

Analyse struktureller Defekte in kristallinen Schichten

INAUGURAL-DISSERTATION
zur
Erlangung des Doktorgrades
der
Fakultät für Physik
der
Albert-Ludwigs-Universität Freiburg i. Brsg.

vorgelegt von
Christian Haug
aus
Euskirchen

September 2001

Dekan: Prof. Dr. K. Königsmann
Leiter der Arbeit: Prof. Dr. R. Brenn
Referent: Prof. Dr. R. Brenn
Korreferent: Prof. Dr. H. Röpke

Tag der Verkündigung des Prüfungsergebnisses: 30. Oktober 2001

INHALTSVERZEICHNIS

Einleitung	1
1 Untersuchungsmethoden mit schnellen Ionen	3
1.1 Rutherford Rückstreuung (RBS)	4
1.1.1 Der kinematische Faktor	4
1.1.2 Stopping	5
1.2 Nukleare Reaktionen (NRA)	6
1.2.1 Kernreaktionsarten	6
1.2.2 Compound-Kern-Reaktionen	7
1.2.3 Energieverhältnisse	7
1.3 Ioneninduzierte Röntgenemission (PIXE)	7
1.4 Channeling in Kristallen	8
1.4.1 Axiales und planares Channeling	8
1.4.2 Kontinuumsmodell	10
1.5 Channeling mit NRA	11
2 Defekt- und Strukturanalysen mit Ionenchanneling	13
2.1 Defektbestimmung im Kristallgitter	13
2.1.1 Bestimmung des Defekttyps	14
2.1.2 Tiefenbestimmung der Defekte	15
2.1.3 Qualitative Defektanalyse	18
2.2 Gitterplatzanalyse von Fremdelementen	18
2.2.1 Ionenflußverteilung im Kanal	19
2.2.2 Hexagonale und tetraedrische Zwischengitterplätze im Diamant	22
2.2.3 Quantitative Angabe der Fremdatome	24
3 Analysen mit nuklearen Reaktionen	25
3.1 Konzentrationsanalyse	25
3.2 Tiefenprofilierung	25
3.2.1 Stoppingpower	26
3.2.2 Straggling	26

3.2.3	Tiefenauflösung	27
3.2.4	Mehrfachresonanzen	28
3.3	Verwendete Reaktionen	28
3.3.1	Wasserstoffnachweisreaktion	28
3.3.2	Deuteriumnachweisreaktionen	29
3.3.3	Bornachweisreaktionen	29
4	Experimenteller Aufbau	33
4.1	Van de Graaff-Ionenbeschleuniger	33
4.2	RBS-Kammer	34
4.2.1	Goniometer	35
4.3	γ -NRA-Kammer	36
4.3.1	BGO-Detektor	36
4.3.2	Goniometer	37
4.4	Elektronische Signalverarbeitung und Steuerung	38
5	Die neue Computersteuerung	41
5.1	Elektronikaufbau und eingebaute Karten	41
5.2	Die Integration der Hardwarekomponenten	43
5.3	Das Steuer- und Datenaufnahmeprogramm Cleo2000	43
5.3.1	Die einzelnen Units	44
5.3.2	Die Eingabefenster	46
5.3.2.1	Messung steuern	46
5.3.2.2	Initialisierung der Schrittmotoren	47
5.3.2.3	Bewegen der Schrittmotoren	47
5.3.2.4	Multiscalingaufnahmen einstellen	48
5.3.2.5	RBS-Eichung	48
5.3.2.6	Autosave-Einstellungen	49
5.3.2.7	Meßprogramm erstellen und nutzen	49
5.3.2.8	Datenkonvertierung	50
5.4	Das Auswerteprogramm Caesar 2000	51
6	Defektbestimmungen an AlN:Si-Schichten auf Saphir	53
6.1	Untersuchung der Schichteigenschaften mit RBS	53
6.2	Bestimmung der Versetzungsdichten	54
6.3	Ergebnisse	56
7	Untersuchungen an CVD-Diamant	59
7.1	Bestimmung von Wasserstoff im Diamant	60
7.1.1	Wasserstoffkonzentrationsbestimmung in Diamantsubstraten	61
7.1.2	Wasserstoffkonzentration in homoepitaktischem CVD-Diamant	62
7.1.3	Gitterplatzbestimmung von Wasserstoff in Diamant	63
7.2	Bestimmung von Deuterium in Diamant	65
7.2.1	Konzentrationsbestimmungen von Deuterium	65
7.2.2	Einbauplatz von Deuterium	67
7.3	Korrelation von Defekten und Wasserstoff im Diamant	69
7.4	Bestimmung des Boreinbaus in Diamant	70
7.4.1	Borkonzentrationsbestimmung	71

7.4.2	Gitterplatzbestimmung von Bor	71
7.5	Untersuchungen an mit Biasspannung gewachsenen CVD-Diamantschichten .	73
7.5.1	Channelingmessungen	74
7.6	Diskussion der Ergebnisse im CVD-Diamant	77
	Zusammenfassung	79
A	Wasserstoffuntersuchungen an a-C:H-Schichten	83
B	Einbau von Wasserstoff und Deuterium beim CVD-Wachstum	85
C	Auswerteprogramm XNRA	87
	Literaturverzeichnis	89

Einleitung

Seit dem Beginn der Halbleitertechnologie liegt ein Bestreben darin, die Bauelemente immer kleiner und leistungsfähiger zu machen. Aber es steht außer Frage, daß diese Miniaturisierung nicht ewig auf der Basis von Siliziumbauelementen möglich ist. Deswegen sind alternative Materialien gefragt, die neue oder verbesserte Eigenschaften aufweisen. Dabei kommen in den verschiedensten Bereichen immer wieder die Nitride in Betracht, aber auch Diamant findet hier seine Anwendungen, wie zum Beispiel in UV Photozellen [POP97].

Die verschiedenen Gruppe-III-Nitride zeichnen sich dabei vor allem durch ihre optischen Eigenschaften aus. Leuchtendes Beispiel hierfür ist GaN mit seiner Bandlücke im blauen Bereich. Diamant dagegen sticht hervor durch seine hohe Wärmeleitfähigkeit und Härte, seine optische Durchlässigkeit, aber auch durch seine Bioverträglichkeit, die Einsätze in der Medizin ermöglicht.

Beide Materialien haben ähnliche Eigenschaften bezüglich ihrer Kristallstruktur und Härte und beide können mit Hilfe der chemischen Gasphasenabscheidung, engl.: chemical vapour deposition (CVD), hergestellt werden. Diese Methode, die Anfang der achtziger Jahre durch sowjetische Wissenschaftler [SPI81] entscheidend verbessert wurde, ermöglicht die großflächige Abscheidung der Materialien. Bei den Nitriden wird dabei die MOCVD, also die Metallorganische Gasphasenepitaxie verwendet.

Bei beiden Materialklassen treten dabei ähnliche Probleme im Substratbereich auf. Während bei den Nitriden ein passendes Substratmaterial völlig fehlt, werden beim Diamant Alternativen zum Naturdiamant als Substrat gesucht, die deutlich billiger sind. In beiden Fällen tritt bei der Verwendung von alternativen Substraten eine sehr hohe Versetzungsdichte in den abgeschiedenen Schichten auf, die die elektrischen und optischen Eigenschaften stört und die Lebensdauer der Bauelemente verkürzt. Aber auch der Einfluß von Fremdelementen, insbesondere der von Wasserstoff, ist nicht endgültig geklärt.

Ein Ziel dieser Arbeit ist deshalb, den Einbau von Wasserstoff zu analysieren, die verschiedenen Defekttypen zu untersuchen und den Zusammenhang zwischen dem Einbau von Wasserstoff und Defekten bei der Herstellung zu erkennen.

Zur Untersuchung der Proben steht an der Universität Freiburg ein 7,5 MV Van-de-Graaff Beschleuniger zur Verfügung. Mit ihm lassen sich Untersuchungen mit nuklearen Methoden wie Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS), Nuclear Reaction Analysis (NRA) oder Channeling durchführen, um Festkörper zu analysieren.

In der vorliegenden Arbeit wurden Ionenstrahltechniken zur Element- und Strukturanalyse

sowohl von Diamant-, als auch von Aluminiumnitridschichten verwendet. Die Idee ist, mit Channelinguntersuchungen eine Defektanalyse der jeweiligen Materialien von der Oberfläche bis zum Übergang ins Substrat durchzuführen. Die Schwerpunkte liegen dabei auf der Analyse von Defektdichten und der Bestimmung von Wasserstoff in den Materialien.

In den ersten drei Kapiteln werden die verwendeten Nachweistechiken, die Kernreaktionen mit ihren Daten und die Defektanalyse erläutert. Nach den Erläuterungen zum experimentellen Aufbau im vierten Kapitel, folgt in Kapitel 5 die ausführliche Erklärung der neu entwickelten Computersteuerung zum Messen und Auswerten der untersuchten Proben. In den folgenden Kapiteln werden die Messungen und Ergebnisse, sowie deren Auswertung vorgestellt und diskutiert.

KAPITEL 1

Untersuchungsmethoden mit schnellen Ionen

Zur Untersuchung von Festkörpern gibt es einige Analysemethoden, die auf Wechselwirkungen zwischen Ionen im MeV-Bereich und den zu untersuchenden Proben beruhen. Man unterscheidet bei diesen Stößen von schnellen Ionen mit Materie zwischen elastischen und inelastischen Streuungen. Außerdem gibt es noch die Möglichkeiten der Kernreaktion und der Röntgenemission. Folgende Untersuchungsmethoden sollen hier genauer beschrieben werden:

- Rutherford Rückstreuung (*Rutherford backscattering spectrometry* RBS):
Eine elastische Streuung, da beim Stoßprozeß keine inneren Freiheitsgrade der beteiligten Kerne angeregt werden und die Summe der Energien konstant bleibt
- Kernreaktionsanalyse (*nuclear reaction analysis* NRA):
Da beim Stoß zwischen Projektil und Festkörper eine Kernreaktion ausgelöst wird, spricht man von einer inelastischen Streuung
- Ioneninduzierte Röntgenemission (*particle induced x-ray emission* PIXE):
Eine elastische Streuung, bei der durch Innerschalenionisation Röntgenstrahlung erzeugt wird.
- Channeling:
Beim Channeling werden die Ionen beim Eindringen in den Kristall in Kanälen oder Ebenen geführt. Die Wechselwirkungen zwischen ihnen und den Targetatomen verändern sich dabei und lassen somit Rückschlüsse auf den Kristallaufbau bzw. auf Störungen durch strukturelle Defekte zu.
- Kombination von Channeling mit NRA oder PIXE:
Verwendet man die Channeling-Methode zusammen mit NRA oder PIXE, so ergeben sich auch Prozesse mit Fremdelementen im Target und es können somit Aussagen über den Einbau dieser Störstellen gemacht werden.

Alle diese Methoden werden im folgenden Kapitel ausführlicher erläutert. Eine genauere Betrachtung der Analysemethoden mit nuklearen Reaktionen erfolgt in Kapitel 3, in dem sowohl auf die verschiedenen Kernreaktionen als auch auf die Technik des Channelings explizit eingegangen wird.

1.1 Rutherford Rückstreuung (RBS)

Die Methode des RBS beruht auf der Rückstreuung von schnellen Ionen an schweren Isotopen. Mit Protonen oder Helium und anderen leichten Projektilen kann man damit Elemente wie zum Beispiel Kohlenstoff, Stickstoff oder Gallium nachweisen. Die Projektilionen werden dabei elastisch an den Probenatomen gestreut. Dabei wird durch den charakteristischen Energieübertrag die kinetische Energie des gestreuten Ions vermindert. Hinzu kommt noch der Energieverlust durch Stopping im Festkörper. Werden die rückgestreuten Ionen in einem energiedispersiven Detektor nachgewiesen, erhält man typischerweise ein Spektrum wie in Abbildung 1.1. Die Kanalzahl ist dabei näherungsweise linear mit der Energie verknüpft.

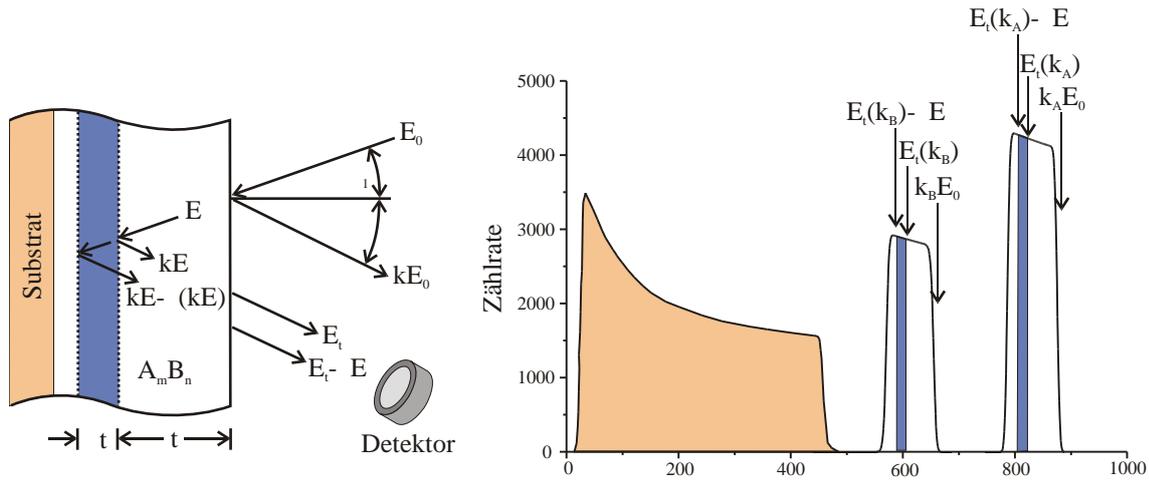


Abbildung 1.1: Typisches Spektrum einer RBS-Messung

Die verschiedenen Elemente der Probe lassen sich dabei tiefenaufgelöst nachweisen, wenn der Energieverlust der Ionen $\frac{dE}{dx}$ in der Probe bekannt ist.

1.1.1 Der kinematische Faktor

Der Beschuß eines Targets mit Ionen und die Messung der rückgestreuten Teilchen ermöglichen also eine Massenanalyse oder auch eine Tiefenprofilierung der enthaltenen Materialien. Über den sogenannten kinematischen Faktor

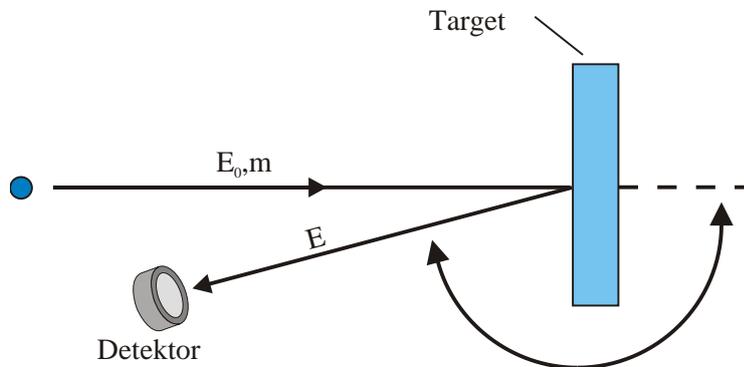


Abbildung 1.2: Streugeometrie einer RBS-Messung

$$K = \left(\frac{m \cdot \cos \theta + \sqrt{M^2 - m^2 \sin^2 \theta}}{m + M} \right)^2 \quad (1.1)$$

kann man mit Hilfe der Beziehung $E = K \cdot E_0$ eine Massenbestimmung durchführen, da der Winkel θ , die Masse m und die Energie E_0 der auftreffenden Ionen, sowie die Masse M der Targetatome bekannt sind (Abbildung 1.2). Durch geeignete Wahl des Winkels θ kann die Massenauflösung genau eingestellt werden. Dabei erhält man einen umso größeren Energieübertrag, je kleiner die Differenz des Streuwinkels θ zu 180° wird. Die Massenauflösung

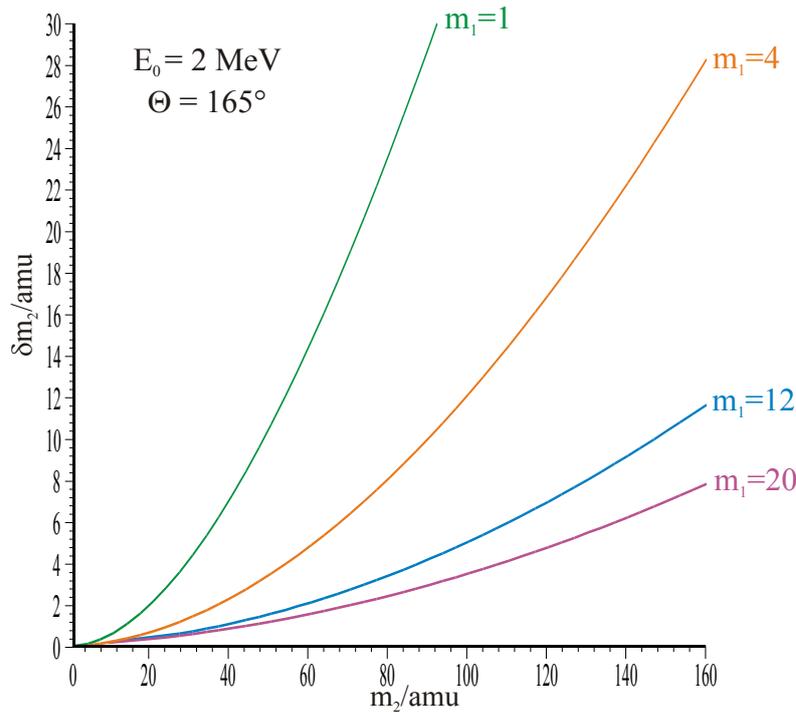


Abbildung 1.3: Massenauflösung δM für verschiedene Projekttilmassen m .

δM beträgt demnach:

$$\delta M = \frac{\delta E (m + M)^2 (\delta E m + \delta E M - 2 X E_0) *}{(m^2 \delta E^2 + 2 m^2 E_0^2 f - 2 m^2 \delta E E_0 \cos \theta + 2 m \delta E^2 M - 2 m X E_0 \delta E - 2 m \delta E M E_0 \cos \theta + 2 m X E_0^2 \cos \theta - 2 E_0^2 m M + \delta E^2 M^2 - 2 X E_0 \delta E M)^{-1}} \quad (1.2)$$

mit $X = \sqrt{M^2 + m^2 f}$ und $f = \cos^2 \theta - 1$.

In Abbildung 1.3 sind für eine typische Ionenenergie von 2 MeV und einem Rückstreuwinkel von $\theta = 165^\circ$ die daraus resultierenden maximalen Massenaufösungen bei einer Energieauflösung von $\delta E = 20 \text{ keV}$ abgebildet.

1.1.2 Stopping

Die Stoppingpower $\frac{dE}{dx}$ bestimmt den Energieverlust der Ionen beim Durchqueren eines Festkörpers. Dieser kommt sowohl durch die Wechselwirkung der Ionen mit den Elektronen, als auch durch elastische Stöße mit den Kern- oder abgeschirmten Atompotentialen der Atome

der Probe zustande. Der Energieverlust hängt deswegen vom Probenmaterial, aber auch von Ladung und Masse der Ionen ab. Da sich diese Werte nur schlecht berechnen lassen, wurden sie von Andersen [AND77] und vor allen Dingen Ziegler ([ZIE77] [ZIE80]) durch Auswertung vieler Meßdaten in parametrisierter Form erfaßt. Diese Daten wurden immer wieder korrigiert ([ZIE85]), wobei die neueste Fassung ([ZIE98]) aus dem Jahr 1998 stammt. Diese Daten wurden von Ziegler in seine Programme TRIM und SRIM eingearbeitet, deren Code Grundlage aller Stoppingberechnungen dieser Arbeit ist. Damit ergibt sich allgemein für die Energie der gestreuten Ionen:

$$E(x) = K \left(E_0 - \int_0^x \frac{dE}{dx} dx \right) - \int_0^{\frac{x}{\cos\theta}} \frac{dE}{dx} dx. \quad (1.3)$$

Beim Beschuß des Targets verliert das Ion mit der Einschußenergie E_0 sowohl beim Einlaufen als auch beim Auslaufen kinetische Energie. Zusätzlich findet bei der Streuung noch ein Energieübertrag statt, der durch die beteiligten Teilchen bestimmt wird. Somit kann man durch Simulation des Meßspektrums Informationen über das Tiefenprofil erhalten.

1.2 Nukleare Reaktionen (NRA)

Nukleare Reaktionen wurden seit 1930 studiert, und schon damals wurde klar, daß sehr reine Proben mit getrennten Isotopen benötigt werden, um nukleare Reaktionen ungestört voneinander beobachten zu können. Deshalb begann man erst ab 1960 mit der Verwendung dieser Reaktionen zur Materialanalyse. Die Vorteile dieser Methode sind:

- genaue Nachweismöglichkeit einzelner Isotope
- niedrige Nachweisgrenze für viele Nuklide, die durch andere Meßmethoden nur schwer nachweisbar sind
- Möglichkeit der Tiefenprofilierung ohne Zerstörung der Probe
- quantitativer absoluter Nachweis vieler Isotope

Dies führte zur Verwendung der NRA bei vielen Materialien und zur systematischen Erforschung der beteiligten Kernreaktionen, deren Daten in zahlreichen Veröffentlichungen tabelliert sind.

1.2.1 Kernreaktionsarten

Bei der NRA werden Informationen aus einer elastischen oder inelastischen Streuung gewonnen. Dabei gibt es unterschiedliche Typen für die Streuung eines Projektils a am Target A :

$$A + a \implies \begin{cases} A + a & \text{elastische Streuung} \\ A^* + a' & \text{inelastische Streuung (} A^* \text{ angeregt)} \\ B_1 + b_1 & \text{eigentliche Kernreaktion, } b \text{ kann ein oder mehrere Teilchen} \\ B_2 + b_2 & \text{repräsentieren oder auch ein } \gamma\text{-Quant sein} \\ & \vdots \end{cases}$$

Grundsätzlich schreibt man solche Reaktionen, bei denen ein Teilchen a auf einen Targetkern A fällt, in der Form $A(a,b)B$. Dabei bezeichnet B den Kern nach der Reaktion, und b das

Teilchen oder auch γ -Quant, das das Target verläßt. Ein Beispiel ist die Wasserstoffnachweisreaktion mit Stickstoff ${}^1\text{H}({}^{15}\text{N}, \alpha\gamma){}^{12}\text{C}$. Dabei gibt es neben der elastischen Streuung noch weitere Reaktionstypen. Das Teilchen kann so gestreut werden, daß es einen Teil seiner Energie auf ein Nukleon im Target überträgt und sich mit verminderter Energie weiterbewegt. Das Energiespektrum der gestreuten Teilchen spiegelt dann das Anregungsspektrum des Targetkerns wider. Der Energieübertrag an den Targetkern kann auch so erfolgen, daß Rotations- oder Vibrationszustände angeregt werden. Oder das Projektil wird eingefangen und überträgt seine Energie auf ein anderes Teilchen, das den Kern verläßt. Diese Reaktionsprozesse laufen in einem Zeitrahmen von etwa 10^{-22} s ab.

1.2.2 Compound-Kern-Reaktionen

Eine weitere Reaktionsmöglichkeit ist, daß weder das Projektil noch das angestoßene Nukleon den Kern verläßt. Die Energie verteilt sich stattdessen auf viele Nukleonen. Erst wenn durch statistische Schwankungen auf ein Teilchen wieder so viel Energie übertragen wird, daß es den Kern verlassen kann, kommt es zu einem Zerfall. Man nennt dies eine Compound-Kern-Reaktion. Sie dauert sehr viel länger als die oben genannten Reaktionstypen, typischerweise bis zu 10^{-16} s. Da Lebensdauer τ und Energieschärfe Γ über die Unschärferelation $\tau \approx \hbar/\Gamma$ miteinander verknüpft sind, erhält man für Compound-Kern-Reaktionen scharfe Resonanzen im Wirkungsquerschnitt. Diese Reaktionsprozesse eignen sich deshalb besonders gut zur isotopenspezifischen Tiefenprofilierung.

1.2.3 Energieverhältnisse

Die Gesamtenergie einer Kernreaktion unter Einschluß der Ruhemassen bleibt zwar konstant, die Summe der kinetischen Energien aber nicht notwendigerweise, da bei den Reaktionspartnern verschiedene Bindungsenergien auftreten können. Man definiert daher den Q -Wert einer Reaktion als Differenz der kinetischen Energie des Projektils E_a vor der Reaktion und der kinetischen Energien der entstehenden Teilchen E_B und E_b danach:

$$Q = E_B + E_b - E_a \quad (1.4)$$

Da die Gesamtenergie erhalten bleibt, ist Q gleichzeitig die Differenz der Ruhemassen des Anfangs- und Endzustands. Führt die Reaktion auf einen angeregten Zustand B^* , so muß der Q -Wert um die Anregungsenergie E_x korrigiert werden, und man erhält zu jedem Anregungszustand x einen speziellen Q -Wert $Q_x = Q - E_x$. Die Energieniveaus vieler Kernzustände findet man tabelliert in Veröffentlichungen, wie zum Beispiel den NUCLEAR DATA SHEETS [Nuc].

1.3 Ioneninduzierte Röntgenemission (PIXE)

PIXE (Particle induced X-Ray Emission) ist eine Methode, die vor allen Dingen bei dünnen Schichten zur Multielementanalyse eingesetzt werden kann. Ihre Vorteile sind dabei die Zerstörungsfreiheit der Proben und die kurzen Meßzeiten, die normalerweise im Minutenbereich liegen. Die meisten Elemente, die schwerer als Sauerstoff sind, können nachgewiesen werden, wobei die Nachweisgrenze teilweise im ppm-Bereich liegt. Die Identifikation gelingt dabei durch die charakteristische Röntgenstrahlung jedes Elements, deren Energie durch den Übergang eines Elektrons in einem Atom i von einem Zustand l in einen Zustand m festgelegt ist

und deren Intensität proportional zur Konzentration dieses Elements im Material ist. Für die Zahl der detektierbaren Röntgenquanten Y_{lm}^i in einer dünnen Schicht der Dicke d gilt dann:

$$Y_{lm}^i = N_0 N_i \Omega \epsilon(E_{lm}^i) T(E_{lm}^i) \sigma_{lm}^i(E) \frac{d}{\cos(\alpha)} \quad (1.5)$$

Dabei wird mit N_i die atomare Dichte des Elements i , mit Ω der Öffnungswinkel des Röntgendetektors, mit $\epsilon(E_{lm}^i)$ die Effizienz des Detektors bezeichnet. $T(E_{lm}^i)$ berücksichtigt dabei die Verluste durch einen Absorber bei der Röntgenquantenenergie von E_{lm}^i . Mit σ_{lm}^i wird der Röntgenproduktionsquerschnitt, also das Produkt von Ionisationswirkungsquerschnitt und Quantenausbeute des Übergangs l nach m bei einer Projektilenergie E bezeichnet, und α ist der Winkel zwischen Oberflächennormale und dem Ionenstrahl.

1.4 Channeling in Kristallen

Wählt man als Target einen kristallinen Festkörper, so treten beim Beschuß mit Projektilen Effekte auf, die man als Channeling bezeichnet. Dabei treffen die Projektile unter einem

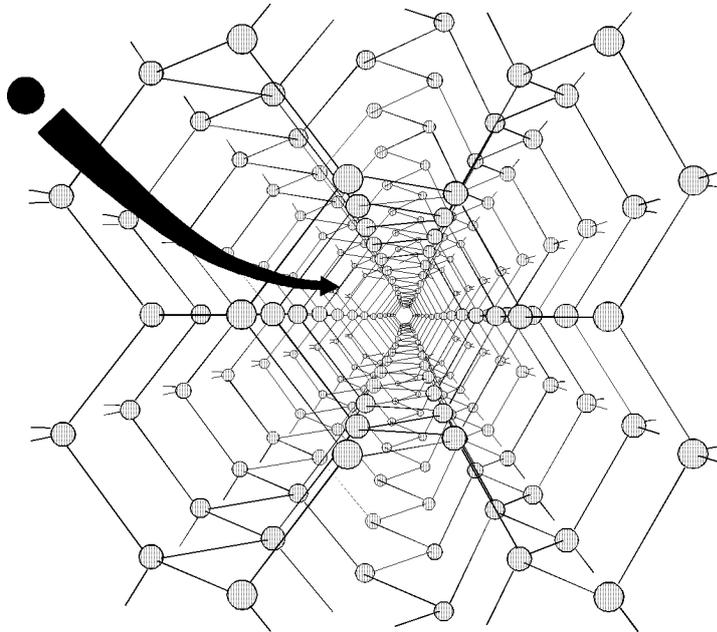


Abbildung 1.4: Axiales Channelingbild

bestimmten Winkel auf das Kristallgitter und werden so in den Kristallachsen und -ebenen durch Kleinwinkelstreuung geführt. Zu beobachten ist dieser Effekt sowohl bei positiv oder negativ geladenen Ionen bzw. Elektronen als auch bei neutralen Projektilen, zum Beispiel Neutronen. Dieser Channeling-Effekt kann ausgenutzt werden, um Defekt- oder Gitterplatzanalysen an kristallinen Festkörpern durchzuführen.

1.4.1 Axiales und planares Channeling

Orientiert man den einlaufenden Ionenstrahl entlang einer niederindizierten Kristallachse, so erhält man axiales Channeling. Dabei werden die Ionen durch Kleinwinkelstreuung ent-

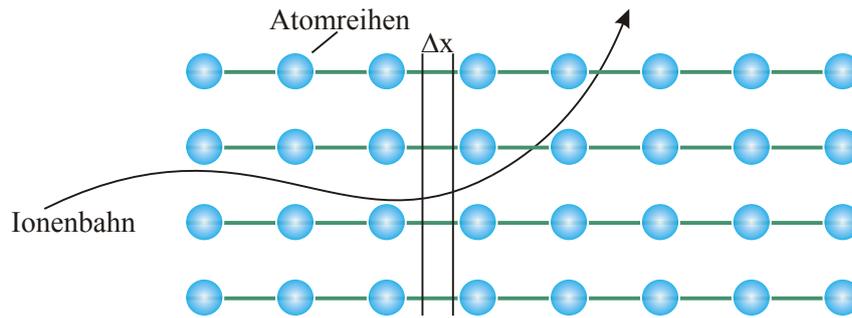
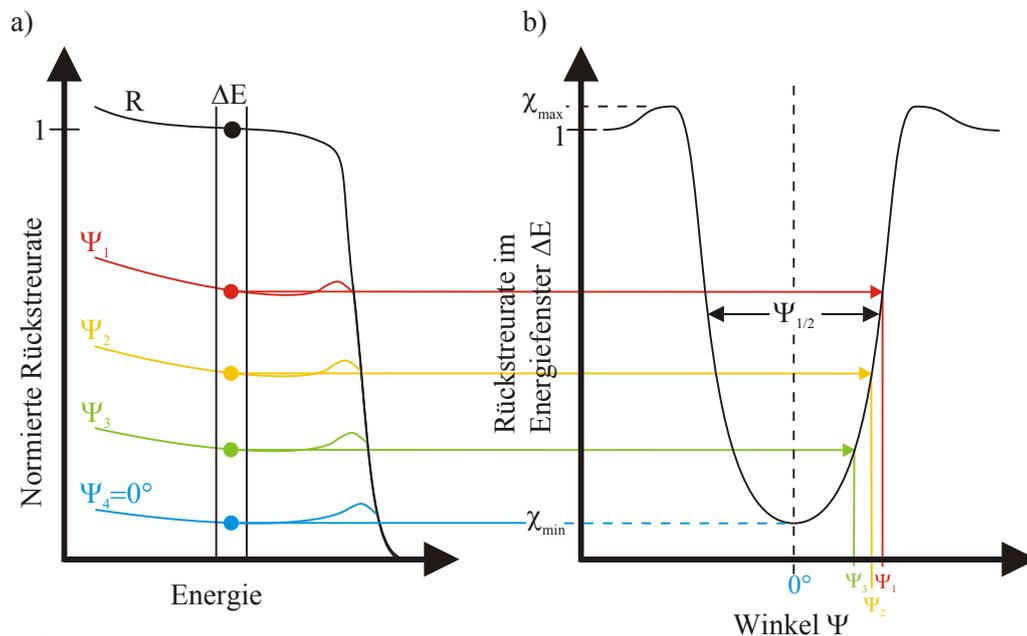


Abbildung 1.5: Schema des axialen Channeling

lang der Atomreihen geführt und dringen, da die Wahrscheinlichkeit der Wechselwirkung durch Streuungen oder Kernreaktionen vermindert ist, oft sehr tief in den Kristall ein. Diejenigen Ionen, die unter großem Winkel an den Atomreihen gestreut werden, bewegen sich anschließend ohne bevorzugte Richtung im Kristall und bilden den Randomanteil an Ionen, der nachgewiesen werden kann.

Den gleichen Effekt kann man beobachten, wenn man den Ionenstrahl entlang einer niederindizierten Kristallebene auftreffen läßt. Hierbei werden die Ionen dann entlang von Ebenen bestehend aus den Atomen geführt. Der Randomanteil ist hierbei wesentlich schwächer, wodurch der planare Channeling-Effekt weniger deutlich ausfällt als der axiale. Durch eine

Abbildung 1.6: RBS-Bild und Channelingdip



a) RBS-Spektren unter verschiedenen verdrehten Winkeln Ψ_i gegenüber dem axialen Kanal mit Random-Spektrum R

b) Winkelscan über einen der axialen Kanäle

kombinierte Messung von RBS und Channeling ist es möglich, diesen Anteil in Abhängigkeit

des Einschußwinkels zu messen. Man erhält einen Winkelscan wie in Abbildung 1.6, bei dem für $\Psi = 0$ der Einfallswinkel mit der Kristallachse übereinstimmt. Die Zählrate wird dabei in Randomrichtung auf 1 normiert. Dabei bezeichnet man als Randomrichtung eine Richtung, die bezüglich des Kristalls keinerlei Ausrichtung auf eine niederindizierte Kristallachse besitzt. Man kann somit die minimale Rückstreureate χ_{\min} , die Winkelhalbwertsbreite $\Psi_{1/2}$ und die maximale Rückstreureate χ_{\max} bestimmen. Mit diesen Werten kann man Angaben über die Defektrate und -typen im Kristallgitter machen. Welche Modelle dafür benötigt werden und wie diese Defekte zu bestimmen sind, wird in Kapitel 2 weiter erläutert.

1.4.2 Kontinuumsmodell

Für dicht gepackte Strukturen kann der Channeling-Effekt durch Ionenstreuung an Atomreihen oder Ebenen modelliert werden. Das Kontinuumsmodell von LINDHARD aus dem Jahr 1965 [LIN65] geht davon aus, daß diese Ionenstreuung durch eine Streuung an einem kontinuierlichen Potential angenähert werden kann. Die diskrete Wechselwirkung zwischen einzelnen Atomen und Ionen wird dabei nicht berücksichtigt, da jede Kollision, die die Ionen im Kanal hält, als eine Mittelung über viele individuelle Atom-Ion Wechselwirkungen betrachtet werden kann. Beim axialen Channeling wird das Kontinuumspotential durch eine Mittelung

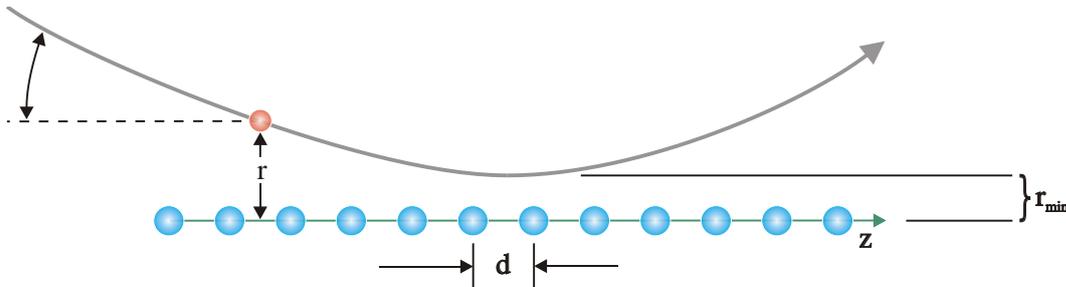


Abbildung 1.7: Ionenstreuung an Atomreihen mit Bezeichnungen für das Kontinuumspotential

über alle Potentiale dieser Reihe aufgebaut:

$$U(r) = \frac{1}{d} \int_{-\infty}^{\infty} V(\sqrt{z^2 + r^2}) dz \quad (1.6)$$

Dabei bezeichnet $V(r)$ das Potential zwischen den Atomen; die Größen d , r und z sind aus Abbildung 1.7 ersichtlich. Ein mögliches Potential hierfür ist das Lindhard-Potential:

$$V_L = Z_1 Z_2 e^2 \left(\frac{1}{r} - \frac{1}{\sqrt{r^2 + c^2 a^2}} \right). \quad (1.7)$$

Dabei ist Z_1 die Ordnungszahl des einlaufenden Ions, Z_2 die des Targetmaterials, e ist die Elementarladung, a bezeichnet den Thomas-Fermi Abschirmradius und $c^2 \approx 3$ ist ein Fitparameter. Setzt man nun Gleichung (1.7) als Potential ein, so kann man Gleichung (1.6) analytisch lösen:

$$U(r) = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{d} \right) \ln \left[\left(\frac{ca}{r} \right)^2 + 1 \right]. \quad (1.8)$$

Die kinetische Energie E des Ions läßt sich in eine Energie E_p parallel zur Atomreihe und eine Energie E_s senkrecht zur Atomreihe aufteilen. Die Transversalenergie E_T besteht damit

aus dem kinetischen Anteil E des Ions und einer Potentialenergie U , die die Wechselwirkung zwischen Ion und Atomreihe beschreibt. Diese Transversalenergie ist für ein Ion am Punkt r mit dem Einschubwinkel Ψ gegeben durch:

$$E_T = E_s + U(r) = E \sin^2 \Psi + U(r)$$

$$\implies E_T = E\Psi^2 + U(r) \quad \text{für } \Psi \ll 1 \quad (1.9)$$

Wenn die Transversalenergie des Ions größer wird als die Potentialenergie, die es im Kanal hält, dann verläßt es diesen Kanal. Somit kann man einen minimalen Abstand r_c von einer Atomreihe definieren, bis zu dem Ionen noch durch Streuung im Kanal stabil geführt werden. Dies führt zu einem kritischen Winkel Ψ_c für das einlaufende Ion, für den die transversale Energie gerade gleich groß wie das kritische Kontinuumspotential $U(r_c)$ ist. Aufgrund der thermischen Bewegung der Atome wird der minimale Abstand r_c variiert, und man definiert einen neuen Wert ρ_c . Aus Gleichung (1.9) erhält man dann:

$$\Psi_c = \sqrt{\frac{U(\rho_c)}{E}}. \quad (1.10)$$

Der kritische Winkel Ψ_c ist ein theoretischer Wert, der experimentell nicht direkt zugänglich ist. Aber er ist proportional zur Halbwertsbreite $\Psi_{1/2}$ des Winkelscans. Damit erhält man für das Standardpotential von Lindhard folgende Proportionalitäten:

$$\Psi_{1/2} \sim \Psi_c \sim \sqrt{\frac{Z_1 Z_2}{E}}. \quad (1.11)$$

Der kritische Abstand ρ_c erlaubt es auch, eine Angabe der minimalen normierten Rückstreurate χ_{\min} zu machen. Mit der Atomdichte N und dem Abstand d der Atome ergibt sich:

$$\chi_{\min} = Nd\pi\rho_c^2. \quad (1.12)$$

Diese vom Strahl unabhängigen Werte werden durch die Eigenschaften des Kristalls bestimmt und ermöglichen somit eine Bestimmung der Qualität des Kristalls.

