil Européen pour la Recherche Nucléaire

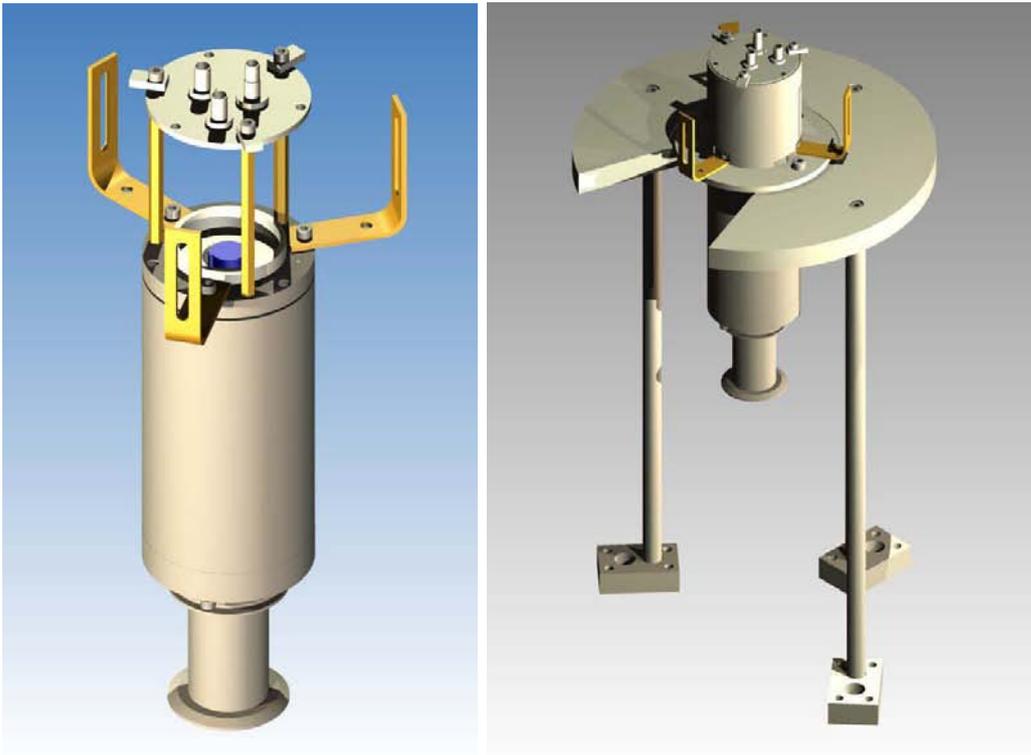


Abbildung 3.4: Mit Autodesk Inventor entworfene 3D-Modelle des β -Detektors (links) und des kompletten Detektorsystems (rechts) bestehend aus Detektor und Halterung.

3.2 Die β - γ -Winkelkorrelationsanlage

Der β -Detektor muss in die vorhandene Bonner 3-Detektoranlage integriert werden. Die Anlage besteht aus drei Bariumoxid-Detektoren, die über eine Fast-Slow-Elektronik miteinander verbunden sind und zur Detektion von γ -Quanten dienen. Insgesamt können so mit der Anlage bis zu acht Koinzidenzspektren aufgenommen werden, wobei jeder Detektor als Start- oder als Stoppdetektor genutzt werden kann.

Für β - γ -Winkelkorrelationsmessungen wird die Anlage nicht in vollem Umfang genutzt. Die Reduktion der Anlage ist in [BAR 92] genau beschrieben. Aus der Theorie ist ersichtlich, dass nur zwei Lebensdauerspektren benötigt werden. Daher werden zwei Spektren zwischen dem β -Detektor und jeweils einem γ -Detektor in aus Abbildung 2.11 bekannter Anordnung aufgenommen. Die Elektronik reduziert sich dadurch auf das in Abbildung 3.5 gezeigte Schema.

Bei der benutzten 3-Detektoranlage gibt es für jeden Detektor einen Fast- sowie einen Slow-Kreis. Im Slow-Kreis werden die Energien der detektierten Strahlung

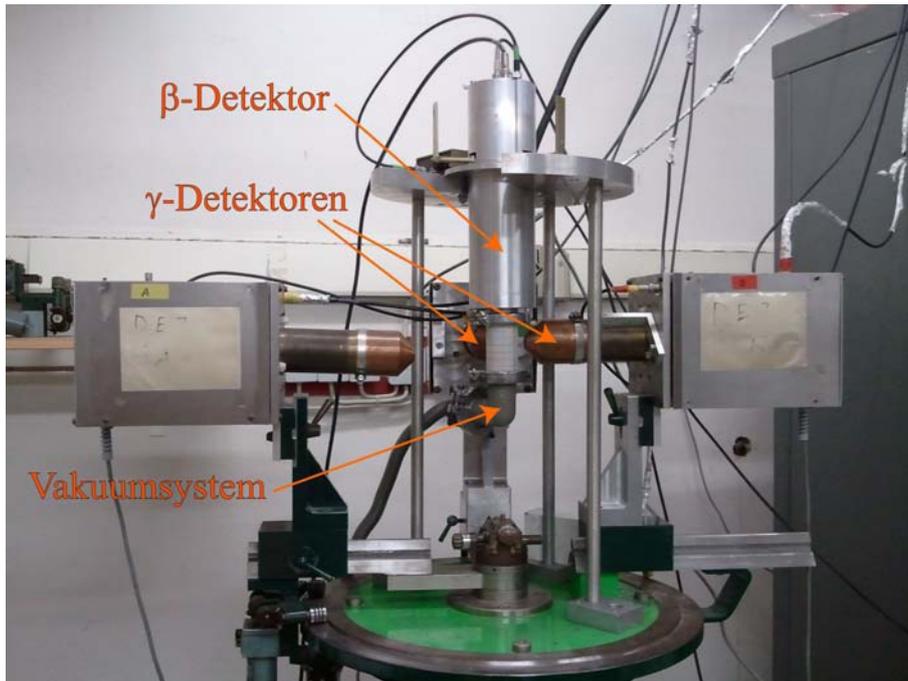


Abbildung 3.6: 3-Detektor-Winkelkorrelationsanlage im Helmholtz-Institut für Strahlen- und Kernphysik der Universität Bonn. Der β -Detektor wird als Startdetektor betrieben.

und ein Ausgangssignal erzeugt, welches proportional zum zeitlichen Abstand der beiden logischen Eingangspulse ist.

Es muss sichergestellt werden, dass die beiden Signale von ein und demselben Kern stammen. Dies wird auch über den TAC gesteuert. Nur wenn die Zeitsignale von den β -Teilchen und den γ -Quanten mit der richtigen Energie stammen und koinzident detektiert werden, wird das Gate vom Analog-Digital-Konverter (ADC) geöffnet und die Zeitdifferenz zwischen Start und Stopp wird im PC in einem Vielkanalanalysator als digitales Signal der Amplitude nach sortiert und gespeichert. Mit diesem Aufbau ist es also möglich bestimmte Kaskaden mit zwei Übergängen auszuwählen und die Lebensdauer des Zwischenzustandes zu bestimmen. Man erhält Spektren wie in Abbildung 2.2 gezeigt.

Neben den Messungen in Bonn werden auch Messungen an der PAC-Anlage am CERN gemacht. Dazu muss der Detektor in die dort vorhandene Vierdetektoranlage integriert werden. Der Einbau erfolgt analog zur Integration in die 3-Detektoranlage. Benötigt werden nur zwei γ -Detektoren und nur ein Teil der Koinzidenzelektronik. In Abbildung 3.7 ist der Aufbau der Anlage mit dem β -Detektor an der Forschungseinrichtung am CERN gezeigt.

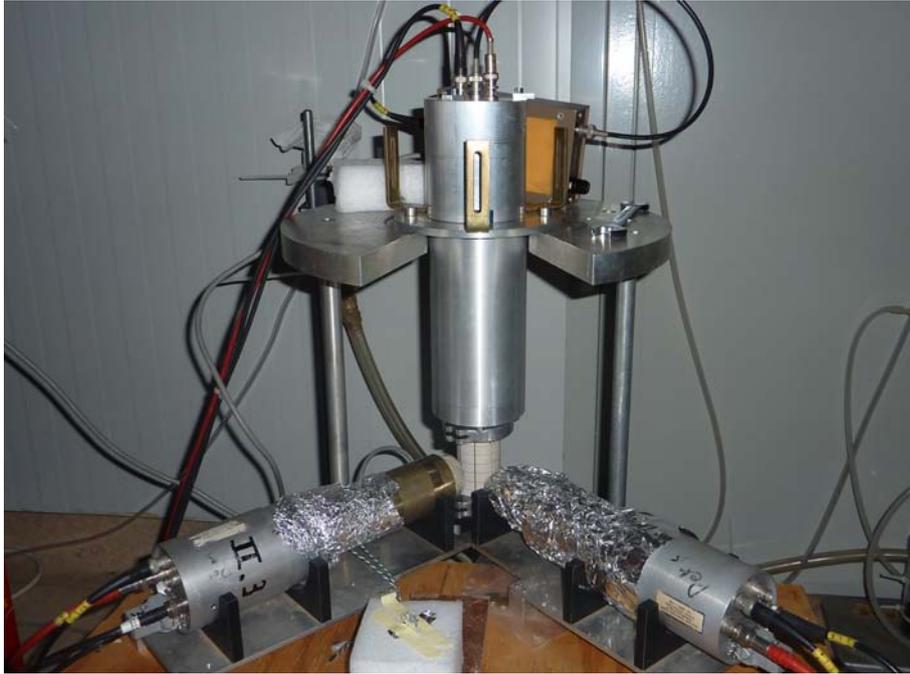


Abbildung 3.7: Aufbau des β -Detektorsystems am CERN.

3.3 Die verwendeten Sonden

In diesem Abschnitt werden die für die β - γ -Winkelkorrelationsmessungen verwendeten Sonden vorgestellt, wobei insbesondere auf die interessanten β - γ -Übergänge eingegangen werden soll.

3.3.1 Die Sonde ^{111}Ag

Das radioaktive Präparat ^{111}Ag hat eine Halbwertszeit von 7,45 Tagen und zerfällt über einen β -Zerfall zu ^{111}Cd . Wie aus Abbildung 3.8 zu entnehmen ist, zerfällt das ^{111}Ag zu 92 % in den Grundzustand von Cadmium. Nur 1 % der Silberkerne gehen über einen einfach verbotenen β -Zerfall ($I = 2, P = -1$) in den für die Koinzidenzmessung wichtigen angeregten Zustand von ^{111}Cd mit einer Energie von 245 keV über. Dieser regt sich dann unter Abgabe eines γ -Quants mit der Multipolstrahlung $l = 2$ in den Grundzustand ab, wobei die Halbwertszeit des Zwischenzustandes $t_{1/2} = 85,0$ s beträgt. Dieser Zustand wird auch bei der γ - γ -Winkelkorrelation als Zwischenzustand der ^{111}In Sonde benutzt und ist daher gut bekannt. Die Spinsequenz kann dabei wie folgt geschrieben werden:

$$\frac{1}{2}^{-} \quad \xrightarrow{-} \quad \frac{5}{2}^{+} \quad \longrightarrow \quad \frac{1}{2}^{+} \quad (3.1)$$

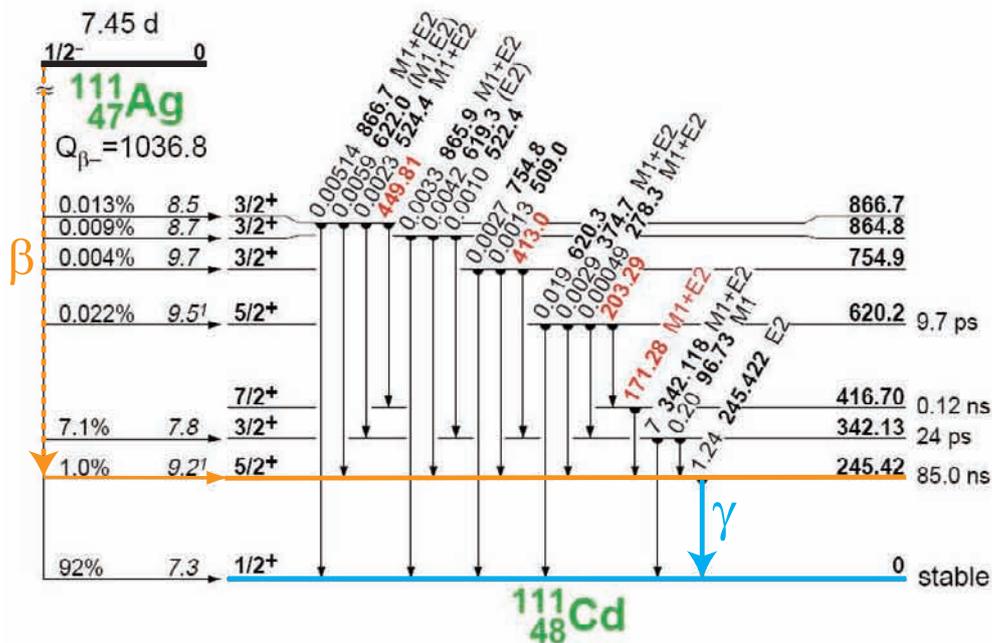


Abbildung 3.8: Zerfallsschema von ^{111}Ag [TOI 96]. Die betrachtete β - γ -Kaskade ist gesondert markiert.

Das Quadrupolmoment des Zwischenzustandes beträgt $Q = +0,77$ barn und ist somit groß genug, um die Frequenz der Quadrupolwechselwirkung beobachten zu können.

3.3.2 Die Sonde ^{115}Cd

^{115}Cd hat mit 53,46 Stunden im Gegensatz zu ^{111}Ag eine kürzere Halbwertszeit. Auch hier wird die Zerfallskaskade durch einen β -Zerfall gestartet. Jedoch handelt es sich hierbei um einen erlaubten β -Zerfall ($I = 1, P = 0$). Die Spinsequenz lautet (siehe Abbildung 3.9):

$$\frac{1}{2}^+ \longrightarrow \frac{3}{2}^+ \longrightarrow \frac{1}{2}^- \tag{3.2}$$

Dabei zerfällt das ^{115}Cd mit einer Wahrscheinlichkeit von 3,3 % in den in der Messung betrachteten Zwischenzustand von ^{115}In . Dieser Zustand hat eine Energie von 828,58 keV und eine Halbwertszeit von 5,78 ns. Das Quadrupolmoment des Zwischenzustandes beträgt $Q = -0,60$ barn. Unter Abgabe eines γ -Quants der Multipolordnung $l = 1$ geht der Kern dann in den tieferen metastabilen Zustand mit der Energie von 336,24 keV und einer Halbwertszeit von 4,5 Stunden über,

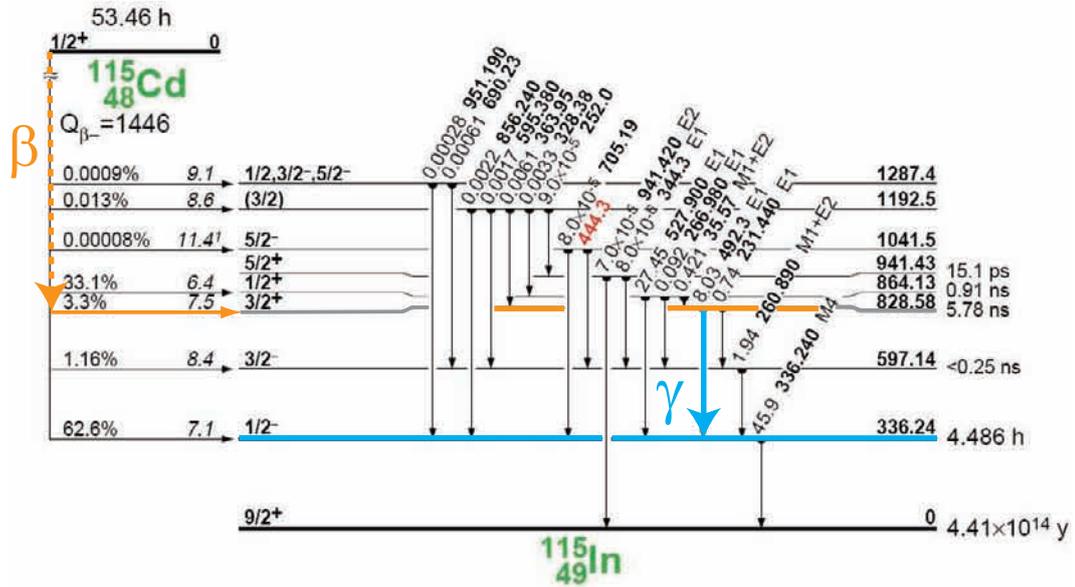


Abbildung 3.9: Zerfallsschema von ^{115}Cd [TOI 96]. Die betrachtete β - γ -Kaskade ist gesondert markiert.

bis es dann letztendlich in den stabilen Grundzustand zerfällt. Tabelle 3.2 fasst noch einmal die Eigenschaften der beiden Sondenkerne zusammen.

Sondereigenschaften		^{111}Ag	^{115}Cd
Mutterisotop	Halbwertszeit $T_{1/2}$	7,45 d	53,38 h
	Spin I_i	$\frac{1}{2}^-$	$\frac{1}{2}^+$
Zwischenzustand	Halbwertszeit $t_{1/2}$	85,0 ns	5,78 ns
	Spin I_m	$\frac{5}{2}^+$	$\frac{3}{2}^+$
	Quadrupolmoment Q	0,77 barn	-0,60 barn
β -Zerfall	Endenergie E	800 keV	620 keV
	Verzweigungsverhältnis	1 %	3,3 %
γ -Abstrahlung	γ -Energie E	245 keV	492 keV
	Verzweigungsverhältnis	1,2 %	8 %

Tabelle 3.2: Vergleich der beiden β - γ -PAC Sonden ^{111}Ag und ^{115}Cd [TOI 96].

3.4 Die untersuchten Proben

In diesem Abschnitt sollen die zu untersuchenden Proben kurz beschrieben werden, wobei der Fokus auf die Kristallstruktur und einige allgemeine Eigenschaften gelegt wird.

Untersucht werden in dieser Arbeit Zinkoxid (ZnO), Galliumnitrid (GaN) und Aluminiumnitrid (AlN). GaN und AlN sind Gruppe-III-Nitridhalbleiter und sind vor allem wegen ihrer direkten Bandlücke für eine Vielfalt von Anwendungen interessant. Aus der Mischung dieser Halbleiter, zusammen mit Indiumnitrid (InN), lassen sich ternäre Verbindungen erzeugen. Damit kann man LEDs und Laser mit Wellenlängen im gesamten sichtbaren Farbspektrum bis hin zu UV herstellen. Zinkoxid ist ein II-VI Halbleiter und intrinsisch n-leitend. Es gilt als hervorragender Kandidat für zukünftige Elektronikanwendungen. Jedoch wurden die hohen Erwartungen bis heute nicht erfüllt. Ferromagnetismus wurde bei Raumtemperatur bisher nicht entdeckt und eine p-Dotierung von ZnO für elektronische Bauteile ist bisher noch schwierig. Nichtsdestotrotz bleibt es weiterhin ein interessantes Untersuchungsobjekt.

Die drei Halbleiter besitzen gegenüber den klassischen Halbleitern wie Si oder Ge eine große Bandlücke und kristallisieren in verschiedene Formen. Dabei unterscheidet man zwischen der kubischen Zinkblende-, der Steinsalz- und der hexagonal dicht gepackten Wurtzitstruktur. Nur letztere Struktur ist unter Normalbedingungen thermodynamisch stabil und setzt sich aus zwei hexagonalen Untergittern zusammen, die gegeneinander verschoben sind. Jedes Untergitter enthält auf den Gitterplätzen jeweils ein Element. Diese hexagonale Kristallstruktur verursacht einen axialsymmetrischen elektrischen Feldgradienten entlang der c-Achse, der mit Hilfe von PAC-Messungen bestimmt werden kann.

Für die hexagonale Struktur können Gitterparameter definiert werden. Bei der Wurtzitstruktur wird der Kristall durch die Gitterparameter a , b und c beschrieben, welche in Abbildung 3.10 illustriert sind. Die Bandlücken der Halbleiter variieren zwischen 3-6 eV. Der momentane Stand der Forschung bezüglich Zinkoxid ist in [OEZ 05] zusammengefasst. Ausführlichere Informationen zu Galliumnitrid und Aluminiumnitrid kann man zum Beispiel in [IOF 10] erhalten. In Tabelle 3.3 sind die wichtigsten Eigenschaften der drei Halbleiter gegenübergestellt.

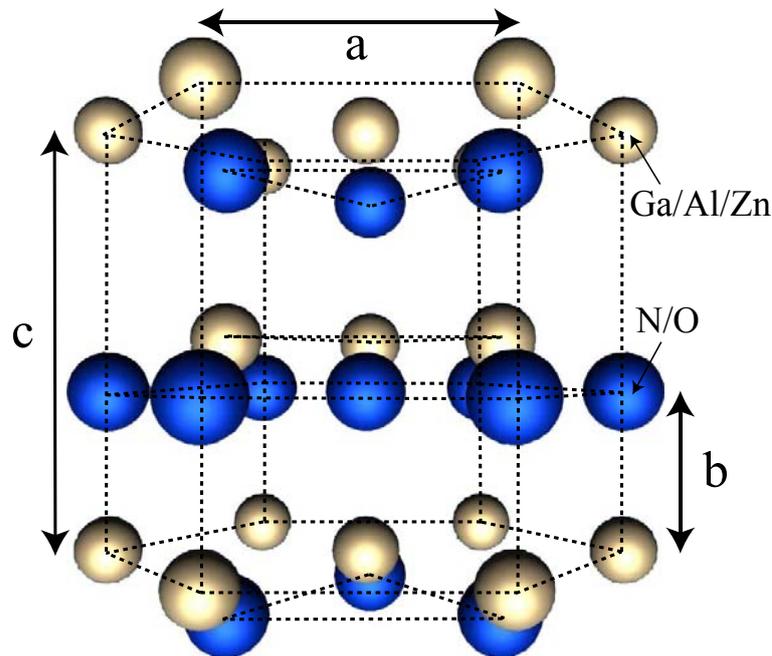


Abbildung 3.10: Kristallstruktur eines idealen Wurtzitgitters mit den Parametern $\frac{c}{a} = \sqrt{\frac{8}{3}} = 1,633$ und $u = \frac{b}{c} = \frac{3}{8}$. Die Gitter von ZnO, GaN und AlN weichen leicht von dieser Idealstruktur ab.

Halbleiter	ZnO	GaN	AlN
Kristallstruktur	Wurtzit	Wurtzit	Wurtzit
Bandlücke E_{Gap} [eV]	3,37	3,39	6,2
Gitterkonstante a [nm]	0,325	0,319	0,311
Gitterkonstante c [nm]	0,521	0,518	0,498
Verhältnis $\frac{c}{a}$	1,60	1,60	1,63
Parameter $u = \frac{b}{c}$	0,380	0,377	0,382
Dichte ρ [$\frac{g}{cm^3}$]	5,61	6,15	3,23
Schmelztemperatur T_m [K]	2248	2773	3273
Thermischer Expansionskoeffizient α_a [K^{-1}]	$2,9 \cdot 10^{-6}$	$5,6 \cdot 10^{-6}$	$4,2 \cdot 10^{-6}$
Thermischer Expansionskoeffizient α_c [K^{-1}]	$4,7 \cdot 10^{-6}$	$3,2 \cdot 10^{-6}$	$5,3 \cdot 10^{-6}$

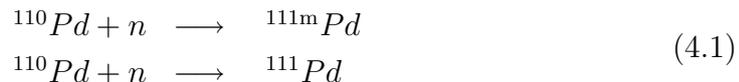
Tabelle 3.3: Eigenschaften von ZnO, GaN und AlN bei Raumtemperatur [OEZ 05, MOR 99, IOF 10]

4. Messvorbereitung

Das folgende Kapitel beschäftigt sich mit der Erzeugung der Sonden für die β - γ -PAC und die Implantation dieser in die zu untersuchenden Halbleiter.

4.1 Sondenerzeugung

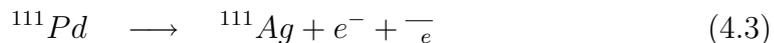
Die Sonde ^{111}Ag wird erzeugt, indem angereichertes stabiles Palladium mit der Atommasse 110 in einem Reaktor mit thermischen Neutronen bestrahlt wird. Zuerst werden über die Reaktionen



metastabiles Palladium $^{111\text{m}}\text{Pd}$ mit der Atommasse 111 und ^{111}Pd erzeugt. Das metastabile Palladium zerfällt mit einer Halbwertszeit von 5,5 Stunden durch γ -Abstrahlung zu ^{111}Pd :



Das ^{111}Pd zerfällt dann mit einer Halbwertszeit von 22 min über einen β -Zerfall



zu dem gewünschten Endprodukt.

Für diese Arbeit wird das ^{111}Ag im GKSS¹-Forschungszentrum in Geesthacht mit thermischen Neutronen aktiviert. Dafür wird 12 mg angereichertes ^{110}Pd in einer Quarzampulle bei einem Neutronenfluss von $n_{Fluss} = 6 \cdot 10^{13} \frac{\text{n}}{\text{cm}^2 \text{s}}$ 6 Tage lang bestrahlt. Die berechnete Aktivität des entstandenen Isotops ^{111}Ag beträgt 1154 MBq. Dadurch, dass sich das Palladium während der Bestrahlung in einer Quarzampulle mit der Masse $m = 29$ mg befindet, wird zusätzlich noch ^{31}Si mit

¹ GKSS = Gesellschaft für Kernenergieverwertung in Schi bau und Schi fahrt GmbH

einer Aktivität von 37 GBq erzeugt. Die Halbwertszeit dieses Isotops ist mit 2,6 h jedoch viel kleiner im Vergleich zu der von ^{111}Ag (7,45 d). Deshalb lässt man die Quarzampulle ein bis zwei Tage abklingen.

Das ^{115}Cd wird an ISOLDE [ISO 10] am CERN erzeugt und vor Ort in die Proben implantiert. Dabei wird ein externer Protonenstrahl vom PS²-Booster auf ein Zinntarget gelenkt. Bei dem PS-Booster handelt es sich um einen ringförmigen Vorbeschleuniger am CERN, der die Protonen nach der Injektion durch einen Linearbeschleuniger auf eine Energie von 1 GeV beschleunigt. Die 1 GeV-Protonen können danach schrittweise weiterbeschleunigt oder bei Bedarf auch an verschiedene Experimente, wie zum Beispiel ISOLDE, zugeführt werden. Durch die auftretenden hochenergetischen Protonen wird das Zinntarget sehr stark erhitzt und es können durch Spallation oder Fragmentation verschiedene Kernreaktionen stattfinden, wodurch unter anderem auch das gewünschte Produkt ^{115}Cd produziert wird.