1.5 Channeling mit NRA

Durch die Kombination von NRA und Channeling erhält man nuclear resonance channeling (NRC). Damit ist es in Einkristallen möglich, Informationen über den genauen Einbau von Fremdatomen zu erhalten. Dazu müssen gleichzeitig das RBS-Spektrum und die nukleare Reaktion detektiert werden. Aus dem Vergleich der normierten Winkelscans von RBS-Messungen an der Matrix und NRA-Messungen an den Fremdelementen, ist es möglich, eine Gitterplatzbestimmung der Fremdatome vorzunehmen.

KAPITEL 2

Defekt- und Strukturanalysen mit Ionenchanneling

Für viele Eigenschaften von Festkörpern sind Defekte im Kristallgitter verantwortlich. Um elektrische, optische oder mechanische Eigenschaften bestimmen zu können, ist es deshalb wichtig die Defektbildung schon während der Herstellung zu kontrollieren.

Der Channeling-Effekt reagiert sehr empfindlich auf strukturelle Defekte im Kristallgitter. Jeder dieser Defekte, wie zum Beispiel Fremdatome im Kanal oder versetzte Atome, hat einen typischen Einfluß auf die Trajektorie eines Ions im Kanal. Er wird mit einem Dechannelingfaktor σ_D beschrieben, der das Verhältnis der herausgestreuten Teilchen zu den Ionen im Kanal angibt. Dieser Faktor ermöglicht es, die Anzahl der Defekte und ihre tiefenabhängige Verteilung zu ermitteln.

2.1 Defektbestimmung im Kristallgitter

Um den Einfluß von Defekten auf das Dechanneling zu verstehen, muß das Dechanneling im perfekten Kristall bekannt sein. Die Ionen, die in einem Kanal geführt werden, durchlaufen eine Vielzahl von Kleinwinkelstreuungen mit den Elektronen des Kristallgitters. Deshalb wird der Anteil der Transversalenergie an der Gesamtenergie der Ionen mit zunehmender Tiefe größer (Abbildung 2.1). Damit nähern sich die Ionen den Kristallatomen mit zunehmender Eindringtiefe an und werden häufiger an vor allen thermisch ausgelenkten Atomen gestreut.

Dies führt letztendlich zu einer Erhöhung der Rückstreurrate mit zunehmender Tiefe auch im perfekten Kristall. Diese Rückstreurrate hängt aufgrund der unterschiedlichen Elektronenverteilungen in verschiedenen Kristallkanälen und Ebenen von der Orientierung des Kristalls zum Ionenstrahl ab und ist in nieder-

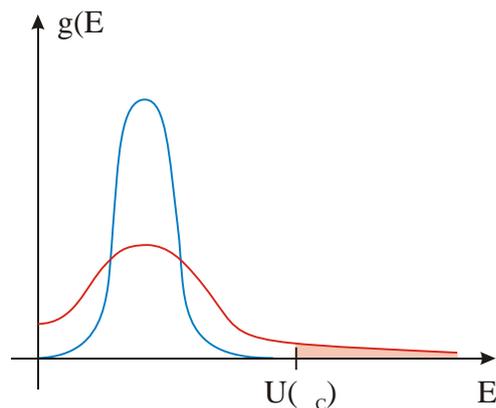


Abbildung 2.1: Die Verteilung der transversalen Energie $g(E_{\perp})$ der Ionen

indizierten Richtungen deutlich niedriger. Gitterdefekte im Kristall können das Dechanneling

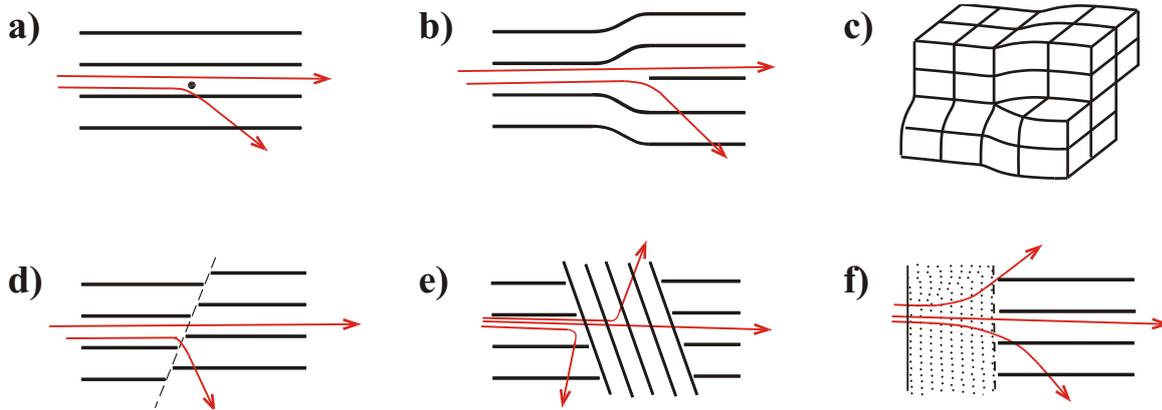


Abbildung 2.2: Die wichtigsten Gitterdefekte, die durch Channelingmessungen detektiert werden: a) Punktdefekt, b) Stufenversetzung, c) Schraubenversetzung, d) Stapelfehler, e) Zwilling, f) amorpher Bereich [FEL82]

gegenüber einem perfektem Kristall nochmals deutlich erhöhen. Streuprozesse an Atomen auf Zwischengitterplätzen im Kanal führen zu deutlich größeren Ablenkungen oder sogar zur direkten Rückstreuung der Ionen. Ausgedehnte Gitterdefekte dagegen können eine Vielzahl von Kanälen verbiegen, so daß die Ionen teilweise dem neuen Kanal nicht folgen können und gestreut werden. Zusammenfassend kann man sagen, daß Dechannelingeffekte dann auftreten, wenn die Gitterstörung signifikant im Vergleich zum kritischen Winkel für die im Kanal geführten Ionen ist. Wichtig ist dabei immer die Trennung zwischen dem Dechannelingeffekt im perfekten Kristall und dem zusätzlichen Anteil aufgrund von Defekten. Die wichtigsten Defekttypen, die Ionen dazu bringen, den Kristallkanal zu verlassen, sind schematisch in Abbildung 2.2 dargestellt.

2.1.1 Bestimmung des Defekttyps

Der Beitrag des Dechannelings und der direkten Rückstreurate bei RBS-Messungen ist abhängig von der Art und der Konzentration der Defekte im Kristall. Atome auf Zwischengitterplätzen, Versetzungen und Zwillingsbildung beim Kristallwachstum erhöhen diesen Beitrag, da dadurch Atome direkt im Weg der Ionen im Kanal sitzen. Die Wahrscheinlichkeit $\frac{dP_D}{dz}$ des Dechannelings ist gegeben als Produkt aus dem Dechannelingfaktor σ_D und der Defektdichte n_D in Abhängigkeit von der Tiefe:

$$\frac{dP_D}{dz} = \sigma_D n_D(z). \quad (2.1)$$

Der Dechannelingfaktor σ_D weist je nach Defekttyp unterschiedliche Einheiten auf, ebenso wie die Defektdichte n_D . Die Einheit von $\sigma_D n_D$ ist dagegen immer durch $\frac{1}{cm}$ gegeben. Die Abhängigkeiten der Einheiten vom Defekttyp sind in Tabelle 2.1 angegeben. Für die verschiedenen Defekttypen findet man folgende verschiedene Energieabhängigkeiten [BIR89, Seite 283] und mit Gleichung 1.11 auch die zugehörigen Proportionalitäten zur Halbwertsbreite:

- Punktdefekte mit $\sigma_D \sim \frac{1}{E} \sim \Psi_{1/2}^2$
- Flächen- und Volumendefekte mit der Eigenschaft, daß σ energieunabhängig ist
- Liniendefekte mit $\sigma \sim \sqrt{E} \sim (\Psi_{1/2})^{-1}$

Durch energieabhängige Messungen des Dechannelings kann man mit Hilfe dieser Proportionalitäten eine Aussage über den Defekttyp und dessen Tiefenverteilung machen. Als Al-

Defekttyp	Einheit von σ_D	Einheit von n_D
Punktdefekt	Fläche (cm^2)	$\frac{\text{Anzahl}}{\text{Einheitsvolumen}} (\text{cm}^{-3})$
Liniendefekt	$\frac{\text{Fläche}}{\text{Defektlänge}} (\text{cm})$	$\frac{\text{Defektlänge}}{\text{Einheitsvolumen}} (\text{cm}^{-2})$
Ebenendefekte	$\frac{\text{Fläche}}{\text{Defektgebiet}} (-)$	$\frac{\text{Defektgebiet}}{\text{Einheitsvolumen}} (\text{cm}^{-1})$
Volumendefekte	$\frac{\text{Fläche}}{\text{Defektvolumen}} (\text{cm}^{-1})$	$\frac{\text{Defektvolumen}}{\text{Einheitsvolumen}} (-)$

Tabelle 2.1: Übersicht über die Einheiten von σ_D und n_D für verschiedene Defekttypen

ternative dazu bietet sich die Möglichkeit an, verschiedene Kristallkanäle oder Ebenen zu untersuchen und $\Psi_{1/2}$ zu bestimmen. Wegen $E \sim \Psi_{1/2}^{-2}$ kann man auch hiermit den Dechannelingfaktor σ_D bestimmen.

2.1.2 Tiefenbestimmung der Defekte

Um die Defekte im Kristall tiefenabhängig analysieren zu können, wird der eindringende Ionenstrahl nach Abbildung 2.3 in zwei Teile zerlegt: In einen Anteil χ_R , der als Randomanteil bezeichnet wird, und einen Anteil $(1 - \chi_R)$, der den Ionenstrahl, der im Kanal geführt wird, beschreibt. Durch Defekte wird dabei der Randomanteil χ_R erhöht, da der Anteil der

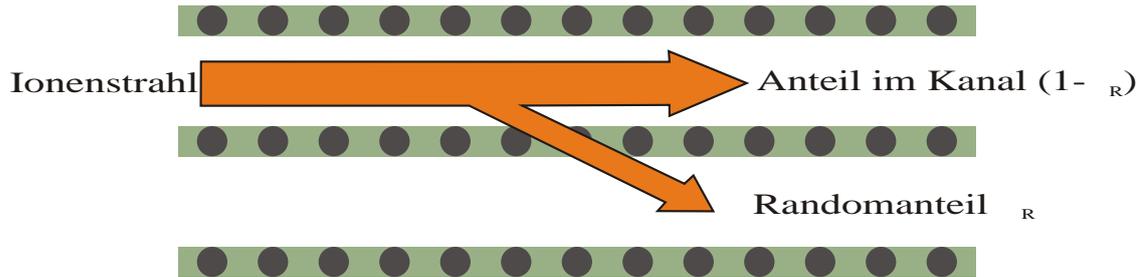


Abbildung 2.3: Schema zum Ionenstrahl im Kristallkanal und dessen Aufteilung in Randomanteil und weitergeführten Kanalanteil

Ionen im Kanal durch direkte Rückstreuung an den Defekten verringert wird. Die totale Defektrückstreurate χ_D ist dann durch

$$\chi_D(z) = \chi_R(z) + [1 - \chi_R(z)] \frac{fn_D(z)}{N} \quad (2.2)$$

gegeben, wobei N die Anzahl der Atome pro Einheitszelle und f die Wahrscheinlichkeit der direkten Rückstreuung bezeichnet. Durch Kenntnis des Randomanteils χ_R kann der Faktor $f \cdot n_D$ durch Messung der Rückstreurrate χ_D berechnet werden. Da der Anteil χ_R aber nicht direkt meßbar ist, muß er aus der Rückstreuung χ_V für einen defektfreien Kristall berechnet werden.

Die totale differentielle Wahrscheinlichkeit P_T des Dechannelings setzt sich also aus einem Beitrag P_D aufgrund der Defekte und einem Beitrag P_V , der den Dechannelinganteil in einem perfekten Kristall beschreibt, zusammen. Vernachlässigt man Wechselwirkungen zwischen diesen zwei Prozessen, so erhält man:

$$dP_T(z) \approx dP_D(z) + dP_V(z). \quad (2.3)$$

Die Abnahme des Channelinganteils $(1 - \chi_R)$ ist folgendermaßen mit der Wahrscheinlichkeit des Dechannelingeffekts verknüpft:

$$\frac{d[1 - \chi_R(z)]}{dz} = -[1 - \chi_R(z)] \frac{dP_T}{dz} \quad (2.4)$$

Durch Integration und Einsetzen von Gleichung (2.1) und (2.3) erhält man:

$$\frac{[1 - \chi_R(z)]}{[1 - \chi_R(0)]} = \exp \left[- \int_0^z \sigma_D n_D(z') dz' \right] \exp \left[- \int_0^z dP_V(z') \right]. \quad (2.5)$$

In einem perfekten Kristall gilt $n_D(z) = 0$ und es folgt mit $[1 - \chi_V]$ für den Channelinganteil im Kanal des perfekten Kristalls:

$$\exp \left[- \int_0^z dP_V(z') \right] = \frac{[1 - \chi_V(z)]}{[1 - \chi_V(0)]}. \quad (2.6)$$

Da die Channelinganteile für perfekte und defekte Kristalle an der Oberfläche gleich sind, also $[1 - \chi_V(0)] = [1 - \chi_R(0)]$ gilt, folgt für (2.5) mit Verwendung von (2.6):

$$\begin{aligned} \chi_R(z) &= 1 - [1 - \chi_V(z)] \exp \left(- \int_0^z \sigma_D n_D(z') dz' \right) \\ \implies \chi_R(z) &= \chi_V(z) + [1 - \chi_V(z)] \left[1 - \exp \left(- \int_0^z \sigma_D n_D(z') dz' \right) \right] \end{aligned} \quad (2.7)$$

Der Randomanteil im defekten Kristall setzt sich damit aus dem monoton mit z wachsenden Dechannelinganteil im perfekten Kristall und dem Dechannelinganteil aufgrund der direkten Rückstreuung an allen Defekten bis zur Tiefe z zusammen. Für die totale Rückstreurrate χ_D erhält man durch Einsetzen von Gleichung (2.7) in (2.2):

$$\begin{aligned} \chi_D(z) &= \chi_V(z) + [1 - \chi_V(z)] \left[1 - \exp \left(- \int_0^z \sigma_D n_D(z') dz' \right) \right] + \\ &+ [1 - \chi_V(z)] \frac{f n_D(z)}{N} \exp \left(- \int_0^z \sigma_D n_D(z') dz' \right) \end{aligned} \quad (2.8)$$

Für geringe Defektkonzentrationen $\frac{n_D}{N} \ll 1$ und $\chi_V \ll 1$ gilt die Näherung:

$$\chi_D(z) \approx \chi_V(z) + \frac{f n_D(z)}{N} + \left[1 - \exp \left(- \int_0^z \sigma_D n_D(z') dz' \right) \right] \quad (2.9)$$

Für den Fall, daß hauptsächlich ein Defekttyp im Target vorliegt und der Wert für f in Gleichung 2.2 angegeben werden kann, ist die Defektdichte iterativ bestimmbar. Bei dünnen Defektbereichen in sonst perfekten Kristallen ist es sogar möglich, diese direkt zu bestimmen. Da die direkte Rückstreureate nur in einem bestimmten Tiefenbereich zu χ_D hinzuaddiert wird (Abb. 2.4a) und der Dechannelingeffekt zu einem monoton ansteigenden Beitrag der Rückstreuung führt (Abb. 2.4b), erhält man als experimentell gemessene Rückstreureate (Abb. 2.4c) die Summe dieser Beiträge. Theoretisch ist es möglich, die Verteilung dieser Defekte

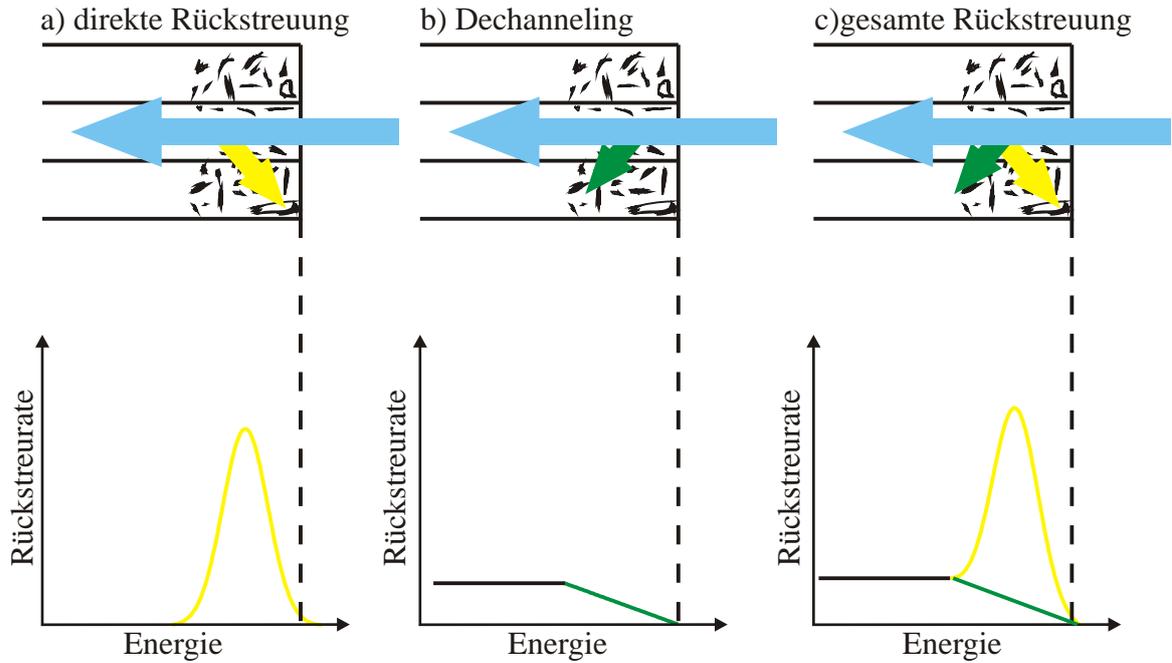


Abbildung 2.4: Schema zum Aufbau des RBS-Verlaufs: a) die direkte Rückstreureate an Defekten, b) der Beitrag des Dechanneling und c) die Addition der beiden Beiträge zur gesamten Rückstreureate

direkt aus der gemessenen Rückstreureate zu entfalten.

Defekte bewirken eine Störung des Gitters, wodurch normalerweise die Dechannelingrate stark ansteigt und damit die Anteile der direkten Rückstreuung fast vollständig unterdrückt. Für diesen Fall kann man $f = 0$ ansetzen, und es folgt aus Gleichung 2.2 $\chi_D = \chi_R$. Nimmt man an, daß der Dechannelingfaktor σ innerhalb des interessanten Bereichs konstant bleibt, dann kann man Gleichung 2.7 auflösen zu:

$$n(z) = \frac{1}{\sigma} \frac{d}{dz} \left\{ \ln \left(\frac{1 - \chi_V(z)}{1 - \chi_D(z)} \right) \right\} \quad (2.10)$$

Damit ist das Produkt $\sigma n(z)$ aus Gleichung 2.10 nur von experimentellen Parametern abhängig. Will man allerdings genauere Aussagen über den Einbau von Defekten machen, so muß man Gleichung 2.2 mit einem Faktor $f \neq 0$ betrachten.

2.1.3 Qualitative Defektanalyse

Aus der Berechnung des Wirkungsquerschnittes σ_D in Abschnitt 2.1.1 geht hervor, daß die verschiedenen Defekttypen unterschiedliche Abhängigkeiten von der Ionenenergie aufweisen. Die differentielle Wahrscheinlichkeit für defektinduziertes Dechanneling ist nach Gleichung 2.1 nur durch die Energieabhängigkeit von σ_D festgelegt. Ist es möglich, aus Messungen mit verschiedenen Ionenenergien die Abhängigkeit von $\frac{dP_D}{dz}$ zu bestimmen, so kann daraus eine qualitative Bestimmung des dominanten Defekttyps erfolgen. Um das zeitaufwendige Ändern der Ionenenergie zu vermeiden, kann auch noch eine andere Variante zur Bestimmung des Defekttyps angewandt werden, da nach Gleichung 1.11 die Energie E proportional zu $\Psi_{1/2}^{-2}$ ist. Somit liefert die minimale Rückstreureate in unterschiedlichen Kristallkanälen und Ebenen bei

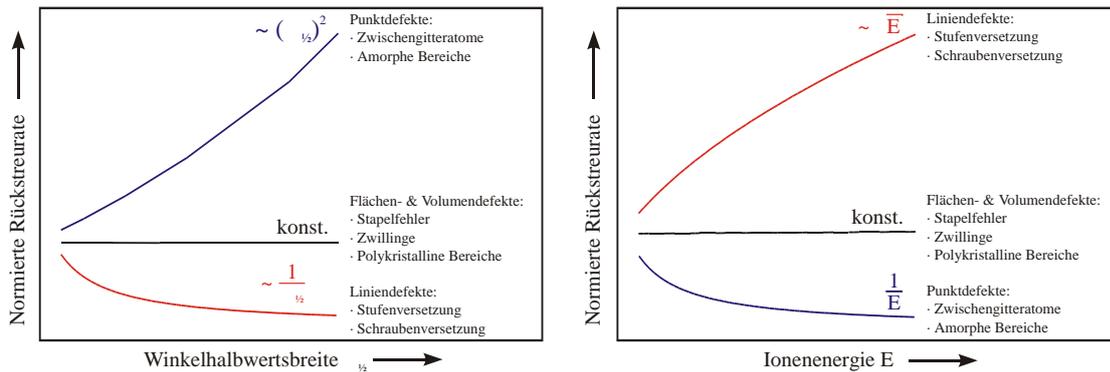


Abbildung 2.5: Abhängigkeit für verschiedene Defekttypen bei der normierten Rückstreureate beim RBS-Channeling sowohl von der Ionenenergie E als auch von der Winkelhalbertsbreite der Channelingdips $\Psi_{1/2}$

gleicher Ionenenergie dieselbe Information. In diesem Fall wird dann die normierte minimale Rückstreureate gegen den kritischen Winkel Ψ_C aufgetragen, wie in Abbildung 2.5 schematisch gezeigt wird.

Trotz der unterschiedlichen Energieabhängigkeiten der verschiedenen Defekttypen stößt diese Methode an ihre Grenzen, falls mehrere Defekttypen in ungefähr gleicher Größenordnung im Kristall vorkommen. Eine Trennung der einzelnen Beiträge zum Dechanneling ist dann nicht mehr möglich, und es müssen andere, mikroskopische Methoden verwendet werden.

2.2 Gitterplatzanalyse von Fremdelementen

Werden in einem Kristallgitter Fremdatome eingelagert, so können sie aufgrund ihrer eingenommenen Positionen die elektrischen und optischen Eigenschaften verändern. Dabei gibt es grundsätzlich die Möglichkeit des substitutionellen Einbaus auf regulären Gitterplätzen oder des Einbaus auf Zwischengitterplätzen. Welcher Einbautyp bevorzugt wird, hängt von der Elektronenkonfiguration und der Größe des Fremdelements, aber auch von der Art des Einbaus, ab.

Generell ist es allerdings nicht möglich, die Position exakt vorherzusagen. Wechselwirkungen sowohl zwischen verschiedenen Fremdatomen als auch zwischen Störungen und Wirtsgitter bilden zusätzliche Faktoren, die den Einbau beeinflussen [FEL82, Seite 85f]. Die Lokalisation

von Fremdelementen ist eine gern genutzte Anwendung des Channelings, da oft selbst einige wenige ppm der Verunreinigungen noch nachgewiesen werden können.

2.2.1 Ionenflußverteilung im Kanal

Die kinetische Energie E_T von Ionen, die in einem Kanal senkrecht zu den Atomreihen geführt werden, ist abhängig von deren Position in einer Ebene senkrecht zum Kanal. Mit wachsender Eindringtiefe wird dabei ein statistisches Gleichgewicht erreicht, in dem Ionen mit einer gegebenen Transversalenergie E_T gleichförmig in einem Äquipotentialgebiet $A(E_T)$ verteilt sind. Dieses wird bestimmt durch den Einfallswinkel Ψ relativ zur Kristallachse, die gesamte kinetische Energie E des Ions und durch den Ort r_{IN} , an dem das Teilchen in den Kristall eintritt. Nach dem Kontinuumsmodell gilt für kleine Winkel nach Gleichung 1.9:

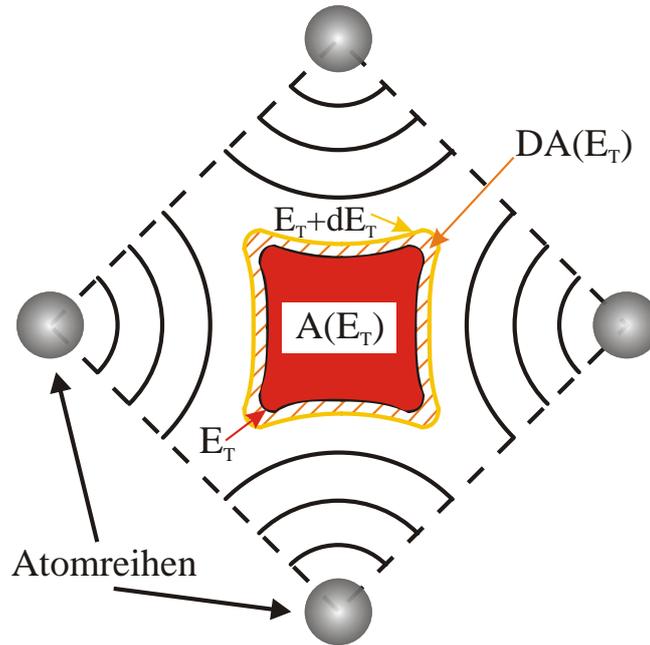


Abbildung 2.6: Schematischer Verlauf der Äquipotentiallinien entlang eines der axialen Kanäle

$$E_T(\Psi) = E\Psi^2 + U(r_{IN}) \quad (2.11)$$

Das Gebiet $A(E_T)$ wird durch folgende Ungleichung definiert [BIR89, Seite275] [FEL82, Seite73]:

$$E_T(r, E, \Psi) \geq U(r) \quad (2.12)$$

Alle Ionen mit einer Transversalenergie E_T werden zu demjenigen Gebiet gezählt, in dem die Potentialenergie $U(r)$ kleiner als E_T ist. Mit der Kenntnis der transversalen Energieverteilung der einlaufenden Ionen ist es nun möglich, die Flußverteilung der Ionen im Gleichgewichtszustand zu berechnen. Die Verteilung beim axialen Channeling für Teilchen, die im Winkel Ψ auftreffen, ist gegeben durch die Integration über alle Teilchen in einem Gebiet A , man erhält also:

$$F(r, \Psi) = \int_{E_T \geq U(r)} \frac{dA(r_{IN})}{A(E_T)} \quad (2.13)$$

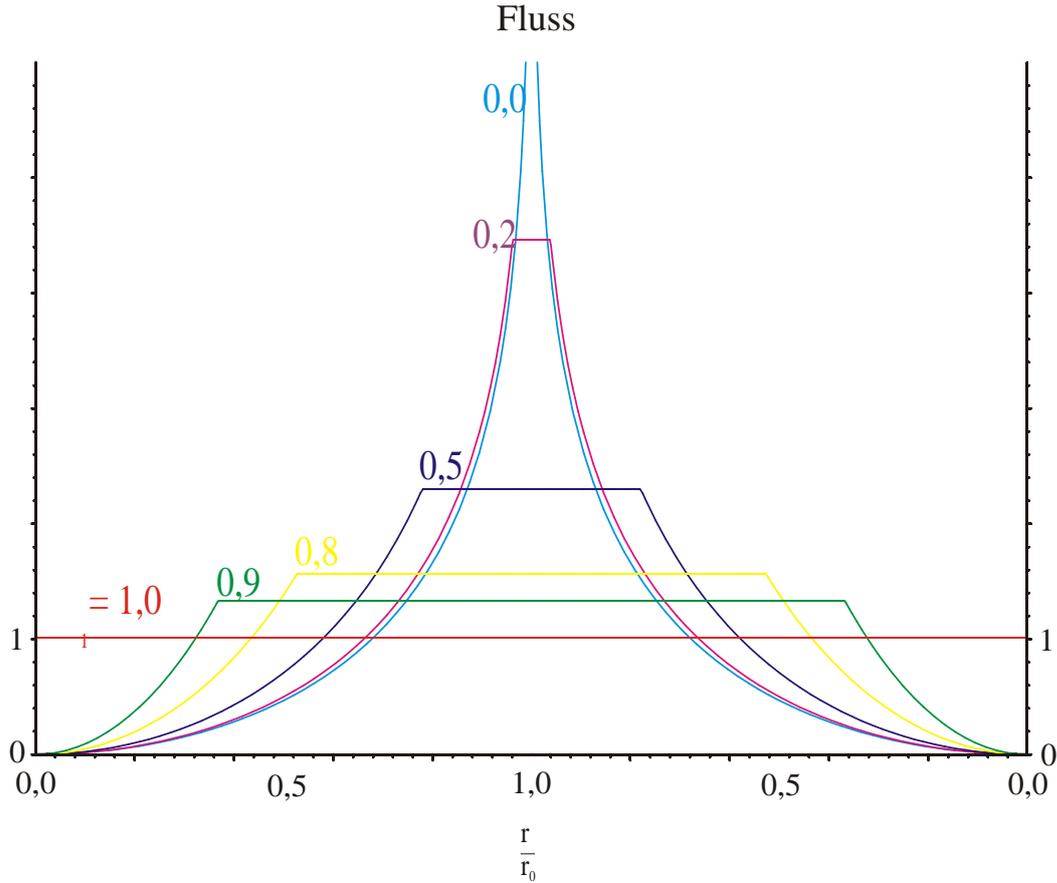


Abbildung 2.7: Berechnete Flußverteilung im axialen Kanal für verschiedene Einfallswinkel Ψ des Ionenstrahls

Mit $U(r_{IN}) + E\Psi^2 \geq U(r)$ wird dabei das Gebiet definiert, in dem sich Teilchen mit einem Abstand r_{IN} von den Atomreihen aufhalten können. Die Normierung wird so gewählt, daß $F(r, \Psi) = 1$ für einen gleichmäßig verteilten Fluß gilt.

Setzt man Zylindersymmetrie mit Radius r_0 für den Kristallkanal an und verwendet das Standardpotential aus Gleichung 1.7 (Seite 10), so kann man das Integral mit $\Psi_1 = \frac{2Z_1Z_2e^2}{Ed}$ analytisch lösen [BIR89, Seite 275] und erhält:

$$F(r, \Psi) = \exp\left(\frac{2\Psi^2}{\Psi_1^2}\right) \ln\left(\frac{r_0^2}{r_0^2 - r^2}\right) \quad (2.14)$$

Für $r = 0$, also am Ort der Atomreihen, wird der Fluß dabei Null, während für $r = r_0$, also in der Kanalmitte, Gleichung 2.14 aufgrund der Näherung eine Singularität aufweist. Im Kanal wird hier also ein sehr hoher, aber natürlich beschränkter Ionenfluß zu finden sein, wie er in Abbildung 2.7 angedeutet zu erkennen ist. Neuere Messungen zur Winkelabhängigkeit findet man zum Beispiel in [AZE01].

Von FEARICK wurden die Potentiale der drei Hauptachsen speziell für ein Diamantgitter berechnet. Allerdings wurde, um eine genauere Beschreibung zu erhalten, statt dem Lindhard-Potential das Potential von Doyle und Turner mit Koeffizienten verwendet, die für Diamant optimiert wurden. Dieses lautet in reduzierten Einheiten bei Zimmertemperatur:

$$U(r) = \frac{2a_0}{Z_2} \sum_{i=1}^4 a_i e^{-b_i r^2} \quad (2.15)$$

mit

$$\vec{a} = \{0.7765, 4.1208, 6.1835, 9.8763\}$$

$$\vec{b} = \{1.0627, 3.4481, 13.3064, 79.2007\}$$

Dabei ist r der Abstand vom Atom, angegeben in Ångstrom, und $a_0 = 52,9$ pm ist der Bohrsche Radius. Die damit berechneten Kontinuumspotentiale für Diamant sind in nebenstehender Abbildung zu sehen. Für die Wahrscheinlichkeit $P(E_T, r)$, ein Ion mit der Energie E_T am Ort r zu finden, gilt:

$$P(E_T, r) = \begin{cases} 1/A(E_T) & \text{für } E_T \geq U(r) \\ 0 & \text{für } E_T < U(r) \end{cases}$$

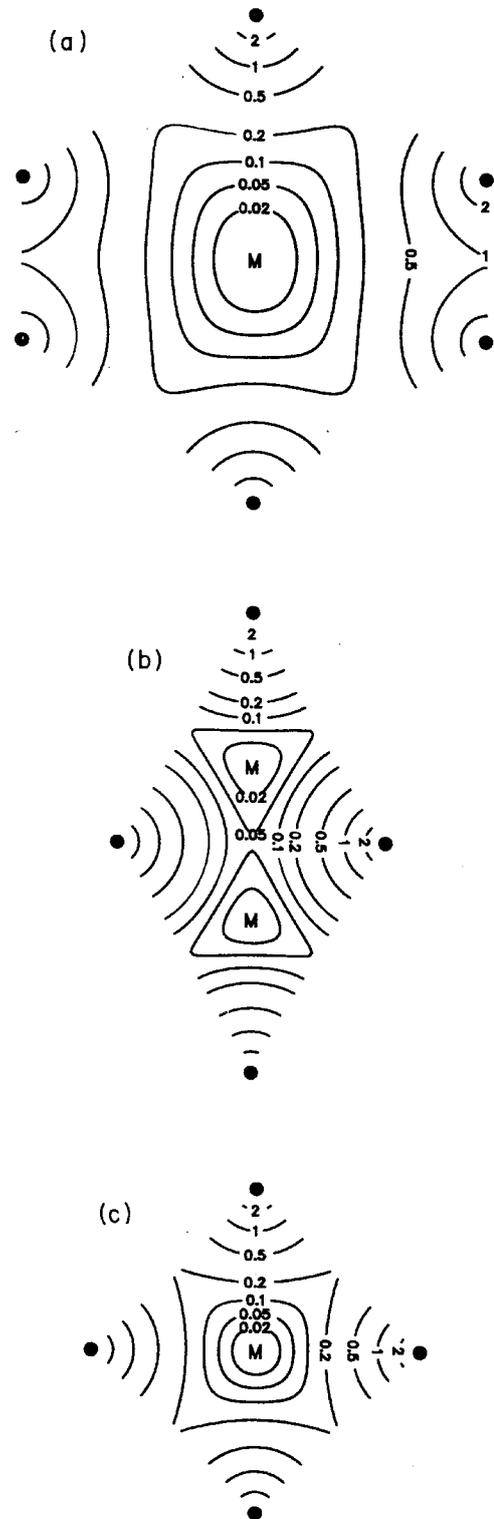
Mit Hilfe der Potentiale läßt sich auch f berechnen durch:

$$f = \frac{\int F(r)n(r)dr}{\int n(r)dr} \quad (2.16)$$

Damit kann man nun die Flußverteilung im Kristallkanal genau berechnen und somit auch die gesamte Rückstreurrate χ_D nach Gleichung 2.2 für ganz bestimmte Defekte bestimmen. Ebenso kann man damit die zahlreichen Auswirkungen der verschiedensten Zwischengitterplätze auf den Winkelscan herleiten und analysieren. Zur Berechnung existieren dabei Programme wie FLUX [SMU87], die mit Hilfe von Monte-Carlo Rechnungen verschiedene Channelingeffekte berechnen können.

Die berechneten zweidimensionalen Potentiale, basierend auf dem Potential von Doyle und Turner[FEA89]:

(a) $\langle 110 \rangle$, (b) $\langle 111 \rangle$, (c) $\langle 100 \rangle$



2.2.2 Hexagonale und tetraedrische Zwischengitterplätze im Diamant

Die am häufigsten vorkommenden Zwischengitterplätze für den Einbau von Fremdatomen in Diamant sind der tetraedrische Zwischengitterplatz, mit 4 nächsten Nachbaratomen im Abstand von 0,154 nm, und der hexagonale Zwischengitterplatz mit 6 umgebenden Atomen, wobei die nächsten davon 0,148 nm entfernt sind [WEI62] (Abbildung 2.8). Projiziert man die

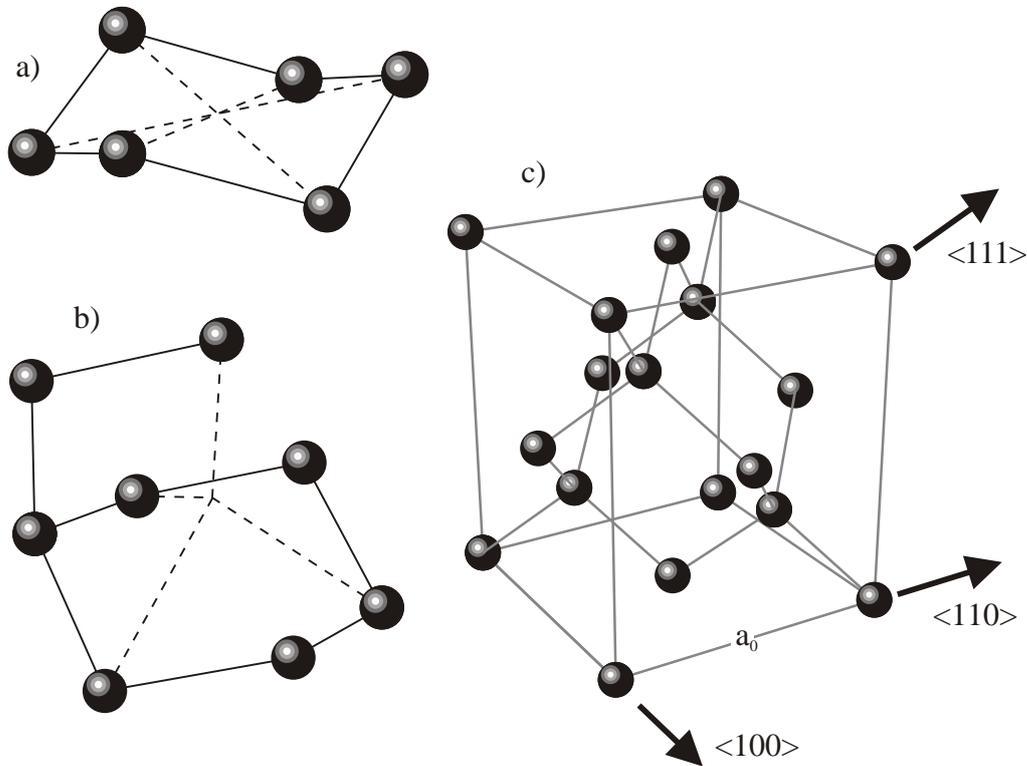


Abbildung 2.8: Position des a) hexagonalen Zwischengitterplatzes und b) tetraedrischen Zwischengitterplatzes, jeweils am Kreuzpunkt der gestrichelten Linien. Zum Vergleich: c) Elementarzelle des Diamants

Lage dieser Fremdelemente auf verschiedene Ebenen, so erhält man unterschiedliche Störstellen in den Kristallachsen. So befindet sich der tetraedrische Platz nur in $\langle 110 \rangle$ -Richtung genau in der Kanalmitte, während er sonst mit regulären Gitterplätzen der $\langle 100 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -Richtung zusammenfällt. Der hexagonale Zwischengitterplatz dagegen hat mehrere Möglichkeiten, wie in Abbildung 2.9 zu sehen ist.

- In $\langle 100 \rangle$ -Richtung gibt es 2 Möglichkeiten symmetrisch zu den Atomreihen.
- In $\langle 110 \rangle$ -Richtung gibt es je einen Platz in der Kanalmitte oder zwischen zwei Atomreihen.
- In $\langle 111 \rangle$ -Richtung ist er entweder verdeckt durch eine Atomreihe oder auch zwischen den Atomreihen gelegen.