Nach anschließender Ionisation werden die Reaktionsprodukte schließlich über elektrische Felder beschleunigt, in einem Massenspektrometer nach der gewünschten Massenzahl separiert und schließlich in die Proben implantiert.

4.2 Probenpräparation

Zuerst muss die Orientierung der Einkristallproben bestimmt werden. Dazu wird die Methode der Röntgenbeugung benutzt. Mit Hilfe von Laue-Aufnahmen kann die Richtung der c-Achse innerhalb der Proben ermittelt werden, indem die gebeugten Röntgenquanten auf einem Film aufgenommen und mit einem Computer ausgelesen werden. Bei dünnen Proben mit Substrat stellt sich jedoch heraus, dass die darunter liegende Saphirschicht auch zur Beugung der Röntgenquanten beiträgt und dadurch die Analyse der Laue-Aufnahme erschwert. Dies lässt sich dadurch erklären, dass ein großer Teil der Röntgenquanten ohne Wechselwirkung durch die dünne Probenschicht in das Substrat gelangt und erst dort gebeugt wird. Dies ist vor allem bei der Aluminiumnitridprobe mit einer Probendicke von 0,5 μm der Fall.

Die erzeugte Sonde ^{111}Ag wird am Bonner Isotopenseparator per Ionenimplantation in verschiedene Halbleiter eingebracht. Die Implantationsenergie beträgt 80 keV, wobei die Implantationstiefe vom Halbleitermaterial abhängt. Die implantierte Fläche beträgt 5 \times 5 mm². Mit einem Implantationsstrom von 40 nA und einer Implantationsdauer von ca. 60 min beträgt die Implantationsdosis ungefähr $3 \cdot 10^{13}$ Ionen. Mit der daraus resultierenden Aktivität sollen die Untersuchungen durchgeführt werden. Pro Implantationszyklus werden drei Proben implantiert.

² PS = Proton Synchrotron

Halbleiter	ZnO	GaN	AlN
Hersteller	CrysTec	TDI	Lumilog
Filmdicke	0,5 mm	2 μm	0,5 μm
Orientierung	c/a-plane	a-plane	c-plane
Substrat	bulk	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃

Tabelle 4.1: Details der gemessenen Halbleiterproben.

Der Winkel der Implantation wird bei sehr dünnen Proben von 0° auf 7° verändert, damit es nicht zur Gitterführung kommt und der radioaktive Strahl ins Substrat implantiert wird. In Tabelle 4.1 sind einige Details zu den Proben aufgeführt. Abbildung 4.1 zeigt ein mit dem Programm SRIM³ [SRI 08] simuliertes Implantationsprofil von ¹¹¹Ag in ZnO. Das Profil kann durch eine Gaußkurve angenähert werden. Die mittlere Ionenreichweite beträgt 24,5 nm.

³ SRIM = Stopping and Range of Ions in Matter

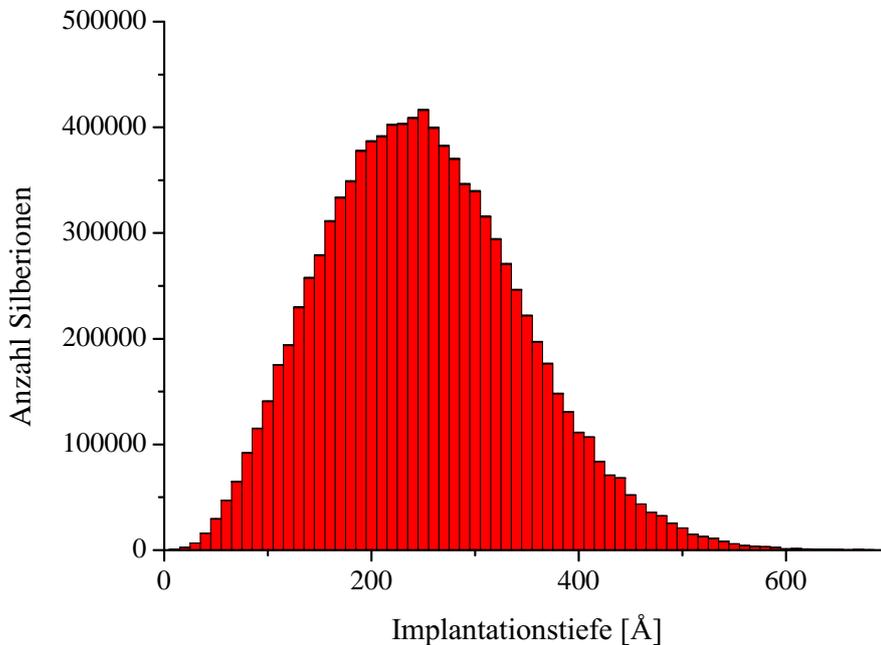


Abbildung 4.1: Mit dem Programm SRIM simuliertes Implantationsprofil von ¹¹¹Ag in ZnO mit einer Energie von 80 keV.

Durch die Implantation wird die Probe geschädigt und muss wieder ausgeheilt werden. Dies wird mittels einer Kurzzeit-Temper-Anlage, kurz RTA⁴, erreicht (siehe [MAR 90]). Dabei wird die Probe für kurze Zeit auf sehr hohe Temperaturen erhitzt, sodass sich der geschädigte Kristall durch diese Energiezufuhr reorganisieren kann. Dem Gitter wird so viel Energie zugeführt, dass sich auch die radioaktiven Sondenkerne auf substitutionelle Gitterplätze setzen können, somit Teil des Gitters werden und eine Beobachtung des Feldgradienten ermöglichen. Die Temperatur darf die Schmelztemperatur der Halbleiterprobe nicht überschreiten, da sonst die Kristallstruktur komplett zerstört wird. Die zu untersuchenden Halbleiter werden in einer Kammer unter Stickstoff für 2 Minuten erhitzt. Vorher wird die Kammer evakuiert und mit Stickstoff gespült, um die Zahl der Fremdatome, die sich am Halbleiter festsetzen könnten, zu minimieren. Die Ausheilparameter der einzelnen Halbleiter sind in Tabelle 4.2 zusammengefasst.

Halbleiter	ZnO	GaN	AlN
Implantationsenergie	80 keV	80 keV	80 keV
Implantationsdosis	$3 \cdot 10^{13}$ Ionen	$3 \cdot 10^{13}$ Ionen	$3 \cdot 10^{13}$ Ionen
Implantierte Fläche	5 × 5 mm ²	5 × 5 mm ²	5 × 5 mm ²
Einfallswinkel	0°	0°	7°
Temperatur	1100 K	1300 K	1273 K
Ausheilzeit	2 min	2 min	2 min
Atmosphäre	N ₂	N ₂	N ₂

Tabelle 4.2: Implantations- und Ausheilparameter von ¹¹¹Ag in ZnO, GaN und AlN.

Am CERN werden zwei Proben, nämlich ZnO und GaN, mit ¹¹⁵Cd implantiert. Die Implantation dauert ungefähr 3 Stunden bei einem Strom von 9-10 pA und einer Implantationsenergie von 60 keV. Dies liefert eine Dosis von $2,4 \cdot 10^{12}$ Ionen und eine entsprechende Aktivität von 2,16 MBq. Nach der Implantation werden die Proben für 10 Minuten bei einer Temperatur von 1223 K ausgeheilt. Dafür steht ein Ofen zur Verfügung, in welchen die Proben mittels eines Glasrohres eingebracht werden können. Da es sich hierbei um einen trägen Ofen handelt, werden die Proben schnell reingeschoben und nach 10 Minuten wieder rausgezogen. Dadurch wird erreicht, dass die Probe sich schnell erhitzen und abkühlen kann. Tabelle 4.3 fasst die Daten der Probenbehandlung am CERN zusammen.

⁴ RTA = Rapid Thermal Annealing

Halbleiter	ZnO	GaN
Implantationsenergie	60 keV	60 keV
Implantationsdosis	$2,4 \cdot 10^{12}$ Ionen	$2,4 \cdot 10^{12}$ Ionen
Implantierte Fläche	5 5 mm ²	5 5 mm ²
Temperatur	1223 K	1223 K
Ausheilzeit	10 min	10 min
Atmosphäre	Luft	N ₂

Tabelle 4.3: Implantations- und Ausheilparameter von ¹¹⁵Cd in ZnO und GaN.

5. Messungen

Im folgenden Kapitel sollen die Messergebnisse dieser Arbeit vorgestellt werden. Zur Optimierung und Kalibrierung des β -Detektors wurden zunächst einige Spektren einer Eichquelle aufgenommen. Die Energiekalibrierung fand anhand der Konversionslinien von ^{207}Bi im β -Spektrum statt. Danach wurden die β - γ -Winkelkorrelationsspektren mit den Sonden ^{115}Cd und ^{111}Ag aufgenommen. Im Anschluss an die Messungen wurde eine starke Zählratenabhängigkeit des β -Energiespektrums beobachtet. Daraufhin wurden ein neuer Plastiksintillator der Firma Nuclear Enterprises mit der Bezeichnung NE 111 und ein neuer, baugleicher Philips XP2020 Photomultiplier in den β -Detektor eingebaut. Erneute Messungen mit den neuen Komponenten sind nicht möglich, da derzeit keine Sonden produziert werden können.

5.1 Optimierung und Kalibrierung des β -Detektors

Zuerst müssen einige Einstellungen am β -Detektor vorgenommen werden. Dafür werden die Signale der beiden Ausgänge für die Energie- und Zeitmessung am Oszilloskop beobachtet. Die Betriebsspannung des Detektors wird auf 1800 V eingestellt. Die Einstellung der Fokussierelektroden des Photomultipliers erfolgt, indem die Potentiometer an der Basisschaltung anhand der Signalform und Signalgröße der Ausgänge optimiert werden.

Für die Kalibrierung des β -Detektors können die Konversionselektronen des Isotops ^{207}Bi benutzt werden. ^{207}Bi eignet sich besonders gut, da es mehrere Konversionslinien im Energiebereich zwischen 400-1000 keV hat. In diesem Bereich werden später auch die Energiefenster für die β -Teilchen eingestellt. Das Zerfallsschema ist in Abbildung 5.1 gezeigt. Eine ausführliche Beschreibung des Zerfalls von ^{207}Bi findet sich in [ALB 55].

Als erstes wird die Kalibrierung mit den alten Detektorkomponenten durchgeführt. In Abbildung 5.2 ist das Konversionsspektrum und das γ -Untergrundspektrum gezeigt. Bedingt durch die Energieauflösung des β -Detektors sind im Konversionsspektrum zwei verbreiterte Peaks zu erkennen, wobei der zweite Peak nur sehr

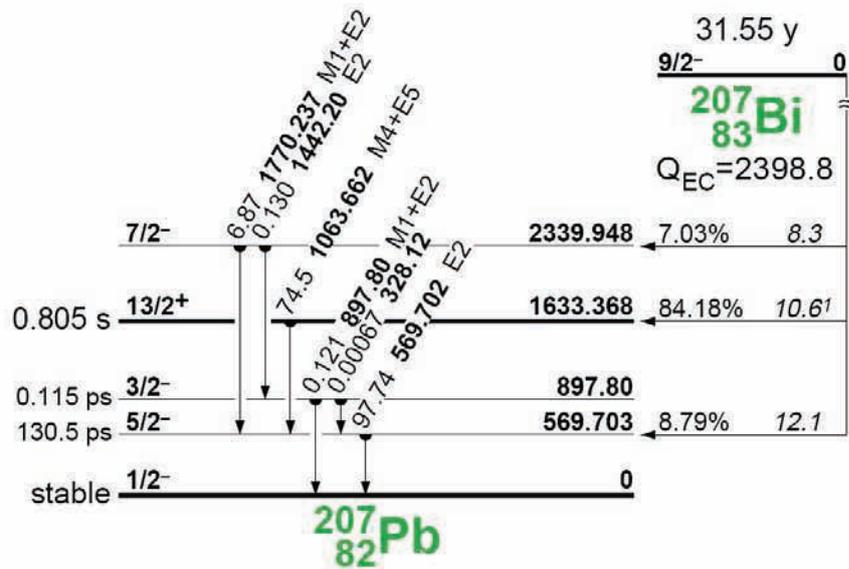


Abbildung 5.1: Zerfallsschema von ^{207}Bi [TOI 96].

schwach erkennbar ist. Aus diesen Peaks lässt sich dennoch eine ausreichende Energiekalibrierung für die Einstellung der β -Energiefenster bei den PAC-Messungen durchführen. Nach den Winkelkorrelationsmessungen wird jedoch eine starke Zählratenabhängigkeit des β -Energiespektrums festgestellt. Mit abnehmender Zählrate ist das β -Spektrum merklich zu höheren Energien hin verschoben. Dieses Verhalten des Energiespektrums bei verschiedenen Zählraten und der schwache zweite Peak, der eigentlich stärker zu sehen sein sollte, führen schließlich zum Austausch der Detektorkomponenten. Da das Problem erst spät entdeckt worden ist, sind keine Winkelkorrelationsmessungen mehr mit den neuen Komponenten möglich. Jedoch wird eine Energieeichung mit den neuen Komponenten durchgeführt, welches nun ausführlicher diskutiert werden soll.

Abbildung 5.3 zeigt das mit den neuen Komponenten aufgenommene Konversionsspektrum von ^{207}Bi . Auch hier sind zwei Peaks zu erkennen, jedoch ist der niederenergetische Peak stärker ausgeprägt. Normalerweise sind in dem Bereich sechs Konversionslinien zu erwarten. In Tabelle 5.1 sind diese sechs Konversionslinien und die zwei Augerlinien der Bismutquelle mit ihren relativen Intensitäten zusammengefasst. Zudem ist in Abbildung 5.3 das Untergrundspektrum, welches durch γ -Quanten verursacht wird, zu sehen. Das γ -Untergrundspektrum wird mithilfe einer 3,4 mm dicken Aluminiumplatte zwischen Probe und Detektor aufgenommen. Bei dem Durchgang durch die Aluminiumplatte werden alle Konversionselektronen absorbiert. Die γ -Quanten erfahren auch eine Abschwächung, welche im Energiebereich von 100-1000 keV je nach Energie ca. 5-15 % beträgt. Im γ -Spektrum sind nur der Comptonuntergrund und die Comptonkanten sichtbar.

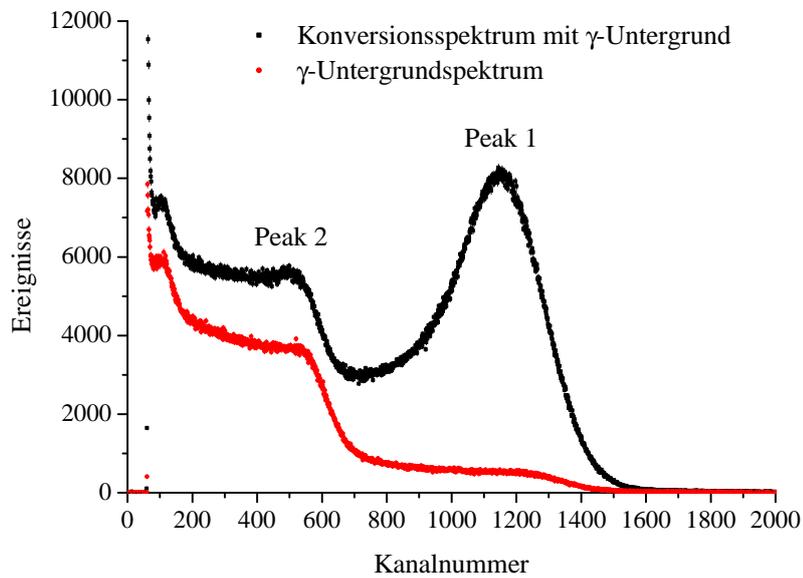


Abbildung 5.2: Spektrum von ^{207}Bi mit den alten Detektorkomponenten. Der zweite Peak ist sehr schwach und verschwindet in γ -Untergrund.

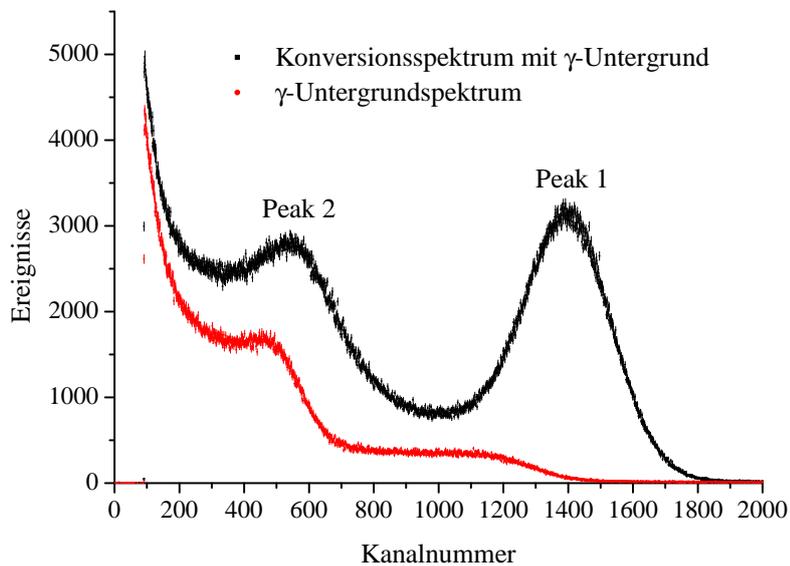


Abbildung 5.3: Spektrum von ^{207}Bi mit den neuen Detektorkomponenten. Auch in diesem Spektrum sind zwei Peaks erkennbar, der niederenergetische ist jedoch im Vergleich zu Abbildung 5.2 stärker ausgeprägt.

Elektron	Energie [keV]	Intensität [%]
Auger L	7,97	54,4
Auger K	56,70	2,9
CE K	481,69	1,515
CE L	553,84	0,438
CE M	565,84	0,147
CE K	975,65	7,03
CE L	1047,80	1,84
CE M	1059,80	0,54

Tabelle 5.1: Die wichtigsten Konversions- und Augerlinien von ^{207}Bi nach [NND 10].

Das Fehlen der Photopeaks lässt sich durch die kleine Kernladungszahl Z der Atome im Plastiksintillator und dem daraus folgenden geringen Wirkungsquerschnitt für den Photoeffekt bei γ -Energien um 1 MeV erklären. Da es sich um einen dünnen Kristall handelt, kommt es auch nicht zur Mehrfachstreuung der γ -Quanten. Um das reine Konversionsspektrum zu erhalten, wird der Untergrund, welcher durch die γ -Quanten entsteht, vom Gesamtspektrum abgezogen.

Weiterhin muss noch berücksichtigt werden, dass der Plastiksintillator mit einigen Lagen Teon, Aluminium und Klebeband umwickelt ist, um die Lichtdichtigkeit des Detektors zu gewährleisten. Das führt dazu, dass die Elektronen beim Durchgang durch diese Lagen Energie verlieren. Die energieabhängige Energieabgabe kann mittels des Bremsvermögens der einzelnen Komponenten berechnet und von der ursprünglichen Elektronenenergie abgezogen werden. Dies wird für die vier wichtigsten Linien durchgeführt. Die Konversionslinien mit den Energien 565,8 keV und 1059,8 keV sind im Vergleich zu den benachbarten Linien schwach und werden in der weiteren Betrachtung nicht berücksichtigt. Die niederenergetischen Augerelektronen werden komplett absorbiert, wodurch sie für die Energiekalibrierung nicht brauchbar sind. Die korrigierten Energien können Tabelle 5.2 entnommen werden. Dort sind die einzelnen Beiträge von Aluminium, Teon und dem Klebeband zum Energieverlust der Elektronen aufgeführt. Für das Klebeband wird das Bremsvermögen von PVC¹ angenähert. Der größte Energieverlust entsteht durch die Wechselwirkung mit Teon. Die große Dichte und Dicke führen zu einer signifikanten Verschiebung der Energien, wodurch die Konversionslinien im Spektrum aus Abbildung 5.3 zu kleineren Energien hin verschoben sind.

¹ PVC = Polyvinylchlorid

Schicht	Al	Te on	PVC
Dichte ρ [$\frac{g}{cm^3}$]	2,7	2,16	1,35
Dicke d [cm]	$1 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$1,2 \cdot 10^{-2}$

Konversions- linie	Energieverlust [keV]		
	Al	Te on	PVC
482 keV	4,4	74,4	29,5
554 keV	4,3	72,2	28,6
976 keV	4,0	67,4	26,8
1048 keV	4,0	67,1	26,7

Konversions- linie	Gesamtverlust [keV]	Korrigierte Energie [keV]
482 keV	108,3	373
554 keV	105,1	448
976 keV	98,2	877
1048 keV	97,8	950

Tabelle 5.2: Energiekorrektur der vier wichtigsten Konversionslinien von ^{207}Bi : Die Faktoren für das Bremsvermögen sind aus [NIS 10] entnommen.

Desweiteren kann es an der Szintillatortoberfläche zu Elektron-Rückstreuung kommen, wodurch das reine β -Spektrum verfälscht wird. Desweiteren spielt der Untergrund durch γ -Strahlung und die energieabhängige Effizienz des β -Detektors sowohl für γ - als auch für β -Strahlung eine Rolle. Auf diese Effekte soll jedoch nicht weiter eingegangen werden.

Um eine Energiekalibrierung durchführen zu können, wird eine Funktion an die gemessenen Werte angepasst. Diese besteht aus insgesamt vier Gaußfunktionen und einer linearen Untergrundfunktion. Daraus lassen sich die zu den korrigierten Energien gehörenden Kanalnummern der Funktionsmaxima ermitteln. Das korrigierte Konversionsspektrum mit der angepassten Funktion ist zusammen mit der Energiekalibrierungsfunktion in Abbildung 5.4 zu sehen. Die Kalibrierungsfunktion verläuft wie erwartet linear und annähernd durch den Nullpunkt.

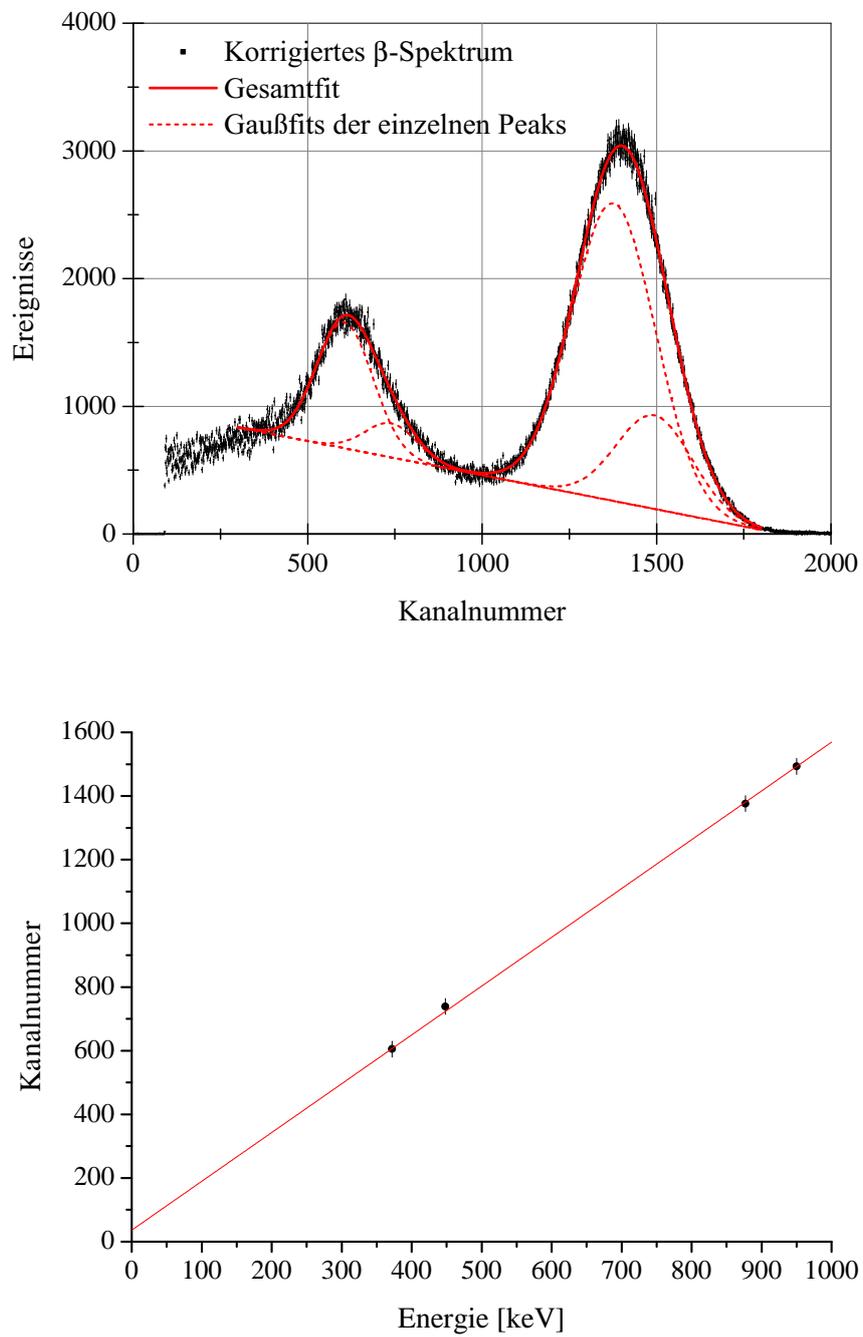


Abbildung 5.4: a) Korrigiertes Spektrum von ^{207}Bi mit angepassten Konversionslinien und b) Kalibrierung des β -Detektors.

Die vorgestellten Ergebnisse der Testmessungen mit den neuen Detektorkomponenten sind in guter Übereinstimmung mit Energiekalibrierungen aus der Fachliteratur [RIC 57]. Als weiteren Ansatz zur Energiekalibrierung eines Plastiksintillators kann die Compton-Streuung von Gammaquanten verwendet werden. In [KUD 99] wird diese Methode ausführlich behandelt. Insgesamt zeigen die Testmessungen, dass der β -Detektor gut arbeitet und dass er den Anforderung der β - γ -Messungen bezüglich Linearität und Energieauflösung genügt.

5.2 Messungen mit ^{115}Cd

Erste Messungen mit dem Detektor sollten ursprünglich an ISOLDE am CERN durchgeführt werden. Dabei wird die Sonde ^{115}Cd in den Halbleiter ZnO implantiert. Aus organisatorischen Gründen kann jedoch nur die Implantation und die Probenpräparation am CERN erfolgen. Die β - γ -Winkelkorrelationsmessungen werden in Bonn durchgeführt. Dafür müssen die Proben verschickt werden. Bei einer Halbwertszeit von 53,46 Stunden ist der resultierende Aktivitätsverlust nicht kritisch, dennoch wäre eine an die Implantation anschließende Messung vor Ort wünschenswert gewesen.