Durch die unterschiedliche Lage der Störstellen sind diese in Winkelscanaufnahmen unterscheidbar. Der Fluß $F(r, \Psi)$ kann mit Hilfe des bekannten Potentials in Diamant nach Gleichung

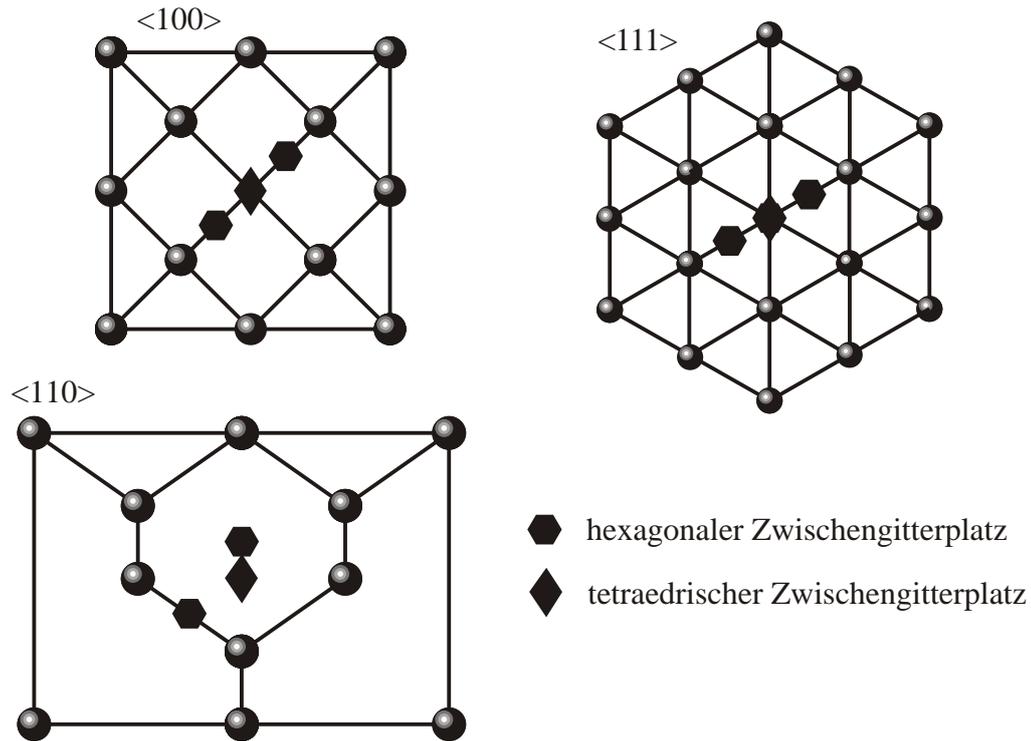


Abbildung 2.9: Projektion der Störstellen auf die jeweilige Ebene

chung 2.13 berechnet werden. Dann gilt für die Rückstreurrate $\chi(\Psi)$ [FEL82, Seite 72]:

$$\chi(\Psi) = \int P_S(r)F(r, \Psi)dr \quad (2.17)$$

Mit $P_S(r)$ wird dabei die Wahrscheinlichkeit realisiert, daß ein Fremdatom an einer bestimmten Stelle im Kanal lokalisiert ist.

Durch eine Channelingmessung in allen drei Kanalrichtungen kann der jeweilige Einbautyp ermittelt werden. Sind allerdings zwei oder mehrere Zwischengitterplätze besetzt, so kann nur durch eine genaue Analyse der Kontur des Winkelscans die Position und der Einbaukoeffizient des Fremdatoms bestimmt werden.

Durch theoretische Berechnungen des Energieminimums der Störstellen fand man weitere Einbaustellen [WAT71]. Ein möglicher Einbauort sitzt dabei genau in der Mitte zwischen zwei Bindungsatomen, eine andere Möglichkeit ist, daß ein Atom auf einem regulären Gitterplatz von zwei Atomen ersetzt wird, die symmetrisch verteilt sind bezüglich des ursprünglichen Platzes [WEI73]. Auch der Einbau von B – H – C oder N – H – C Komplexen ist möglich [MEH94].

Die Projektion dieser Störstellen auf niederindizierte Ebenen ergibt weitere Positionen von Fremdatomen in den Kanälen, die durch eine unterschiedliche Besetzungswahrscheinlichkeit in der Verteilungsfunktion $P(\vec{r})$ realisiert werden können.

In Abbildung 2.10 werden dabei die zwei Channelingspektren im Diamant schematisch für die zwei obengenannten Einbauplätze des Wasserstoffs dargestellt, sowie die Überlagerung der Signale bei Besetzung beider Positionen. Eine mögliche Unterscheidung der beiden Möglichkeiten ist dabei im $\langle 110 \rangle$ -Kanal möglich.

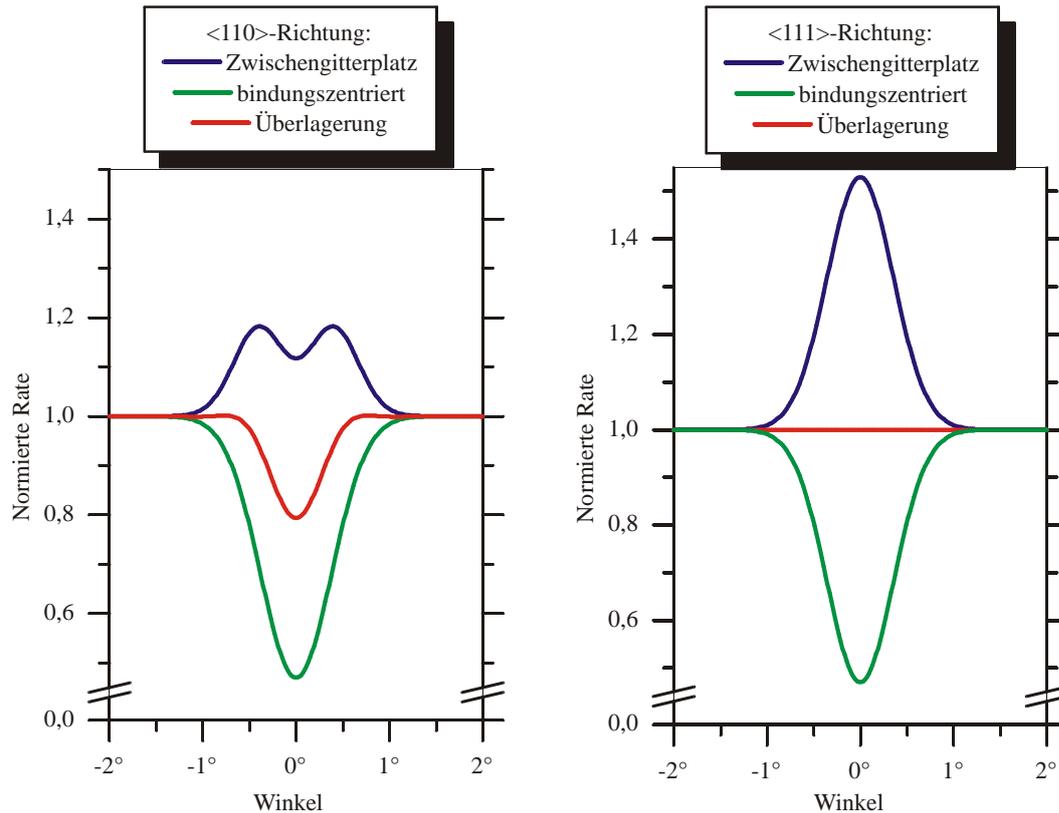


Abbildung 2.10: Winkelabhängige Zählrate für verschiedene Zwischengitterplätze in der Simulation für einen 1,5 MeV H^+ -Strahl

2.2.3 Quantitative Angabe der Fremdatome

Ist ein großer Teil der Fremdatome auf substitutionellen Gitterplätzen lokalisiert, so läßt sich dieser Anteil S in erster Näherung folgendermaßen berechnen [BIR89, Seite 292]:

$$S = \frac{1 - \chi_{imp}}{1 - \chi_{host}} \quad (2.18)$$

χ_{imp} und χ_{host} bezeichnen dabei die minimale Rückstreurrate von Fremdatomen und umgebenden Gitter in gleicher Tiefe. Für höhere Anteile von Fremdatomen auf Zwischengitterplätzen ist diese Abschätzung allerdings nicht mehr gültig, und es muß eine genauere Analyse erfolgen.

KAPITEL 3

Analysen mit nuklearen Reaktionen

Die Analyse von Elementen mit NRA erfordert die genaue Kenntnis der gewählten nuklearen Reaktion. Da jedes Isotop eine Vielzahl von Reaktionen jeweils mit einer für sie typischen Reaktionsenergie und spezifischen Wirkungsquerschnitt durchführen kann, ist dies eine der schwierigsten Methoden für die Analyse mit Ionen. In diesem Kapitel sind daher alle Daten für die verschiedenen verwendeten Reaktionen beschrieben. Nur die Verwendung dieser Größen macht eine sinnvolle Auswertung möglich.

3.1 Konzentrationsanalyse

Die Anzahl der nachgewiesenen Reaktionen für ein bestimmtes Isotop in einer bestimmten Tiefe ist ein Maß für den volumenmäßigen Anteil dieses Stoffes. Die Tiefe bestimmt sich dabei durch die Ionenenergie. Um allerdings eine absolute quantitative Aussage über diesen Anteil machen zu können, muß er mit einem Eichspektrum verglichen werden. Zur Verwendung dieses Eichspektrums muß ein Target mit bekannter Zusammensetzung vermessen werden. Dann können durch Berechnung der Stoppingpower $\left(\frac{dE}{dx}\right)_{Norm}$ in diesem und aufgrund der Kenntnis des Anteils des zu bestimmenden Isotops die anderen Proben folgendermaßen normiert werden:

$$\Phi_{Probe} = \frac{Z_{Probe} \cdot \left(\frac{dE}{dx}\right)_{Probe}}{Z_{Norm} \cdot \left(\frac{dE}{dx}\right)_{Norm}} \Phi_{Norm} \quad (3.1)$$

Dabei steht Z für die gemessene Zählrate, Φ für den Volumenanteil und $\frac{dE}{dx}$ für die berechneten Stoppingpowerwerte bei Probe bzw. Eichtarget. Die Messung des Eichspektrums muß dabei unter den gleichen Bedingungen wie die der zu untersuchenden Proben erfolgen. Besonders zu beachten ist, daß die Meßelektronik keine Veränderung, wie zum Beispiel Energieshifts oder Schwellenshifts, erfährt. Dies ist am einfachsten zu verhindern, indem die Anlage zwischen den Messungen nicht abgeschaltet wird.

3.2 Tiefenprofilierung

Die tiefenabhängige Bestimmung eines Elements wird meistens mit einer resonanten Kernreaktion durchgeführt, aber es gibt je nach Reaktionsart auch die Möglichkeit durch Verwendung der Stoppingpower bei ein- und auslaufendem Atom dies mit nichtresonanten Reaktionen durchzuführen.

Bei der resonanten NRA wird ausgenutzt, daß der Wirkungsquerschnitt einer nuklearen Reaktion bei einer bestimmten Energie E_R eine Resonanz, oder zumindest ein deutliches Maximum aufweist. Ist die Energie der einfallenden Ionen E_0 aber höher oder tiefer als die Resonanzenergie, dann ist der Wirkungsquerschnitt der Reaktion um Größenordnungen kleiner. Da die Ionen aber beim Eindringen in das Target Energie verlieren, erreicht ein Ion die Resonanzenergie in einer gewissen Tiefe. An dieser Stelle ist die Wahrscheinlichkeit, daß eine Reaktion verursacht wird, wieder proportional zum Anteil des nachzuweisenden Stoffes. Dadurch ist es möglich, durch kontinuierliches Erhöhen der Ionenstrahlenergie ein Tiefenprofil der Probe zu messen.

3.2.1 Stoppingpower

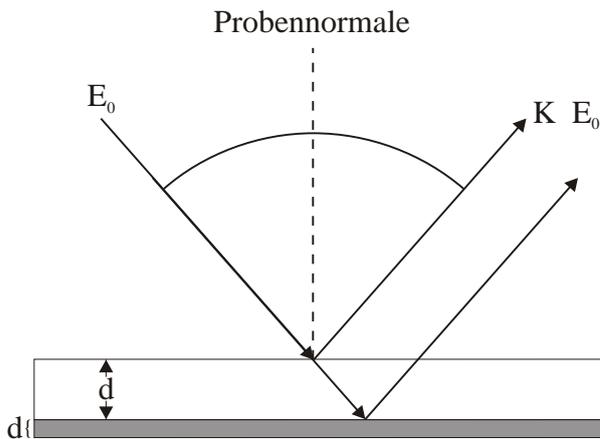


Abbildung 3.1: Schematische Darstellung zur Tiefenkalibrierung

verwendet, wobei mit den neuesten Werten von 1998 von Ziegler gerechnet wurde [ZIE98]. Mit E ist dabei die Energie des Ions bezeichnet und mit x der zurückgelegte Weg im Target. Trifft ein Ionenstrahl wie in Abbildung 3.1 auf eine Probe, so gilt für den Energieverlust ΔE :

$$\Delta E = \int_0^d \frac{d}{\cos\theta_1} \frac{dE}{dx} dx + E_R + \int_0^d \frac{d}{\cos\theta_2} \frac{dE}{dx} dx \quad (3.2)$$

Der erste Teil ergibt sich aus dem Energieverlust des Projektils beim einlaufenden Weg in die Probe, der zweite Teil aus dem Energieverlust beim Verlassen der Probe. Die Funktion E_R bezeichnet den möglichen Verlust durch eine inelastische Streuung.

Die Abbremsfunktion ist also abhängig von der Energie des Ions, weswegen sich aus der Energiedifferenz ΔE nicht sofort eine Tiefe d berechnen läßt. Dazu wird die Probe in viele dünne Schichten δd aufgeteilt, in denen die Stoppingpower näherungsweise konstant ist. Dann läßt sich der Energieverlust ΔE rekursiv berechnen.

3.2.2 Straggling

Der diskrete Prozeß des Energieverlusts beim Eindringen in Materie führt zu einer statistischen Verteilung der Energie der Teilchen. Dieses Phänomen wird als Energie-Straggling

Beim Durchqueren von Materie verlieren die Ionen aufgrund von Wechselwirkungen mit Elektronen (Electronic Stopping) und durch elastische Stöße mit den Atomen der Probe (Nuclear Stopping) einen Teil ihrer Energie. Dieser Energieverlust ist vom Probenmaterial, aber auch von Ladung und Masse der verwendeten Ionen abhängig. Da sich diese Werte nicht direkt berechnen lassen, wurden die in den Bänden von Ziegler und Andersen parametrisiert vorliegenden Funktionen zur Berechnung von $\frac{dE}{dx}(x)$ in allen benutzten Programmen (Cäsar, XNRA, SIMNRA)

bezeichnet. Der Energieverlust ΔE , der zu einer Weglänge x gehört, ist verteilt um einen Mittelwert Δ_1 , und man erhält eine Verteilungsfunktion für die Energie $f(x, \Delta_1)$. Für unsere Versuchsanordnung und Strahlenergien kommt die Theorie von Bohr, nach der die Verteilung gaußförmig ist, zum Tragen. Danach ergibt sich für die Varianz σ bei einer Weglänge x und einer Atomdichte N folgende Abhängigkeit:

$$\sigma = Z_1 e^2 \sqrt{4\pi N Z_2 x} \quad (3.3)$$

Man erhält also für die Halbwertsbreite $\Gamma_S = 2,36 \cdot \sigma$ des Straggling die Abhängigkeit $\Gamma_S \sim \sqrt{x}$.

3.2.3 Tiefenauflösung

Alle Messungen mit NRA haben wegen zahlreicher Faktoren, wie die mit der Eindringtiefe zunehmende Verbreiterung des Ionenstrahls durch Straggling, die gegebene Detektoreffizienz oder einer großen Halbwertsbreite der Resonanz im Wirkungsquerschnitt der Kernreaktion eine begrenzte Auflösung. Dabei wird bei den Messungen die Begrenzung der Auflösung durch die Meßanordnung und die intrinsische Auflösungsgrenze ineinandergefaltet. Somit gilt ganz allgemein für ein Spektrum mit n_0 Ionen mit der Energie E_0 folgender Zusammenhang zwischen dem tatsächlichen Profil $C(x)$ und dem gemessenen Spektrum $Y(E_0)$:

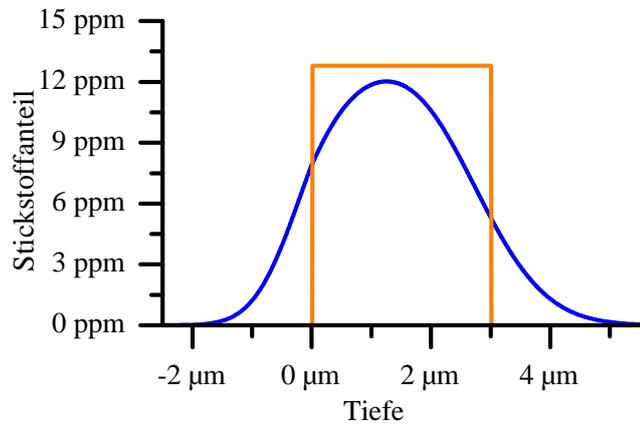


Abbildung 3.2: Meßergebnis bei einem vorgegebenen Stufenprofil

$$Y(E_0) = n_0 \zeta \Delta \Omega \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_0^\infty \frac{C(x)}{s(x)} e^{-\frac{(E_0 - x \frac{dE}{dx})^2}{2s^2(x)}} dx \quad (3.4)$$

Dabei bezeichnet ζ die Effizienz und $\Delta \Omega$ die Raumöffnung des Detektors. Diese Größen werden durch die Normierung eliminiert. In $s(x)$ fließen die verschiedenen Effekte, die zur Auflösung beitragen, ein. Diese „Standardabweichung“ $s(x)$ läßt sich in eine Halbwertsbreite $\Gamma = 2,36s$ umrechnen und dann weiter zuordnen. Für die gesamte Halbwertsbreite ergibt sich dabei:

$$\Gamma_{Total}^2 = \Gamma_R^2 + \Gamma_S^2 + \Gamma_W^2 + \Gamma_D^2 \quad (3.5)$$

Als wichtige Größen für die Auflösung erhält man also:

- Resonanzbreite Γ_R der Kernreaktion
- Aufweitung Γ_S des Ionenstrahls mit der Tiefe durch Straggling

- Aufweitung Γ_W des auftreffenden Ionenstrahls
- Dopplerverbreiterung Γ_D an gebundenen Atomen

An der Oberfläche spielen nur die ersten 3 Größen eine Rolle, während mit zunehmender Tiefe der Beitrag des Straggling-Effekts zur limitierenden Größe der Tiefenauflösung wird. Durch die Faltung eines Profils $C(x)$ nach Gleichung 3.4 erhält man als Meßergebnis nur noch ein Profil, bei dem scharfe Kanten, wie bei einem Stufenprofil in Abbildung 3.2, im Ergebnis geglättet werden. Profilveränderungen unterhalb der Auflösungsgrenze sind nicht mehr zu trennen.

3.2.4 Mehrfachresonanzen

Die maximale Tiefe, die bei Mehrfachresonanzen gemessen werden kann, wird durch den Abstand der Resonanzen bestimmt. Ist die Ionenenergie E_0 größer als alle Resonanzenergien und die Probe dick genug, so kann es durch den Energieverlust $\frac{dE}{dx}$ beim Eindringen in das Target zu einer weiteren Kernreaktion kommen. Die Zählrate dieser Reaktion, die bei einer niedrigeren Resonanzenergie abläuft, wird zur Zählrate der ersten hinzuaddiert. Für jede weitere resonante Reaktion kommt dann noch eine weitere Stufe hinzu. Dadurch erhält man bei dicken Proben mehrere Resonanzen gleichzeitig und eine Zuordnung zu den einzelnen Reaktionen ist nicht mehr so einfach möglich. Tiefenprofile können beim Auftreten solcher Überlagerungen nur durch Simulationen oder über eine Entfaltung ermittelt werden.

3.3 Verwendete Reaktionen

3.3.1 Wasserstoffnachweisreaktion

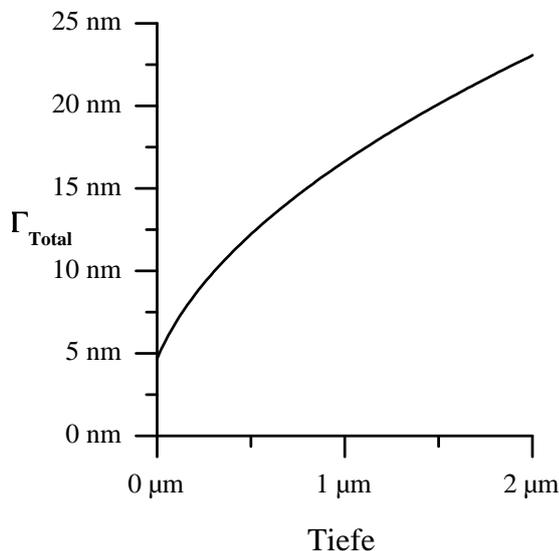


Abbildung 3.3: Tiefenauflösung als Funktion der Eindringtiefe für ^{15}N in Diamant

Bei der Nachweisreaktion für Wasserstoff $^1\text{H}(^{15}\text{N}, \alpha\gamma)^{12}\text{C}$ werden die γ -Quanten mit einer Energie von 4,439 MeV detektiert. Diese Reaktion hat den Vorteil, daß sie eine isolierte Resonanz bei 6,385 MeV bei einem Q-Wert von 4,966 MeV bietet. Dabei hat die Resonanz eine schmale Halbwertsbreite Γ_R von 1,8 keV ([MAU83] und [OSI87]). Die Dopplerverbreiterung an den gebundenen H-Atomen Γ_D kann man mit 13,7 keV ansetzen [ZIN94] und für den Beitrag des Straggling gilt $\Gamma_S = 1,53\sqrt{\frac{x}{\text{nm}}}$ keV [HJO90]. Die Aufweitung des auftreffenden Ionenstrahls wird mit 3 keV angesetzt. Somit wird klar, daß hier mit zunehmender Tiefe der Straggling-Effekt eine wesentliche Rolle spielt. Er verschlechtert die Auflösung in Diamant mit der Tiefe erheblich, wie in Abbildung 3.3 zu sehen ist. Der Vorteil der isolierten schmalen Resonanz liegt darin, daß auch bei sehr dicken Proben keine Störungen der Meßergeb-

nisse durch Resonanzen bei niedrigeren Energien zu erwarten sind, da der Off-Resonanz-Wirkungsquerschnitt um fünf Größenordnungen kleiner ist, als der Wirkungsquerschnitt der Resonanzenergie [HOR88]. Somit erhält man also bei der Messung von Stufenprofilen eine Faltung.

3.3.2 Deuteriumnachweisreaktionen

Der Nachweis von Deuterium wird mit der $d(^3\text{He}, p)^4\text{He}$ Reaktion durchgeführt. Sie zeigt keine sehr ausgeprägte Resonanz und besitzt mit 18,352 MeV einen Q-Wert, der sehr hoch ist, wie in Abbildung 3.4 zu sehen ist [MÖH90]. Wegen des hohen Q-Wertes spielt der Impuls des ^3He -Ions bei einer Energie von 1,0 MeV so gut wie keine Rolle mehr und es kann mit dieser Reaktion auch eine Tiefenprofilierung durchgeführt werden. Die Protonenenergie E_p berechnet sich aus dem Streuwinkel durch

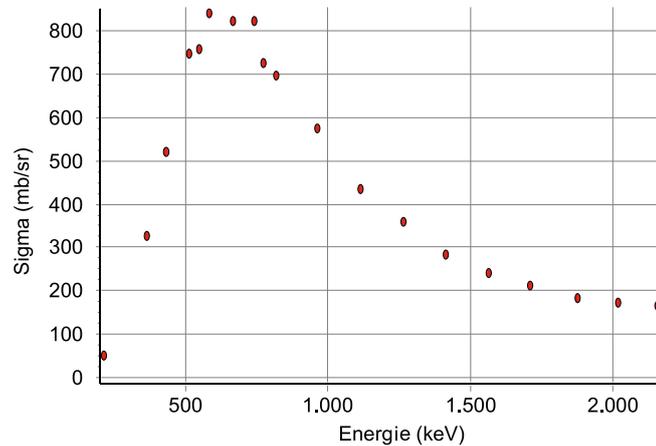


Abbildung 3.4: Gemessener totaler Wirkungsquerschnitt der $d(^3\text{He}, p)^4\text{He}$ -Kernreaktion nach [MÖH90]

$$E_p = (r \pm \sqrt{r^2 + s})^2 \quad (3.6)$$

mit:

$$r = \frac{\sqrt{m_3\text{He}m_p E_\alpha} \cos \theta}{m_p + m_4\text{He}} \cos \theta \quad \text{und:} \quad s = \frac{m_4\text{He}Q + E_\alpha(m_4\text{He} - m_3\text{He})}{m_p + m_4\text{He}}$$

Unter einem Winkel von 140° haben die Protonen dann eine Energie von 13,08 MeV.

3.3.3 Bornachweisreaktionen

Die $^{10}\text{B}(p, \alpha\gamma)^7\text{Be}$ Reaktion weist, wie in Abbildung 3.5 zu erkennen ist, im γ -Spektrum keine Resonanz auf. Nachgewiesen werden bei dieser Methode die γ -Quanten mit $E_\gamma = 429$ keV. Diese Nachweisreaktion macht dabei aus mehreren Gründen Probleme:

1. Die Energie $E_\gamma = 429$ keV liegt nahe bei der starken Linie von 511 keV, wodurch ein hoher Untergrund und eine Überlagerung der beiden Linien im BGO-Detektor eintreten kann.
2. Durch das Fehlen einer Resonanz im Wirkungsquerschnitt ist eine Tiefenprofilierung auf direktem Wege hier nicht mehr möglich, und es kann mit dieser Reaktion nur die absolute Konzentration von konstanten Profilen ermittelt werden.
3. Da der natürliche Anteil von ^{10}B nur 19,9% ausmacht, muß der nachzuweisende Boranteil relativ hoch sein. Als untere Nachweisgrenze erhielten wir 100 ppm bei natürlichem Isotopengemisch.

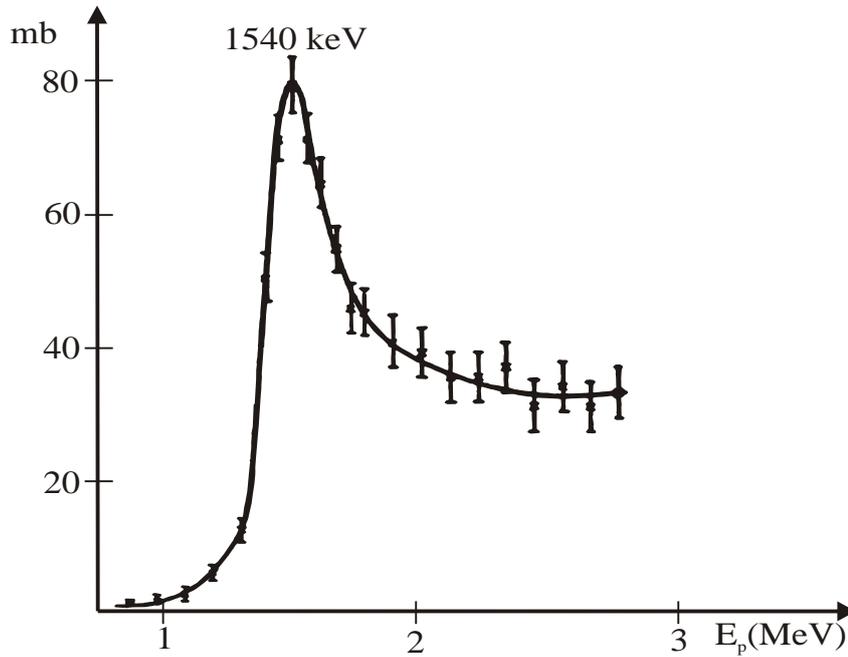
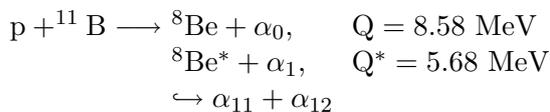


Abbildung 3.5: Wirkungsquerschnitt der $^{10}\text{B}(p, \alpha\gamma)^7\text{Be}$ Reaktion [HUN57]

Da der Wirkungsquerschnitt im Bereich von 1 MeV bis zum Maximum bei $E = 1,54$ MeV von wenig über Null bis auf 80 mb ansteigt, ist es am günstigsten, die Energie von $E = 1,54$ MeV für die Protonen zu verwenden.

Besser als der γ -Strahlennachweis ist allerdings, wenn statt dessen die entstandenen α -Teilchen nachgewiesen werden. Deshalb wurde zusätzlich auch noch die $^{11}\text{B}(p, \alpha)^8\text{Be}$ Reaktion als Nachweis für Bor verwendet. Diese Reaktion weist eine Resonanz bei 670 keV auf, mit einer Halbwertsbreite von 300 keV [BEC53, LAP85]. Der Vorteil dieser Reaktion besteht darin, daß wegen des hohen Q-Wertes kein störender Untergrundanteil bei der Messung der α -Teilchen entsteht. Außerdem wird der Anteil an ^{11}B in der Probe nachgewiesen, der bei natürlichem Isotopengemisch viermal so hoch ist als der ^{10}B Anteil. Die gesamte Reaktionsformel lautet [CHA95]:



Die emittierten α -Teilchen gehören dabei zu verschiedenen Gruppen:

- α_0 -Teilchen, die eine kinetische Energie von 6,1 MeV aufweisen, aber wegen des niedrigen Wirkungsquerschnitts von 0,2 mb vernachlässigt werden können,
- α_1 -Teilchen, die eine Energie von 4,1 MeV aufweisen und
- zwei symmetrische α -Teilchen mit $E_{\alpha_{11}} \approx 4$ MeV und $E_{\alpha_{12}} \approx 1$ MeV.

Besonders günstig für diese Messungen sind also die α_1 -Teilchen. Der Wirkungsquerschnitt dieser Reaktion ist in Abbildung 3.6b dargestellt. Mit ihnen ist ein Nachweis von 1 ppm noch

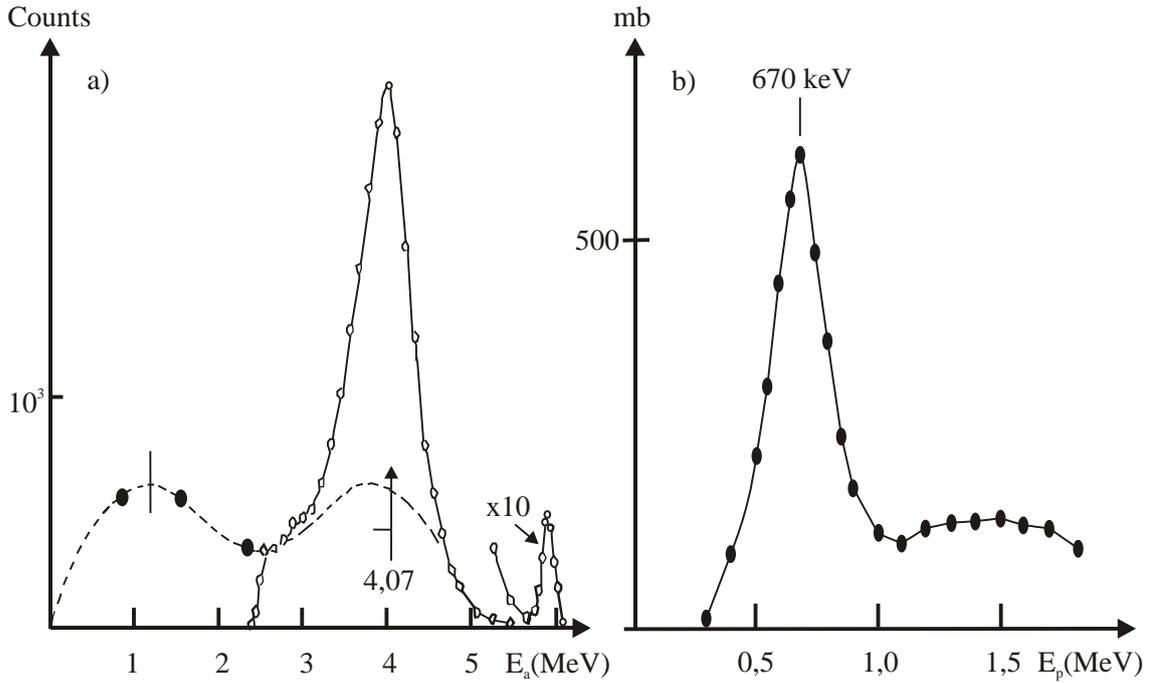


Abbildung 3.6: a) Die Energieverteilung der α -Teilchen und b) der Wirkungsquerschnitt der $^{11}\text{B}(p, \alpha)^8\text{Be}$ Reaktion [BEC53]

möglich. Allerdings überlagern sich diese α_1 -Teilchen mit den α -Teilchen aus dem Zerfall des angeregten $^8\text{Be}^*$. Dabei steht ihnen die Anregungsenergie des ersten angeregten Zustandes von ^8Be über 2,95 MeV und die kinetische Energie von ≈ 2 MeV zur Verfügung. Da die in Frage kommenden Anregungsniveaus durch s-Wellenfunktionen gebildet werden, müssen gleichviel hoch- und niederenergetische α -Teilchen entstehen. Das Spektrum der α -Teilchen

Tabelle 3.1: Daten zur $^{11}\text{B}(p, \alpha)^8\text{Be}$ Reaktion [BEC53]

Teilchen	E_k	$\Gamma_k = 2,36\sigma_k$
α_0	6,1 MeV	< 50 eV
α_1	4,07 MeV	150 keV
α_{11}	1 MeV	1,2 MeV
α_{12}	4 MeV	1,2 MeV

muß also symmetrisch um den halben Energiewert von 2,5 MeV liegen. Da gleich viele α_{12} -Teilchen wie α_1 -Teilchen entstehen, folgt, daß im Bereich von 2,5 MeV bis 5 MeV nur 50% der gemessenen Teilchen zum α_1 Zerfallprozeß gehören können. Dies erzwingt, wie in Abbildung 3.6a zu sehen ist, daß das α_{12} -Spektrum einen Peak bei ungefähr 4 MeV aufweist. Dieses Spektrum kann damit als Summe von drei Gaußfunktionen dargestellt werden:

$$N(E) = \sum_k \frac{A_k}{\sqrt{2\pi}\sigma_k} e^{-\frac{(E_k - E)^2}{2\sigma_k^2}} \quad (3.7)$$

Dabei bezeichnet A_k das Maximum, E_k die Peakposition und σ_k die Standardabweichung des α_1 -, α_{11} - und α_{12} -Spektrums mit den in Tabelle 3.1 notierten Werten. Die Abhängigkeiten aufgrund der tiefenabhängigen Energieverluste sind dabei allerdings noch nicht berücksichtigt.

KAPITEL 4

Experimenteller Aufbau

In diesem Kapitel werden die verschiedenen Versuchsaufbauten, sowie der Teilchenbeschleuniger erläutert. Alle Messungen wurden am VAN DE GRAAFF-Beschleuniger der Fakultät für Physik der Universität Freiburg i. Br. durchgeführt. Für verschiedene Untersuchungen existieren zwei Meßkammern, die an verschiedenen Strahlrohren des Beschleunigers angeflanscht sind. Während in der älteren Kammer die RBS- und PIXE-Messungen, sowie die Kernreaktionsanalysen mit Teilchennachweis durchgeführt wurden, ist die zweite Kammer speziell zur Kernreaktionsanalyse mit γ -Nachweis entwickelt worden. Außerdem ist an dieser Kammer aufgrund der Geometrie der Strahlführung das einfache Verändern der Ionenenergie ohne aufwendige Nachjustierung der Ablenkmagnete möglich. Gesteuert werden beide Meßkammern durch ein Computersystem, das die gleichzeitige Aufnahme der Daten und die Steuerung der Schrittmotoren ermöglicht. Die dazu nötige Software wurde zum größten Teil neu geschrieben, auf die dazu notwendigen Veränderungen wird noch in Kapitel 5 eingegangen.

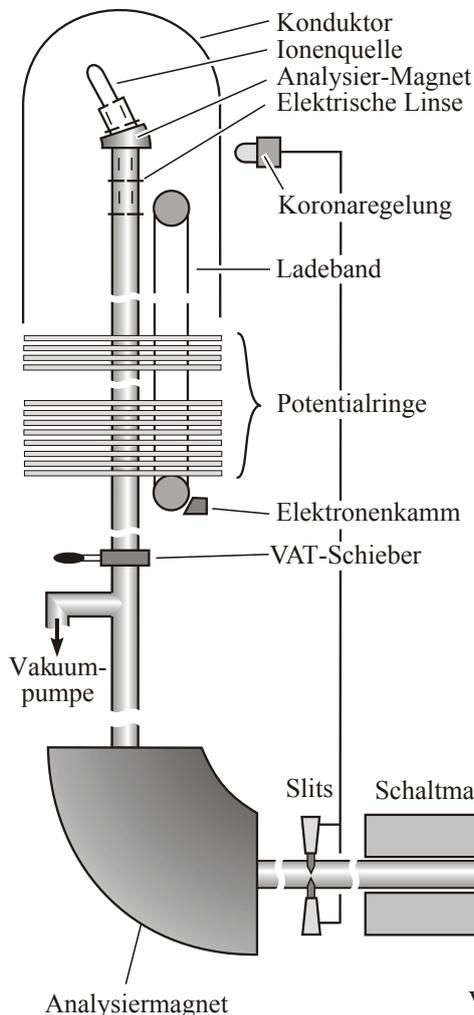
4.1 Van de Graaff-Ionenbeschleuniger

Der verfügbare Energiebereich des Freiburger VAN DE GRAAFF-Beschleunigers erstreckt sich von 900 kV bis 7,5 MV. Dabei stehen verschiedene Gasquellen zur Auswahl, die die Möglichkeit zur Beschleunigung verschiedener Ionen bieten. Verwendet wurden davon folgende:

- Protonen $^1\text{H}^+$ im Energiebereich von 1 bis 4 MeV pro Proton für Bor- und Stickstoffnachweise und zur RBS-Analyse
- Wasserstoffionen H_2^+ mit Energien von 0,5 bis 3,5 MeV pro Proton zur RBS-Analyse
- Heliumionen $^3\text{H}^+$ mit Energien von 0,9 bis 3 MeV zur Deuteriumanalyse
- Heliumionen $^4\text{H}^+$ mit Energien von 1 bis 3 MeV zur RBS-Analyse und zur Defektanalyse
- Stickstoffionen $^{15}\text{N}^{2+}$ im Energiebereich von 6 bis 8 MeV pro Stickstoffkern zur Analyse von Wasserstoff

Die Projektionen werden durch eine Gasentladung in einem Hochfrequenzfeld erzeugt und anschließend durch eine Saugspannung aus der Quelle abgezogen. Diese Ionen, mit nur wenigen kV Energie, werden in einem sich anschließenden Analysiermagneten aufgrund unterschiedlicher Massen und Ladungen getrennt und der gewünschte Ionenstrahl kann ausgewählt

werden. Danach werden die so selektierten Ionen mit einer elektrischen Linse auf das vertikale Beschleunigungsrohr fokussiert. Nach dem Durchlaufen einer Beschleunigungsspannung zwischen 900 kV und 7,5 MV werden alle Ionen mit Hilfe eines Magneten um 90° umgelenkt,



wodurch ihre Energie durch Einstellen der Magnetfeldstärke im Umlenkmagnet auf wenige keV festgelegt werden kann. Verunreinigungen durch Restgase in der Quelle oder durch Isotope werden hier ebenfalls aussortiert. Im sich anschließenden vertikalen Strahlrohr befinden sich zwei Blenden, mit deren Hilfe die Energie der Ionen automatisch stabilisiert wird. Dahinter befindet sich ein Shutter im Strahlgang, mit dem der Ionenstrahl unterbrochen werden kann. Dann werden mit einem weiteren Magnet die Ionen in das entsprechende Strahlrohr umgelenkt. Hinter diesem befindet sich eine Blende, durch die der Ionenstrahl angeschnitten werden kann, um den Strahlstrom zu regulieren. Mit einer Quadrupollinse zur Fokussierung und einem horizontalen und einem vertikalen Ablenkmagneten kann man den Strahl auf einen gewünschten Punkt der Probe ausrichten.

Abbildung 4.1: Schematischer Aufbau des VAN DE GRAAFF-Beschleunigers und der Strahlrohre

4.2 RBS-Kammer

Für die RBS-Messungen wurde eine schon bestehende Apparatur mit Goniometer verwendet, die eine Eigenkonstruktion mit angepaßtem Aufbau darstellt. Sie besteht aus einem Aluminiumzylinder, an dessen Seiten Fensteröffnungen eingefräst wurden, um Kabel durchzuführen, Detektoren anzumontieren oder Sichtfenster anzubringen. Für einen schnellen Probenwechsel ist im Deckel der Kammer eine Vakuumschleuse eingebaut. Mit einem vakuumdicht geführten Stab kann die Probe dabei in eine entsprechende Halterung am Goniometer geschoben werden. Die Kammer wird dabei durch eine Turbomolekularpumpe mit einer Leistung von

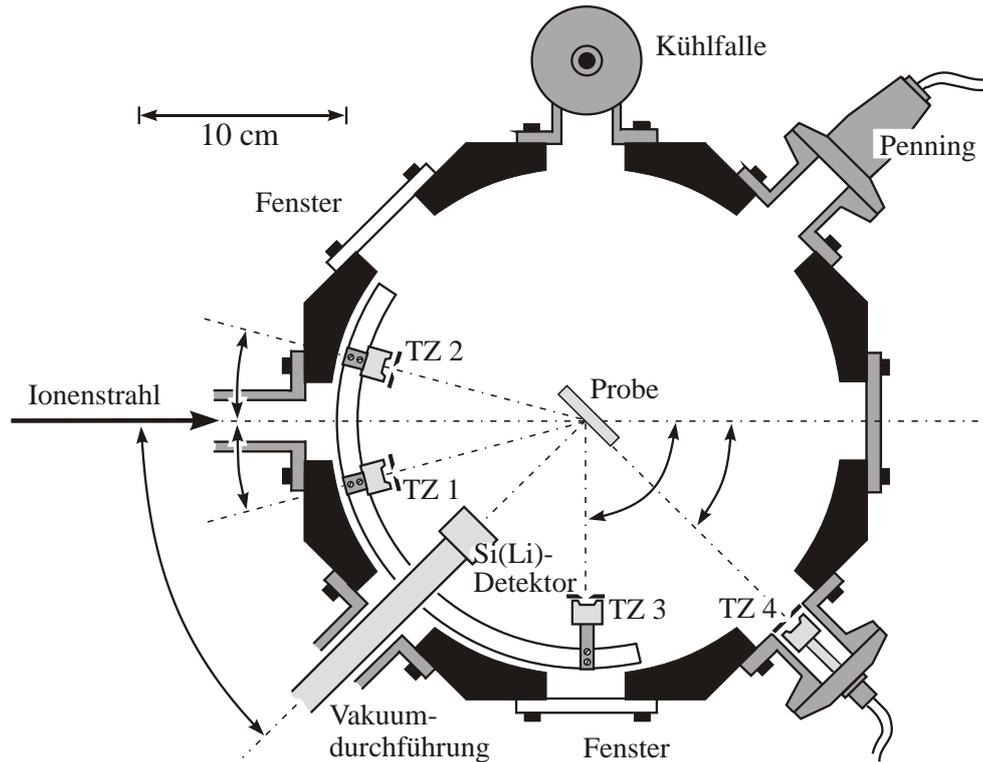


Abbildung 4.2: Schnitt in Strahlhöhe durch die RBS-Targetkammer. Eingezeichnet sind die verschiedenen Teilchenzähler (TZ) für verschiedene Meßmethoden. TZ1 und TZ2 für RBS unter 15° , TZ3 für NRA mit Teilchennachweis bei Winkeln zwischen 80° und 160° , sowie TZ4 für ERD-Messungen unter 45° . Außerdem noch der PIXE-Detektor unter 135° .

$1000 \frac{l}{min}$ evakuiert, wobei der Druck in der Kammer während der Messung stets weniger als 10^{-6} mbar betrug.

Durch den Einbau eines weiteren Teilchenzählers ergab sich die Möglichkeit, in dieser Kammer auch die Channeling-Messungen der bordotierten Proben durchzuführen, da gleichzeitig die rückgestreuten Ionen und die α -Teilchen aus der Kernreaktion nachgewiesen werden konnten. Desweiteren kann unter 135° ein Si(Li)-Röntgendetektor angeflanscht werden, dessen Abstand zum Target noch während der Messung über einen Schiebetisch verändert werden kann. Dadurch ist es möglich, die Zählraten im Röntgendetektor durch Veränderung des Raumwinkels anzupassen.

4.2.1 Goniometer

Die drei Drehachsen R , θ und ϕ des Goniometers werden durch Schrittmotoren gesteuert. Ein Motorschritt entspricht einem Winkel von $0,004^\circ$, wobei die Winkeltoleranzen dabei kleiner als $0,01^\circ$ sind. Zusätzlich wurde noch ein fahrbarer Tisch mit eingebaut, so daß auch in x-Richtung die Probe gegenüber dem Strahl variiert werden kann. Um Ungenauigkeiten in der Positionierung durch Spindelspiel zu vermeiden, werden die Positionen immer von der gleichen Seite aus angefahren. Der Schnittpunkt aller Goniometerachsen liegt dabei auf der Oberfläche der eingebauten Probe.

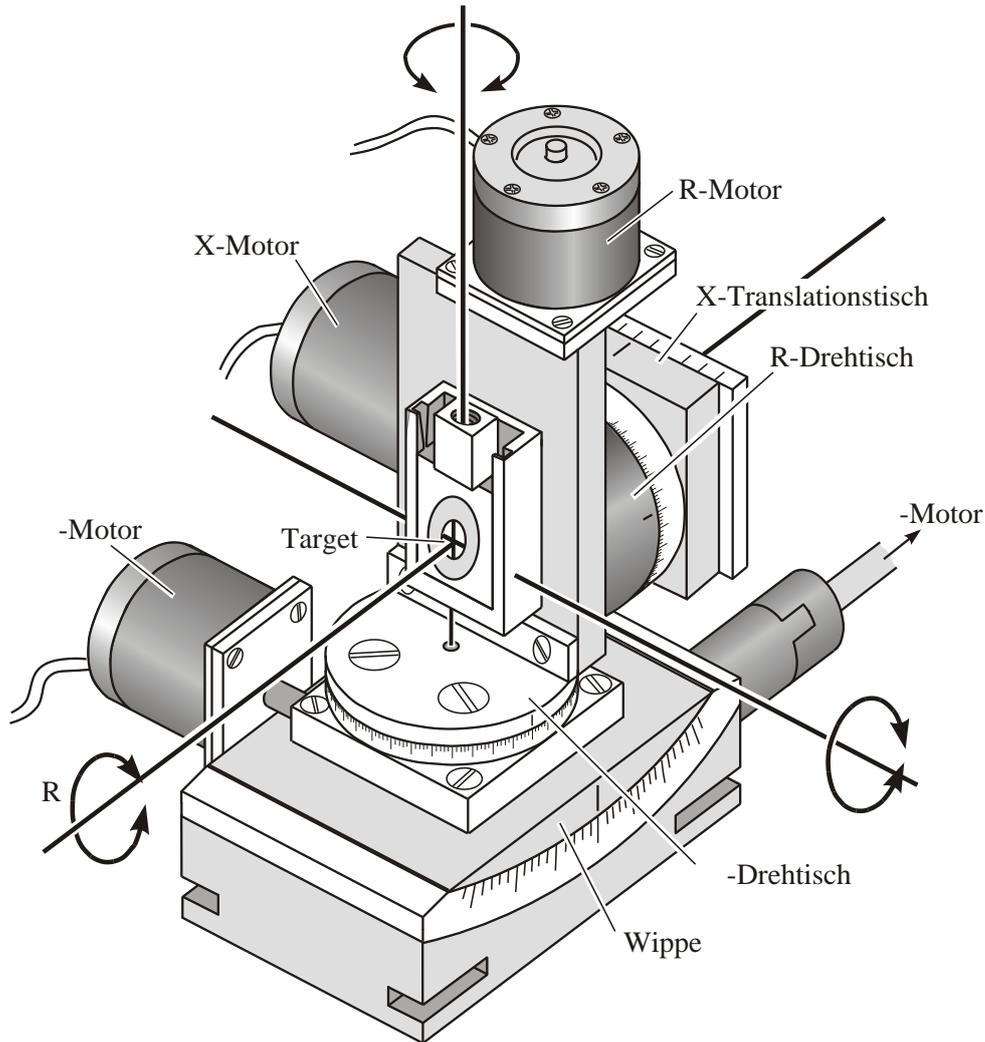


Abbildung 4.3: Skizze des Dreiachsgoniometer

4.3 γ -NRA-Kammer

4.3.1 BGO-Detektor

Um für unsere Messungen einen möglichst großen Raumwinkel zu erhalten, wurde ein sogenannter BGO-Detektor mit Bohrloch verwendet. Diese Detektorart besteht aus einem **Bismutgermaniumoxidkristall** (BGO) als Szintillator und einem integrierten Fotomultiplier. Der BGO bietet eine bessere Effizienz für höhere Energien als andere Detektorarten. Unser Kristall hat einen Durchmesser von 102 mm und eine Länge von ebenfalls 102 mm. Durch das zylindersymmetrische Bohrloch mit 33 mm Durchmesser und 50 mm Tiefe ist es möglich, die Probe in den Kristall einzubringen und dadurch einen Raumwinkel von beinahe 4π zu erreichen. Dazu mußte, wie in Abbildung 4.4 zu sehen ist, die Vakuumkammer am Ende mit einer dünnen Röhre versehen werden, über die der Detektor gefahren werden kann. Zum Targetwechsel wird der BGO entfernt, die gesamte Abdeckplatte mit Target gewechselt und der BGO erneut über die Vakuumröhre gebracht. Zusätzlich gibt es noch verschiedene Target-

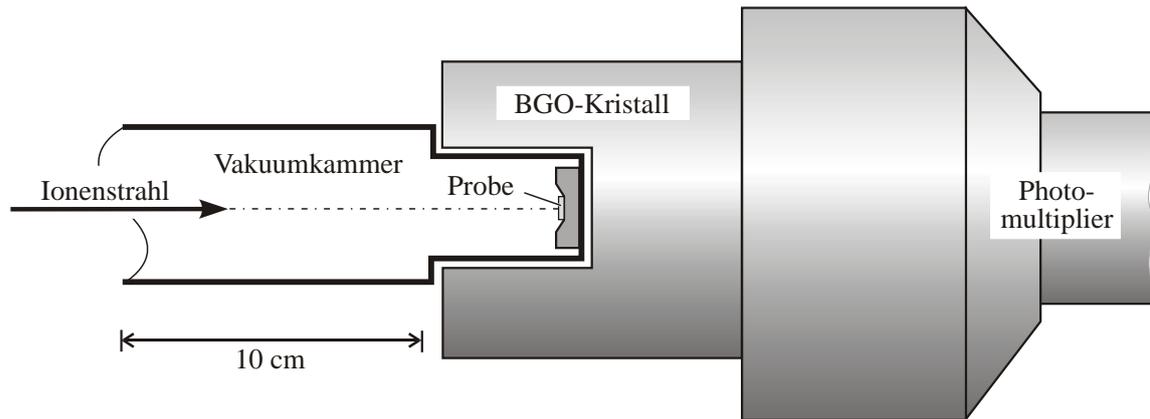


Abbildung 4.4: BGO-Detektor mit Vakuumröhre

halter, die eine Montage unter einem Winkel von 30° oder 45° zum Ionenstrahl ermöglichen.

4.3.2 Goniometer

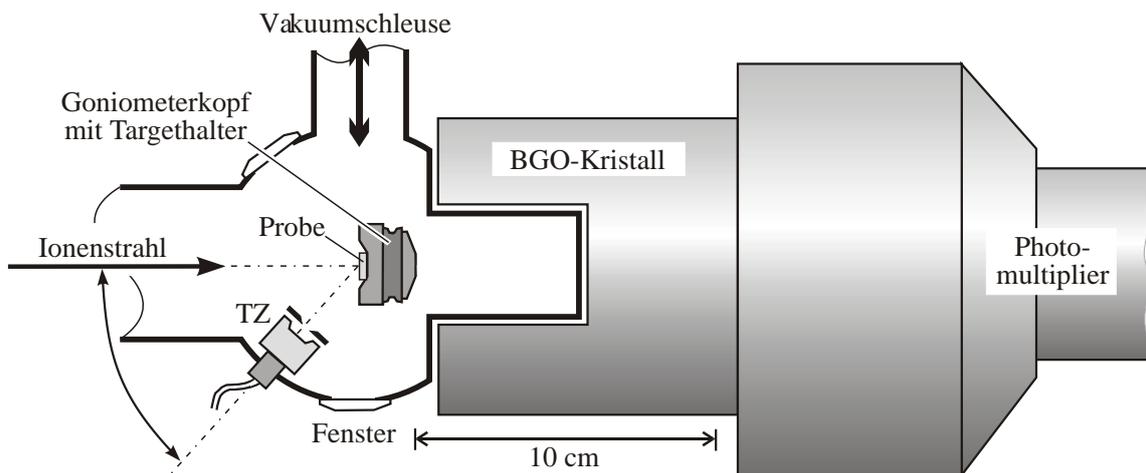


Abbildung 4.5: Längsschnitt durch unsere Meßapparatur

Um an einer Probe gleichzeitig RBS-Messungen mit einem Teilchendetektor und γ -Strahlungsnachweis mit dem BGO-Detektor durchführen zu können, wurde von Jörg Schmäzlin ein Goniometer konstruiert, das Drehungen in allen drei Raumrichtungen ermöglicht und dabei das Target nahe am BGO-Detektor beläßt. Die Kammer wurde so aufgebaut, daß der erste Schrittmotor, der außerhalb der Vakuummkammer angebracht ist, das gesamte Innenteil drehen kann. Über eine Wippe ist dann die Möglichkeit gegeben, die zweite Drehrichtung zu variieren. Dabei ist die Halterung zum Target gerade so lang, daß der Drehmittelpunkt der Wippe genau in der Targetmitte sitzt. Schließlich wird über eine Kette der Targethalter in der dritten Drehrichtung bewegt. Durch diese Anordnung wird immer noch ein Raumwinkel von $\Omega \approx \pi$ für den γ -Nachweis mit dem BGO-Detektor erreicht. Um ein gutes Vakuum zu erreichen, ist die Möglichkeit gegeben, sowohl an der Kammer mit dem Goniometer als auch unterhalb des Targets eine Turbomolekularpumpe anzuschließen. Wie im Längsschnitt in Abbildung 4.5 zu

sehen ist, wurde unter 135° ein Teilchenzähler eingebaut. Damit kann man gleichzeitig die Zählrate der rückgestreuten Partikel nachweisen.

Dadurch ist es möglich, Proben exakt auszurichten und Winkelscanaufnahmen sowohl der RBS- als auch der γ -Messung durchzuführen. Eine Vakuumschleuse auf einer Seite der Apparatur ermöglicht das Wechseln der Proben ohne Vakuumverlust. Das Auswechseln der Probe im Targethalter, sowie die Justierung des Ionenstrahls auf der Probe, werden durch ein Sichtfenster zwischen der Vakuumschleuse und dem Strahlrohr kontrolliert. Den Aufbau des Innenteils zeigt Abbildung 4.6. Der Halter wird über eine Kette bewegt, die mittels zwei Umlenkrollen mit einem Getriebe verbunden ist, das von einem Schrittmotor angetrieben wird. Damit sind Winkelschritte von $0,36^\circ$ möglich, was für Drehungen ausreichend ist, die Kristallachsen schneiden.

Der Targethalter kann herausgezogen werden, indem ein Stab durch eine seitliche Schleuse in das Gewinde geschraubt wird und der Halter zusammen mit dem Target aus der Vakuumkammer entfernt wird.

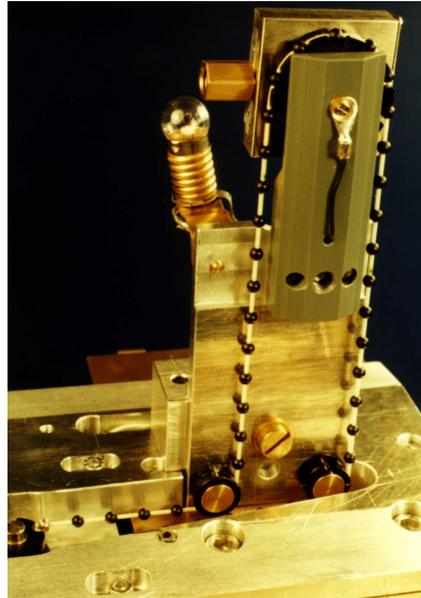


Abbildung 4.6: Targethalter

4.4 Elektronische Signalverarbeitung und Steuerung

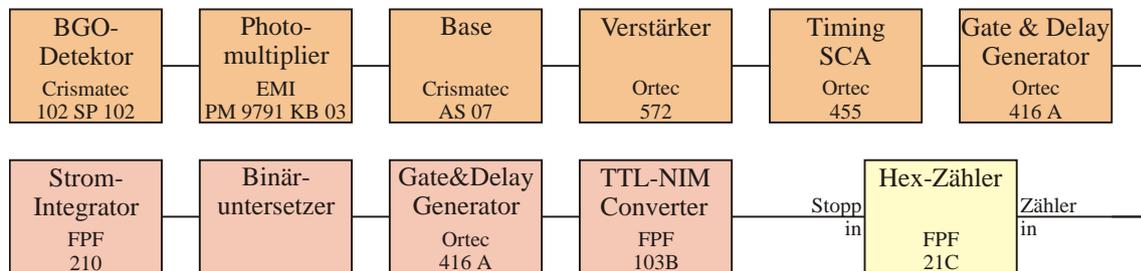


Abbildung 4.7: Aufbau der elektronischen Schaltung für Wasserstoffnachweis

Für die elektronische Signalverarbeitung gibt es je nach Art der Messung verschiedene Varianten. Bei der Aufnahme von Tiefenprofilen mit Einfachresonanzen wird ein Energiefenster gesetzt, und alle Ereignisse in diesem Energiebereich werden mit einem Zähler addiert. Zur Normierung der in Abbildung 4.7 gezeigten Schaltung für den Zähler wird ein vom Stromintegrator erzeugtes Frequenzsignal, das proportional zum angezeigten Strom ist, mit einem Zähler addiert. Das Signal vom BGO wird nach der Verstärkung mit einem Diskriminator im TSCA auf einen gewünschten Energiebereich ausgeschnitten. Tritt in diesem Bereich ein Signal auf, so wird durch den anschließenden Gate-&-Delay-Generator ein Rechtecksignal erzeugt, das im Zähler registriert wird. Mit dieser Meßanordnung erhält man sofort eine Zählrate die proportional zum Anteil des nachzuweisenden Elements ist.

Bei Winkelscanaufnahmen und Tiefenprofilen mit Mehrfachresonanzen werden die gemess-

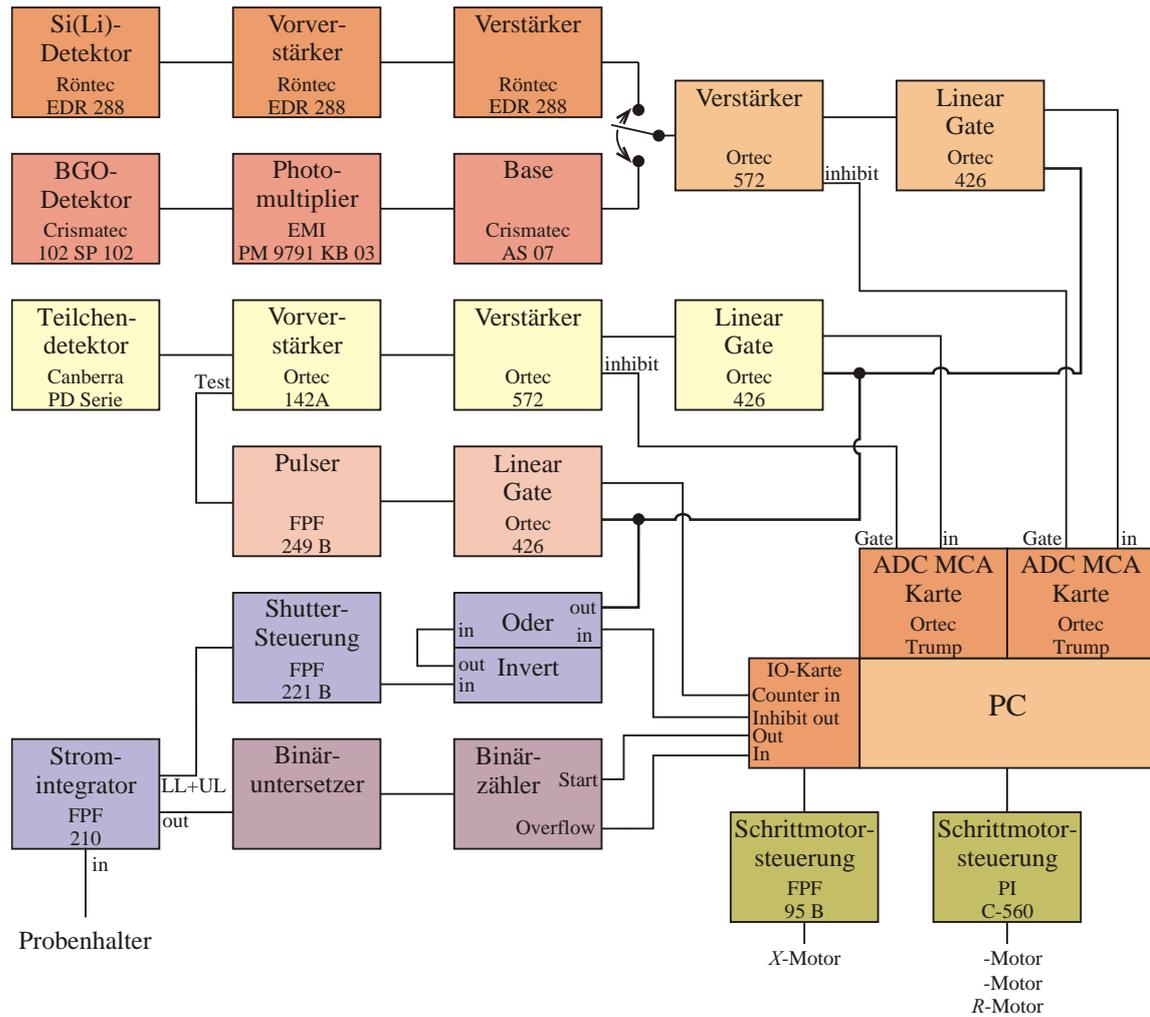


Abbildung 4.8: Aufbau der elektronischen Schaltung für RBS-Messungen

senen Spektren dagegen direkt mit einem Vielkanalanalysator aufgenommen. Die komplette Steuerelektronik ist in Abbildung 4.8 gezeigt. Zur Steuerung der Schrittmotoren und der Meßkarten wurde von uns das weiterentwickelte Programm Cleopatra 2000 verwendet. Mit diesem Programm können über serielle Schnittstellen des Rechners die Schrittmotoren gesteuert werden und gleichzeitig zwei in die Vielkanalanalysatoren eingelesene Spektren ausgelesen und bearbeitet werden. Die Schrittmotorensteuerung des Programms kann dabei für beide Kamern verwendet werden. Der genaue Ansteuerung der Elektronik und die Software Cleopatra 2000 werden in Kapitel 5 erläutert.

KAPITEL 5

Die neue Computersteuerung

Die bisher verwendete Computersteuerung beruhte auf einem Aufbau von 1991 [FLE91], die von Günter Flemig fertiggestellt wurde [FLE93]. Diese Steuerung beruhte noch auf einem AT-286 Computer, der mit DOS 5.0 betrieben wurde. Das Meßprogramm Cleopatra wurde in Turbo Pascal geschrieben. Dieses bestehende Programm wurde mit Hilfe von Delphi 4.0 in ein Windows 9x Programm umgeschrieben. Dazu wurde ein moderner Computer mit Pentiumprozessor verwendet, der mit neuer Hardware zur Steuerung und Datenaufnahme ausgestattet wurde. Die komplette Programmoberfläche mußte dazu neu geschrieben werden und die Ansteuerung der Hardwarekomponenten neu integriert werden. Dazu mußten auch einige Änderungen am Elektronikaufbau vorgenommen werden. Diese Änderungen und neue Programmteile sollen im weiteren Kapitel dokumentiert werden.

5.1 Elektronikaufbau und eingebaute Karten

Wie in Abb. 5.1 dargestellt, gehen die Pulse der Detektoren nach dem Hauptverstärker jeweils in ein Linear Gate (ORTEC426) und enden dann in den MCA-Karten (ORTEC TRUMP), von denen zwei im Rechner eingebaut sind. Die jeweiligen Inhibit-Signale der Hauptverstärker werden mit Hilfe eines Delaygenerators passend verzögert und danach zum Gate-Eingang der jeweiligen MCA-Karte übertragen. Die vom Stromintegrator proportional zum anliegenden Targetstrom ausgegebene Frequenz, wird mit einem Binärteiler untersetzt und mit einem sich anschließenden

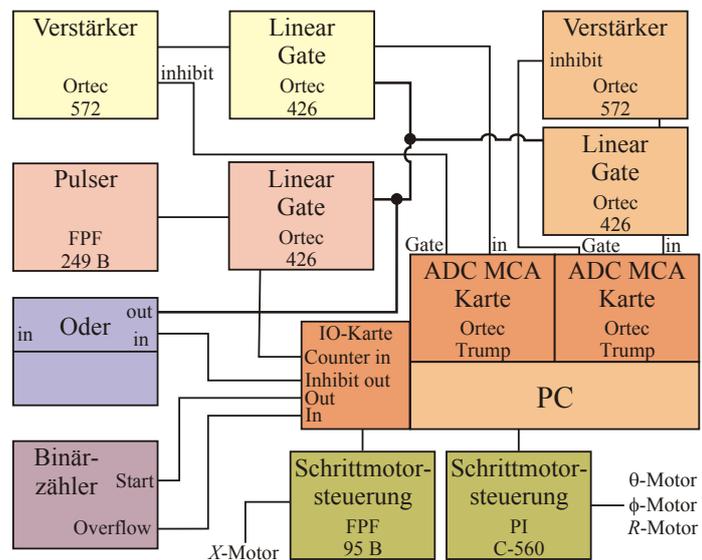


Abbildung 5.1: Blockschaltbild der Steuerelektronik

Binärzähler aufaddiert. Bei einem am Zähler voreinstellbaren Wert gibt der Zähler ein Overflowsignal aus, welches von der I/O-Karte im Rechner registriert wird. Dadurch wird immer nur eine feste Ladungsmenge pro Meßschritt gemessen. Durch das Overflowsignal wird gleichzeitig der Inhibit Ausgang gesetzt, welcher auf das Oder-Schaltglied weitergeleitet wird, wie in Abbildung 5.1 gezeigt ist. Der Ausgang des Odergliedes liegt auf 5V, wenn entweder ein Inhibitsignal von der I/O-Karte anliegt, oder der Shutter geschlossen ist. Dadurch werden sämtliche Linear Gates gesperrt und es werden keine Signale mehr zu den MCA-Karten weitergeleitet. Ebenso wird das Pulsersignal gesperrt.

Der Inhibitausgang des Hauptverstärkers wird verwendet, um Pile up Effekte zu verhindern. Der Verstärker registriert dabei zwei Pulse des Vorverstärkers in zu engem zeitlichen Rahmen und addiert beide Werte. Dieser Fehler wird aber von der Logik des Verstärkers erkannt und durch ein Inhibitsignal angezeigt. Dieses Inhibitsignal wird dann mit einem Delaygenerator so verzögert, daß es am Gateeingang der jeweiligen ADC-Karte anliegt, wenn das zugehörige Energiesignal eintrifft. Falls die ADC-Karte auf Antikoinzidenz geschaltet ist, ignoriert sie

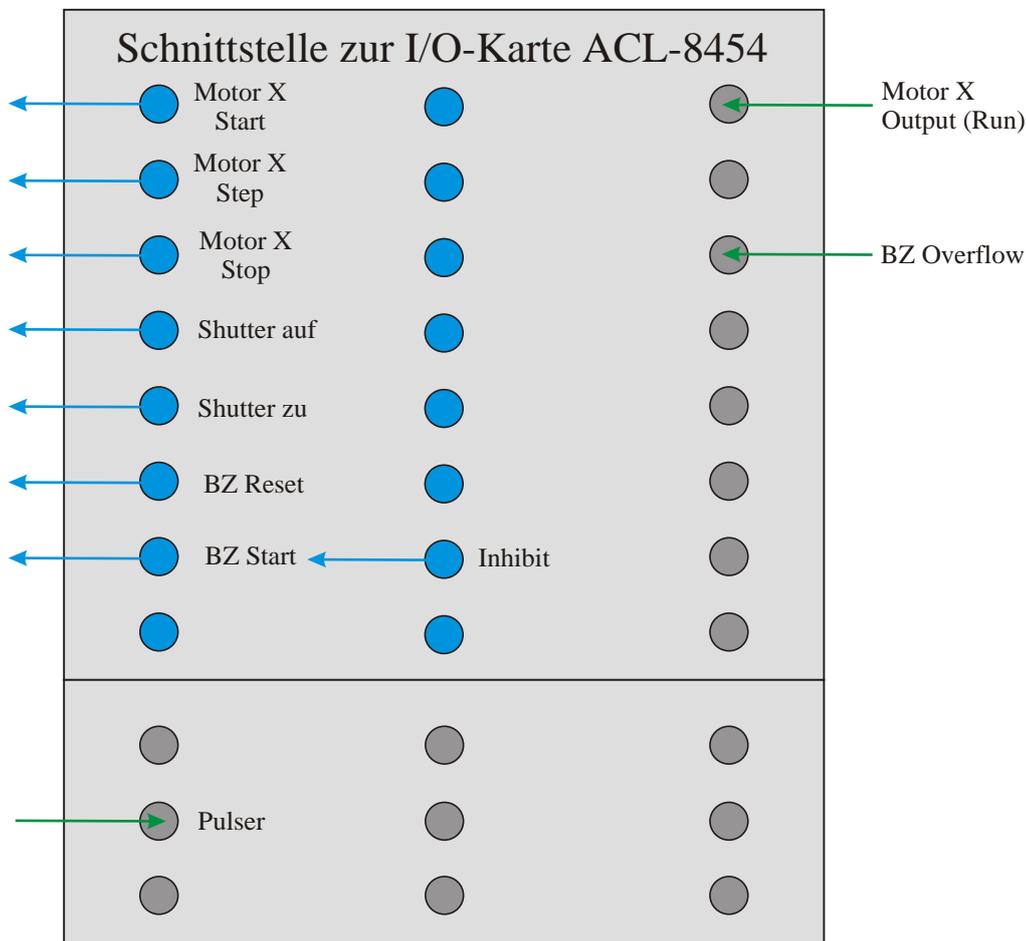


Abbildung 5.2: Die externe Ein- und Ausgabereinheit der I/O-Karte ACL-8454

die unerwünschten Pulse.

Die Motoren R , Θ und Φ werden über eine Schrittmotorsteuerung (Physic Instruments PI-

C560) kontrolliert, die über eine serielle Schnittstelle mit dem Rechner verbunden ist. Der X-Motor dagegen wird über die I/O-Karte und eine spezielle Motorsteuerung (Physikwerkstatt Eigenbau FPF95B) angesteuert. Die I/O-Karte ACL-8454 besitzt 6 Zähler, sowie 16 Eingangs- und 8 Ausgangsports. Ein Teil dieser Ports sind über ein Flachbandkabel mit dem in Abbildung 5.2 dargestellten Einbaumodul verbunden. Dieses Modul besitzt BNC-Stecker, so daß es leicht mit der restlichen Elektronik verbunden werden kann. Die Belegung der Ein- und Ausgänge ist in Abbildung 5.2 ersichtlich. Außerdem wurden die Eingänge des I/O-Moduls mit Flip-Flops versehen. Dadurch ist garantiert, daß jeder eingehende Puls auch dann registriert wird, falls die Software diesen Port gerade nicht abfragt.

Der Zähler, der die Pulssignale auswertet, wird beim Start auf die höchstmögliche Zahl, nämlich 65535 gesetzt und langsam nach unten gezählt. Da er bei Erreichen der Null das Zählen beenden würde, muß Vorsorge getragen werden, daß dies innerhalb eines Meßschrittes nicht vorkommt. Aus diesem Grund sollte während der Messung der Pulser nur mit niedrigen Frequenzen betrieben werden.

5.2 Die Integration der Hardwarekomponenten

Im steuernden Computer sind zwei Vielkanalanalysatoren und eine I/O-Karte eingebaut. Die gesamte Ansteuerung der Hardware erfolgt über jeweils vom Hersteller mitgelieferte Windowsbibliotheken, die als dll-Funktionen realisiert sind. Die komplette Ansteuerung mußte deswegen von direkten Befehlen auf die neuen dll-Funktionen abgebildet werden. Lediglich die Ansteuerung der seriellen Schnittstelle erfolgt weiterhin direkt aus Delphi heraus, mußte allerdings ebenfalls völlig neu implementiert werden.

Im Hauptprogramm werden dabei bei der Initialisierung der Hardware die beiden Bibliotheken MCBCIO32.dll für die MCA-Karten und 8454.dll für die I/O-Karte dynamisch nachgeladen. Anschließend werden die verschiedenen Hardwarekomponenten in folgender Reihenfolge geprüft und gegebenenfalls auch initialisiert:

1. I/O-Karte ACL-8454
2. serieller RS232-Port
3. Schrittmotorsteuerung PI-C560
4. MCA-Karten

Dabei werden alle Vorgänge in einem Startfenster dokumentiert. Dort muß auch die Pipe ausgewählt werden und es muß entschieden werden, ob alle Motoren und Meßkarten mit Null initialisiert, oder ob die Werte der letzten Messung verwendet werden sollen.

Erst dann startet das eigentliche Meßprogramm und stellt die Funktionen zur Verfügung, die aufgrund der Initialisierungstests verwendet werden können. Sollte überhaupt keine Hardware gefunden werden, so startet automatisch die Auswertversion Cäsar 2000.

5.3 Das Steuer- und Datenaufnahmeprogramm Cleo2000

Das neue Programm wurde mit Delphi 4.0 entwickelt und wurde weiterhin in verschiedene Units unterteilt, die teilweise aus dem alten Programm übernommen werden konnten. Die Struktur der Units, in Abbildung 5.3 schematisch illustriert, soll nun kurz erklärt werden.

Dabei sind die unteren Units alle aus Delphi, dazwischen kommen die steuernden Units, und im oberen Bereich sind die Units, die auch die Ein-/Ausgabefenster enthalten dargestellt. Viele Teile des alten Programm konnten dabei durch fertige Delphi-Units ersetzt werden.

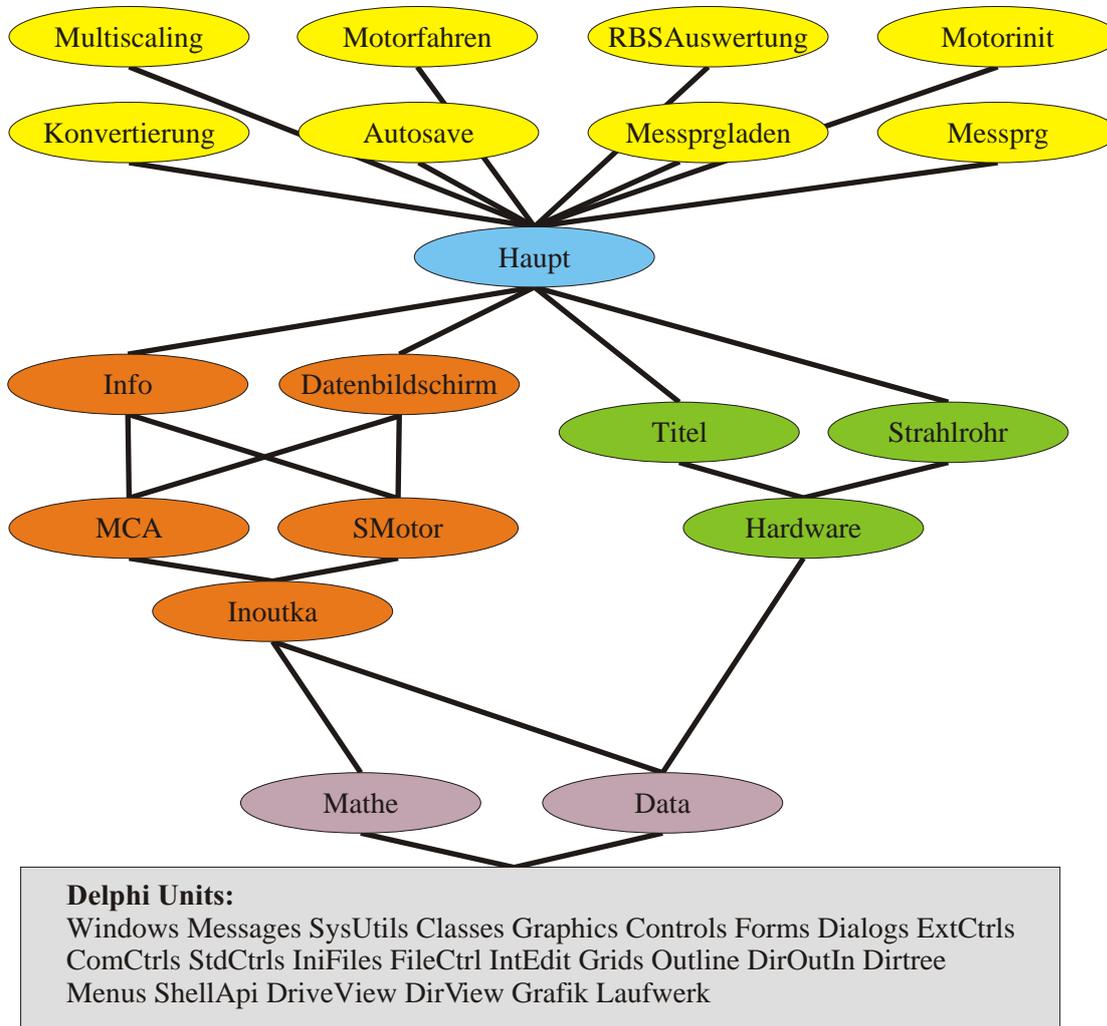


Abbildung 5.3: Schematischer Zusammenhang der einzelnen Units

So sind alle Units, die mit der Bildschirmausgabe oder der Tastatureingabe zu tun hatten, weggefallen. Ebenfalls überflüssig wurde die Auswertung der eingegebenen Befehlsörter, da alle Befehle jetzt als anklickbare Mausicons realisiert wurden.