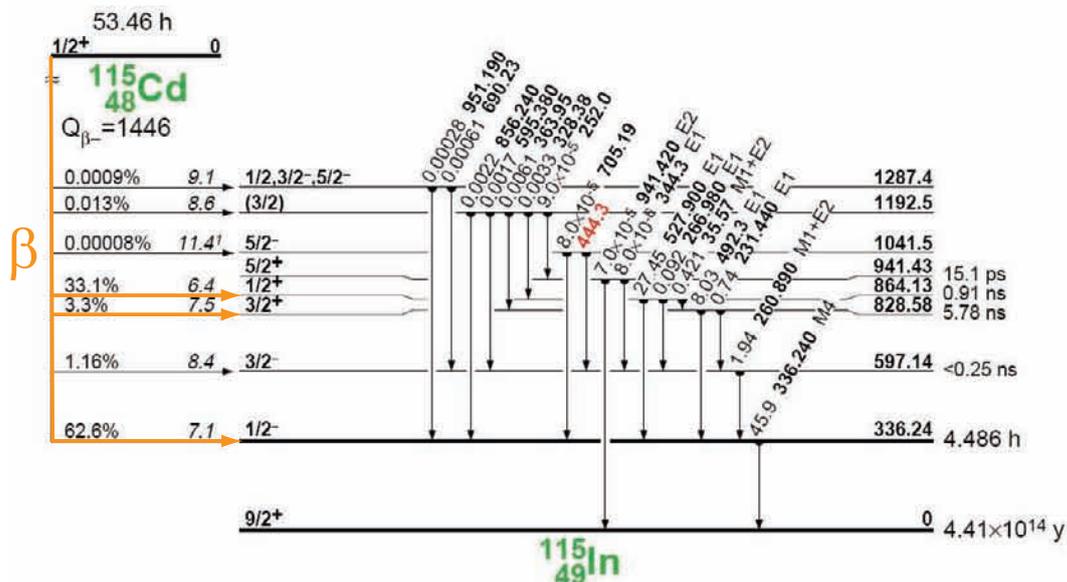


Abbildung 5.5: β -Übergänge von ^{115}Cd [TOI 96].

Die Bonner Winkelkorrelationsanlage wird auf das Element ^{115}Cd eingestellt und die β - γ -Koinzidenzspektren werden aufgenommen. Es wird die aus Abschnitt 3.3.2 behandelte β - γ -Kaskade betrachtet. Der β -Übergang auf den angeregten Zustand von 828 keV hat ein Verzweungsverhältnis von 3,3 %, die Elektronen haben eine

Endenergie von 618 keV. Darauf folgt der 492,3 keV γ -Übergang. Neben dieser Kaskade wird auch der β -Übergang auf den angeregten Zustand von 864 keV mit einem Verzweigungsverhältnis von 33,3 % und dem anschließenden γ -Übergang mit der Energie von 527,9 keV beobachtet. Dies liegt einerseits daran, dass das Energiespektrum des β -Zerfalls kontinuierlich ist und daher das β -Fenster nicht auf eine konkrete Linie eingestellt werden kann. Zum anderen können die beiden γ -Linien mit den Barium uoriddetektoren nicht getrennt werden. Jedoch hat der dadurch bevölkerte $\frac{1}{2}^+$ -Zwischenzustand im Vergleich zum interessanten $\frac{3}{2}^+$ -Zustand mit 5,78 ns eine wesentlich kürzere Halbwertszeit von 0,91 ns, wodurch diese beiden Kaskaden in den Lebensdauerspektren gut separiert werden können.

Das SCA-Fenster des β -Detektors wird so eingestellt, dass Elektronen mit Energien zwischen 250-400 keV detektiert werden. Damit erhält man eine durchschnittliche Polarisation von $\langle v \cdot c \rangle = 0,7$. Es werden auch β -Übergänge in den metastabilen $\frac{1}{2}^-$ -Zustand mit der Energie 336 keV mit einem Verzweigungsverhältnis von 62,6 % detektiert. Diese stören die Koinzidenzmessungen aber nicht. Die SCA-Fenster der γ -Detektoren werden auf die 492 keV γ -Linie eingestellt. Zudem wählt man das Fenster so, dass die Detektion der 528 keV Linie vom 864 keV Zustand minimiert wird. Die Dreifachkaskade $\beta - 36\gamma - 492\gamma$ vom 864 keV Energielevel kann nicht von der benötigten Kaskade unterschieden werden. Jedoch ist das Verzweigungsverhältnis der 36 keV γ -Linie sehr gering, so dass die Messung nicht signifikant gestört wird.

Vor der Korrelationsmessung wird ein β -Spektrum aufgenommen. Es ist in Abbildung 5.6 zu sehen. Das Spektrum weist Elektronenendenergien größer als 1,1 MeV auf, weshalb ein oder mehrere weitere Betastrahler in der Probe vermutet werden. Um dies näher zu untersuchen, wird ein Gammaskpektrum von der radioaktiven Probe mit einem Germaniumdetektor aufgenommen. Im γ -Spektrum aus Abbildung 5.7 sind die einzelnen Linien von ^{115}Cd zu sehen. Neben dem ^{115}Cd sind auch Linien von dem metastabilen ^{115m}Cd zu erkennen. Die Halbwertszeit von ^{115m}Cd beträgt 44,6 Tage und zerfällt dann in den Grundzustand von ^{115}Cd . Das metastabile Cadmium kann nicht für die Messung genutzt werden, da 97 % der angeregten Kerne durch β -Strahlung in den Grundzustand übergehen und kein β -Übergang ins $\frac{3}{2}^+$ -Niveau stattfindet.

Zuerst müssen die beiden Spektren der weiter oben beschriebenen Kaskaden voneinander getrennt werden. Dazu wird an jedes der beiden Lebensdauerspektren eine Summe aus zwei Exponentialfunktionen gefittet. Aus dem Fit lässt sich dann der Anteil der Kaskade mit dem kurzlebigen Zwischenzustand bestimmen. Dieser Anteil wird vom Originalspektrum abgezogen und man erhält das reine Lebensdauerspektrum des langlebigen Zwischenzustandes inklusive der überlagerten Wechselwirkung. Um die Asymmetriefunktion zu erhalten, werden die beiden gemessenen Koinzidenzspektren wie in Abschnitt 2.2.3 gezeigt verrechnet. Dazu

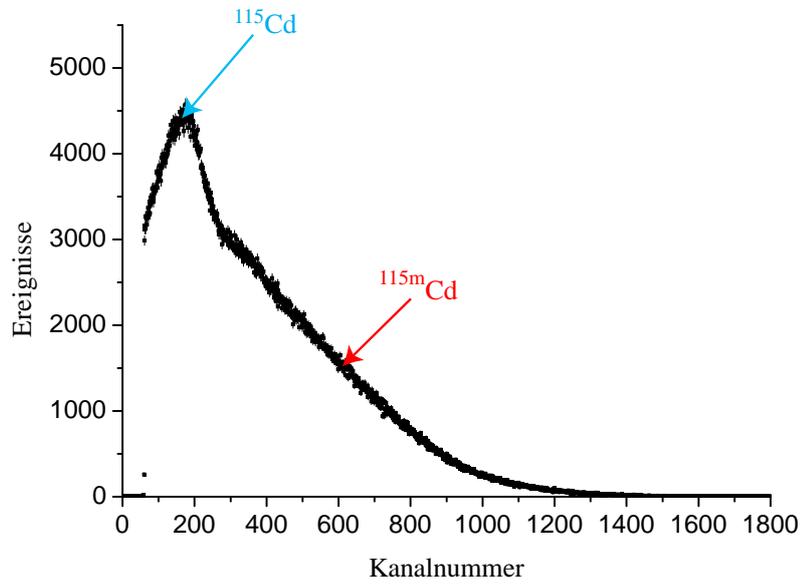


Abbildung 5.6: Gemessenes β -Spektrum von ^{115}Cd .

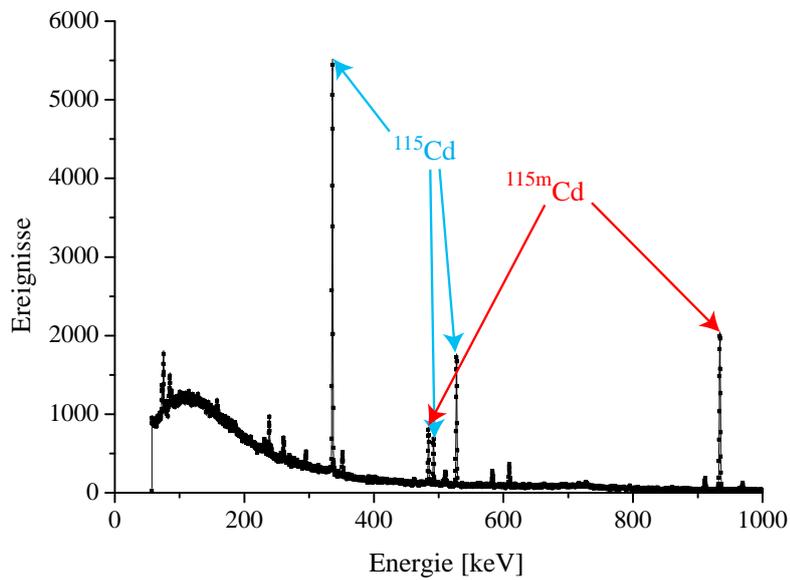


Abbildung 5.7: Gemessenes γ -Spektrum: Man erkennt neben dem ^{115}Cd auch das Element ^{115m}Cd . Das Spektrum ist nicht auf den Untergrund korrigiert, daher sind weitere Linien durch natürlichen Strahlung erkennbar.

wird das Analyseprogramm OriginPro 8G von OriginLab [ORI 09] benutzt.

Bei der Sonde ^{115}Cd ergibt sich für die Asymmetriefunktion nach [RAG 75]:

$$A(t) = - \frac{v}{2c} \sin \omega t. \quad (5.1)$$

Der Mutterkern ^{115}Cd zerfällt zu ^{115}In . Um aus der Messung das Vorzeichen des EFGs zu bestimmen, wird der Betrag der Frequenz der Quadrupolwechselwirkung zwischen dem EFG von ZnO und dem elektrischen Quadrupolmoment des $\frac{3}{2}^+$ -Zwischenzustandes von ^{115}In benutzt. Theoretisch lässt er sich aus Formel 2.11 bestimmen, wenn die Stärke des elektrischen Feldgradienten bekannt ist. Dieser kann aus vorigen Messungen entnommen werden.

Für den Betrag des elektrischen Feldgradienten wird folgender Ansatz [SCH 92] gemacht:

$$V_{zz}^{eff} = \underbrace{(1 - \gamma)}_{\text{Ionenrümpfe}} \cdot \underbrace{V_{zz}^{Gitter}} + \underbrace{(1 - R)}_{\text{Leitungselektronen}} \cdot \underbrace{V_{zz}^{el}}. \quad (5.2)$$

Dabei ist V_{zz}^{eff} der effektive Feldgradient und setzt sich aus dem elektrischen Feldgradienten verursacht durch die Ionenrümpfe des Gitters und dem durch die Leitungselektronen verursachten Feldgradienten zusammen. Da in Halbleitern mit großer Bandlücke bei Raumtemperatur der Anteil der Elektronen im Leitungsband sehr gering ist, kann der zweite Summand in Formel 5.2 vernachlässigt werden. Demnach spielt nur der durch die Ionenrümpfe verursachte Feldgradient eine Rolle.

Der Sternheimer- oder Antishielding Faktor $(1 - \gamma)$ berücksichtigt die Polarisation der Elektronenhülle um den radioaktiven Sondenkern durch die umliegenden Ionenrümpfe, was zu einem zusätzlichen elektrischen Feldgradienten führt. Dieser Verstärkungsfaktor ist sehr groß und bestimmt die Größenordnung des gemessenen Feldgradienten.

Der gemessene elektrische Feldgradient für die Sonde $^{117}\text{Cd}(\text{In})$ auf einem substitutionellen Zink-Gitterplatz lässt sich aus [KES 10] entnehmen:

$$V_{zz}^{Gitter} = 4,85 \cdot 10^{15} \frac{\text{V}}{\text{cm}^2}. \quad (5.3)$$

Daraus lässt sich die Frequenz der Quadrupolwechselwirkung zwischen der Sonde $^{115}\text{Cd}(\text{In})$ mit dem Sternheimerfaktor $(1 - \gamma) = 26$ und ZnO errechnen:

$$Q = 18,3 \text{ MHz} \quad \omega_0 = 57,5 \frac{\text{Mrad}}{\text{s}} \quad (5.4)$$

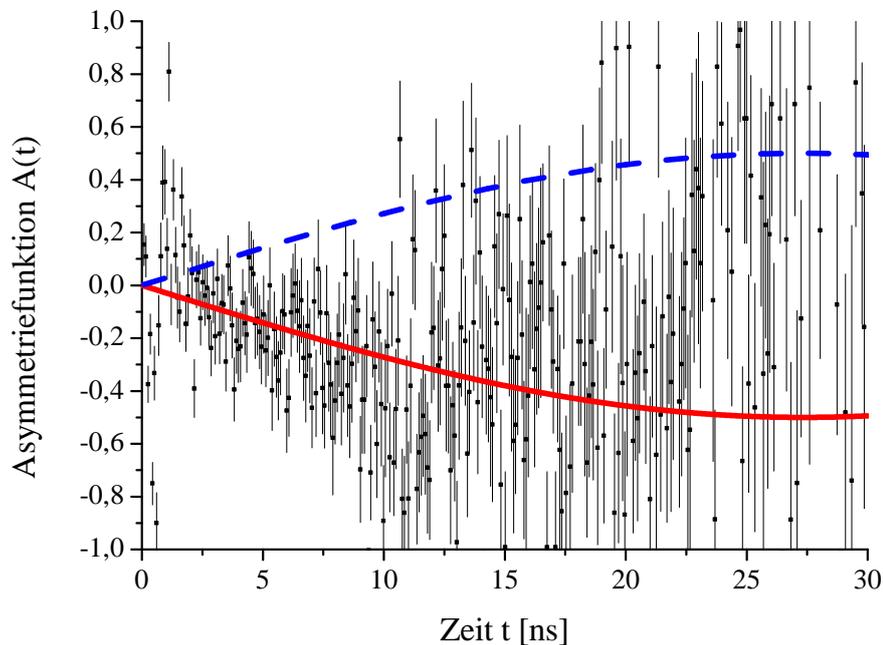


Abbildung 5.8: Asymmetriefunktion $A(t)$ von $^{115}\text{Cd}(\text{In})$ in ZnO . Die rote Kurve repräsentiert den Verlauf für einen negativen EFG und die blau gestrichelte Linie für einen positiven EFG.