5.3.1 Die einzelnen Units

- **HAUPT:**
Enthält die Komponenten und die Oberfläche des Hautprogramms
- **MESSPRG:**
Enthält die Oberfläche und alle Eingaben zum Erstellen von Meßprogrammen

- **HARDWARE:**
Beinhaltet die Routinen zum Überprüfen und Initialisieren der Hardware beim Start
- **DATA:**
Definiert alle globalen Variablen und setzt gegebenenfalls die Startwerte
- **DATENBILDSCHIRM:**
Besteht aus allen Routinen zur Kontrolle der Cursor- und Markerpositionen, Skalierung des Spektrums etc.
- **MESSPRGLADEN:**
Enthält die Oberfläche und die Komponenten zur Auswahl eines bereits erstellten Meßprogramms
- **MCA:**
Routinen zur Steuerung der MCA-Karten, das Ein- und Ausschalten der ADCs, das Auslesen von Meßdaten aus den Karten etc.
- **INOUTKA:**
Stellt Routinen zur Kontrolle der I/O-Karte, also zur Zähler- und I/O-Kontrolle zur Verfügung
- **MATHE:**
Eine Sammlung von Routinen zur Konvertierung verschiedener Zahlenformate
- **SMOTOR:**
Beinhaltet Routinen zur Kontrolle der Schrittmotoren, sowohl über die serielle Schnittstelle, als auch über den I/O-Port
- **INFO:**
Alle Routinen zur korrekten Darstellung der Infobereiche 1-3 und der Infoboxen unterhalb der Datendarstellung
- **RBSAUSWERTUNG:**
Enthält die Oberfläche und die Berechnungsmodule zur RBS-Eichung
- **KONVERTIERUNG:**
Liefert die Oberfläche und Eingaben zur Konvertierung der ASCII-Werte in andere Programmformate
- **MOTORINIT:**
Enthält die Oberfläche und alle Komponenten zur Eingabe der Grenzwerte der Schrittmotoren
- **TITEL:**
Enthält die Oberfläche, die beim Start die Initialisierung der Hardware anzeigt
- **MOTORFAHREN:**
Beinhaltet die Oberfläche und alle Routinen zum Verändern der Schrittmotoren
- **MULTISCALING:**
Enthält die Oberfläche und alle Eingaben zur Bestimmung von Multiscalingaufnahmen

- **AUTOSAVE:**
Liefert die Oberfläche und alle Eingaben zur Festlegung der abzuspeichernden Dateien im Autosave-Modus
- **STRAHLROHR:**
Enthält die Oberfläche zur Auswahl des Strahlrohres beim Programmstart

Die jeweiligen implementierten Funktionen wurden dadurch in den Units gekapselt, was eine Wartung und Veränderung des Programmcodes vereinfacht.

5.3.2 Die Eingabefenster

Im folgenden Abschnitt werden kurz die Eingabefenster und ihre Benutzung beschrieben.

5.3.2.1 Messung steuern

Die Hauptprogrammoberfläche erscheint nach dem Initialisieren aller Hardwarekomponenten. Alle Bedienungselemente sind, wie unter Windows gewohnt, mit der Maus anklickbar, und die umständliche Kommandoeingabe per Tastatur und Schlüsselwörtern wurde abgeschafft. Das Setzen der Marker erfolgt ebenfalls mit der Maus, ist allerdings auch immer noch mit

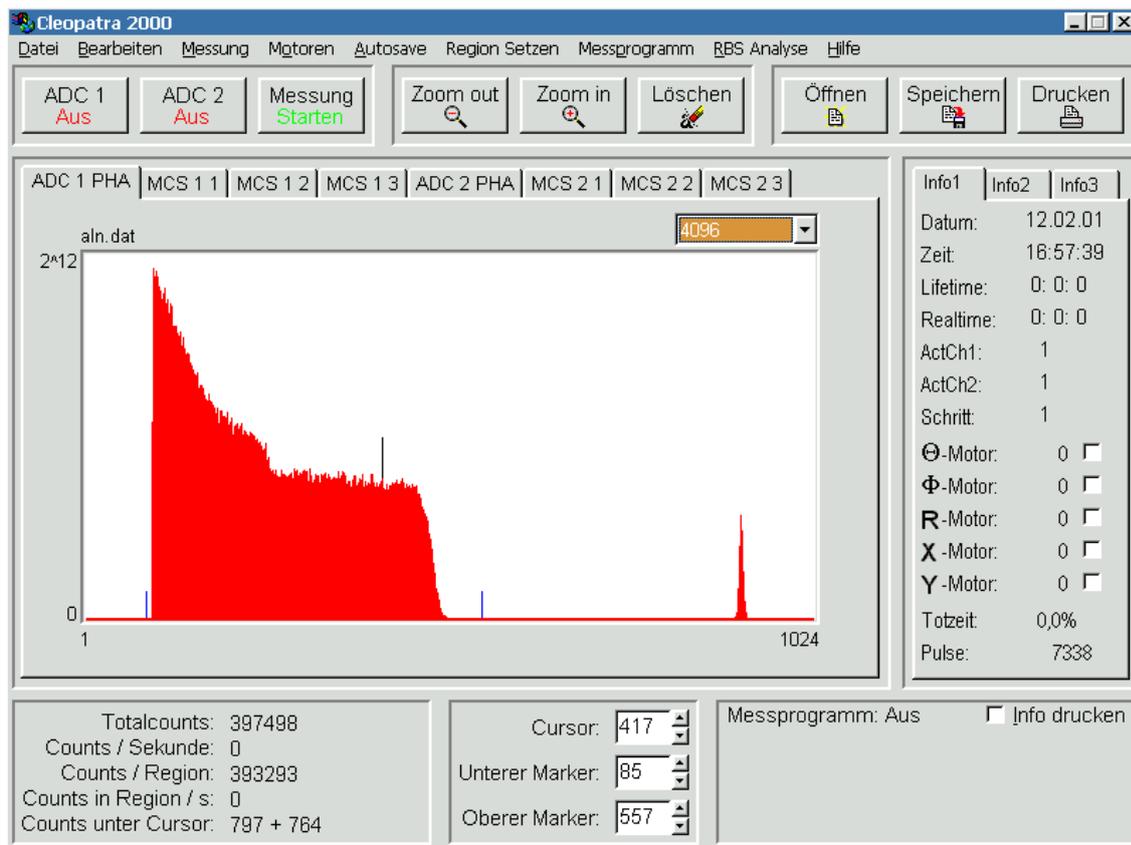


Abbildung 5.4: Hauptoberfläche des Programms Cleopatra 2000

den Pfeiltasten möglich. Für den linken Marker muß dabei gleichzeitig die ALT-Taste gedrückt werden, für den rechten Marker die STRG-Taste. Außerdem kann die Y-Skalierung im Datenfenster zusätzlich sehr schnell mit den Bildauf- und Bildabtasten verändert werden.

5.3.2.2 Initialisierung der Schrittmotoren

Die verschiedenen Hardwaregrenzen und die den Meßaufbau betreffenden vorgegebenen Schranken der Schrittmotoren werden innerhalb des Menüpunktes eingestellt. Die Werte beim Programmstart durch die Initialisierungsdatei *cleo.ini* gegeben, und können falls nötig verändert werden. Einstellbar sind hier die maximalen Geschwindigkeiten der Schrittmotoren, die beiden Softwareanschläge, die Brems- sowie die Anfahrbeschleunigung und die Werte für

Motor:	Θ-Motor	Φ-Motor	R-Motor	X-Motor	Y-Motor
Rampe:	30	30	30	30	30
Maximalgeschwindigkeit:	5	5	5	80	80
Unterer Anschlag:	-4000	-13000	-6000	0	-10000
Oberer Anschlag:	4000	8000	27500	14286	10000
Eichung 100 Schritte:	0,4	0,4	0,4	0,1	0,1
Absolutposition:	0	0	0	0	0

Abbildung 5.5: Einstellungen der Hardwarebereiche der verschiedenen Schrittmotoren

die Umrechnung zwischen den Winkel- und Motorschritten. Die Werte können dabei entweder einzeln oder durch die Auswahl einer anderen Pipe komplett verändert werden. Beim Programmstart wird standardmäßig die Einstellung für die Blaue Pipe geladen, die hier auch gezeigt ist.

5.3.2.3 Bewegen der Schrittmotoren

Mit dem Menüpunkt 'Schrittmotoren bewegen' können die Schrittmotoren auf die erforderlichen Positionen gefahren werden. Die Anzeige der Positionen erfolgt dabei in Grad und in mm, die Umrechnung erfolgt mit Hilfe der Werte aus der Initialisierung. Außerdem wird dabei kontrolliert, daß die bei der Initialisierung gesetzten Grenzwerte nicht überfahren werden. Durch den Schalter 'Null setzen' können die Positionen der Schrittmotoren im Programm softwareseitig auf Null gesetzt werden, so daß die momentane Position als neuer

Motor:	Θ-Motor	Φ-Motor	R-Motor	X-Motor	Y-Motor
Position:	0	0	0	0	0
	0,000°	0,000°	0,000°	-4,340mm	0,000mm
Ziel:	4000	200	-640	6200	0
	16,000°	0,800°	-2,560°	4,340mm	0
Absolutposition:	0	0	0	0	0

Abbildung 5.6: Bewegen und Rücksetzen der Schrittmotoren

Bezugspunkt zur Verfügung steht. Dies ist vor allem beim Ausrichten von kristallinen Materialien im Ionenstrahl von Vorteil. Die korrekte Absolutposition wird vom Programm intern weiter mitberechnet und kann jederzeit wieder übernommen werden.

5.3.2.4 Multiscalingaufnahmen einstellen

Um die Motoren während einer Messung zu bewegen, müssen die dazu notwendigen Eintragungen in der Oberfläche für die Multiscalingeinstellungen vorgenommen werden. Falls der

Motor:	Θ-Motor	Φ-Motor	R-Motor	X-Motor	Y-Motor
Position:	0 0,000°	0 0,000°	0 0,000°	0 0,000°	0 0,000°
Start:	-3000 -12,000°	-200 0	0 0	0 0	0 0
Schrittweite:	200 0	100 0	0 0	0 0	0 0
Ziel:	3000 0	2000 0	0 0	0 0	0 0
Motor ist:	<input checked="" type="checkbox"/> Aktiv	<input type="checkbox"/> Aktiv	<input type="checkbox"/> Aktiv	<input type="checkbox"/> Aktiv	<input type="checkbox"/> Aktiv

Abbildung 5.7: Einstellen der Multiscalingwerte

Motor als aktiv gekennzeichnet ist, läuft er zwischen den einzelnen Aufnahmen, beginnend von der Startposition, um die entsprechend eingestellte Schrittweite bis zur Zielposition weiter. Alle Positionen werden dabei in Grad und in mm angegeben. Ob die jeweiligen Motoren aktiv sind, kann zusätzlich noch auf der Hauptoberfläche im Bereich 'Info2' überprüft werden.

5.3.2.5 RBS-Eichung

Ionenstrahlendaten:		Eichdaten:		Kanal	Masse
Projektil (Masse):	He (4,0026)	Eichelement 1	C	156	135
Projektilenergie:	2000	Eichelement 2	Si	256	245
Streuwinkel:	165	Eichelement 3		0	0
Targetwinkel:	0	Eichelement 4		0	0

Eichgerade: $Y=5,6751 \text{ keV/Kanal}-255,124 \text{ keV}$

Eichgerade im Hauptprogramm anzeigen RBS Tabelle anzeigen

Abbildung 5.8: Eingeben der Werte zur RBS-Eichung

Hiermit kann die Umrechnung zwischen Kanälen und Energien erfolgen. Mindestens von zwei bekannten Elementen müssen die Kanalzahlen eingegeben werden. Im Programm wird dann damit bei vorgegebenem Streuwinkel die Energieeichung für die ausgewählte Ionenstrahlorte berechnet. Die Eichgerade kann zusätzlich im Hauptprogramm angezeigt werden. Außerdem kann die komplette RBS-Tabelle mit allen Elementen bis zum Uran, sowie ihren Rückstreuenergien an der Oberfläche und den dazu passenden Kanalzahlen angezeigt oder gedruckt

werden. Im Hauptprogramm werden für den ADC1-PHA-Datensatz die Elemente unterhalb der Daten eingeblendet.

5.3.2.6 Autosave-Einstellungen

Mit Hilfe der *Autosave*-Einstellungen können während einer Multiscalingmessung die Einzelspektren automatisch abgespeichert werden. Dadurch ist es möglich, die aufgenommenen Spektren nach der Messung unter Berücksichtigung der Totzeit auszuwerten. Dazu können für

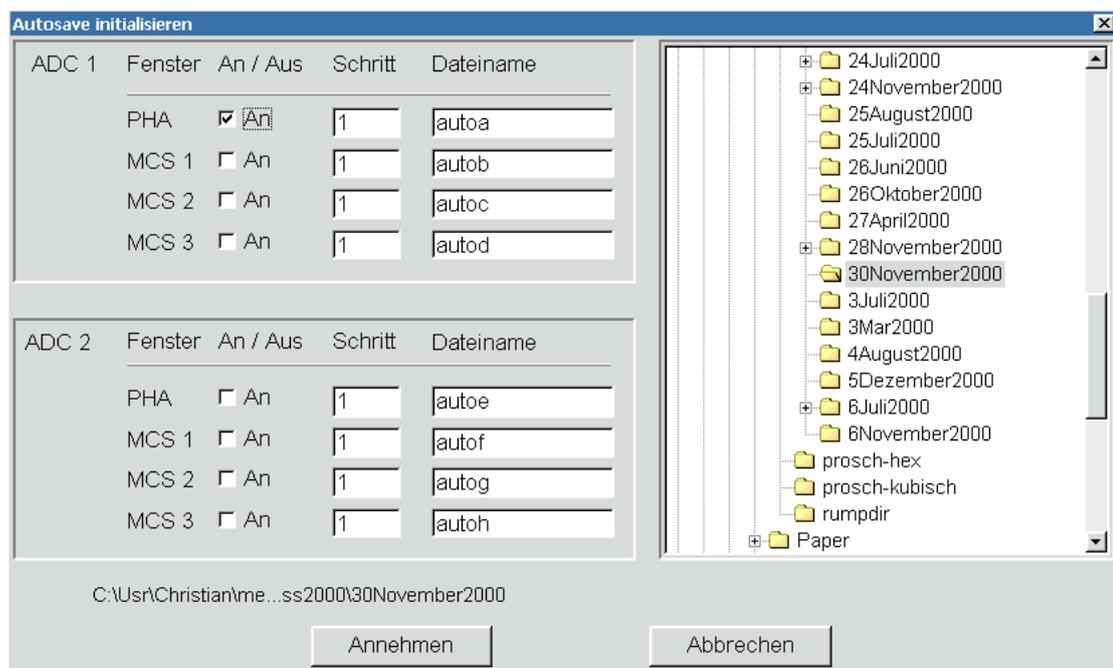


Abbildung 5.9: Einstellen der Informationen für Autosave

jeden der zwei ADCs durch Aktivieren der jeweiligen Kontrollkästchen sowohl die Pulshöhenspektren, als auch die drei zugehörigen Multiscalingspektren abgespeichert werden. Dabei kann ausgewählt werden, in welchem Schrittabstand abgespeichert werden soll. Der gewählte Dateiname wird dabei bei jedem Abspeichern automatisch mit der laufenden Nummer ergänzt. Dabei werden im Pulshöhenspektrum bei jedem Schritt die neuen Ereignisse dazugaddiert, so daß bei der Auswertung immer zwei aufeinanderfolgende Spektren voneinander abgezogen werden müssen. Dies ist mit der dazu passenden Software CAESAR 2000 automatisch möglich.

5.3.2.7 Meßprogramm erstellen und nutzen

Die Möglichkeit, über Dateien ganze Messungen automatisch zu steuern, wurde stark vereinfacht. Dazu müssen Dateien mit bestimmten Stichwörtern erstellt werden. Um dies zu vereinfachen, wurde eine Oberfläche entwickelt, die das Erstellen dieser Dateien wesentlich vereinfacht. Alle möglichen Einstellungen zur Messung sind in der Oberfläche auswählbar. Außerdem gibt es einige vordefinierte, spezielle Messungen, die direkt anwählbar sind und dann nur noch den besonderen Gegebenheiten angepaßt werden müssen. Um die automati-

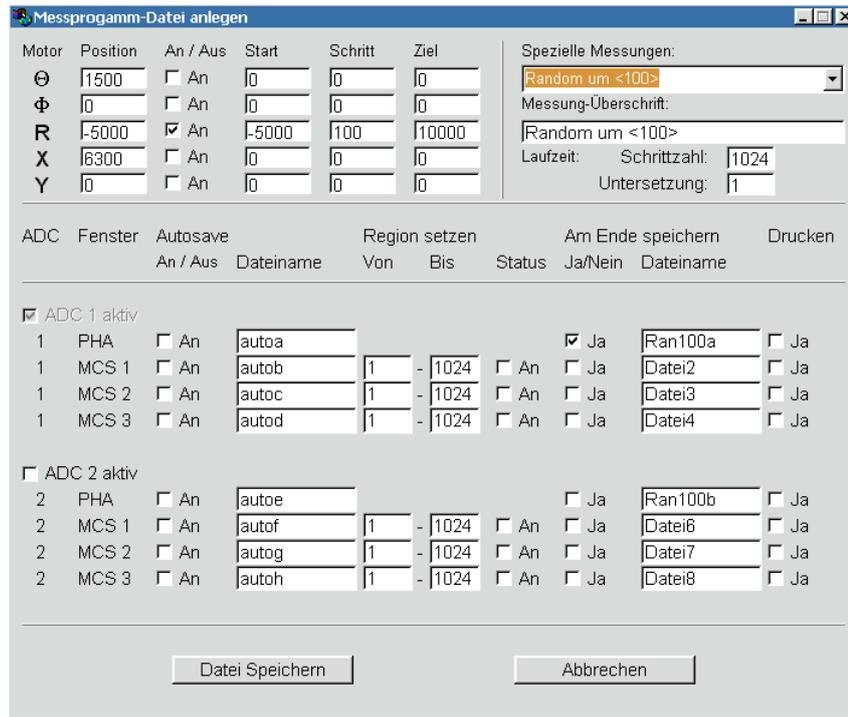


Abbildung 5.10: Erstellen von Dateien zum automatischen Meßprogramm

schen Messungen auszuführen, müssen die hier erstellten Dateien dann im Hauptprogramm unter dem Menüpunkt 'Meßprogramm → Dateien laden' aufgerufen werden.

5.3.2.8 Datenkonvertierung

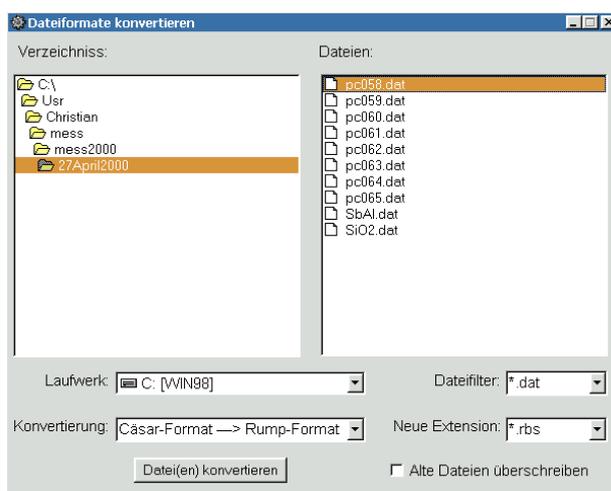


Abbildung 5.11: Konvertierung von Dateien in verschiedene Formate

Mit diesem Unterprogramm, das auch als Einzelprogramm zur Verfügung steht, können die ASCII-Dateien des Programms Cleopatra 2000 in die Dateiformate anderer, häufig genutzter Programme konvertiert werden. So existiert die Möglichkeit, die Daten an Programme wie RUMP anzupassen, aber auch Programme wie GENPLOT und PFIT werden berücksichtigt. Dadurch können die Daten in den verschiedensten Formaten weiterverarbeitet werden, was die oft benötigte Umsetzung der Meßdaten stark vereinfacht.

5.4 Das Auswerteprogramm Caesar 2000

Die passende Auswertesoftware Cäsar 2000 ist abgestimmt zum Meßprogramm Cleopatra 2000. Hiermit können vor allen Dingen die Multiscalingmessungen ausgewertet werden. Außerdem ist in diesem Programm die Totzeitkorrektur aufgrund des Pulsersignals möglich. Gestartet werden kann dieses Programm entweder durch verwenden des Programmnamens

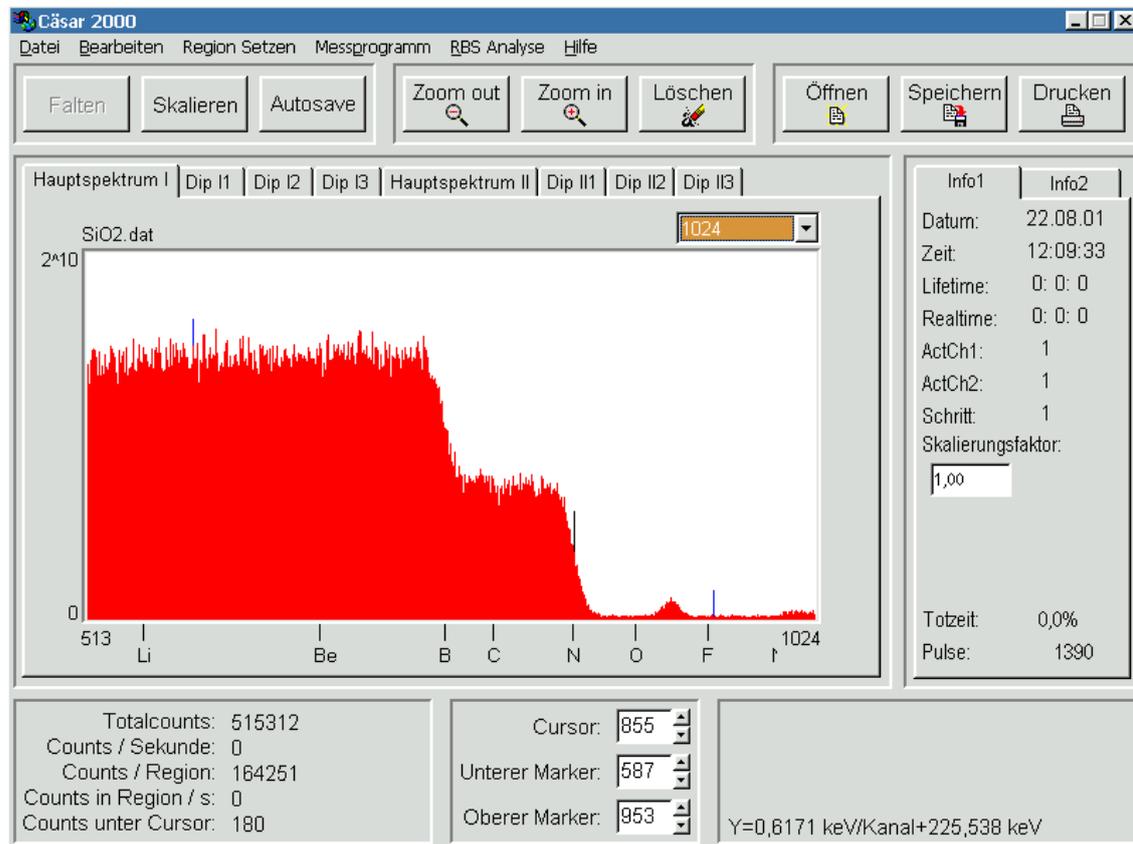


Abbildung 5.12: Oberfläche des Auswerteprogramms Cäsar 2000

CÄSAR2000.EXE, oder automatisch, falls die Option '-noHardware' angegeben wird, oder falls bei der Initialisierung keine Hardware gefunden wird. Einige Routinen, die nur in Cäsar 2000 verwendet werden, sind dabei noch im Quellcode der Unit Caesarrountinen.pas enthalten. Die wichtigste Komponente ist die Autosave-Auswertung, die das nachträgliche Erstellen von Channeldips aus abgespeicherten Winkelscans ermöglicht. Dazu müssen mit den beiden Markern die Grenzen gesetzt werden und damit einer der drei Dip-Bereiche ausgewählt werden. Mit dem Button Skalieren können die Meßdaten mit dem Skalierungsfaktor, der auf der Info1-Seite angegeben wird verrechnet werden. Alle anderen Programmteile sind schon im Abschnitt über Cleopatra 2000 erläutert worden.

KAPITEL 6

Defektbestimmungen an AlN:Si-Schichten auf Saphir

Die Herstellung und Untersuchung von AlN-Schichten diente als Grundlage zur Entwicklung eines UV-Detektors, der am Freiburger Materialforschungszentrum im Rahmen eines Landesschwerpunktprojektes erforscht werden sollte. Die Vorteile von AlN gegenüber anderen Materialien sind dabei die gute Temperaturstabilität und die Unempfindlichkeit gegenüber sichtbarem Licht.

Dazu wurden zur Verbesserung des epitaktischen Wachstums RBS- und Channeling-Untersuchungen durchgeführt. Sie dienten in erster Linie zur Optimierung des epitaktischen Wachstums und zur Charakterisierung der kristallinen Qualität der Proben. Ziel war es, die Defektdichten tiefenabhängig von der Oberfläche bis zum Interfaceübergang am Substrat zu bestimmen.

6.1 Untersuchung der Schichteigenschaften mit RBS

Alle AlN-Schichten wurden von Lutz Kirste am Freiburger Materialforschungszentrum der Universität Freiburg in der Gruppe von Dr. Dirk Ebling und Prof. Dr. Klaus W. Benz hergestellt. Die dabei untersuchten Proben Lk072 bis Lk076 wurden in einer MBE-Anlage auf Saphirsubstraten aufgewachsen. Sie enthielten dabei als Dotierelement Silizium.

Als erstes haben wir mit Hilfe von RBS-Messungen die Schichtdicke und Stöchiometrie der Aluminiumnitridschichten ermittelt. Größere Abweichungen gegenüber der 50% Aluminium-

<i>Probenbezeichnung</i>	<i>Schichtdicke</i>
Lk072	1711 nm
Lk073	1177 nm
Lk074	961 nm
Lk075	1567 nm
Lk076	1542 nm

Tabelle 6.1: Durch RBS bestimmt Schichtdicken der AlN:Si Proben.

und 50% Stickstoff-Zusammensetzung wurden dabei allerdings nicht gefunden. Die gemesse-

nen Schichtdicken sind in Tabelle 6.1 aufgeführt. Sie wurden mit dem Programm SIMNRA¹ bestimmt. Die RBS-Aufnahmen wurden wie die Channelingaufnahmen mit 4,0 MeV $^4\text{He}^+$ -Ionen durchgeführt. Die Spektren sind zusammen mit den simulierten Daten in Abbildung 6.1 zu sehen. Dabei ist bei den dünneren Schichten noch das RBS-Signal der unterliegenden

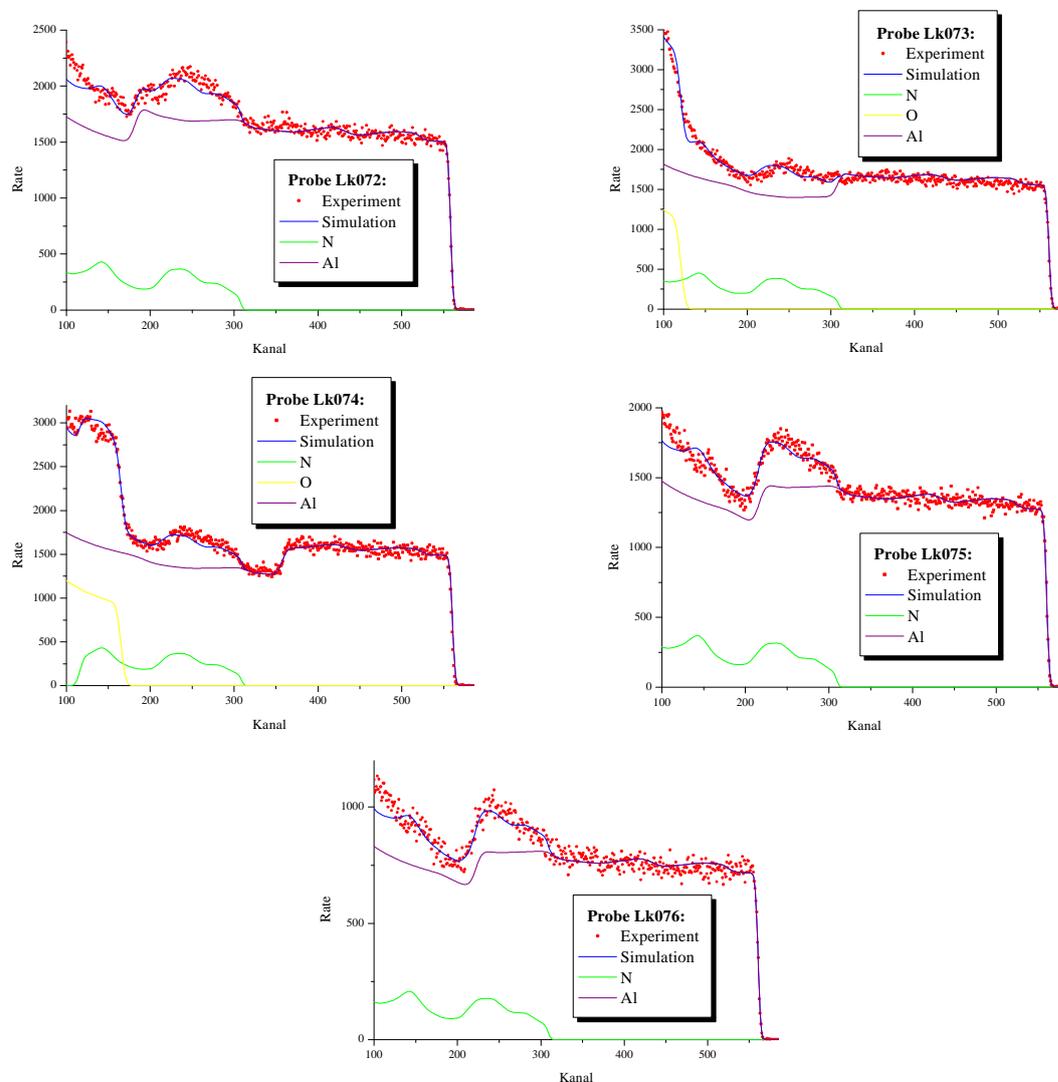


Abbildung 6.1: RBS-Spektren der Proben Lk072 bis Lk076 und der dazu simulierten Daten.

Substrate aus Al_2O_3 zu erkennen.

6.2 Bestimmung der Versetzungsdichten

Aus den gemessenen Channelingdaten wurden hierbei quantitative Angaben über die Versetzungsdichten und den Einfluß der Schichtdicke untersucht. Dazu wurden fünf Proben mit

¹M. Mayer, SIMNRA Version 4.40 Users Guide, Technical Report No. IPP 9/113, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, Garching, 1997

verschiedenen Schichtdicken zwischen $1\ \mu\text{m}$ und $1,7\ \mu\text{m}$ ausgewählt. Alle Proben wurden dabei auf dem gleichen Substratmaterial, nämlich Al_2O_3 , aufgewachsen.

Die Proben wurden jeweils so ausgerichtet, daß der Ionenstrahl entlang der $[1000]$ -Achse geführt wird. Dann wurde jeweils ein RBS-Spektrum direkt in Kanalrichtung aufgenommen, bei dem durch eine lange Meßzeit die statistischen Fehler klein gehalten wurden. Die so aufgenommenen Channelingspektren wurden anschließend mit der Randomrückstreureate normiert. Aus den so erhaltenen, normierten Spektren, die in Abbildung 6.2 zu sehen sind, wurde die

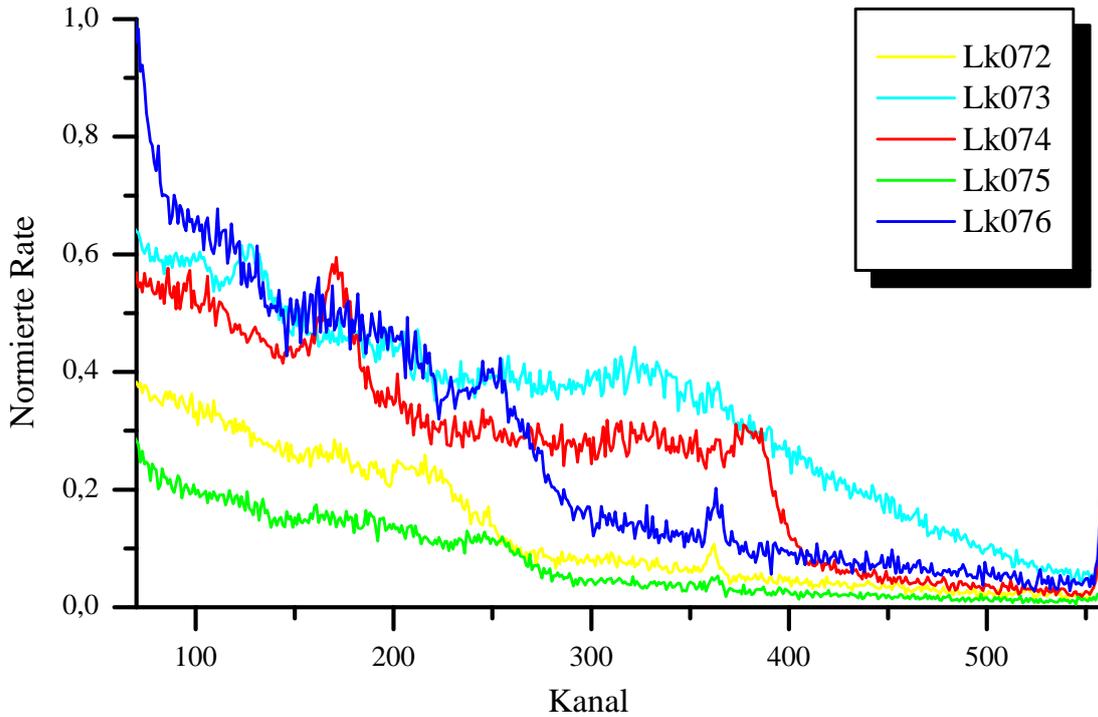


Abbildung 6.2: Normierte minimale Rückstreureate χ_{\min} . Der Anstieg bei Kanal 550 wird durch den Oberflächenpeak hervorgerufen.

Veränderung der Rückstreureate mit der Tiefe bestimmt. Mit Hilfe des berechneten Dechannelingfaktors σ_D für verschiedene Versetzungstypen, die im hexagonalen AlN auftreten, konnte anschließend die Versetzungsdichte tiefenabhängig bis zur Interfaceschicht zwischen AlN und dem Substrat berechnet werden. Eine weitergehende Auswertung ist nicht möglich, da es in den Channelingspektren dann zu einer Überlagerung der verschiedenen Rückstreuausbeuten von Aluminium und Stickstoff kommt, die allerdings mit der Ionenenergie variiert werden kann.

Zur Berechnung der Defektkonzentrationen wurde aufgrund der bekanntermaßen hohen Versetzungsdichten in Nitriden davon ausgegangen, daß das Dechanneling durch Defekte dominiert. Für die Bestimmung der Defektkonzentration wurde folgende Näherung

$$-\frac{1}{1 - \chi_R(z)} \frac{d(1 - \chi_R(z))}{dz} = \frac{dP_T}{dz} \approx \frac{dP_D}{dz} = \sigma_D n_D(z) \quad (6.1)$$

verwendet (vgl. Gleichung 2.1, 2.3 und 2.4 in Abschnitt 2.1 auf Seite 13ff.). Dabei wird die Versetzungsdichte nach oben abgeschätzt, da das Dechanneling, das auch im perfekten

Kristall auftritt, hierbei vernachlässigt wird. Aus den normierten Rückstreuraten χ_R aus Abbildung 6.2 wurden mit

$$n_D(z) = -\frac{1}{\sigma_D(1 - \chi_R(z))} \frac{d(1 - \chi_R(z))}{dz} \quad (6.2)$$

die Versetzungsdichten der Proben berechnet, wie sie in Abbildung 6.3 zu sehen sind. Aus

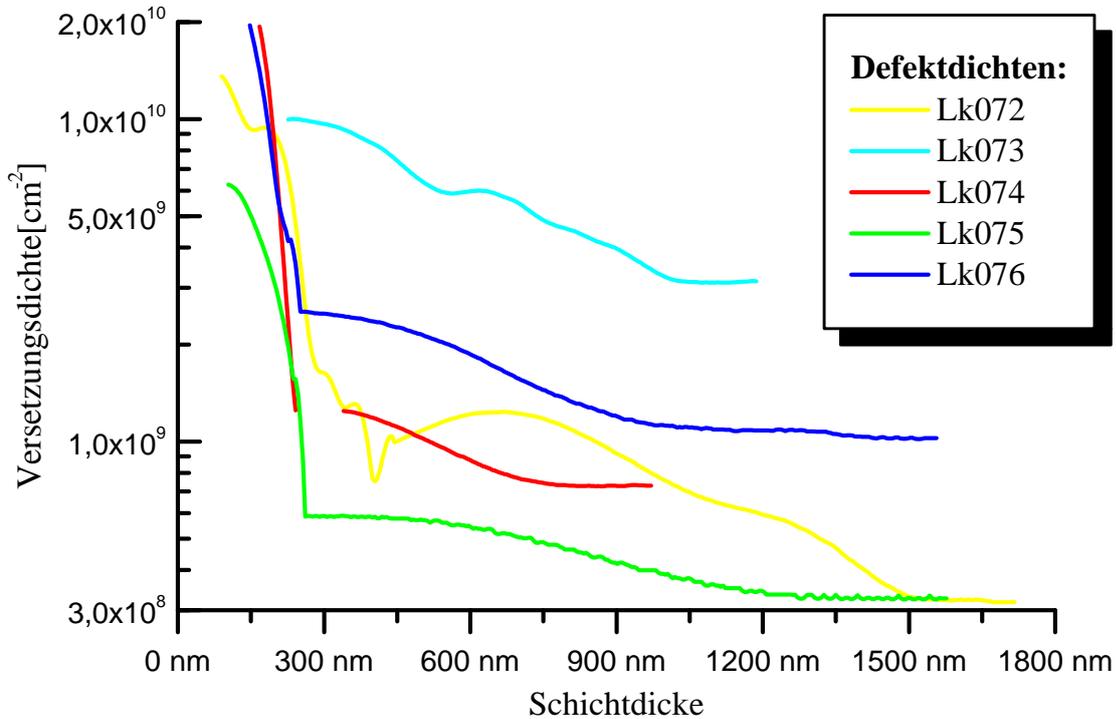


Abbildung 6.3: Logarithmische Darstellung der aus den Channelingmessungen in $[0001]$ bestimmten Defektdichten der untersuchten AlN-Proben. Die Tiefenskala beginnt dabei am Interface zwischen Substrat und epitaktischer Schicht.

dem Verlauf der Versetzungsdichte mit der Tiefe kann man erkennen, daß am Interface zwischen dem Substrat und der AlN-Schicht eine um mindestens eine Größenordnung höhere Versetzungsdichte existiert, als in der aufgewachsenen Schicht, die aber innerhalb von 150 nm sehr schnell merklich abgebaut wird. Mit zunehmender Schichtdicke werden die Versetzungen weiter abgebaut, die Abnahme erfolgt aber wesentlich langsamer als in der Nähe des Interface. Zur Oberfläche hin wird die Abnahme der Versetzungsdichten immer geringer und es bleibt ein konstanter Anteil von Versetzungen übrig, die nur noch sehr langsam oder überhaupt nicht mehr abgebaut wird.