Die Asymmetriefunktion aus Formel 5.1 wird sowohl mit positivem als auch mit negativem Argument der Sinusfunktion an die Messdaten angepasst. In Abbildung 5.8 sind die beiden Kurven zu erkennen, wobei die rote Kurve der Asymmetriefunktion mit positivem Argument in der Sinusfunktion entspricht. Die rote Kurve repräsentiert den Verlauf der Messergebnisse wesentlich besser als die blaue gestrichelte Kurve. Unter Berücksichtigung des negativen Quadrupolmomentes des Zwischenzustandes erhält man für ZnO somit einen negativen elektrischen Feldgradienten in der Sondenumgebung.

Die geringe Koinzidenzzählrate und die daraus resultierende geringe Statistik lässt sich auf den Umstand zurückführen, dass bei der Produktion von ^{115}Cd auch das metastabile ^{115m}Cd erzeugt wird. Da sie die gleiche Atommasse haben, können sie im Massenseparator nicht getrennt werden, so dass beide ins ZnO implantiert werden. Nach der Implantation der Probe wird nur die Gesamtaktivität bestimmt, wodurch man die beiden Elemente jedoch nicht unterscheiden kann. Da die Messungen mit den alten Komponenten des β -Detektors durchgeführt wurden, waren Probleme mit der schon angesprochenen ungewöhnlich starken Zählratenabhängigkeit des β -Energiespektrums zu erwarten und konnten nur

durch Austausch der einzelnen Komponenten behoben werden. Es ist derzeit nicht möglich, Messungen mit ^{115}Cd mit den neuen Komponenten des β -Detektors durchzuführen, da momentan an ISOLDE kein Strahl zur Sondenproduktion zur Verfügung steht.

5.3 Messungen mit ^{111}Ag

5.3.1 β - γ -Winkelkorrelationsmessungen

Mit der Sonde ^{111}Ag werden die Halbleiter ZnO, GaN und AlN untersucht. Das Energiefenster des β -Detektors wird auf 250-750 keV eingestellt, da der betrachtete β -Zerfall eine Maximalenergie von $E_{max} = 800$ keV hat. Die Fenster für die γ -Detektoren werden auf die 245 keV γ -Linie eingestellt. Der Übergang β -97 γ -245 γ (siehe Abbildung 5.9) wird auch koinzident gemessen, jedoch kann diese Störung wegen des geringen Verzweigungsverhältnisses von 0,2 % der 96 keV γ -Linie und der kurzen Halbwertszeit des Zwischenzustandes von 24 ps vernachlässigt werden. Die aufgenommenen β - und γ -Spektren von ^{111}Ag sind in Abbildung 5.10 und 5.11 gezeigt.

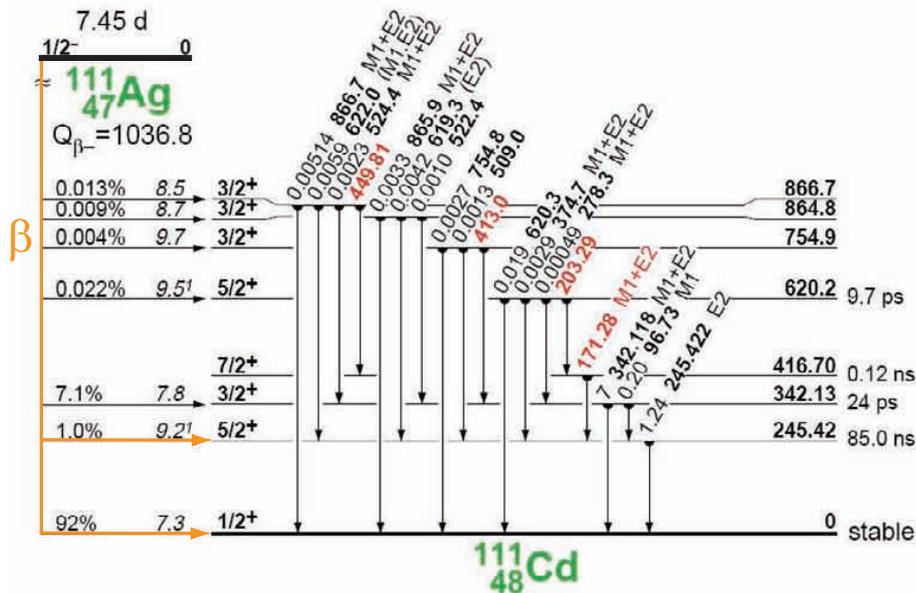


Abbildung 5.9: β -Übergänge von ^{111}Ag [TOI 96].

Die Sonde ^{111}Ag zerfällt zu ^{111}Cd . Da der Spin des Zwischenzustandes für die Sonde ^{111}Cd $I = \frac{5}{2}$ beträgt, ist die Asymmetriefunktion etwas komplexer als für $^{115}\text{Cd}(\text{In})$. Sie lässt sich aber ebenfalls berechnen. Nach einigen Vereinfachungen erhält man nach [RAG 75] und [RAG 76]:

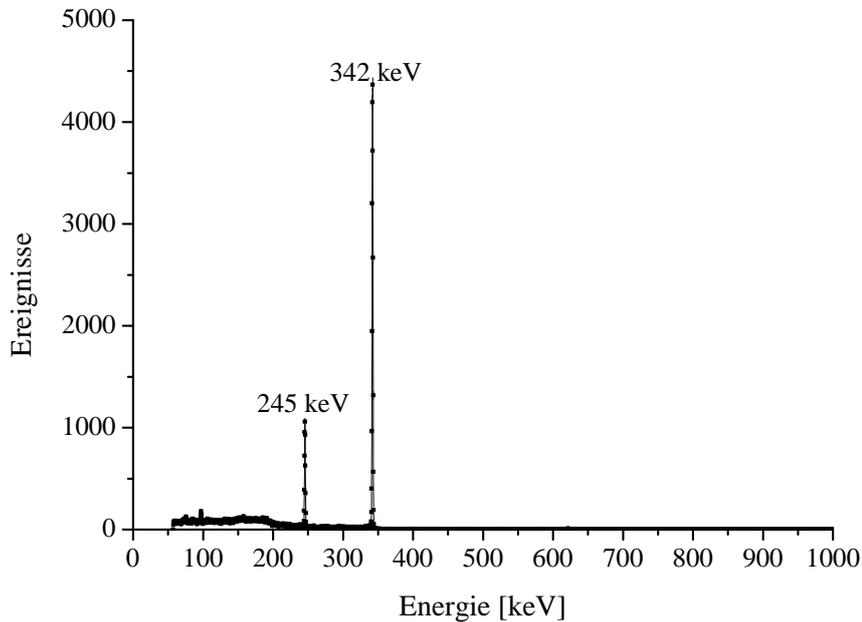


Abbildung 5.10: Gemessenes γ -Spektrum für ^{111}Ag .

$$A(t) = 0,36 \frac{v}{c} \sin 2 \omega t + 0,16 \frac{v}{c} \sin 3 \omega t, \quad (5.5)$$

wobei kleine Terme aus der exakten Theorie vernachlässigt werden. Die Messergebnisse sind in Abbildung 5.12 zu sehen. Es wird vereinfachend eine Funktion der Form

$$A(t) = a \cdot \sin 2 \omega t + b \cdot \sin 3 \omega t \quad (5.6)$$

an die Messdaten angepasst. Dabei sind a und b positive Zahlen und $\omega = \frac{3}{10} \frac{e Q V_{zz}}{h}$. Die Funktion besteht also aus einer Überlagerung von zwei Sinusfunktionen mit der doppelten und dreifachen Frequenz der Quadrupolwechselwirkung.

Da das Interesse in erster Linie darin besteht, das Vorzeichen des EFG zu bestimmen, sind die genauen Werte von a und b nicht weiter von Interesse. Diese werden durch viele Faktoren beeinflusst, wie zum Beispiel durch den Energiebereich der detektierten β -Teilchen, durch Mehrfach- und Rückstreuung der Elektronen und durch geometrische Faktoren wie Detektorgröße usw. Da die Frequenz durch diese Faktoren jedoch nicht beeinflusst wird, ist eine genaue Kenntnis und exakte Messung der Vorfaktoren nicht erforderlich. Es werden wieder die bereits gemessenen Beträge der Frequenzen der Quadrupolwechselwirkung in den einzelnen

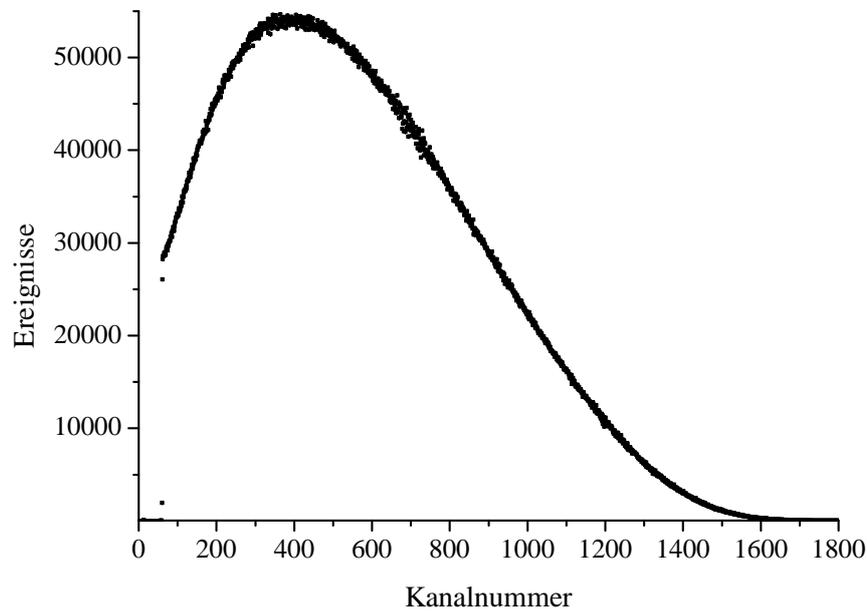


Abbildung 5.11: Gemessenes β -Spektrum für ^{111}Ag .

Halbleitermaterialien benutzt. Sie sind Tabelle 5.3 zu entnehmen. Die gemessenen Asymmetriefunktionen sind in Abbildung 5.12 zu sehen.

Halbleiter	ZnO	AlN	GaN
Quadrupolkopplungskonstante Q	31,2 MHz	29,0 MHz	6,1 MHz
Wechselwirkungsfrequenz ω_0	29,4 $\frac{\text{Mrad}}{\text{s}}$	27,3 $\frac{\text{Mrad}}{\text{s}}$	5,7 $\frac{\text{Mrad}}{\text{s}}$
Quelle	[WOL 86]	[PEN 07]	[PEN 07]

Tabelle 5.3: Die angenommenen Frequenzen zur Bestimmung des Vorzeichens der elektrischen Feldgradienten von ZnO, AlN und GaN mit der Sonde $^{111}\text{Ag}(\text{Cd})$.

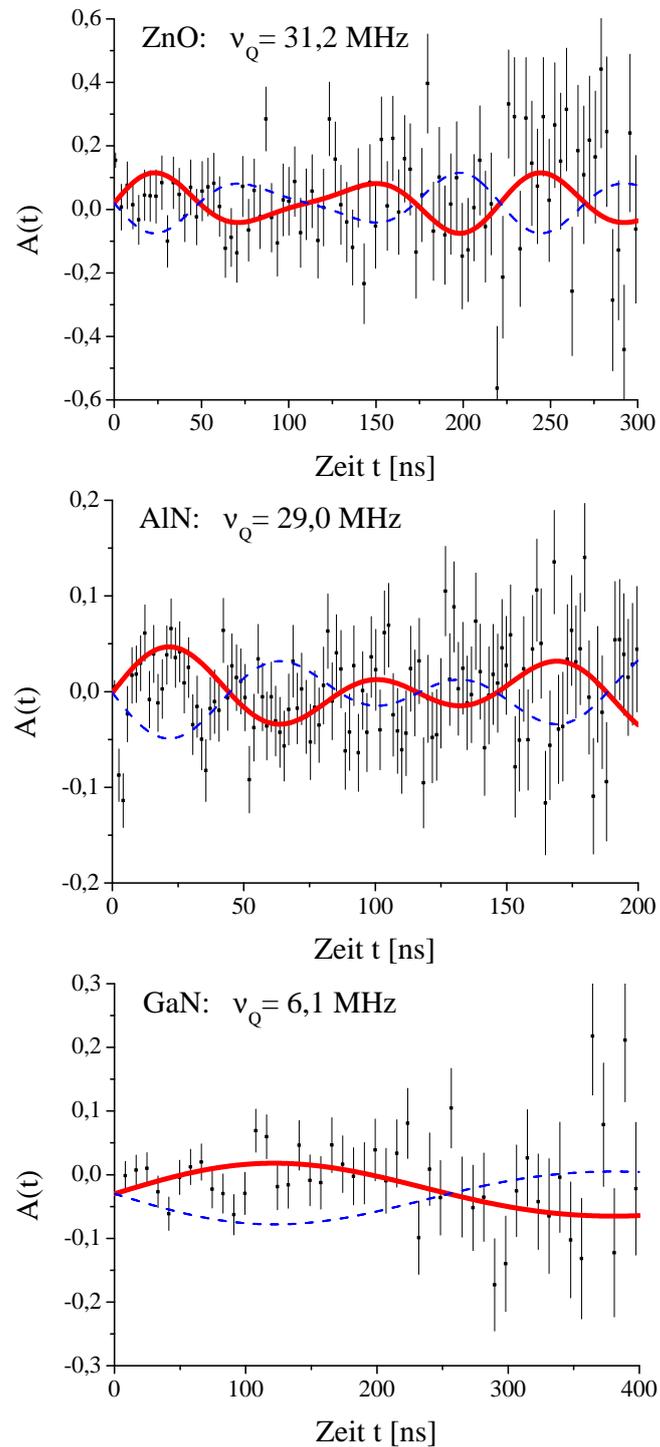


Abbildung 5.12: Asymmetriefunktion $A(t)$ von $^{111}\text{Ag}(\text{Cd})$ in ZnO, AlN und GaN. Die Kurven für einen positiven EFG sind in rot eingezeichnet, die blau gestrichelte Kurve kennzeichnet den Verlauf für einen negativen EFG.

Zinkoxid

Für ZnO wird eine Funktion wie aus Formel 5.6 mit der Frequenz $\omega_0 = 29,4 \frac{\text{Mrad}}{\text{s}}$ an die Messwerte angelegt, bis die beste optische Anpassung erreicht ist. Die Auswertung liefert ein positives Argument für die Sinusfunktion und damit einen positiven elektrischen Feldgradienten in der Sondenumgebung.

Aluminiumnitrid

Die von [PEN 07] gemessene Frequenz für $^{111}\text{In}(\text{Cd})$ in Aluminiumnitrid beträgt $\omega_0 = 27,3 \frac{\text{Mrad}}{\text{s}}$. Für $^{111}\text{Ag}(\text{Cd})$ in AlN wird dieselbe Frequenz erwartet, da es sich um denselben Zwischenzustand von ^{111}Cd handelt. Nach Anpassung ergibt sich somit für AlN ein positives Argument für die Sinusfunktion und damit ein positiver EFG. Dieses Ergebnis deckt sich mit vorigen Messungen aus [NIE 09] mit demselben Detektor.

Galliumnitrid

Die Frequenz für GaN beträgt $\omega_0 = 5,7 \frac{\text{Mrad}}{\text{s}}$ [PEN 07]. Wird eine Funktion der Form aus Formel 5.6 mit dieser Frequenz an die Asymmetriefunktion angepasst, so ergibt sich für GaN ein positiver Feldgradient in der Sondenumgebung.

Auch bei den Messungen mit ^{111}Ag ist die niedrige Koinzidenzzählrate ein Problem. Dieses Problem lässt sich schwer erklären, denn die Aktivität der Proben ist vergleichbar zu Messungen aus [RAG 75] bzw. [RAG 76]. In diesen Messungen sind die statistischen Fehler wesentlich kleiner, was auf höhere Zählraten bzw. höhere Messzeiten zurückzuführen ist.

Die geringe Koinzidenzzählrate führt zu langen Messzeiten. Während der Messzeit müssen sowohl die Elektronik als auch äußere physikalische Rahmenbedingungen möglichst konstant gehalten werden. Eine beobachtete Zählratenabhängigkeit des β -Energiespektrums könnte sich in den Messungen bemerkbar gemacht haben, da eine Verschiebung des β -Spektrums innerhalb des eingestellten Fensters den Polarisationsgrad der Elektronen ändert oder sogar die Zählrate verringern kann. Zudem scheint die 3-Detektoranlage elektronische Artefakte aufzuweisen, die in fast allen Spektren mit der Sonde ^{111}Ag auftauchen und die ohnehin schlechte Statistik maßgeblich beeinflussen.

Darüber hinaus ergibt sich ein weiteres Problem. Nur ein Teil der Silberatome befindet sich auf substitutionellen defektfreien Gitterplätzen und steht somit als Sonde für den elektrischen Feldgradienten zur Verfügung. Der restliche Anteil der Sonden befindet sich auf verschiedenen Nicht-Gitterplätzen und erfährt daher keinen einheitlichen Feldgradienten.

5.3.2 γ - γ -Winkelkorrelationsmessungen

Um das Problem weiter zu quantifizieren, werden mit denselben Proben auch γ - γ -Winkelkorrelationsmessungen mit der Sonde ^{111}Ag durchgeführt. Hierbei kann ausgenutzt werden, dass die γ - γ -Kaskade $97\gamma - 245\gamma$ auch über den $\frac{5}{2}^+$ -Zustand verläuft, wodurch γ - γ -Winkelkorrelationsmessungen am selben Zwischenzustand wie bei der β - γ -Kaskade durchgeführt werden können. Die Ergebnisse sind in Abbildung 5.13 gezeigt. Die statistischen Fehler sind auch bei diesen Messungen relativ groß, da die Verzweigung der γ - γ -Kaskade gering ist. Dennoch lassen sich die Frequenzen der Quadrupolwechselwirkung und die Anteile der Sonden auf substitutionellen, defektfreien Gitterplätzen bestimmen. Dazu wird das in [NED 07] beschriebene und auf den Code von NNFit [BAR 92] basierende Fitprogramm Nightmare [NIG 08] verwendet.

Zinkoxid

Für ZnO ergibt sich aus der Anpassung für die Quadrupolkopplungskonstante $Q = 30,2$ MHz, welches dem erwarteten Wert entspricht. Aus der Anpassung lässt sich zudem auch entnehmen, dass sich ca. 21 % der Silberatome auf substitutionellen, defektfreien Zink-Gitterplätzen befinden und somit einen einheitlichen Feldgradienten des umgebenden Gitters erfahren. Frühere γ - γ -PAC Messungen mit ^{111}Ag in ZnO [RIT 05] ergeben, dass sich ca. 42 % der Silberatome auf Zink-Gitterplätzen befinden. Das Ausheilen des Kristalls bei 1100 K führt jedoch dazu, dass 30 % der ^{111}Ag Atome durch Diffusion den Kristall verlassen, wodurch der Anteil der Sonden weiter sinkt. Dies erklärt den geringen Anteil der substitutionellen Silbersonden in ZnO.

Aluminiumnitrid

Laut RBS/C²-Studien [LOR 10] eignet sich ^{111}Ag sehr gut für die Untersuchung von AlN, da nach Ausheilen der Probe ca. 70 % der Silberatome substitutionelle Aluminium-Gitterplätze besetzen. Man erhält aus Abbildung 5.12 mit der Quadrupolwechselwirkungskonstanten $Q = 28,4$ MHz für den Sondenanteil auf substitutionellen Aluminium-Gitterplätzen $f = 24$ %, jedoch ist dies weit unter dem erwarteten Wert. Hier muss jedoch berücksichtigt werden, dass bei RBS/C-Messungen die Gitterumgebung nicht berücksichtigt wird. Dies bedeutet, dass sich bei dem Anteil von 70 % nicht alle Sonden zwangsweise auf defektfreien Gitterplätzen befinden. Weiterhin ist in dem γ - γ -PAC Spektrum von AlN der schon von Jens Niederhausen [NIE 09] beobachtete Defekt sichtbar.

Galliumnitrid

Bei GaN beträgt der Anteil der Sonden auf substitutionellen Gallium-Gitterplätzen nur ca. 11 %. Als Quadrupolkopplungskonstante erhält man aus der

² RBS/C = Rutherford Backscattering Spectrometry/Channeling

Anpassung $\nu_Q = 6,4$ MHz. Der geringe Sondenanteil auf substitutionellen Gallium-Gitterplätzen ist auch von Katharina Lorenz [LOR 10] beobachtet worden. Demnach wird Silber in GaN nicht substitutionell eingebaut, was den geringen Sondenanteil in den Messungen erklärt.

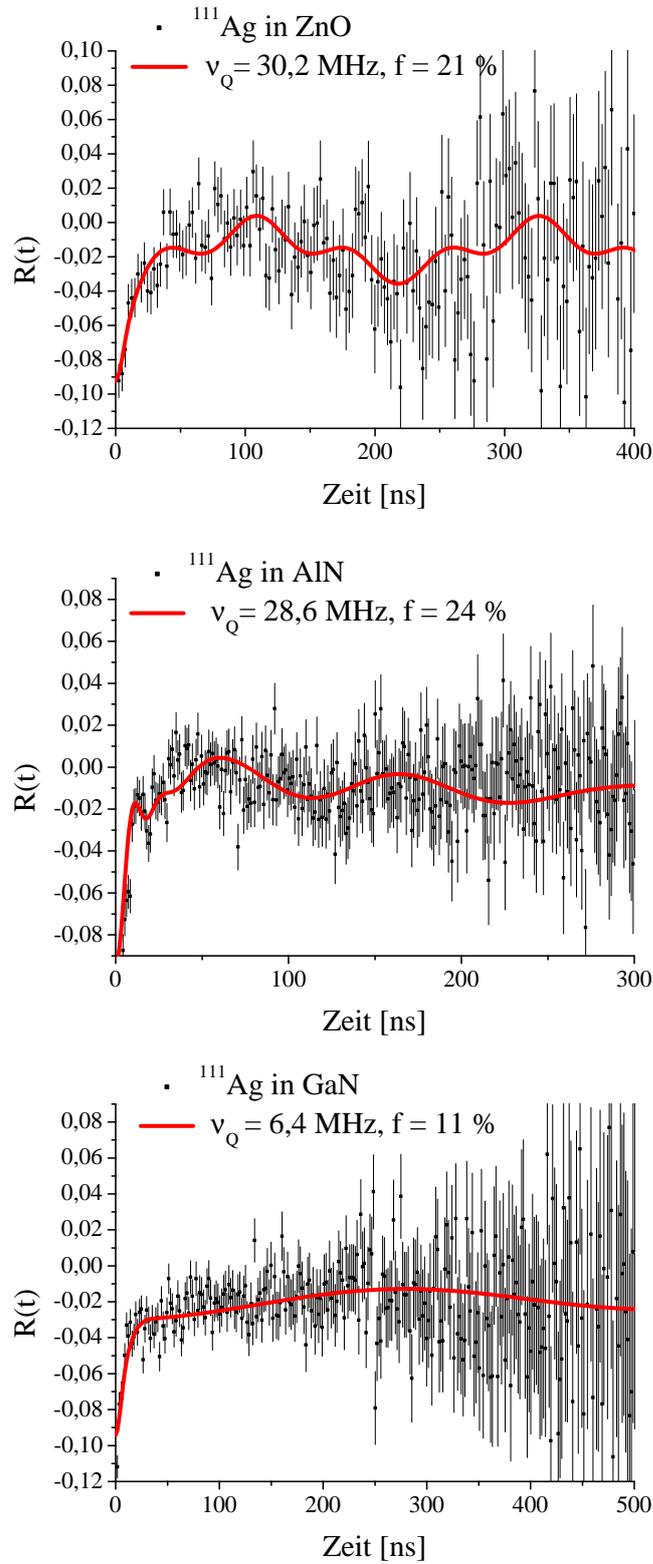


Abbildung 5.13: $R(t)$ -Spektrum von $^{111}\text{Ag}(\text{Cd})$ in ZnO, AlN und GaN.

6. Zusammenfassung

In dieser Diplomarbeit wurden β - γ -Winkelkorrelationsmessungen zur Vorzeichenbestimmung der elektrischen Feldgradienten der Gitter von den Gruppe-III-Nitridhalbleitern GaN, AlN sowie dem intrinsisch n-leitenden II-VI-Halbleiter ZnO durchgeführt. Als radioaktive Sonden wurden die Isotope ^{111}Ag und ^{115}Cd verwendet. Die Ergebnisse der Messungen sind in der folgenden Tabelle zusammengestellt:

Halbleiter	ZnO	AlN	GaN
EFG mit Sonde $^{111}\text{Ag}(\text{Cd})$	positiv	positiv	positiv
EFG mit Sonde $^{115}\text{Cd}(\text{In})$	negativ		

Tabelle 6.1: Messergebnisse zur Bestimmung des Vorzeichens der Gitterfeldgradienten in ZnO, AlN und GaN.

Die Messungen mit der Sonde $^{111}\text{Ag}(\text{Cd})$ weisen auf einen positiven Gitterfeldgradienten für alle drei Halbleiter hin. Mit $^{115}\text{Cd}(\text{In})$ wird allerdings ein negativer Feldgradient in ZnO ermittelt. Damit stehen die beiden Messungen in ZnO im Widerspruch zueinander. Aus den in dieser Arbeit durchgeführten Messungen kann demnach nicht eindeutig auf ein Vorzeichen des EFGs in ZnO geschlossen werden.