6.3 Ergebnisse

Die unterschiedlichen hohen Versetzungsdichten zu Beginn des Wachstums hängen mit den veränderten Herstellungsparametern während der Abscheidung zusammen. Bei den höheren Werten liegt ein 3D-Inselwachstum vor, während bei den niedrigeren Werten ein 2D-

Wachstum, also ein Aufwachsen entlang einzelner atomaren Stufen vorherrscht [KIR01]. Dabei ist der Übergang vom 2D- zum 3D-Wachstum auf eine erniedrigte Oberflächenmobilität der Aluminiumatome auf der mit Stickstoff terminierten Oberfläche des Aluminiumnitrids zurückzuführen.

Während des weiteren Wachstums löschen sich zuerst die Versetzungen aus, deren Burgersvektor relativ stark von der Wachstumsrichtung abweicht. Dies erklärt die kräftige Abnahme der Defektkonzentrationen mit zunehmender Schichtdicke direkt nach dem Interface-Übergang. Die unterschiedlich starke Abnahme der Versetzungsdichten in den verschiedenen Proben hängt dabei wesentlich von den Wachstumsparametern und Substratmaterialien ab.

Die in allen Fällen beobachtete zur Oberfläche hin schwächere Abnahme der Versetzungsdichten kann damit erklärt werden, daß die Schraubenversetzungen, deren Burgersvektor fast parallel zur Wachstumsrichtung zeigen, wesentlich langsamer ausgelöscht werden, als die, deren Burgersvektoren stark abweichend von der Wachstumsrichtung ist. Diese Versetzungen benötigen also eine sehr lange Wachstumszeit bis zur Auslöschung und werden deshalb auch entsprechend langsamer abgebaut.

KAPITEL 7

Untersuchungen an CVD-Diamant

Diamant war schon immer Gegenstand zahlreicher Untersuchungen [SEL98]. Aber erst durch die großflächige Abscheidung mit CVD-Methoden ist er in den Blickpunkt der Halbleiterphysik geraten. Dabei ist Wasserstoff beim CVD-Wachstum und zum Verständnis der mechanischen, thermischen, elektrischen und optischen Eigenschaften von Diamant immer noch Gegenstand zahlreicher Untersuchungen. Wasserstoff tritt in fast allen Halbleitermaterialien als Verunreinigung auf, die dann unter anderem die wichtigen elektrischen Eigenschaften beeinflusst (z.B.: [LOO99]). Da Wasserstoff sowohl als einfach positives, als auch als einfach negatives geladenes Ion vorkommt, kann es mit den meisten Elementen Verbindungen eingehen und tritt deswegen zum einen bei der Passivierung von Akzeptoren und zum anderen bei der von Donatoren auf. Auch als Komplex mit anderen Elementen wie Stickstoff oder Bor kann es eingebaut werden [CHE99]. Und auch bei der Oberflächenleitfähigkeit von Diamant wird Wasserstoff als Ladungsträger vermutet [KOS01].

Aus diesem Grund sind Methoden, die Wasserstoff quantitativ nachweisen können, von sehr großem Interesse. Der Einbau von Wasserstoff in Diamant beim CVD-Prozeß wurde zwar schon vielfach studiert, allerdings wurde noch nie ein konkreter Einbauplatz nachgewiesen. Ein Ziel unserer Untersuchungen zum Wasserstoff war es deshalb, den Einbauplatz genauer zu lokalisieren. Dazu wurden zwei homoepitaktisch gewachsene Diamantfilme mit Channeling und γ -NRA auf Wasserstoff untersucht.

Als zweite Analyse wurden deuterierte, bordotierte Diamantfilme ebenfalls mit Channeling und NRA auf den Einbauplatz von Deuterium hin untersucht. Eine Probe wurde nachträglich bei 550°C Deuteriumgas ausgesetzt, das bei diesen Temperaturen durch thermische Diffusion bis zu einigen μm tief in die Diamantschicht eindiffundiert. Die Vermutung war dabei, daß das nachträglich eindiffundierte Deuterium eine Komplexbildung mit den Boratomen eingeht, also jeweils ein Deuterium- an ein Boratom gebunden wird, da bei den elektrischen Leitfähigkeitsmessungen eine Passivierung festgestellt wurde [SAG01], die mit dieser Komplexbildung erklärt werden kann. Somit ist dieses Deuterium als Komplex ebenfalls auf festen Gitterplätzen eingebaut und sollte mit Channeling nachweisbar sein.

Zusätzlich wurde an diesen Proben auch der Einbau von Bor untersucht, der nach früheren Messungen in homoepitaktischem Diamant mit über 90% auf regulären Gitterplätzen erfolgt [SAM96].

Eine weitere untersuchte Fragestellung ist die Charakterisierung von Defekten in homoepitaktischem CVD-Diamant, der mit Biasspannung aufgewachsen wurde und der Zusammenhang zwischen dem Einbau von Wasserstoff und den Defektstrukturen.

7.1 Bestimmung von Wasserstoff im Diamant

Für die Messungen wurde ein $^{15}\text{N}^{2+}$ -Ionenstrahl verwendet, der mit der bereits in Abschnitt 3.3.1 beschriebenen Kernreaktion ideal zur Wasserstoffbestimmung geeignet ist. Der Grund für die zweifach geladen Ionen ist die hohe Resonanzenergie, die für unseren Beschleuniger bei einfach geladenen Teilchen schon fast an der oberen Begrenzung der Beschleunigungsspannung liegt. Außerdem kann der Beschleuniger bei niedrigen Energien stabiler betrieben werden, allerdings ist dann der maximale Strom des $^{15}\text{N}^{2+}$ -Ionenstrahls niedriger, was die untere Nachweisgrenze für Wasserstoff etwas erhöht.

Die Proben wurden für die Messungen im BGO-Detektor (siehe Abschnitt 4.3.1) plaziert, um den größtmöglichen Raumwinkel zur Detektion der γ -Quanten zu erhalten. Der Strahlstrom wurde dabei konstant bei 15 nA gehalten. Ein typisches NRA-Spektrum zusammen mit dem natürlichen Untergrund zeigt Abbildung 7.1. Für die Tiefenprofilierungen wurden

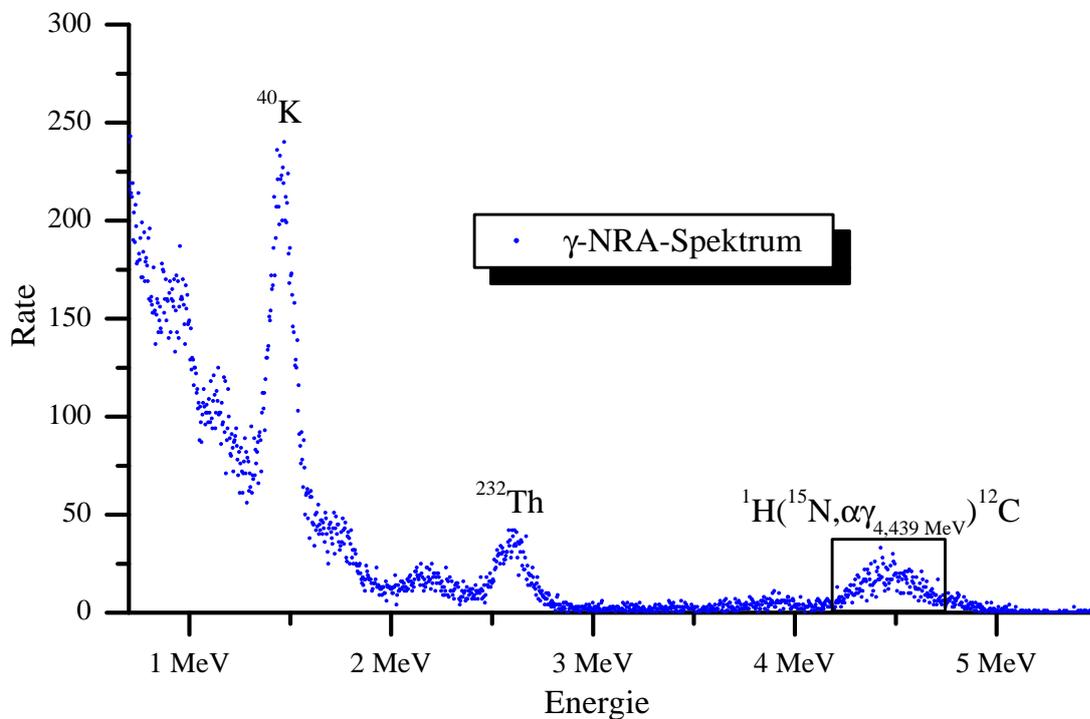


Abbildung 7.1: ^{15}N -NRA-Spektrum einer Diamantprobe. Deutlich zu erkennen sind auch die Zerfälle von ^{40}K bei 1,46 MeV und ^{232}Th bei 2,62 MeV. Der markierte Bereich zeigt den gewählten Energiebereich für die Wasserstoffkonzentrationsmessungen.

dabei allerdings keine vollständigen γ -Spektren aufgenommen, sondern mit dem in Abschnitt 4.4 beschriebenen Aufbau direkt die Ereignisse gezählt, die in einem Energiebereich um 4,439 MeV detektiert wurden. Durch die Messung der Zählrate bei einer Energie, die leicht unterhalb der Resonanzenergie liegt, wurde der Untergrund der Messungen bestimmt und für die Auswertung der Tiefenprofile von den gemessenen Zählraten abgezogen.

Die Eichung der Wasserstoffanalysen erfolgte über eine Vergleichsmessung mit einer Polystyrolprobe auf einem Siliziumsubstrat. Dabei wurde die Beschleunigungsenergie der Ionen so gewählt, daß die Reaktion in einigen nm Tiefe unter der Probenoberfläche erreicht wurde.

Da die Schädigung des Polystyrols unter dem Ionenbeschuß recht hoch ist, wurden mehrere kurze Messungen direkt hintereinander aufgenommen.

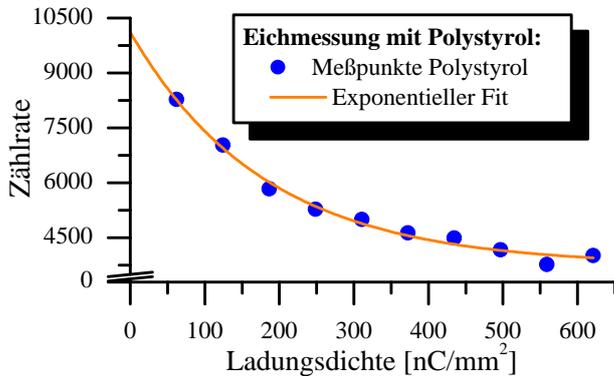


Abbildung 7.2: Polystyrol-Eichmessung mit exponentieller Zerfallsfunktion, die an die Daten angefitet wurde.

Die Zählrate nimmt dabei mit zunehmender Meßdauer ab und diese Abnahme kann dabei sehr gut durch einen exponentiellen Zerfall angenähert werden. Durch die Extrapolation auf den theoretischen Wert vor Messungsbeginn durch Anpassen einer Exponentialfunktion an die Meßdaten wie in Abbildung 7.2, kann dieser als Eichwert für die Normierung der Tiefenprofile verwendet werden. Dieses Ergebnis muß dann noch mit den verschiedenen Stoppingfaktoren verrechnet werden. Zur Berechnung der verschiedenen Tiefenprofile wurde dabei das Programm XNRA verwendet. Dieses von mir entwickelte Programm wird im Anhang C noch ausführlicher erläutert.

7.1.1 Wasserstoffkonzentrationsbestimmung in Diamantsubstraten

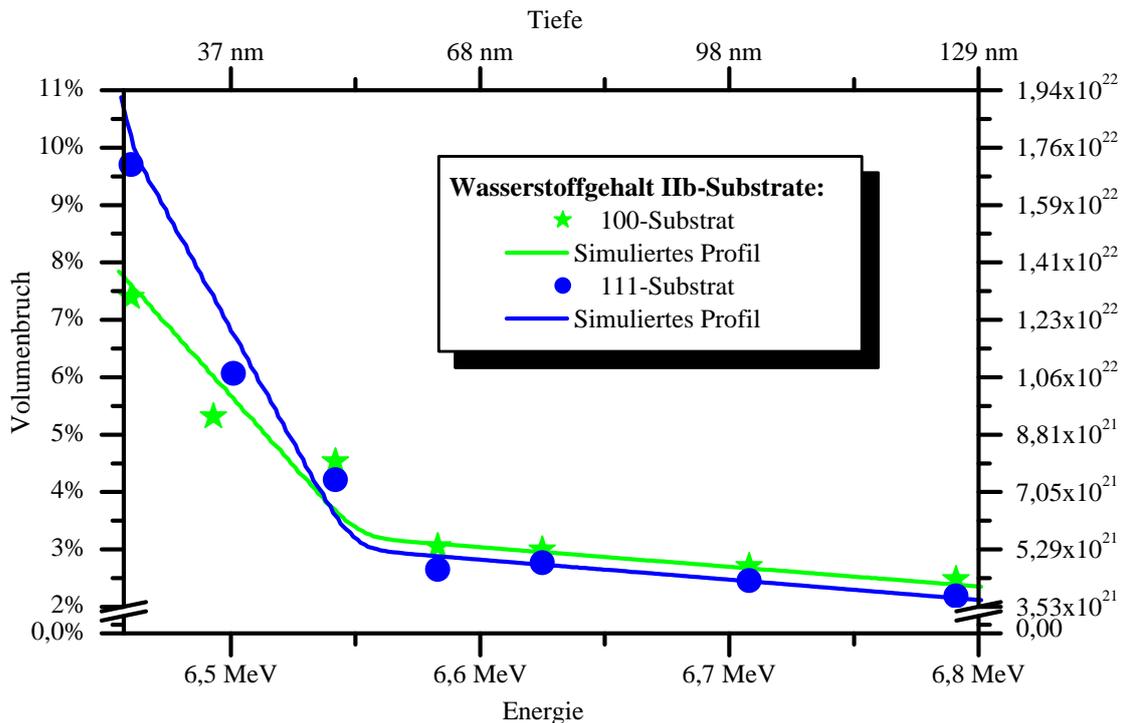


Abbildung 7.3: Gemessene Wasserstofftiefenprofile in I Ib-Diamantsubstraten

Zur Kontrolle des Wasserstoffgehalts wurden die bei uns normalerweise verwendeten I Ib-Diamantsubstrate analysiert. Es kamen ein $\langle 100 \rangle$ -Substrat und ein $\langle 111 \rangle$ -Substrat zur

Untersuchung. Dabei zeigten die Messungen, daß auch in diesen Naturdiamanten Wasserstoff in der Größenordnung von 2%-3% enthalten ist (Abbildung 7.3). Allerdings konnte kein signifikanter Unterschied zwischen den beiden, verschieden orientierten, Proben nachgewiesen werden. Die Auswertung mit dem Programm XNRA ergab einen Verlauf von 3,2% auf 2,2% im $\langle 100 \rangle$ -Substrat und von 3% auf 1,9% im $\langle 111 \rangle$ -Substrat in einer Tiefe von 40 nm bis 140 nm. Auch bei diesen Messungen ist der typische Anstieg im oberflächennahen Bereich zu erkennen, der aufgrund der Oberflächenrekonstruktion von Diamant mit Wasserstoff, der Oberflächenadsorbate, sowie möglicher Defekte beim CVD-Wachstum entsteht.

7.1.2 Wasserstoffkonzentration in homoepitaktischem CVD-Diamant

Untersucht wurden verschiedene homoepitaktische CVD-Diamanten, die alle auf HTHP-Ib-Diamantsubstraten abgeschieden wurden. Dabei sind die Proben DMO394 und DMO484 zusätzlich noch bordotiert. Die untersuchten Proben wurden uns von der Arbeitsgruppe von

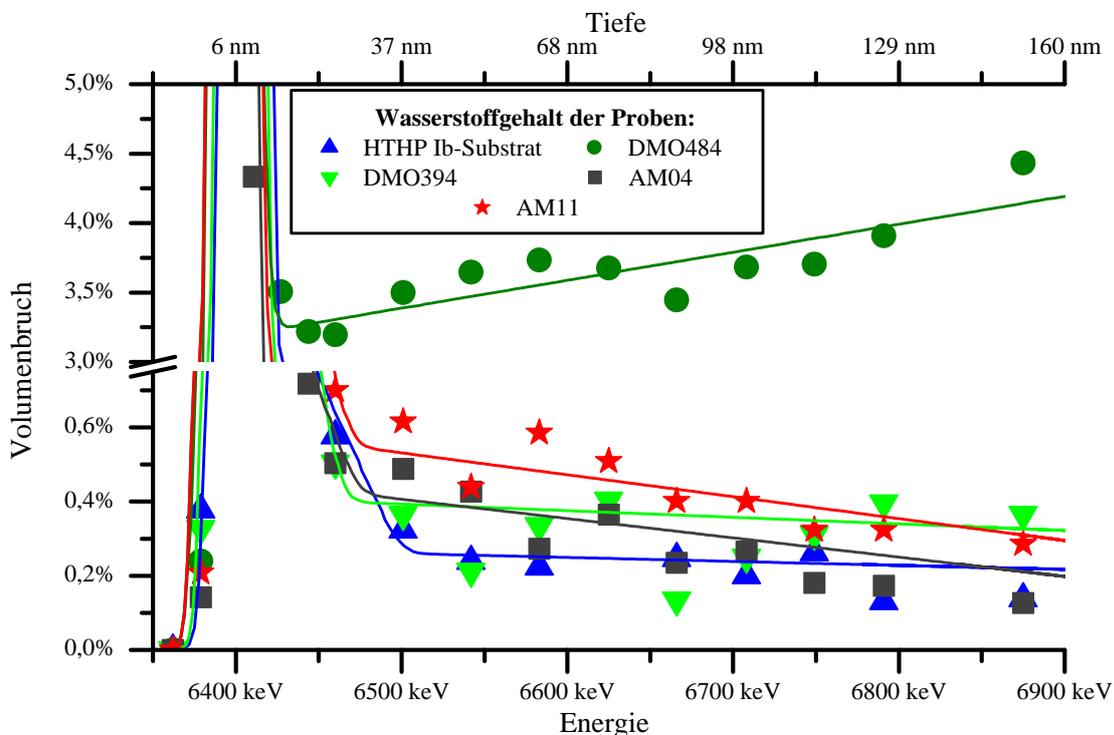


Abbildung 7.4: Wasserstoffkonzentration verschiedener homoepitaktischer gewachsener CVD-Diamantfilme und eines HTHP-Ib-Substrat

A. Deneuve in Grenoble zur Verfügung gestellt und werden in [CHE01] näher beschrieben. Außer der Probe DMO484, die zwischen 3,1% und 4,2% Wasserstoff enthält, befindet sich in allen mit CVD-Diamant beschichteten Proben zwischen 0,4% bis 0,55% Wasserstoff in 20nm Tiefe und 0,15% bis 0,3% Wasserstoff in 150nm Tiefe, wie in Abbildung 7.4 zu erkennen ist. Das HTHP-Substrat, auf dem kein Diamant aufgewachsen wurde, enthält am wenigsten Wasserstoff, hier sind beinahe konstant 0,2% Wasserstoff im gesamten Tiefenbereich eingebaut. Die genauen Simulationsdaten, die im Programm XNRA verwendet wurden, sind in Tabelle 7.1 aufgeführt. Die Probe DMO484 fällt dabei etwas aus dem üblichen Schema heraus, da

Probe	1. Wert c_1	2. Wert c_2	3. Wert c_3
Substrat	1,05%	0,25%	0,2%
AM04	1,23%	0,42%	0,15%
AM11	1,8%	0,55%	0,23%
DMO394	2%	0,4%	0,3%
DMO484	3,2%	4,2%	

Tabelle 7.1: Zur Simulation mit dem Programm XNRA verwendete H-Konzentrationen

hier ein Anstieg des Wasserstoffgehalts mit zunehmender Eindringtiefe zu beobachten ist.

7.1.3 Gitterplatzbestimmung von Wasserstoff in Diamant

Viele Fragen im Bezug auf Wasserstoff, sowohl im perfekten, als auch im defektbehafteten Diamant sind noch ungelöst. So ist auch der Wasserstoffeinbau im Kristallgitter noch un-

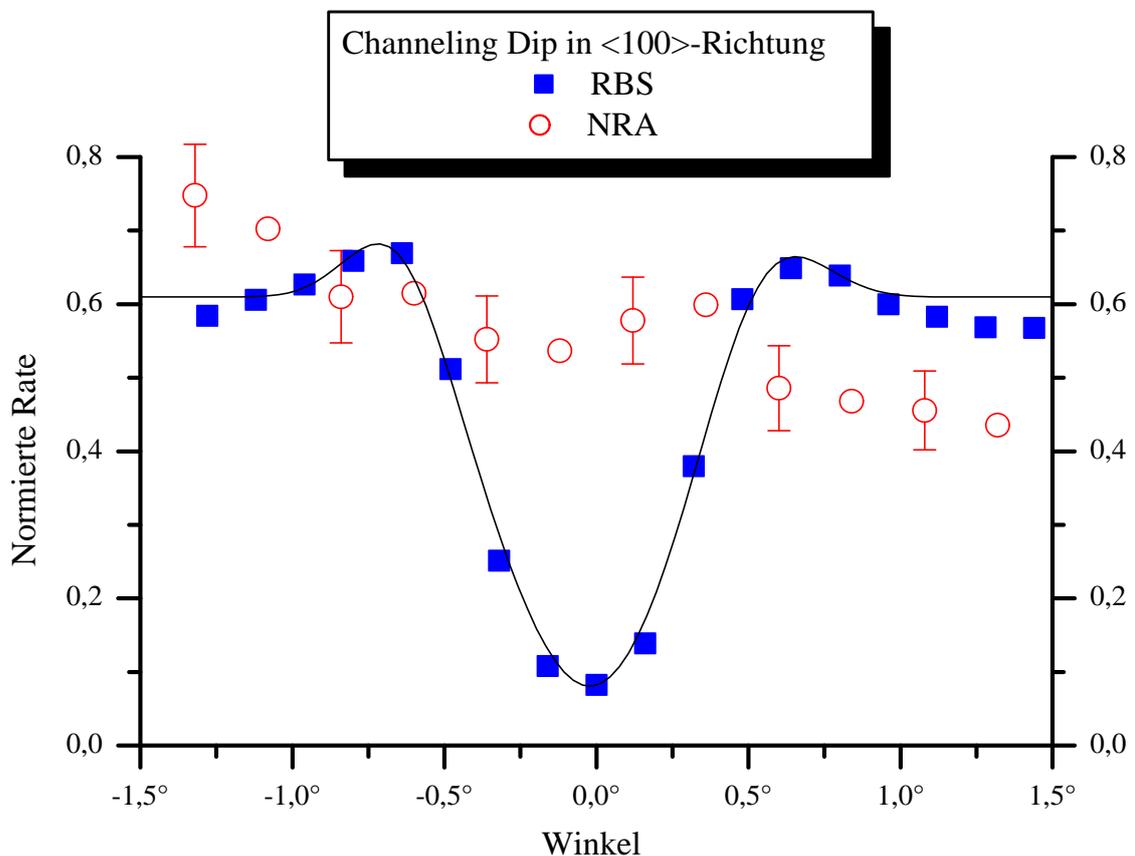


Abbildung 7.5: Channelingdips aus RBS- und NRA-Signal im $\langle 100 \rangle$ -Kanal

klar. Auch der Zusammenhang zwischen ganz bestimmten strukturellen Defekten und ihrem Einfluß auf den Wasserstoffeinbau ist nicht geklärt. Deswegen wurde der Versuch unternommen, den Einbauplatz von Wasserstoff im Diamantkristall mit der Kombination aus RBS-

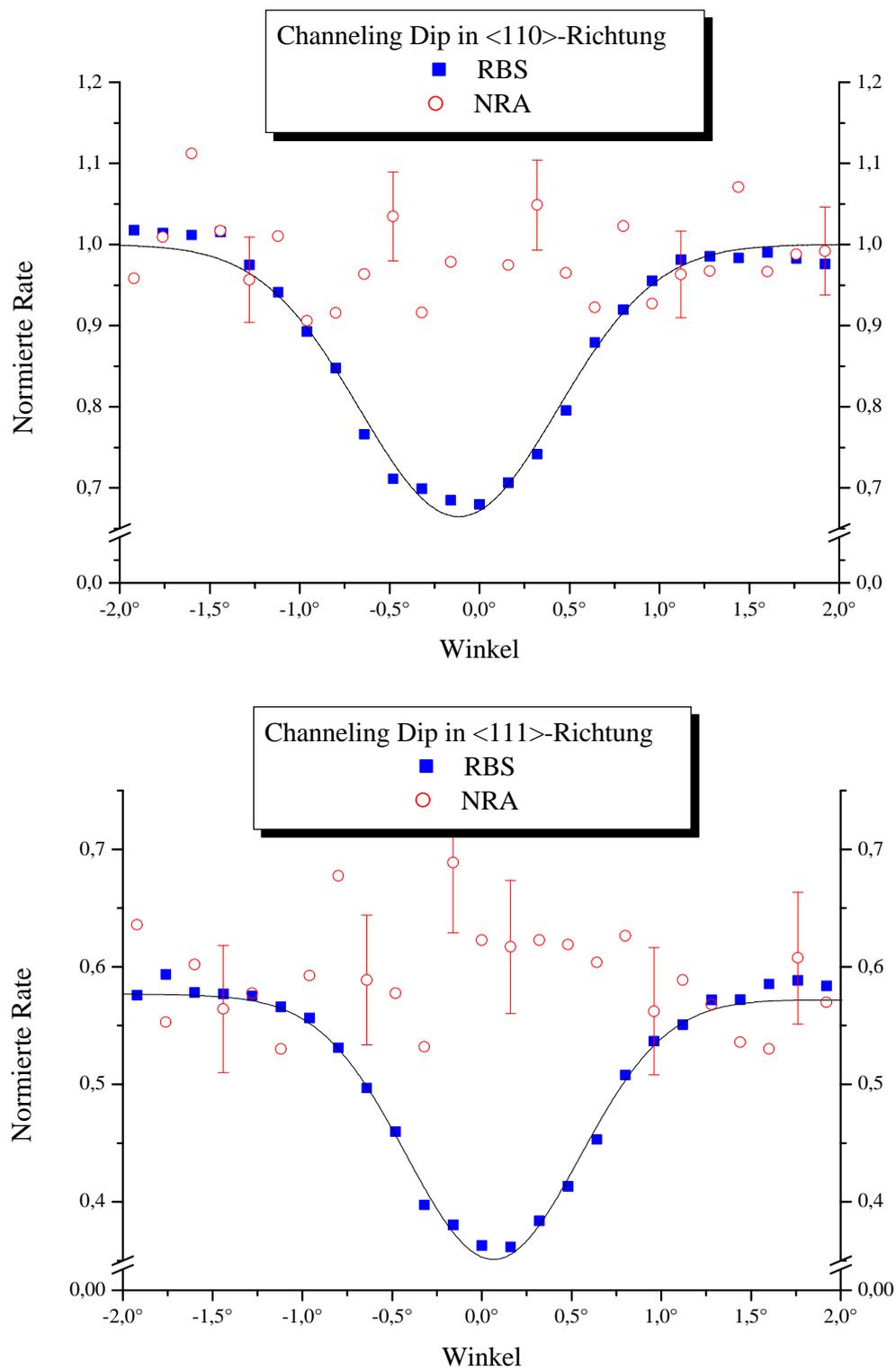


Abbildung 7.6: Channelingsignal in <110>- und <111>-Richtung

Channeling und NRA-Channeling zu untersuchen. Zur Untersuchung kamen dabei $\langle 100 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -orientierte IIb-Diamantsubstrate, auf denen im Fraunhofer Institut für angewandte Festkörperphysik in Freiburg circa 400 nm dicke homoepitaktische CVD-Diamantfilme abgeschieden wurden.

Die Filme wurden erst mit einem 1 MeV Protonenstrahl mit RBS ausgerichtet und es wurde ein vollständiger Winkelscan aufgenommen. Anschließend wurde die Ionenstrahlenergie auf 6,79 MeV mit $^{15}\text{N}^{2+}$ -Ionen verändert, um mit Hilfe der aus Kapitel 3.3.1 beschriebenen Kernreaktion $^1\text{H}(^{15}\text{N}, \alpha\gamma)^{12}\text{C}$ den Wasserstoff und dessen Einbauplatz zu untersuchen. Dabei wurde jeweils von der Kanalmitte aus einmal in jede Richtung ein Scan aufgenommen, um die Strahlungsschäden möglichst niedrig zu halten. Die Ergebnisse sind in Abbildung 7.5 und 7.6 zu sehen. Der Fehlerbalken in allen 3 Bildern ist dabei nur aufgrund der Statistik errechnet. In allen drei untersuchten Kristallrichtungen ist der RBS-Dip zu erkennen, hingegen zeigen die NRA-Scans keine signifikante Struktur.

Eine mögliche Erklärung hierfür wäre eine Überlagerung mehrerer gleichberechtigter Einbauplätze. Zwei stabile Einbauplätze wurden von Mehandru et. al [MEH92] aufgrund theoretischer Berechnungen gefunden:

1. ein bindungszentriertes Wasserstoffatom zwischen zwei leicht versetzten Kohlenstoffatomen, oder
2. ein Zwischengitterplatz mit Tetraedersymmetrie in der Mitte des $\langle 111 \rangle$ -Kanals, aber verdeckt im $\langle 100 \rangle$ -Kanal.

Dabei ist eine Unterscheidung der beiden Einbauplätze sowohl im $\langle 110 \rangle$ -, als auch im $\langle 111 \rangle$ -Kanal möglich. Aber auch die Möglichkeit, daß beide Plätze gleichverteilt besetzt sind, kann im $\langle 110 \rangle$ -Kanal erkannt werden, da sich die Channelingsignale der beiden möglichen Plätze nicht vollständig kompensieren, wie die simulierten Bilder für die Channeling-Dips in Abbildung 2.10 auf Seite 24 zeigen. Mit unseren Meßergebnissen, die keinen Channeling-dip in einem der Kanäle zeigen, kann man somit sowohl den dominanten Einbau auf eine der möglichen, theoretisch berechneten Positionen, als auch die mögliche Gleichverteilung der Wasserstoffatome auf beide Einbauplätze ausschließen.

7.2 Bestimmung von Deuterium in Diamant

Um die Möglichkeit zu vermeiden, daß der Wasserstoff durch die ^{15}N -Ionen angeregt wird und seine festen Gitterpositionen verläßt, wurde eine Diamantschicht aus der Arbeitsgruppe von A. Deneuville mit nachträglich eindiffundiertem Deuterium untersucht. Ein weiterer Vorteil des Deuteriums liegt darin, daß die auftretenden Strahlenschäden durch die schweren ^{15}N -Ionen vermieden werden können. Der Nachweis des Deuteriumgehalts wurde mit der $d(^3\text{He}, p)^4\text{He}$ -Kernreaktion durchgeführt. Sehr praktisch bei dieser Methode ist dabei die Möglichkeit der gleichzeitigen Messung der RBS- und Deuteriumsignale. Die grundsätzliche Realisierung des Nachweises von Deuterium in Chrom und Wolfram wurde dabei schon früh gezeigt [PIC74].

7.2.1 Konzentrationsbestimmungen von Deuterium

Die Deuteriumsanalysen wurden an der Probe DMO394 durchgeführt. Sie besteht aus einem $3,2\ \mu\text{m}$ dicken boriierten Diamantfilm, in den nachträglich Deuterium bei 550°C in einem Mikrowellenplasma eindiffundiert wurde. Die Annahme war dabei, daß je ein Deuterium- an ein

Boratom gebunden wird. Die verwendete Probe wird genauer in [SAG01] erläutert. Die Deuteriumkonzentration wurde durch eine Eichmessung mit deuteriertem Polystyrol bestimmt. Dazu wurden an einer deuterierten Polystyrolschicht fünf Messungen direkt hintereinander ausgeführt und der Integralwert jeder Messung bestimmt. Mit diesen Daten wurde eine abfallende Exponentialfunktion angefitet und der eigentliche Startwert im Polystyrol bestimmt (Abbildung 7.7). Somit kann trotz der Zerstörung der Polystyrolschicht der Anfangswert für

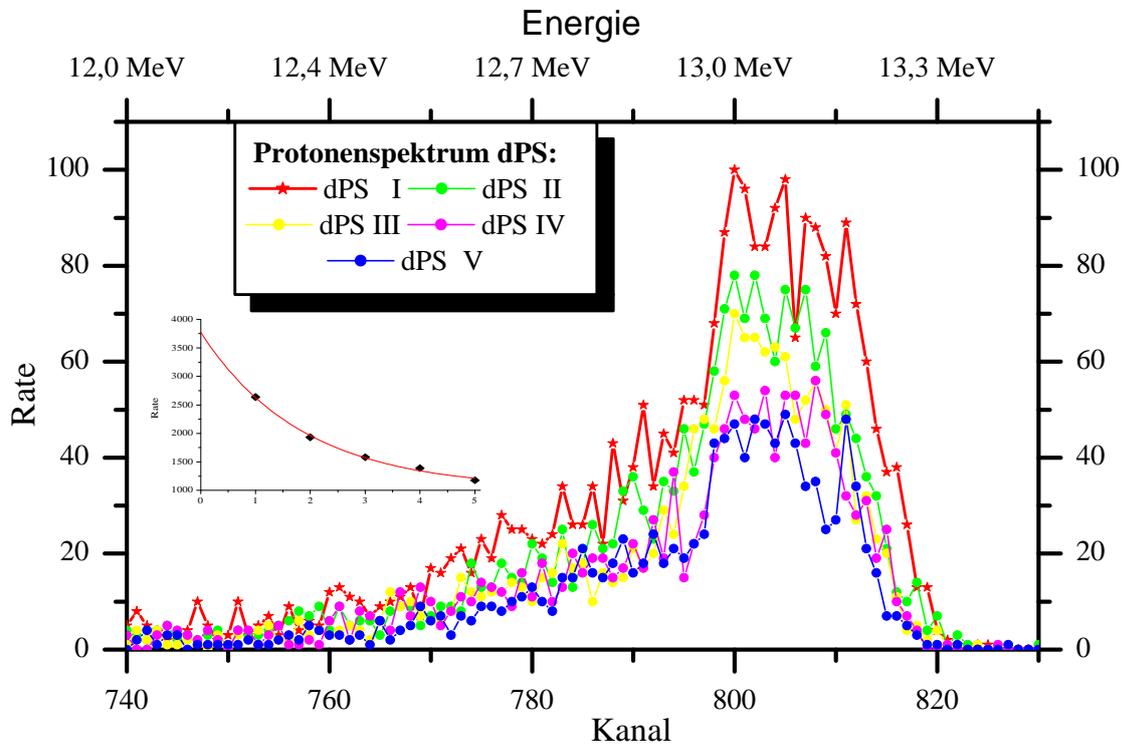


Abbildung 7.7: Mehrere kurze Eichmessungen zur Analyse des Deuteriums im Polystyrol und die daraus berechnete Exponentialfunktion

50% Deuterium ermittelt werden.

Mit diesem Eichwert wurde die Konzentration von Deuterium in der Probe DMO394 zu $8,7 \cdot 10^{20} \frac{\text{Atome}}{\text{cm}^3}$ bestimmt. Der Fehler der Angabe beträgt dabei $7 \cdot 10^{19} \frac{\text{Atome}}{\text{cm}^3}$, also $\sim 8\%$. Den größten Beitrag zum Fehler liefert dabei neben dem statistischen Fehler der Deuteriumsmessung im Diamant die Ungenauigkeit der Eichprobe aus Polystyrol, die möglicherweise nicht vollständig deuteriert ist. Um diese Ungenauigkeiten zu vermeiden, ist für spätere Messungen die Eichung mit hydrierten oder deuterierten Kristallen vorgesehen. Diese sollten so stabil sein, daß ihr Wasserstoff- bzw. Deuteriumanteil nicht durch den Ionenstrahl vermindert wird und möglichst nur mit einigen Prozent des Eichelements versehen sein.

Bei der Deuteriumbestimmung wurde angenommen, daß das Deuterium in der gesamten von der Reaktion erfaßten Tiefe verteilt ist, was im Diamant ungefähr $1 \mu\text{m}$ beträgt. Dieser Wert liegt bei dem hier verwendeten Teilchenzähler aufgrund der niedrigen Zählrate beinahe an der Grenze der Nachweisbarkeit. Mit einem Zähler mit größerer Fläche kann die Zählrate allerdings noch um einen Faktor 5 verbessert werden, womit die minimale Nachweisgrenze bei ungefähr $10^{20} \frac{\text{Atome}}{\text{cm}^3}$ liegt, also bei $\sim 0,1\%$.

Beim Vergleich der Profilverläufe der Polystyrol- und der Diamantkurve in Abbildung 7.8

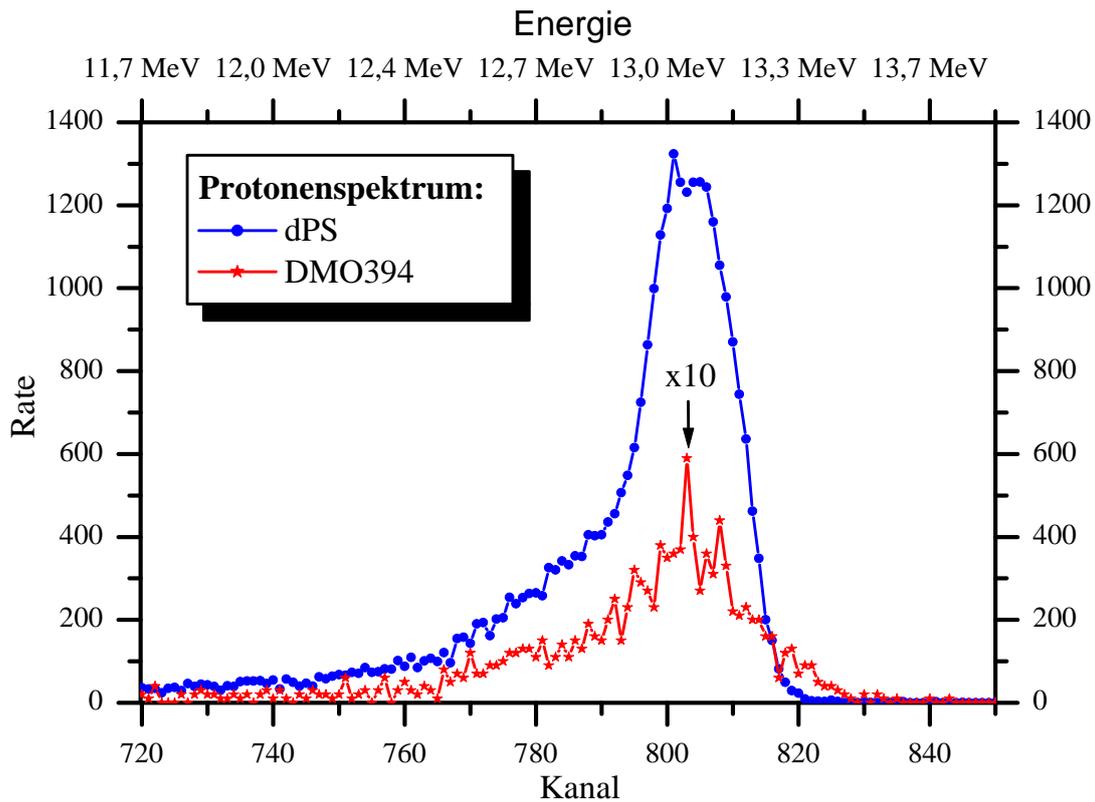


Abbildung 7.8: Messung der Diamantprobe DMO394 und einer dPS-Schicht. Die Meßwerte der Diamantprobe sind dabei zum Vergleich um den Faktor 10 überhöht!

konnte kein Unterschied festgestellt werden, so daß im Diamant von einem konstanten Profil auszugehen ist. Die Tatsache, daß die Meßkurve des deuterierten Polystyrols früher als die der Probe DMO394 auf Null zurückgeht, ergibt sich dadurch, daß die Polystyrolschicht zu dünn ist, um die ^3He -Ionen vollständig abzubremsten. Bei ihrer Dicke von ungefähr $2,6\ \mu\text{m}$ werden die Ionen nur bis zu einer Energie von 375 keV gebremst. Im Diamant dagegen werden die Ionen aufgrund der höheren Stoppingpower komplett abgebremst, und es entstehen leicht höherenergetische Protonen bei der Reaktion als im Polystyrol.

7.2.2 Einbauplatz von Deuterium

Bei der $d(^3\text{He}, p)^4\text{He}$ -Kernreaktion entstehen sowohl Protonen als auch α -Teilchen. Die Channelingdips wurden durch Ausrichten mit dem RBS-Signal der Protonen kontrolliert. Beide Reaktionsprodukte wurden dann gleichzeitig dedektiert und jeweils im gesamten gemessenen Tiefenbereich ausgewertet. Die Messungen begannen dabei jeweils in der Kanalmitte, um eventuelle Effekte durch Strahlenschäden im Kanal möglichst klein zu halten.

Wie in Abbildung 7.9 anhand der α -Teilchen zu sehen ist, bleiben die Zählraten des Deuteriums im Gegensatz zum RBS über den gesamten Winkelscan beinahe konstant. Es konnten also keine Channelingdips für die Deuteriumzählrate gefunden werden, die eine signifikant niedrigere Rückstreuung im Kanal gegenüber der Randomrichtung zeigen. Die große Breite und die geringe minimale Rückstreurrate des RBS-Signals ergibt sich aufgrund des großen

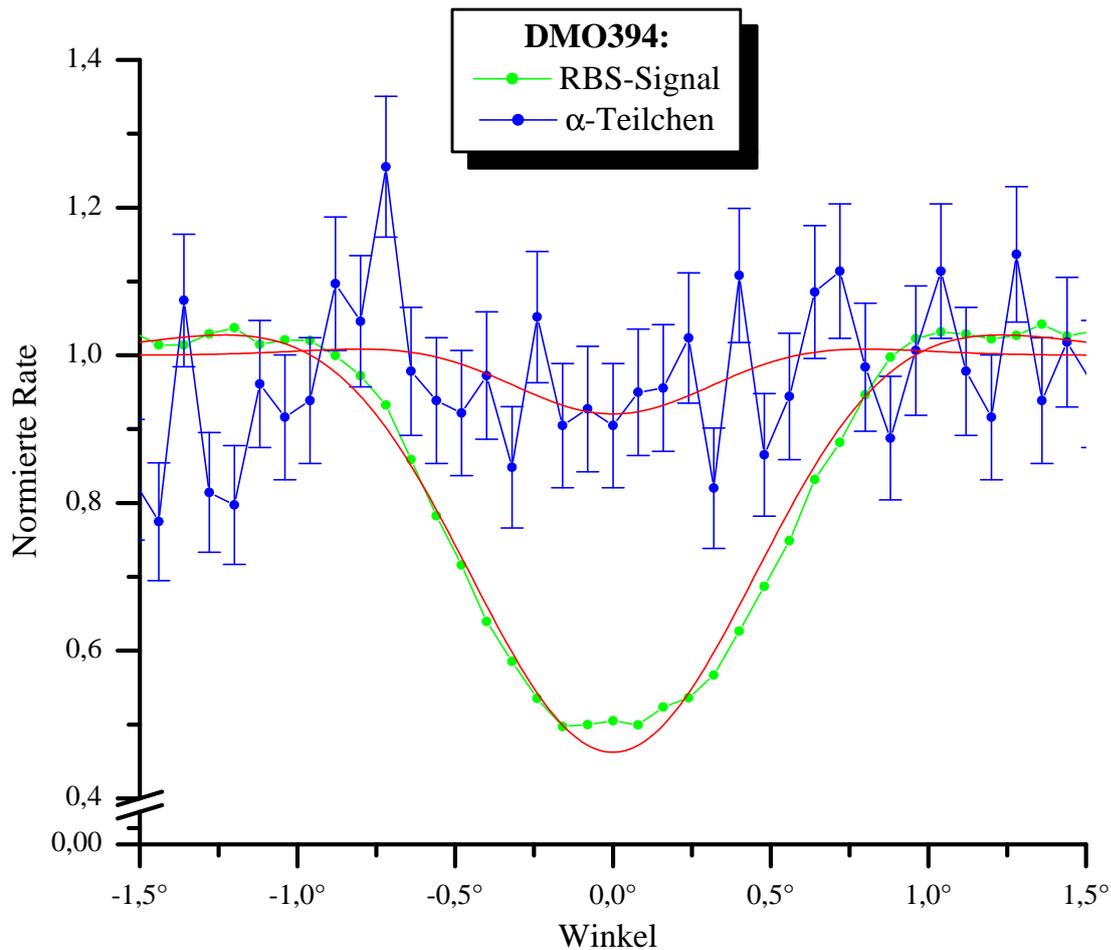


Abbildung 7.9: Channeldip mit α -Teilchennachweis an der Diamantprobe DMO394, die Fehlerbalken sind die statistischen Meßfehler der einzelnen Meßpunkte

Tiefenbereichs, der für die Auswertung gewählt werden mußte. Da die Daten der α -Teilchen aus dem gesamten Tiefenbereich der Kernreaktion von $\sim 1,7 \mu\text{m}$ stammen, wurde der RBS-Bereich maximal gewählt, was ungefähr einem Tiefenbereich von 560 nm entspricht.

Um die Statistik an den wichtigen Punkten, also in der Kanalmitte und in Randomrichtung zu verbessern, wurden noch zwei direkte Einzelpunktmessungen an diesen Kristallrichtungen durchgeführt. Dabei wurde jeweils in Randomrichtung und in Kanalrichtung eine punktuelle Messung mit hoher Genauigkeit durchgeführt, indem durch längeres Messen der statistische Fehler stark verkleinert wurde. Allerdings konnte auch bei dieser verbesserten Messung keine signifikante Änderung der Zählrate in der Kanalmitte nachgewiesen werden, wie in Abbildung 7.10 zu erkennen ist.

In Messungen von Deuterium in mit Magnesium dotierten GaN, in das nachträglich Deuterium eindiffundiert wurde, konnten WAMPLER et al. zeigen, daß die erste Channelingmessung teilweise einen deutlichen Dip zeigt [WAM00]. Allerdings zeigten auch dort nur Messungen mit Deuteriumkonzentrationen unterhalb von $10^{20} \frac{\text{Atome}}{\text{cm}^3}$ einen Channelingdip. Bei deutlich höheren Konzentrationen, wie auch in unserem Fall, konnten ebenfalls keine Channelingdips

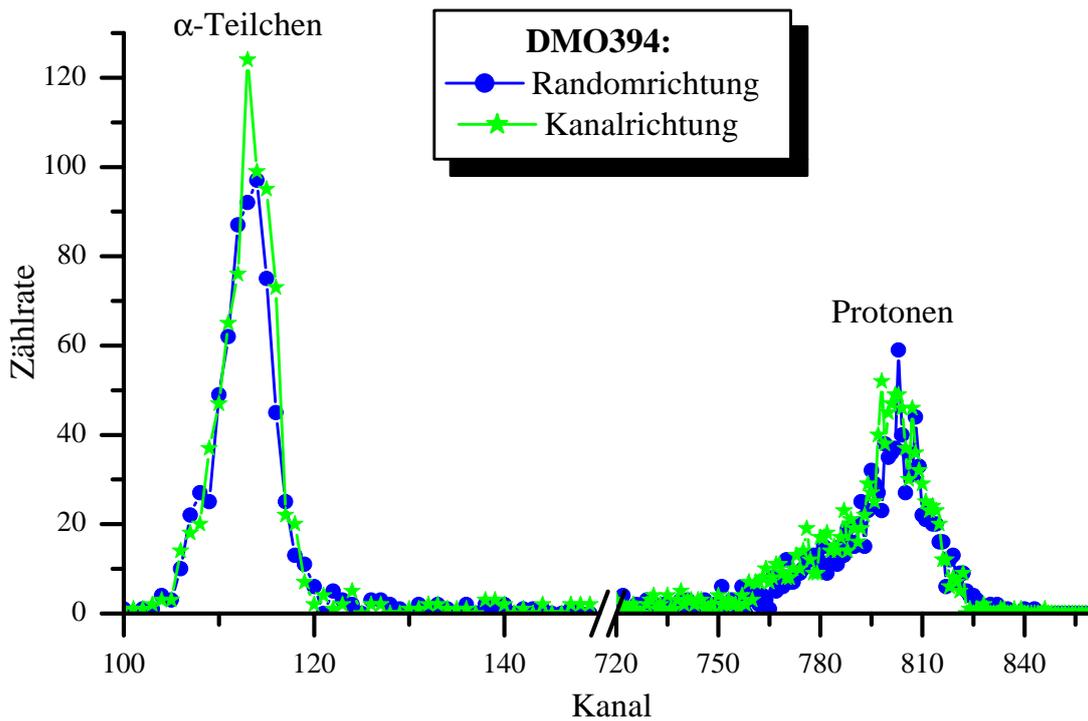


Abbildung 7.10: α -Teilchen- und Protonennachweis der Diamantprobe DMO394 in Randomrichtung und entlang des $\langle 100 \rangle$ -Kanals.

nachgewiesen werden.

7.3 Korrelation von Defekten und Wasserstoff im Diamant

Durch die vorhergehenden Messungen konnte kein Nachweis von Wasserstoff oder Deuterium auf einem bestimmten Gitterplatz durchgeführt werden. Auch die Verteilung auf mehreren Plätze kann ausgeschlossen werden. Es bleibt noch die Möglichkeit, daß der Wasserstoff bzw. das Deuterium überwiegend in strukturelle Defekte eingebaut wird, was zu einem flachen Channelingdip führt, da diese Defekte ohne bevorzugte Orientierung im Kristallgitter auftreten.

Um diese Möglichkeit genauer zu klären, wurde der Zusammenhang zwischen den berechneten Defektdichtenkonzentrationen und den Wasserstoffkonzentrationen untersucht. Die Defektdichte kann dabei aus der minimalen Rückstreurrate der Channelingdips und der Halbwertsbreite der Dips ermittelt werden, falls der Defekttyp bekannt ist. In älteren Untersuchungen [SAM95] wurde analysiert, daß der überwiegende Defekttyp im Diamant aus Liniendefekten besteht.

In Abbildung 7.11 ist zu erkennen, daß für Wasserstoffkonzentrationen ab 0,2% eine weitere Erhöhung des Wasserstoffs gleichzeitig zu einer Erhöhung der Defektkonzentration führt. Außerdem zeigen alle $\langle 111 \rangle$ -gewachsenen Schichten eine größere Defektdichte, als die in Richtung $\langle 100 \rangle$ -gewachsenen Schichten, die mit der Zwillingsbildung beim Wachstum in $\langle 111 \rangle$ -Richtung erklärt werden kann. Das erklärt auch den deutlich höheren Wasserstoff-

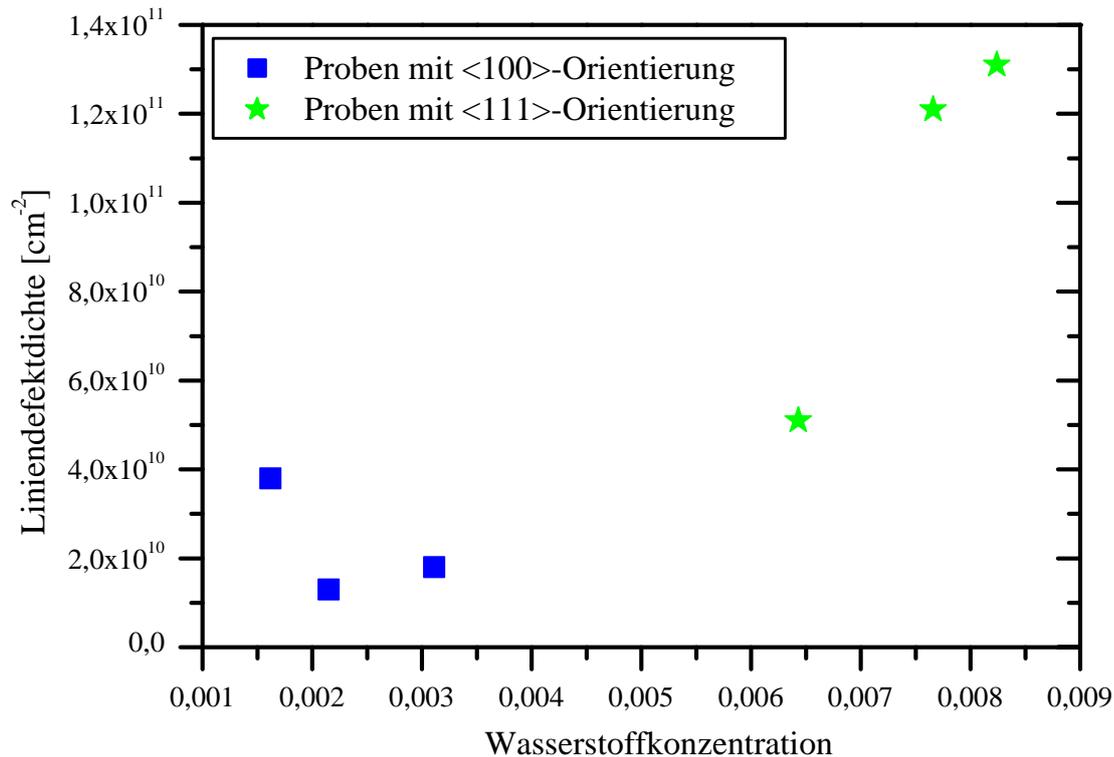


Abbildung 7.11: Liniendefektdichte gegenüber der Wasserstoffkonzentration für verschiedene <100>- und <111>-Proben

gehalt aller <111>-gewachsenen Schichten, da der Wasserstoff überwiegend in den Defekten eingebaut wird. Dies wurde von WAMPLER UND MYERS an mit Magnesium dotierten GaN-Schichten, in die nachträglich Deuterium eindiffundiert wurde, ebenfalls für Deuteriumkonzentration ab $10^{17} \frac{\text{Atome}}{\text{cm}^3}$ gezeigt [WAM99].

Vergleichende Messungen der Defektdichten von AlN mit Hilfe der Elektronenmikroskopie (TEM) und Channeling zeigten, daß die Versetzungsdichte bei TEM um mindestens eine Größenordnung höher ist, als bei Channelinganalysen. Dies kann gut damit erklärt werden, daß Channeling überwiegend auf Liniendefekte reagiert, während TEM alle Defekte analysiert. Mit dieser Annahme kann man davon ausgehen, daß die Anzahl der strukturellen Defekte in den hier untersuchten CVD-Diamantschichten groß genug ist, um einen signifikanten Anteil des Wasserstoffs darin unterzubringen. Die fehlende Channelingstruktur in den Wasserstoff- und Deuteriumdips kann man somit durch die zufällige Verteilung dieser Defekte und des gebundenen Wasserstoffs erklären.

7.4 Bestimmung des Boreinbaus in Diamant

Untersucht wurden verschiedene bordotierte Diamantproben, bei denen schon während des CVD-Wachstums Bor in der Gasphase zugegeben wurde. Um das so eingebaute Bor nachzuweisen, wurden die Proben mit Hilfe der $^{11}\text{B}(p, \alpha)^8\text{Be}$ -Reaktion analysiert und sowohl die

Konzentration, als auch der Einbauplatz der Boratome wurde bestimmt.

7.4.1 Borkonzentrationsbestimmung

Um die Borkonzentrationen der Proben zu ermitteln, wurde der Integralwert der gemessenen α -Teilchenspektren mit den Werten von Eichproben mit bekanntem Boranteil verglichen. Als Eichstandard wurde dabei eine borhaltige Folie mit konstantem Boranteil von 12% verwendet. Die Konzentration in der Diamantprobe DMO394 beträgt demnach $9,11 \cdot 10^{19} \frac{\text{Boratome}}{\text{cm}^3}$. Der

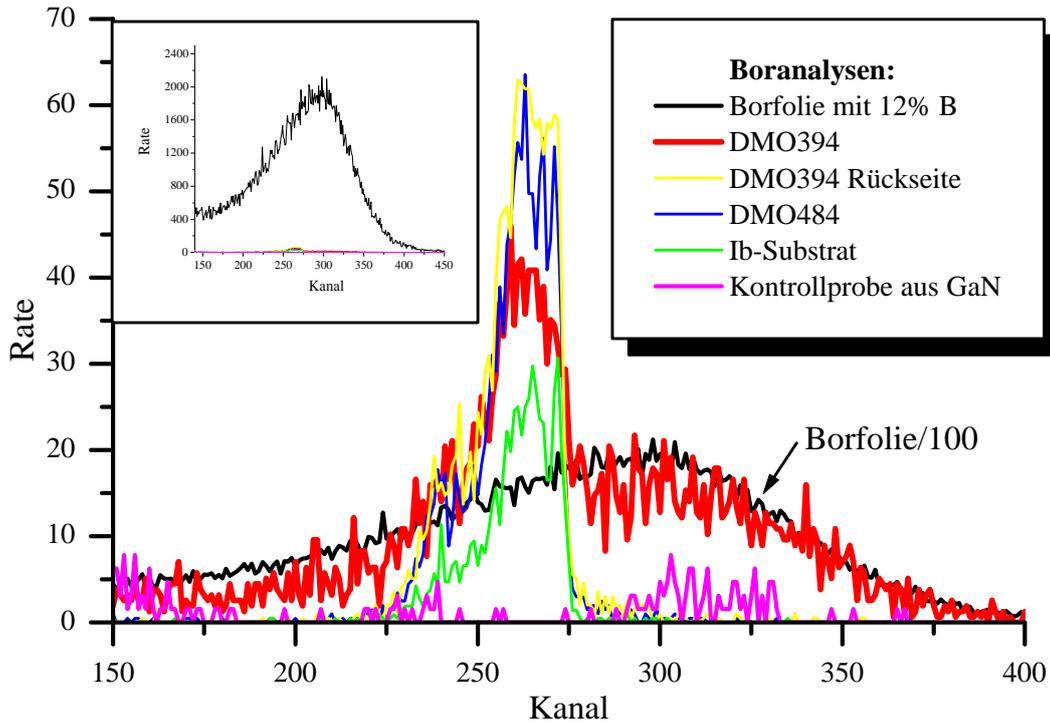


Abbildung 7.12: Boranalysen an verschiedenen Proben. Im kleinen Bild sind die unskalierten Originalverhältnisse abgebildet.

Fehler errechnet sich dabei zu $1,49 \cdot 10^{18} \frac{\text{Atome}}{\text{cm}^3}$, also $\sim 7\%$. Dies ist in guter Übereinstimmung mit dem SIMS-Ergebnis an dieser Probe, in dem ein Boranteil von $8 \cdot 10^{19} \frac{\text{Atome}}{\text{cm}^3}$ bestimmt wurde.

Die restlichen in Abbildung 7.12 gezeigten Proben enthalten kein nachweisbares Bor, der Peak um Kanal 260 kommt von einer Konkurrenzreaktion, die keinen Dip im Channelingsignal aufweist. Dieses störende Peaksignal kann durch eine entsprechende Stopperfolie unterdrückt werden. Die Nachweisgrenze für Bor liegt ungefähr bei 1 ppm, also $1,7 \cdot 10^{17} \frac{\text{Atome}}{\text{cm}^3}$, wie mit älteren Messungen schon gezeigt werden konnte.

7.4.2 Gitterplatzbestimmung von Bor

An der Probe DMO394 wurden Channelingmessungen mit RBS-Nachweis und Bornachweis durchgeführt, um den Einbauplatz der Boratome im Kristallgitter zu bestimmen. Dazu wurde jeweils in θ - und in ϕ -Richtung des $\langle 100 \rangle$ -Kanals ein Winkelscan aufgenommen. Der

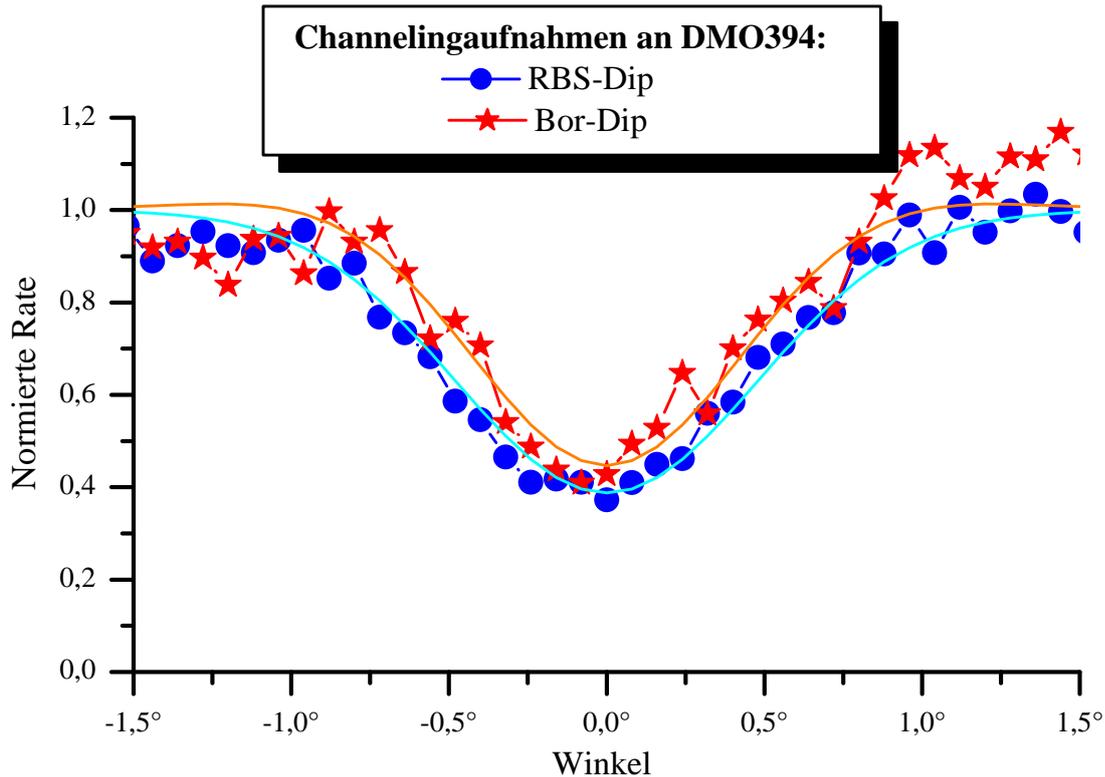


Abbildung 7.13: Vergleichende Channelingmessungen der Diamantprobe DMO394 in ϕ -Richtung, die durchgezogenen Linien sind ein Fit an die jeweiligen Daten.

recht hohe Wert der minimalen Rückstreureate χ_{\min} kommt einmal dadurch zustande, daß die RBS-Auswertung ebenfalls über den gesamten Tiefenbereich von $3,2 \mu\text{m}$ erfolgt. Dies ist notwendig, da die $^{11}\text{B}(p, \alpha)^8\text{Be}$ -Reaktion im gesamten Tiefenbereich der Diamantprobe auf Bor empfindlich ist. In einem sehr defektarmen Diamantkristall findet man dabei allerdings den Wert $\chi_{\min}=13\%$. Die restliche Erhöhung kommt dann aufgrund der Defekte im Kristall zustande.

In den beiden Abbildungen der Channelingdips (Abb. 7.13 und 7.14) sind neben den Meßdaten noch angefitzte Kurven eingezeichnet, mit denen die minimale Rückstreureate χ_{\min} bestimmt wurde. Die Ergebnisse aus den angepaßten Kurven sind in Tabelle 7.2 aufgeführt.

	θ -Scan	ϕ -Scan
RBS	$0,361 \pm 0,007$	$0,39 \pm 0,015$
Bor	$0,43 \pm 0,023$	$0,45 \pm 0,034$

Tabelle 7.2: Berechnete minimale Rückstreureate χ_{\min} der Channelingdips aus den Meßdaten der beiden Winkelscans

Mit Hilfe der Näherung aus Gleichung 2.18 erhält man, daß ca. 90% der Boratome auf substitutionellen Gitterplätzen sitzen. Dies stimmt sehr gut mit früheren Messungen überein, in denen ebenfalls ein Anteil von über 90% der Boratome auf substitutionellen Gitterplätzen bestimmt wurde [SAM96].

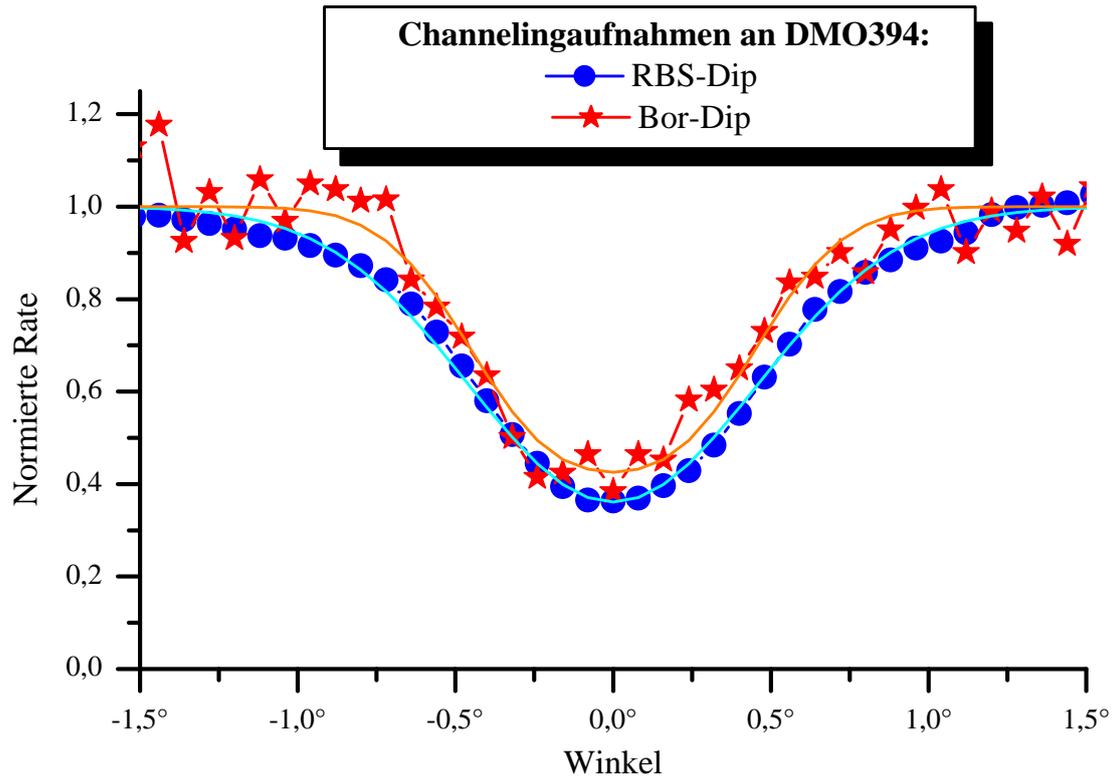


Abbildung 7.14: Vergleichende Channelingmessungen der Diamantprobe DMO394 in θ -Richtung, die durchgezogenen Linien sind ein Fit an die jeweiligen Daten.

7.5 Untersuchungen an mit Biasspannung gewachsenen CVD-Diamantschichten

Bei der Herstellung von synthetischem Diamant existieren verschiedene Ansätze für das anfängliche Bekeimen des Substratmaterials. Eine Möglichkeit ist die durch Bias unterstützte Methode, bei der eine Spannung zwischen dem zu bekeimenden Substrat und der Quelle angelegt wird. Sowohl die Höhe der Spannung, als auch die Dauer verändert den Nukleationsvorgang [SCH97A]. Um diesen Vorgang besser zu verstehen, wurden Proben mit verschiedenen Biasspannungen anhand von Channelingmessungen untersucht.

Analysiert wurden fünf verschiedene Proben, die mit verschiedenen Biasspannungen in der Arbeitsgruppe von Matthias Schreck an der Universität Augsburg hergestellt wurden und die alle auf HTHP-Ib-Diamantsubstraten abgeschieden wurden. Dabei wurden auf allen Proben erst ungefähr 3 Stunden Diamant aufgewachsen ohne Spannungen anzulegen. Dann wurden über einen Zeitraum von ca. 2 Stunden die verschiedenen Spannungen mit 0V, -60V, -80V, -100V und -120V angelegt und die Schichten weiter gewachsen. Während dieser Wachstumsphase wurden die Spannungen beibehalten. Die daraus resultierenden Schichtdicken sind ungefähr 1,3 μm normaler Diamant und dann nochmal ungefähr 1 μm Diamant unter Biasspannung.

7.5.1 Channelingmessungen

An den im letzten Abschnitt beschriebenen Proben wurden Channelinguntersuchungen durchgeführt. Dabei wurden die Proben, die mit 0V und -60V hergestellt wurden, mit 1,0 MeV Protonen gemessen und die Proben, die mit -80V und -100V gewachsen wurden, mit 2,5 MeV Protonen, da mit 1,0 MeV Protonen kein Channelingdip zu finden war. Da bei der Probe, die

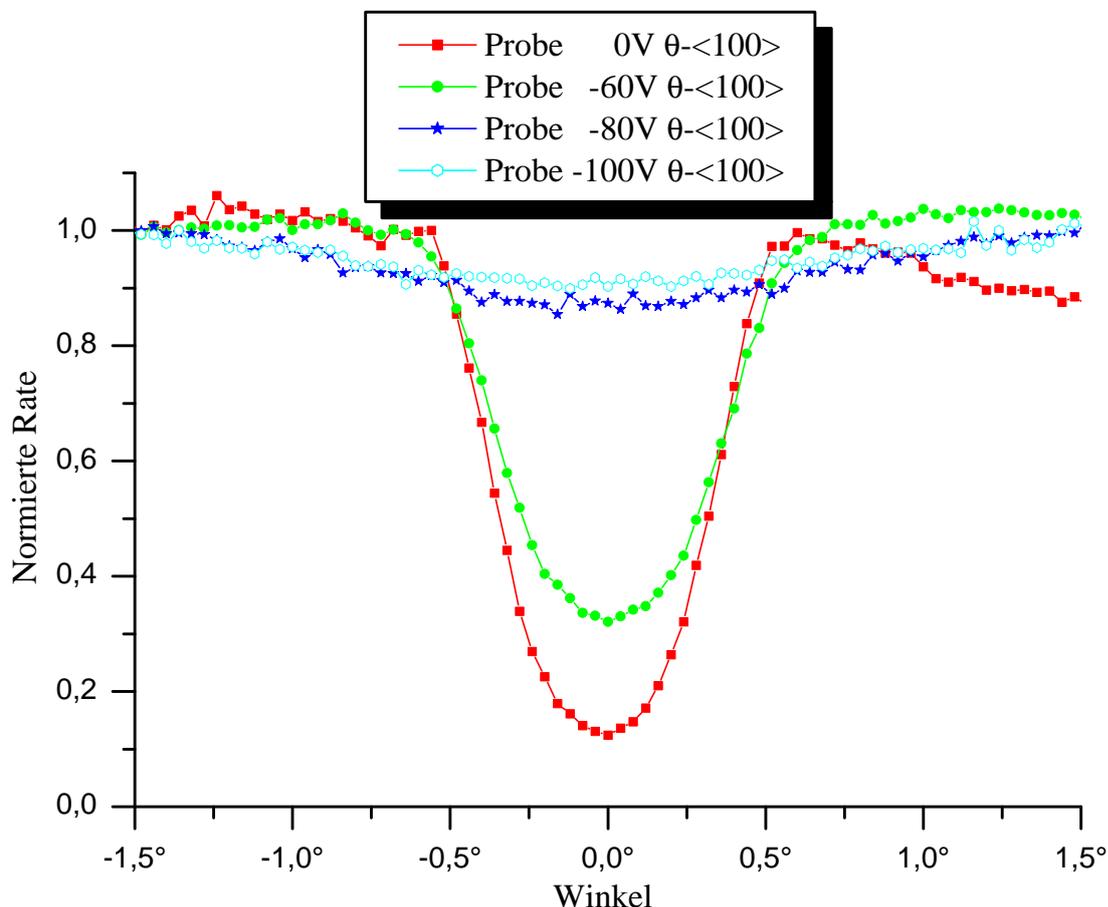


Abbildung 7.15: Channelingaufnahmen in θ -Richtung an den mit Biasspannung unterstützt gewachsenen Diamantschichten entlang des $\langle 100 \rangle$ -Kanals.

mit -120V Biasspannung hergestellt wurde, überhaupt kein Channelingdip gefunden werden konnte, wurde auf weitere Messungen an dieser Probe verzichtet.

In Abbildung 7.15 sind die vier Channelingdips abgebildet und man kann die Erhöhung der minimalen Rückstreurrate χ_{\min} mit zunehmender Biasspannung deutlich erkennen. Dabei sind die mit -80V und -100V Biasspannung hergestellten Proben schon so stark gestört, daß nur noch ein schwaches Channelingsignal nachgewiesen werden konnte, das aus den tiefer gelegenen, ohne Biasspannung gewachsenen Schichten und dem Substrat kam.

Um die Defektkonzentrationen, die mit zunehmender Biasspannung ebenfalls zunehmen, qualitativ genauer zu verstehen, wurden RBS-Aufnahmen entlang des $\langle 100 \rangle$ -Kanal der Proben aufgenommen, die in Abbildung 7.16 zu sehen sind. Die beiden Proben, die mit -80V und -100V Biasspannung hergestellt wurden, zeigen dabei aufgrund ihrer starken Defekte den gleichen Verlauf wie Messungen in Randomrichtungen, während die zwei anderen Diamant-

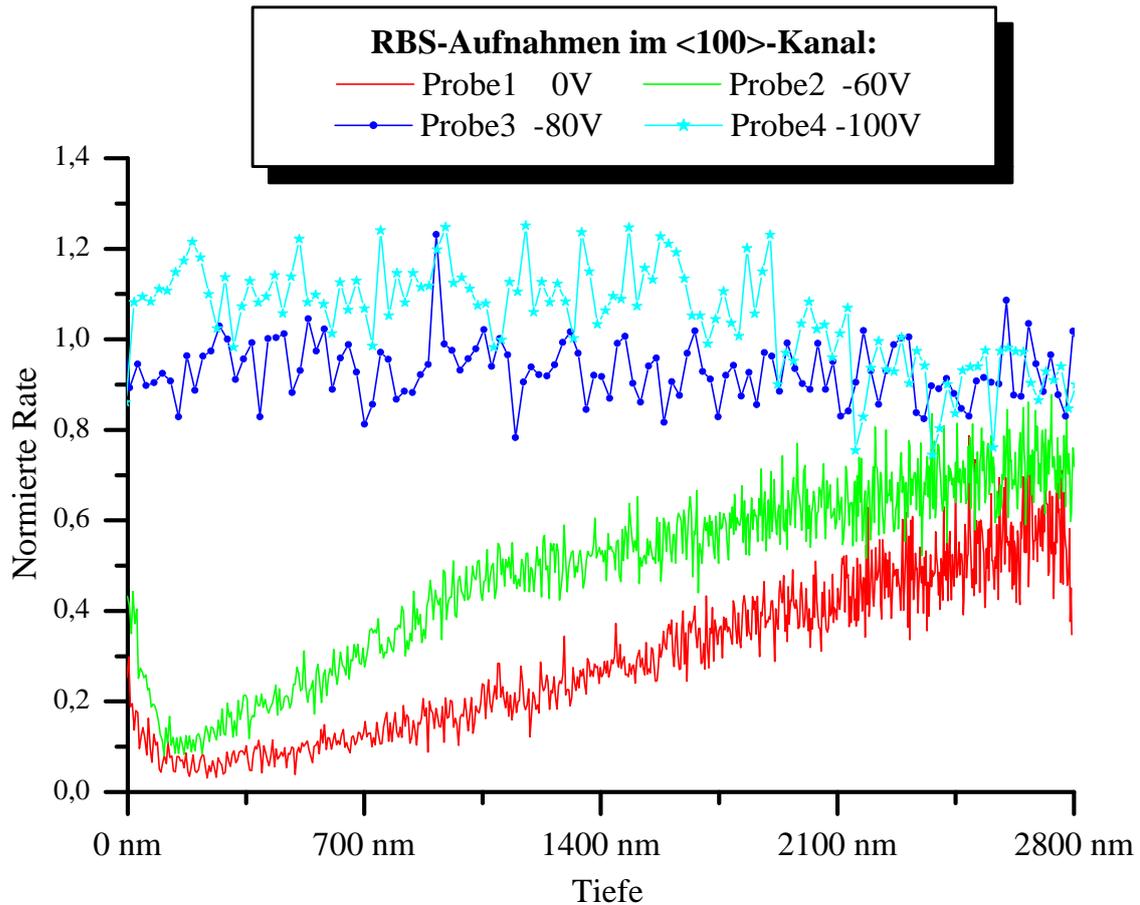


Abbildung 7.16: Vergleichende Channelingmessungen an den mit Biasspannung unterstützt gewachsenen Diamantproben im $\langle 100 \rangle$ -Kanal. Der Anstieg zur Oberfläche hin kommt dabei durch die erhöhte Rückstreuung an der Oberfläche zustande.

schichten interessante Verläufe erkennen lassen. Die Probe ohne Biasspannung, die also ohne Defekte durch eine angelegte Biasspannung aufgewachsen wurde, gilt dabei als Referenzprobe. Ihre Zunahme der Rückstreurrate χ_{\min} mit der Tiefe ist allein auf den Dechannelingeffekt zurückzuführen.

Am Interessantesten ist nun die Probe, die mit -60V Biasspannung gewachsen wurde. Ihre Rückstreurrate nimmt im Bereich zwischen 100 nm und 1 μm stärker zu, als die der Referenzprobe. Bei noch größeren Eindringtiefen, also im Diamantbereich der ohne Biasspannung gewachsen wurde, kehrt sich dieser Effekt wieder um, und die Kurve nähert sich wieder den Werten der Referenzprobe ohne Biasspannung an. Der erhöhte Anstieg der minimalen Rückstreurrate im $\langle 100 \rangle$ -Kanal kann nun sowohl auf Defekte im Kristallgitter, als auch auf Mosaizität im Diamant zurückgeführt werden. Um die mögliche Mosaizität zu untersuchen, wurden die Halbwertsbreiten $\Psi_{1/2}$ der Channelingdips der beiden Proben mit 0V und -60V Biasspannung analysiert.