Ein Problem bei den Messungen war die geringe Koinzidenzzählrate und der daraus resultierende große relative statistische Fehler. Die Koinzidenzzählrate ließe sich theoretisch durch höhere Aktivitäten der Proben erhöhen, jedoch erfordert dies längere Implantationszeiten. Eine andere Möglichkeit wäre, pro Implantationszyklus die gesamte Aktivität in nur eine einzige Probe zu implantieren. Desweiteren führt die geringe Koinzidenzzählrate zu langen Messzeiten. Während dieser Zeit kann es zu Langzeiteffekten in der Elektronik kommen. So sind in den Spektren an manchen Stellen elektronische Artefakte in der Asymmetriefunktion zu erkennen, was bei der geringen Statistik die Auswertung der Daten erschwert.

Aus zusätzlich durchgeführten γ - γ -Winkelkorrelationsmessungen mit der Sonde $^{111}\text{Ag}(\text{Cd})$ ist zu entnehmen, dass sich in ZnO nur ein geringer Teil (ca. 21 %)

der Silberatome auf substitutionellen, ungestörten Zink-Gitterplätzen befindet. Bei GaN sind nur 11 % der Silberatome auf substitutionellen Gallium-Gitterplätzen eingebaut. Bei AlN beträgt der Anteil der Silberatome auf substitutionellen Aluminium-Gitterplätzen 24 %. Dies bedeutet, dass nur ca. 10-25 % der Silberatome als Sonden für die Messung des Vorzeichens des EFG zur Verfügung stehen. Dadurch wird die Amplitude der zugehörigen Frequenz in der Asymmetriefunktion geringer, was zu einer zusätzlichen Unsicherheit in der Deutung führt.

Der Szintillator und der Photomultiplier des β -Detektors wurden ausgetauscht, da zudem eine starke Zählratenabhängigkeit des β -Energiespektrums festgestellt wurde. Bei größer werdender Zählrate wird das Energiespektrum zu kleineren Energien hin verschoben. Dies ist insofern ungewöhnlich, als dass normalerweise durch das Nachleuchten des Szintillatorkristalls bei einer höheren Zählrate das β -Spektrum zu höheren Energien verschoben ist. Das beschriebene Verhalten könnte sich auch negativ auf die Koinzidenzzählrate der Messung ausgewirkt haben. Hinweise darauf liefern Testmessungen mit der Quelle ^{207}Bi .

Alle β - γ -Winkelkorrelationsmessungen wurden mit den alten Detektorkomponenten durchgeführt. Der Einsatz eines neuen Szintillators und Photomultipliers war aus Zeitgründen leider nicht mehr möglich. An dieser Stelle bedarf es weiterer β - γ -PAC-Messungen mit den neuen Komponenten des Detektors, um die bisherigen Messergebnisse zu überprüfen.

Literaturverzeichnis

- [ALB 55] D. E. Alburger and A. W. Sunyar, *Decay of ^{207}Bi* , Physical Review, Volume 99, Issue 3, 695-702, 1955
- [BAR 92] N. Barradas, *NNFIT the PAC MANual*, Lissabon, 1992
- [BAR 96] J. Bartels, *Bau eines β -Detektors und erste β - γ -PAC Messungen von ^{111}Ag (^{111}Cd) in Silizium*, Diplomarbeit an der Universität Bonn, Kapitel 4, 1996
- [FER 55] M. Ferentz et. al., *Table of F-Coefficients*, U.S Atomic Energy Commission, 1955
- [FRA 65] H. Frauenfelder, R.M. Ste en, *Alpha-, Beta- and Gamma-Spectroscopy*, ed. K. Siegbahn, Volume 2, 997, 1965
- [HAR 59] S. M. Harris, Nucl. Phys. 11, 387, 1959
- [INV 10] Inventor Professional 2010, 1996-2009 Autodesk, Studentenversion, Seriennummer: 351-64609255
- [IOF 10] IOFFE Physical Technical Institute, *New Semiconductor Materials. Characteristics and Properties*, Eletronic archive, <http://www.ioe.ru/SVA/NSM/Semicond/index.html>, 2010
- [ISO 10] ISOLDE CERN, *The Isolde Radioactive Ion Beam Facility*, <http://isolde.web.cern.ch/ISOLDE>, 2010
- [KES 10] P. Kessler, Private Mitteilung, 2010
- [KUD 99] N. Kudomi, *Energy calibration of plastic scintillators for low energy electrons by using Compton scatterings of γ rays*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, Volume 430, Issue 1, 96-99, Juni 1999
- [LOR 10] K. Lorenz, Private Mitteilung, 2010

- [MAR 90] G. Marx, *Aufbau und Test einer RTA-Kurzzeit-Temper-Anlage*, Diplomarbeit Universität Bonn, 1990
- [MOR 99] H. Morkoç, *Nitride Semiconductors and Devices*, Springer, Berlin Heidelberg, 1999
- [NED 07] R. Nédélec, *Seltene Erden in GaN und ZnO untersucht mit der PAC-Methode*, Doktorarbeit an der Universität Bonn, 2007
- [NIE 09] J. Niederhausen, *Temperaturverhalten eines Indium-Defekt-Komplexes in Aluminiumnitrid*, Diplomarbeit an der Universität Bonn, 2009
- [NIG 08] Nightmare (MDI) Version RC 2 (1.1.0.223), 2005-2008 Gruppe Vianden, Universität Bonn, basierend auf NNFIT PC Version
- [NIS 10] National Institute of Standards and Technology (NIST), *Stopping-Power and Range Tables for Electrons, Protons, and Helium Ions*, <http://www.nist.gov/physlab/data/star/index.cfm>, 2010
- [NND 10] Brookhaven National Laboratory, *National Nuclear Data Center*, <http://www.nndc.bnl.gov/chart>, 2010
- [OEZ 05] Özgür et al, *A comprehensive review of ZnO materials and devices*, Journal of Applied Physics 98, 2005
- [ORI 09] OriginPro 8G.0.63.988 SR6 v8.0988, 19991-2009 OriginLab Corporation, One Roundhouse Plaza, Northampton, MA 01060 USA, <http://www.OriginLab.com>
- [PEN 07] J. Penner, *Lokale Gitterumgebung von Indium in GaN, AlN und InN*, Doktorarbeit an der Universität Bonn, 118, 2007
- [RAG 75] R. S. Raghavan et. al., *Determination of the sign and magnitude of the nuclear quadrupole interaction by β - γ -directional correlation*, Phys. Review Volume 12, Number 6, 2022-2032, Dezember 1975
- [RAG 76] R. S. Raghavan et. al., *Sign and magnitude of the quadrupole interaction of ^{111}Cd in noncubic metals: Universal correlation of ionic and electronic field gradients*, Phys. Review B Volume 13, Number 7, 2835-2847, April 1976
- [RIC 57] R. A. Ricci, *Performance of a Beta Scintillation spectrometer. Spectra and Conversion Coefficients of ^{137}Cs and ^{207}Bi* , Physica, Vol. 23, Issues 6-10, 693-703, 1957
- [RIT 05] E. Rita et. al., *PAC studies of implanted ^{111}Ag in single-crystalline ZnO*, Hyperfine Interactions HFI/NGI 2004, 158, 395-400, Springer, 2005

-
- [SCH 92] G. Schatz und A. Weidinger, *Nukleare Festkörperphysik*, Teubner Verlag, 1992
- [SRI 08] SRIM, The Stopping and Range of Ions in Matter, J. F. Ziegler, M. D. Ziegler, J. P. Biersack, SRIM.com, 2008
- [TOI 96] Richard B. Firestone, *Table of Isotopes, CD ROM Edition*, Wiley-Interscience, Version 1.0, März 1996
- [WOL 86] H. Wolf et. al., *Acceptors and donors in the wide-gap semiconductors ZnO and SnO₂*, Materials Science Forum, Volumes 10-12, 863-868, 1986

Abbildungsverzeichnis

1.1	Handelsübliche blaue GaInN-LED.	1
2.1	Zerfallsschema einer γ - γ -Kaskade	6
2.2	Messung der Winkelverteilung der γ_2 -Emissionsrichtung	7
2.3	Lebensdauerermessung des intermediären Zustandes	8
2.4	Beispiel einer Quadrupolaufspaltung eines Kernzustandes	10
2.5	Messung der Störfrequenz	11
2.6	Polarisationsgrad der Elektronen als Funktion ihrer Energie	14
2.7	Anschauliche Erklärung für die Ungleichbesetzung	15
2.8	Darstellung der unterschiedlichen Besetzungsverteilung	15
2.9	Spinausrichtung der Kerne nach einer Viertelperiode	16
2.10	Koordinatensystem für die β - γ -Winkelkorrelation.	17
2.11	Aufbau für die zeitdi erentielle β - γ -Winkelkorrelationsmessung	19
3.1	Schnittzeichnung des β -Detektors	23
3.2	Spannungsteilerschaltung der Photomultiplierbasis	24
3.3	Konstruktionszeichnung des β -Detektors und der Halterung	26
3.4	3D-Modelle des <i>beta</i> -Detektors und Detektorsystems	27
3.5	Schematische Schaltskizze der Koinzidenzelektronik	28
3.6	Bilder der 3-Detektor-Anlage	29
3.7	Aufbau des β -Detektorsystems am CERN	30
3.8	Zerfallsschema von ^{111}Ag	31
3.9	Zerfallsschema von ^{115}Cd	32
3.10	Kristallstruktur eines idealen Wurtzitgitters	34

4.1	Implantationsprofil von ^{111}Ag in ZnO	37
5.1	Zerfallsschema von ^{207}Bi	42
5.2	Spektrum von ^{207}Bi mit den alten Detektorkomponenten	43
5.3	Spektrum von ^{207}Bi mit den neuen Detektorkomponenten	43
5.4	Korrigiertes Spektrum und Kalibrierung des β -Detektors	46
5.5	β -Übergänge von ^{115}Cd	47
5.6	Gemessenes β -Spektrum von ^{115}Cd	49
5.7	Gemessenes γ -Spektrum von ^{115}Cd	49
5.8	Asymmetriefunktion $A(t)$ von $^{115}\text{Cd}(\text{In})$ in ZnO	51
5.9	β -Übergänge von ^{111}Ag	52
5.10	Gemessenes γ -Spektrum für ^{111}Ag	53
5.11	Gemessenes β -Spektrum für ^{111}Ag	54
5.12	$A(t)$ -Spektrum von $^{111}\text{Ag}(\text{Cd})$ in ZnO, AlN und GaN	55
5.13	$R(t)$ -Spektrum von $^{111}\text{Ag}(\text{Cd})$ in ZnO, AlN und GaN.	59

Tabellenverzeichnis

3.1	Spannungswerte der Abgriffe der Basisschaltung	25
3.2	Vergleich der beiden β - γ -PAC Sonden ^{111}Ag und ^{115}Cd	32
3.3	Eigenschaften der Halbleiter ZnO, GaN und AlN	34
4.1	Details der gemessenen Halbleiterproben	37
4.2	Implantations- und Ausheilparameter von ^{111}Ag	38
4.3	Implantations- und Ausheilparameter von ^{115}Cd	39
5.1	Die wichtigsten Konversions- und Augerlinien von ^{207}Bi	44
5.2	Energiekorrektur der Konversionslinien von ^{207}Bi	45
5.3	Die angenommenen Frequenzen von ZnO, AlN und GaN	54
6.1	Messergebnisse	61

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei all denjenigen bedanken, die mich während der Entstehung und Fertigstellung dieser Diplomarbeit unterstützt und betreut haben.

In erster Linie bedanke ich mich bei Herrn Priv. Doz. Dr. Reiner Vianden für die sehr gute organisatorische und fachliche Betreuung. Weiterhin danke ich Herrn Prof. Dr. Kai-Thomas Brinkmann für die Übernahme des Korreferats.

Ein besonderes Dankeschön geht natürlich an meine Arbeitsgruppe für die kompetente Betreuung und die sehr schöne Zeit, die ich während dieser Arbeit erlebt habe. Die Atmosphäre in der Gruppe war immer sehr angenehm, da fiel das Arbeiten gar nicht schwer. Patrick Keßler und Dr. Thomas Gerschke möchte ich gesondert erwähnen, da sie sich immer viel Zeit für mich genommen haben und mir mit Rat und Tat zur Seite standen. Darüber hinaus danke ich Marius Arenz für die vielen Aufenthalte in der Studentenwerkstatt, wenn es mal wieder etwas neues zu Drehen gab. Auch der Rest der Arbeitsgruppe soll nicht unerwähnt bleiben. Dr. Nicole Santen, Dr. Jakob Penner, Michael Steens, Riccardo Valentini, Maqsud Rasulbayev, Pavel Cojocar, Matthias Heinrichs, Christian Karrasch und Sahar Hamidi danke ich für die sehr gute Zusammenarbeit.

Weiterhin danke ich dem Team des Bonner Isotopenseparators unter der Leitung von Herrn Priv. Doz. Dr. Paul-Dieter Eversheim für die vielen durchgeführten Implantationen, ohne die meine Messungen nicht möglich gewesen wären.

Auch das Institut soll nicht unerwähnt bleiben. Ich danke allen Institutsmitgliedern des HISKP für die gute Zusammenarbeit, vom Sekretariat bis hin zur Feinmechanik- und Elektronikwerkstatt.

Zuletzt danke ich natürlich meiner Familie, die mich moralisch und finanziell stets unterstützt und das Physikstudium erst möglich gemacht hat. Ein besonderer Dank gilt meiner Freundin Nadine Hofmann, die mir jederzeit zur Seite stand und mich uneingeschränkt unterstützt hat.