In Abbildung 7.17 sind nochmals die minimalen Rückstreuraten χ_{\min} zusammen mit den Halbwertsbreiten $\Psi_{1/2}$ über der Eindringtiefe der Protonen aufgetragen. Die Halbwertsbreite verläuft dabei bis zu einer Tiefe von ca. 400 nm synchron, dann steigt ihr Wert für die Probe

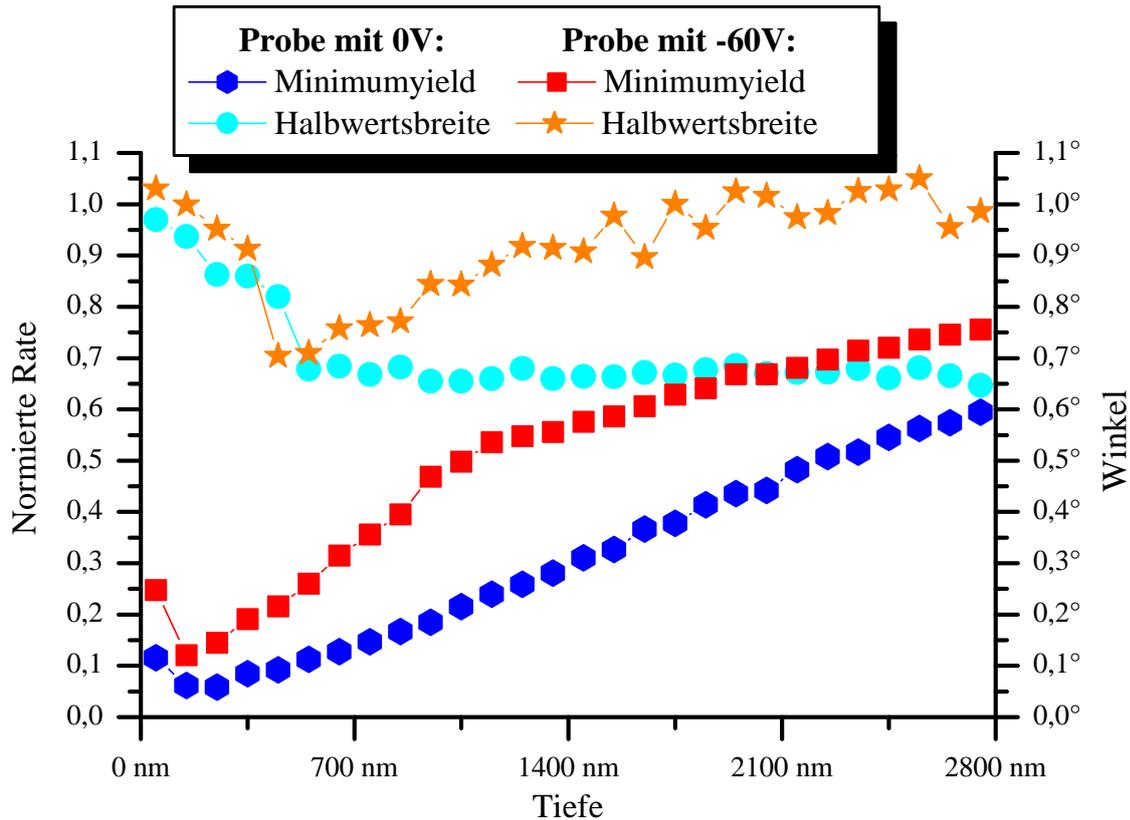


Abbildung 7.17: Analyse der minimalen Rückstreuraten χ_{\min} und der Halbwertsbreiten $\Psi_{1/2}$ der Channelingdips im $\langle 100 \rangle$ -Kanal der mit 0V und -60V Biasspannung gewachsenen CVD-Diamantschichten.

mit -60V Biasspannung aber wieder kräftig an, während die Probe ohne Biasspannung den Wert für $\Psi_{1/2}$ konstant beibehält.

Da die Defekte nur zu einer Erhöhung der Rückstreurrate im Kanal, aber nicht zu einer Verbreiterung der Halbwertsbreite beitragen, muß in der mit -60V Biasspannung gewachsenen Probe außer einer erhöhten Defektrate auch noch eine Mosaizität vorliegen, worauf auch Ramanspektroskopiemessungen hindeuten [SCH].

Qualitativ sind die Verläufe in Abbildung 7.18 nochmal in einer dreidimensionalen Darstellung zu erkennen. Während einerseits die Rückstreurrate im $\langle 100 \rangle$ -Kanal mit zunehmender Eindringtiefe wegen der Defekte und der Mosaizität ansteigt, verbreitert sich die Halbwertsbreite ebenfalls aufgrund der Mosaizität. Leider ist es nicht möglich, die Einflüsse der Defekte sowie der Mosaizität auf die exakte Halbwertsbreite und die minimale Rückstreurrate zuzuordnen, weswegen keine quantitativen Angaben gemacht werden können. Dies sollte aber mit Messungen mit verbesserter Statistik erreicht werden, da dann eine genauere Linienformanalyse der Channelingdips vorgenommen werden kann, die diese Informationen enthalten.

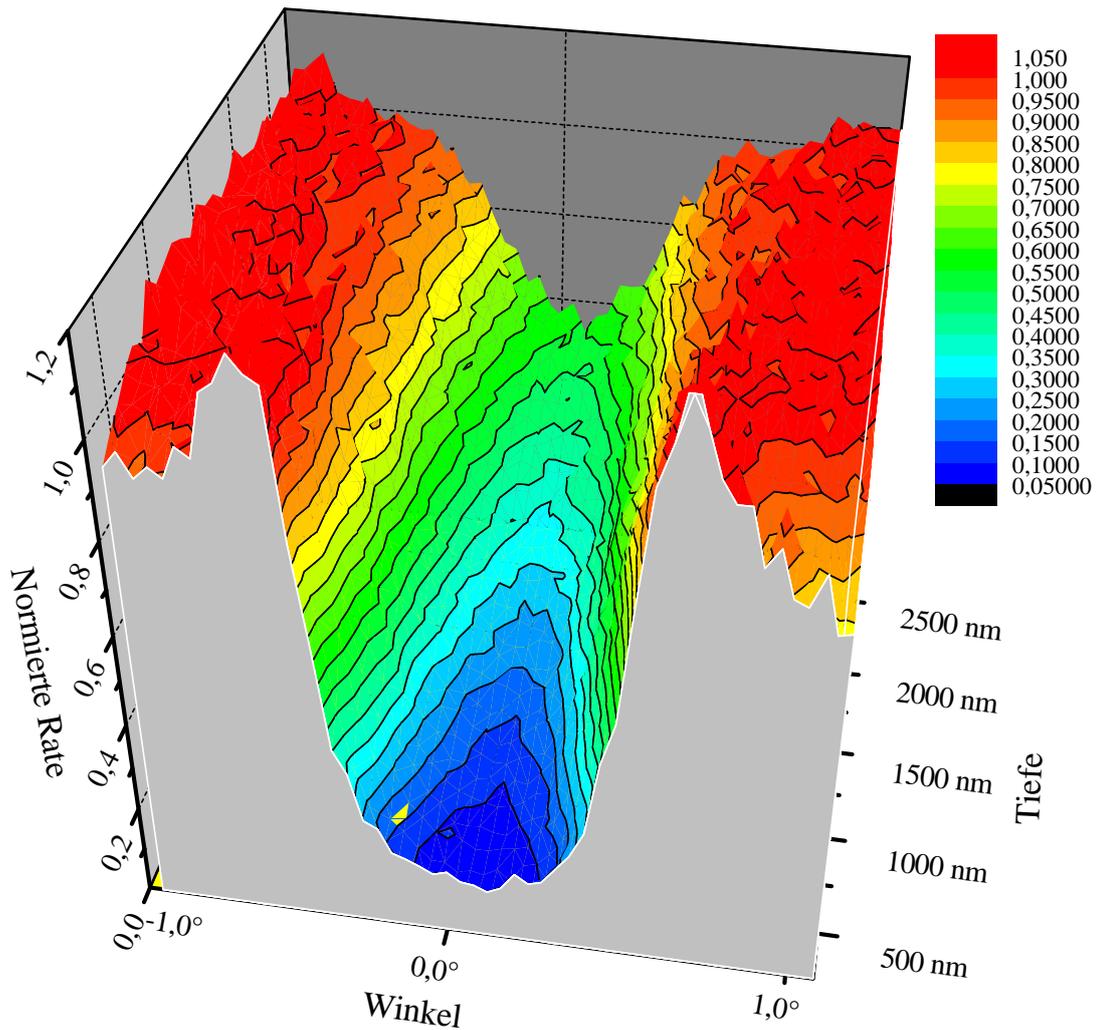


Abbildung 7.18: 3D-Darstellung der RBS-Messungen eines Winkelscans in θ -Richtung über den $\langle 100 \rangle$ -Kanal.

7.6 Diskussion der Ergebnisse im CVD-Diamant

Wasserstoff ist in Diamant generell anzutreffen, sowohl in den verschiedensten Substraten, die aus Naturdiamant gewonnen werden (Ib und IIa), als auch in den durch Gasphasenepitaxie hergestellten künstlichen Diamanten. Der Anteil schwankt dabei zwischen einigen Prozenten und wenigen Promille, je nach Herstellungsart und Substrattyp, erreichte aber in unseren Proben nie Werte unter $10^{20} \frac{\text{Atome}}{\text{cm}^3}$.

Die Untersuchungen des Einbauplatzes von Wasserstoff zeigen in unseren Messungen keinen der theoretisch berechneten Positionen. Dies könnte sowohl an der Möglichkeit liegen, daß der Wasserstoff durch die schwereren Stickstoffprojektile aus seinen Bindungen gelöst wird und wegdiffundiert, als auch an den auftretenden Defekten, die sehr viel mehr Wasserstoff binden können, als die möglichen Plätze im Gitter.

Die deswegen durchgeführten Messungen an Deuterium, die das Problem der Mobilität des

Wasserstoffs umgehen, zeigen aber deutlich, daß das eindiffundierte Deuterium nicht nur mit den Boratomen eine Verbindung eingeht. Da der Deuteriumanteil mit $8,7 \cdot 10^{20} \frac{\text{Atome}}{\text{cm}^3}$ gegenüber dem Boranteil von $9,11 \cdot 10^{19} \frac{\text{Atome}}{\text{cm}^3}$ zehnmal größer ist, bedeutet das, daß ca. 90% des Deuteriums nicht als Komplex mit den Boratomen verbaut sind.

Während in den Bormessungen, die in Abschnitt 7.4 beschrieben werden, der Anteil von Bor auf Gitterplätzen ca. 90% betrug, konnten in den Channelingmessungen des Deuteriums aus Abschnitt 7.2 keine Gitterplätze nachgewiesen werden. Dies läßt den Schluß zu, daß das Deuterium, das nicht zur Komplexbildung mit dem Bor verwendet wird, wie beim Wasserstoff in den Defektbereichen eingelagert wird.

Unsere Messungen können also erklärt werden, wenn neben der Ausbildung von B-D-C Komplexen das meiste Deuterium in Defektbereichen sitzt. Daß die Anzahl der Defekte und der eingebaute Wasserstoff oberhalb einer Wasserstoffkonzentration von $10^{20} \frac{\text{Atome}}{\text{cm}^3}$ korrelieren, zeigen dabei die Messungen in Abschnitt 7.3. Da diese Defekte statistisch im Kristall verteilt sind, ist der Nachweis von Deuterium wie auch der von Wasserstoff auf regulären Gitterplätzen bei diesen Konzentrationen, bei denen der weitaus größte Anteil in den Defektbereichen sitzt, nicht möglich.

Anzustreben sind also verbesserte Präparationsmöglichkeiten, bei denen die Anzahl der Defekte und das darin angelagerte Deuterium reduziert wird, so daß insgesamt Werte unter $10^{20} \frac{\text{Atome}}{\text{cm}^3}$ realisiert werden. Wie andere Messungen zeigen, besteht dann weiterhin die Möglichkeit in bordotierten Diamantkristallen, in die Deuterium eindiffundiert wird, den Einbauplatz der Deuteriumatome nachzuweisen [WAM00].

Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit behandelt die Charakterisierung von Fremdatomen und strukturellen Defekten. Untersucht wurden zum einen Aluminiumnitritschichten, die mit Molekularstrahlepitaxie hergestellt wurden und zum anderen synthetischer Diamant, der mit Hilfe der Gasphasenepitaxie abgeschieden wurde. Alle Messungen wurden dabei mit Ionenstrahltechniken am Van de Graaff-Beschleuniger der Fakultät für Physik der Universität Freiburg durchgeführt. Als Analysetechniken kamen dabei die Rutherford-Rückstreuung, die (resonante) Kernreaktionsanalyse und als Verbindung der beiden Techniken das Ionenchanneling mit Elementnachweis durch Kernreaktionen zum Einsatz.

In homoepitaktischen Diamantschichten, die alle in CVD-Anlagen abgeschieden wurden, wurde der Einbau von Wasserstoff mit Hilfe der ${}^1\text{H}({}^{15}\text{N}, \alpha\gamma){}^{12}\text{C}$ -Reaktion quantifiziert. Dabei wiesen die Substrate aus Naturdiamant einen recht hohen Wasserstoffanteil von über $10^{21} \frac{\text{Atome}}{\text{cm}^3}$ auf. In den abgeschiedenen Diamantfilmen war dagegen ein Wasserstoffgehalt von ca. $5 \cdot 10^{20} \frac{\text{Atome}}{\text{cm}^3}$ vorhanden, der im oberflächennahen Bereich aufgrund von zunehmenden Defekten, der Terminierung der Diamantoberfläche mit Wasserstoff und möglicher Oberflächenadsorbate um eine Größenordnung zunahm. Die Untersuchung von Deuterium mit der $d({}^3\text{He}, p){}^4\text{He}$ -Reaktion an speziell präparierten Proben zeigte diesen Effekt nicht, und der Deuteriumgehalt von $8,7 \cdot 10^{20} \frac{\text{Atome}}{\text{cm}^3}$ ist gleichmäßig in der ganzen Probe verteilt.

Der Borgehalt der während des Wachstums bordotierten Proben wurde mit der ${}^{11}\text{B}(p, \alpha){}^8\text{Be}$ -Reaktion zu $9 \cdot 10^{19} \frac{\text{Atome}}{\text{cm}^3}$ bestimmt und liegt damit deutlich unter dem Anteil von Wasserstoff oder Deuterium im CVD-Diamant. Für den Einbauplatz von Bor im Diamantgitter konnte durch Channelingmessungen mit über 90% Anteil ein substitutioneller Gitterplatz bestimmt werden, was mit älteren Messungen übereinstimmt.

Die Bestimmung des Einbauplatzes von Wasserstoff im Diamantgitter wurde durch die theoretischen Berechnungen geprägt. Allerdings konnte keiner der angegebenen Plätze bestätigt werden, da in unseren Messungen kein Channelingeffekt beim Wasserstoff zu erkennen war. Um die Möglichkeit auszuschließen, daß der Wasserstoff im Diamantgitter durch die schweren Stickstoffionen angeregt wird und dann durch den Kristall diffundiert, was die Lokalisierung bestimmter Einbauplätze verhindert, wurden Messungen an Deuterium durchgeführt, da dabei die Möglichkeit der Anregung des Deuteriums durch die ${}^3\text{He}$ -Ionen gering ist. Allerdings zeigten auch hier die Untersuchungen analog zum Wasserstoff keinen Channelingdip, an dem sich ein eindeutiger Gitterplatz ausmachen ließe.

In den Untersuchungen an den bordotierten Diamantfilmen, die durch einen nachträglichen Eindiffusionsprozess mit Deuterium versehen wurden, konnte ebenfalls kein eindeutiger Gitterplatz ermittelt werden, obwohl hierbei aufgrund elektrischer Leitfähigkeitsmessungen bekannt war, daß die Ausbildung eines Kohlenstoff-Bor-Deuterium-Komplexes vorliegen muß, da die Boratome durch die Zugabe des Deuteriums passiviert wurden. Trotz der Tatsache, daß damit für diese Deuteriumatome ein eindeutiger Gitterplatz vorliegt, konnte dieser in unseren Messungen nicht nachgewiesen werden.

Die Gründe für die stets flachen Channelingdips liegen dabei in der Defektstruktur der Diamantschichten. Unsere Untersuchungen der Defektrate zeigte, daß in den Filmen überwiegend Liniendefekte mit Defektdichten von bis zu 10^{11}cm^{-2} vorliegen. Dabei ist die Defektdichte direkt mit dem Einbau des Wasserstoffs korreliert. Der größte Anteil des eingebauten Wasserstoffs wird demnach in den Defektbereichen eingebaut. Da diese statistisch verteilt im Kristall vorliegen, tragen sie mit einem konstanten Anteil bei allen Winkelbereichen zum Channelingsignal bei und unterdrücken dabei den Nachweis des möglichen geringen Anteils von Wasserstoff auf bestimmten Gitterplätzen.

Dieses Ergebnis wird auch durch die Messungen an den deuterierten bordotierten Schichten bestätigt. Da der Deuteriumgehalt in den Filmen im Vergleich zum Borgehalt um eine Größenordnung höher liegt, ist der Anteil der auf bestimmten Gitterpositionen sitzenden Deuteriumatome zu gering, um im Channelingsignal erkannt zu werden.

Ein Ziel weiterer Untersuchungen sollte es also sein, den Defektanteil deutlich zu senken und damit den eingebauten Wasserstoff auf Werte deutlich unter $10^{20} \frac{\text{Atome}}{\text{cm}^3}$ zu senken. Die Untersuchungen an den mit Biasspannung gewachsenen homoepitaktischen Diamanten zeigen, daß die dazu nötigen Defektanalysen möglich sind. Die Ergebnisse dieser Messungen belegen aber auch, daß ein Verständnis der Defektbildung beim Diamantwachstum nur teilweise vorliegt. Die Analysen der mit verschiedenen Spannungen hergestellten Proben zeigen, daß bei angelegter Biasspannung deutlich mehr Defekte gebildet werden, als ohne. Aber während die Defektdichte bis -70V kontinuierlich ansteigt, steigt sie bei noch höheren Spannungen mit -80V und -100V sprunghaft an, und die Kristallqualität sinkt soweit ab, daß sich kein Channelingeffekt ausbildet.

Mit den Messungen an Aluminiumnitridschichten konnten Defektanalysen in einem Tiefenbereich bis zu $1,7 \mu\text{m}$ durchgeführt werden, und die komplette Schicht von der Oberfläche bis zum Übergang ins Substrat konnte analysiert werden. Dabei zeigten sich starke Abhängigkeiten von den Wachstumsparametern, aber auch Gemeinsamkeiten bei den verschiedenen Stufen des Abbaus der Versetzungen. So findet man in allen Schichten einen sehr schnellen Abbau zu Beginn des Wachstums, in diesem Bereich werden die Versetzungen mit großem Kippwinkel zur Wachstumsrichtung ausgelöscht. Dieser schnelle Abbau geht dann ab einer Tiefe von ca. 300 nm in eine Phase langsamerer Abnahme der Versetzungen über. In dieser zweiten Phase werden die Versetzungen, die fast parallel zur Wachstumsrichtung verlaufen, ausgelöscht. Dieser Prozeß dauert allerdings wesentlich länger und kommt erst bei Schichtdicken von über $1 \mu\text{m}$ zum Stillstand. Übrig bleibt ein konstanter Anteil von Versetzungen, der bis zur Oberfläche nicht weiter abgebaut wird. Dieser konstante Rest an Versetzungen ist dabei allerdings stark von Wachstumsbedingungen abhängig.

Die Ionenstrahlmethoden konnten sowohl in der Analyse der Versetzungsdichten, als auch bei der Bestimmung der Konzentration und dem Einbau von Fremdatomen genutzt werden. Dabei konnten gerade die Zusammenhänge zwischen dem Wasserstoff- bzw. Deuteriumeinbau und den Defektstrukturen gut erklärt werden.

Weitere Verbesserungen könnten dabei durch bessere Probenpräparationen erzielt werden,

in denen die Defektkonzentration erniedrigt wird und der Einbau der Fremdelemente in den Defekten damit vermindert wird. Außerdem könnte die Interpretation der Daten verbessert werden, indem die gemessenen RBS-Daten in den Kristallkanälen mit Hilfe von Simulationsprogrammen, die mit Monte-Carlo-Rechnungen arbeiten, verbessert wird. Desweiteren besteht die Möglichkeit, durch kleinere Ionenstrahldurchmesser Strukturen auch lateral aufzulösen und so mögliche vorhandene Mosaikstrukturen genauer zu untersuchen.

ANHANG A

Wasserstoffuntersuchungen an a-C:H-Schichten

Amorphe wasserstoffhaltige Graphitfilme, die zusätzlich Titan enthalten, sind unter anderem wegen ihrer Härte und Verschleißfestigkeit als Beschichtungsmaterial gefragt. Untersucht wurden mehrere solche a-C:H-Filme, die zusätzlich Titan enthielten und auf Siliziumsubstraten hergestellt wurden. Die Proben wurde dabei von Andreas Schüler an der Universität Basel in der Arbeitsgruppe von P. Oelhafen produziert. Alle Proben wurden mit

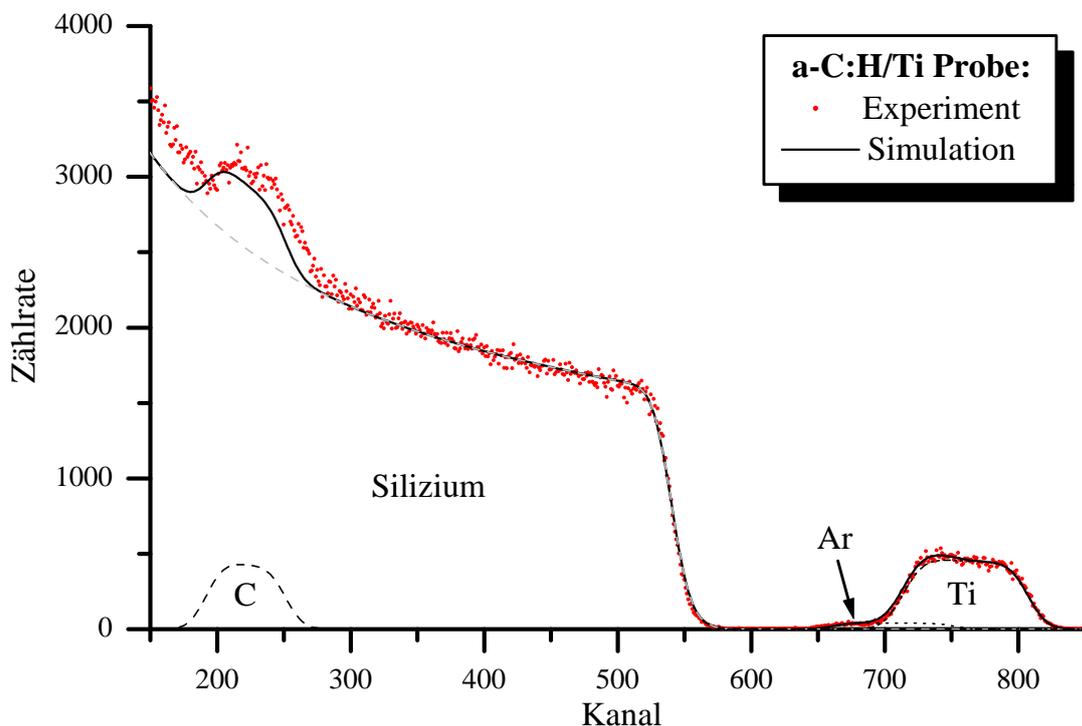


Abbildung A.1: RBS-Aufnahme einer a-C:H/Ti-Probe.

RBS wie in Abbildung A.1 analysiert, um das Verhältnis von Titan zu Kohlenstoff zu ermit-

teln. Dabei wurde indirekt auch der Wasserstoffanteil bestimmt, der als fehlende Komponente zu den restlichen Elementen ergänzt wurde.

Anschließend wurden die Proben mit der ${}^1\text{H}({}^{15}\text{N}, \alpha\gamma){}^{12}\text{C}$ -Kernreaktion auf ihren Wasserstoffgehalt hin untersucht und die Daten mit den RBS-Messungen abgeglichen. Die Eichung der Wasserstoffmessung erfolgte dabei mit Hilfe einer Polystyrolprobe mit 50% Wasserstoffanteil. Ein typisches Meßergebnis ist in Abbildung A.2 zu sehen. Alle a-C:H Schichten enthalten

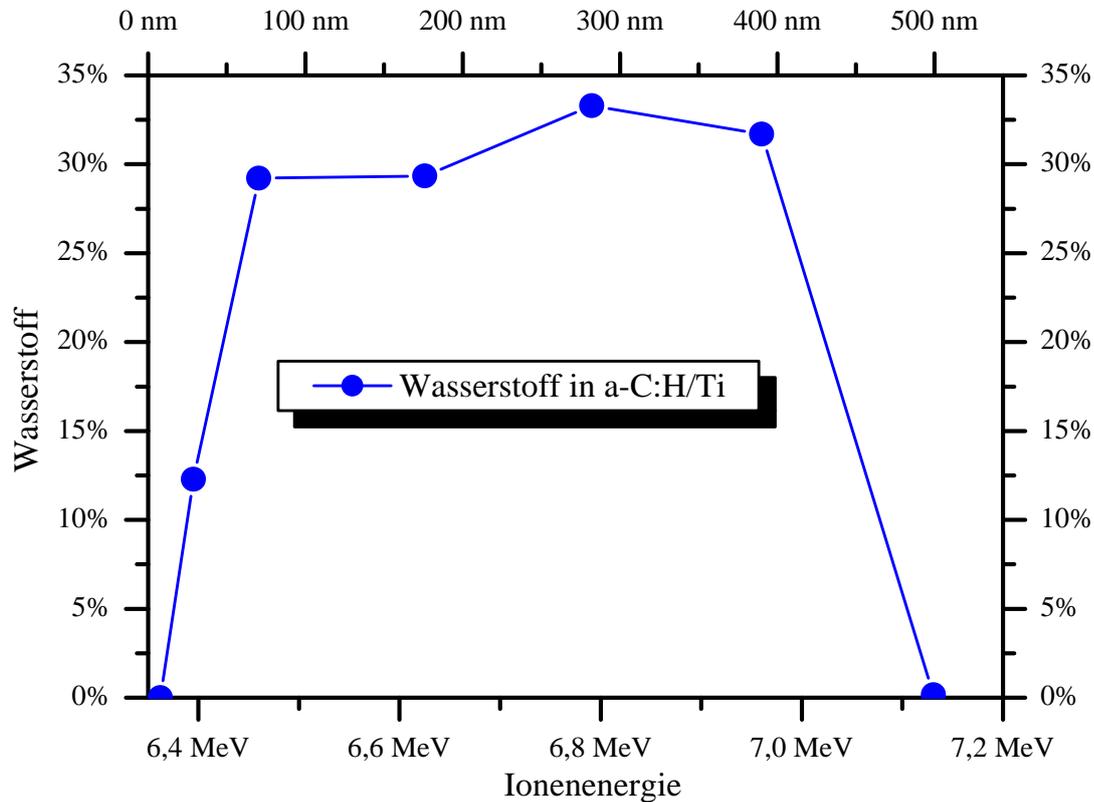


Abbildung A.2: Wasserstoffmessung in a-C:H/Ti mit der ${}^1\text{H}({}^{15}\text{N}, \alpha\gamma){}^{12}\text{C}$ -Kernreaktion.

um die 30% Wasserstoff, dabei waren keine auffälligen Profilverläufe zu erkennen.

ANHANG B

Einbau von Wasserstoff und Deuterium beim CVD-Wachstum

Zur Messung des Wasserstoffeinbaus in der Gasphase in CVD-Diamant wurde am IaF in Freiburg von Roland Locher eine homoepitaktische Schicht hergestellt, auf der zusätzlich eine Deckschicht von ca. 100 nm aufgewachsen wurde, bei der das Wasserstoffgas bei der CVD-Herstellung durch Deuteriumgas ersetzt wurde. Der Wasserstoffgehalt geht dabei al-

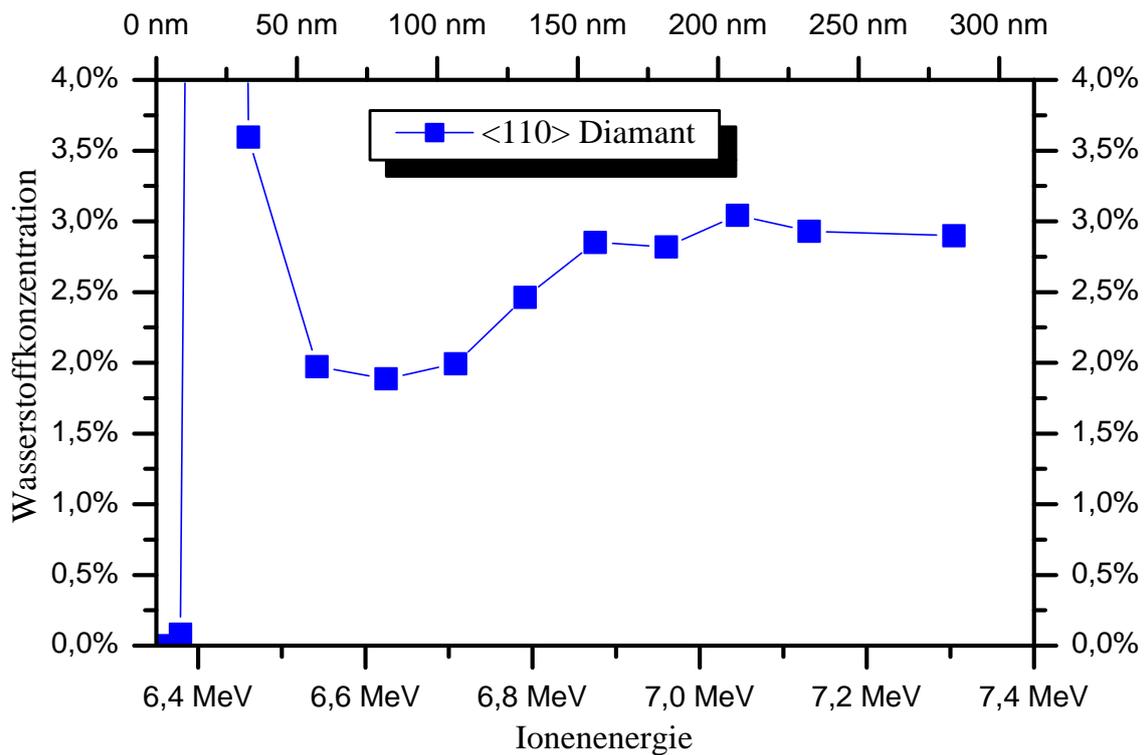


Abbildung B.1: Wasserstoffanalyse einer auf <110>-Substrat gewachsenen CVD-Probe, wobei die obersten 100 nm mit D₂ statt H₂ im Prozeßgas hergestellt wurden.

lerdings nur auf $\frac{2}{3}$ des Normalwertes zurück. Der Wasserstoffeinbau erfolgt also anscheinend

zum größten Teil aus dem verwendeten Methangas, obwohl er nach gängiger Auffassung aus beiden Gasphasen entsprechend ihrem Anteil verbaut werden sollte. Bei weiteren Untersuchungen, in denen bei jeweils einer Komponente im Gas der Wasserstoff gegen Deuterium ersetzt wird, können durch anschließenden Nachweis mit der $D(^3\text{He},p)^4\text{He}$ -Reaktion die verschiedenen Anteile zum Einbau analysiert werden.

Weitere mögliche Untersuchungen hierzu können auch die evtl. Diffusion des Wasserstoffs analysieren, indem die Probe durch anschließendes Tempern im Vakuum weiter behandelt wird.

ANHANG C

Auswerteprogramm XNRA

Zur Auswertung der Wasserstoffprofile habe ich das Programm XNRA entwickelt. Es bietet die Möglichkeit, Wasserstoffprofile zu eichen, falls eine Kontrollmessung mit Polystyrol durchgeführt wurde. Dabei wurden die Funktionen, die in Abschnitt 3.1 und 3.2.3 angegeben

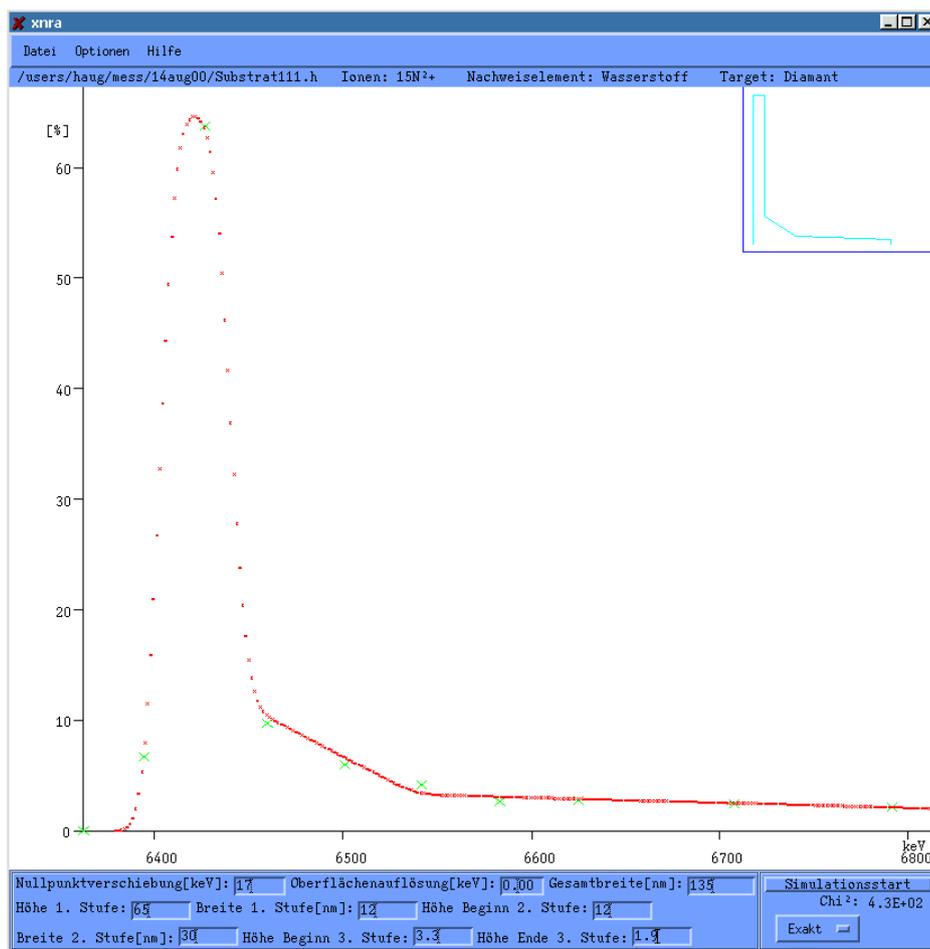


Abbildung C.1: Auswerteprogramm XNRA zur Wasserstoffanalyse

wurden, im Programm implementiert. Das Programm XNRA übernimmt die automatische Berechnung der Zählrate im Polystyrol durch anfitzen einer Exponentialfunktion an die Meßpunkte und rechnet damit und über die bekannten Stoppingpowerwerte in den Targetmaterialien die Wasserstoffkonzentration nach Gleichung 3.1 in der untersuchte Probe aus.

Im zweiten Schritt kann dann ein vorgegebenes Tiefenprofil mit der Kernreaktion nach Gleichung 3.4 gefaltet werden und das Ergebnis mit den Meßdaten verglichen werden. Dazu kann

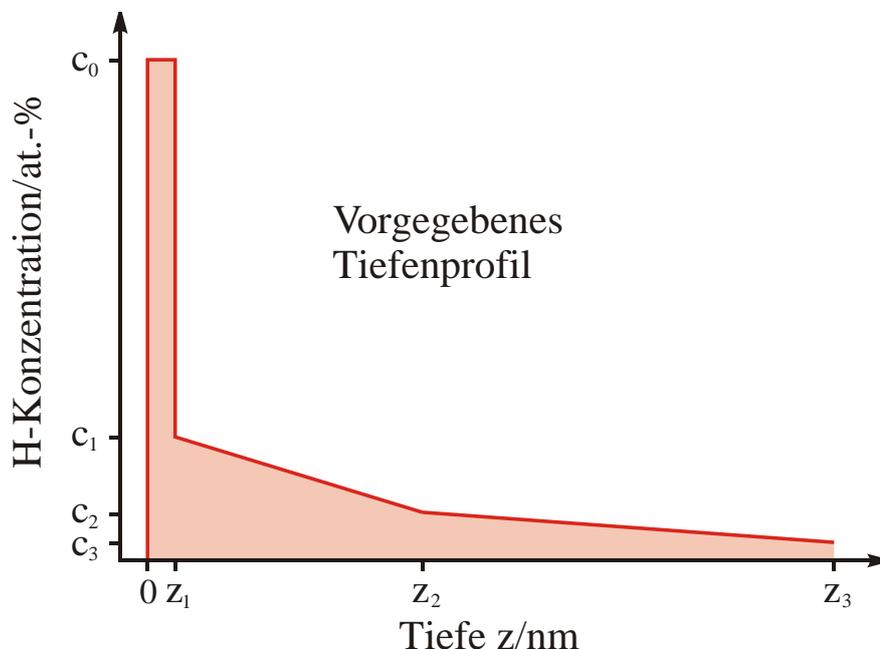


Abbildung C.2: Verwendetes Tiefenprofil im Programm XNRA

im Programm obiges Stufenprofil (Abbildung C.2) verwendet werden, das durch die Eingabe der Werte von 3 Stufen geformt wird. Die Konzentration c_0, c_1, c_2 und c_3 geben dabei die Stufenhöhen an, mit den Werten z_1, z_2 und z_3 können die Schichtdicken variiert werden. Die erste Stufe berücksichtigt dabei im Normalfall die hohe Wasserstoffkonzentration an der Oberfläche, die aufgrund der Absättigung der offenen Bindungen mit Wasserstoffatomen und den Oberflächenadsorbaten entsteht.

Inzwischen gibt es von Landry und Schaaf auch das Programm WINRNRA, das die gemessenen Daten direkt in tiefenabhängige Konzentrationsprofile zurückrechnet [LAN01].

LITERATURVERZEICHNIS

- [AND77] H.H. ANDERSEN,
Hydrogen stopping powers and ranges in all elements
Pergamon Press, New York 1977
- [AZE01] G. DE M. AZEVEDO, J.F. DIAS, M. BEHAR, P.L. GRANDE, J.H.R. DOS SANTOS,
Nucl. Instr. and Meth. **B174** (2001) 407
- [BEC53] O. BECKMAN, T. HUUS, C. ZUPANČIČ,
Phys. Rev. **91** (1953) 606
- [BIR89] J.R. BIRD, J.S. WILLIAMS,
Ion Beams for Material Analysis;
Academic Press, London 1989
- [CHA95] L. CHANGGENG, J. HUI, W. YONGQIANG, Z. ZHIHAO,
Nucl. Instr. and Meth. **B95** (1995) 97
- [CHE99] J. CHEVALLIER, D. BALLUTAUD, B. THEYS, F. JOMARD, A. DENEUVILLE, E. GHEERAERT AND F. PRUVOST,
Phys. Stat. Sol. (a) **174,1** (1999) 73
- [CHE01] J. CHEVALLIER, A. LUSSON, D. BALLUTAUD, B. THEYS, F. JOMARD, A. DENEUVILLE, M. BERNARD, E. GHEERAERT, E. BUSTARRET,
Diam. and Rel. Mat. **10(3-7)** (2001) 399
- [FEA89] R.W. FEARICK, T.E. DERRY, J.P.F. SELLSCHOP,
Phys. Rev. **B40** (1989) 4289
- [FEL82] L.C. FELDMAN, J.W. MAYER, S.T. PICRAUX,
Materials Analysis by Ion Channeling
Academic Press, New York 1982
- [FLE91] G. FLEMIG,
Meß- und Schrittmotorensteuerungsprogramm CLEOPATRA,
Universität Freiburg (1991)

- [FLE93] G. FLEMIG,
Dissertation Universität Freiburg 1993
- [HJO90] B. HJÖRVARSSON, J. RYDÉN,
Nucl. Instr. and Meth. **B45** (1990) 36
- [HOR88] K.M. HORN, W.A. LANFORD,
Phys. Res. **B34** (1988) 1
- [HUN57] S.E. HUNT, R.A. POPE, W.W. EVANS,
Phys. Rev. **106** (1957) 1012
- [KIR01] L. KIRSTE, D.G. EBLING, C. HAUG, R. BRENN, K.W. BENZ, K. TILLMANN,
Mat. Sci. and Eng. **B82** (2001) 9
- [KOS01] B. KOSLOWSKI, S. STROBEL, P. ZIEMANN,
Appl. Phys. **A72,3** (2001) 311
- [LAN01] F. LANDRY, P. SCHAAF,
Nucl. Instr. and Meth. **B179** (2001) 262
- [LAP85] R. LAPPALAINEN, J. RÄISÄNEN, A. ANTTILA,
Nucl. Instr. and Meth. **B9** (1985) 55
- [LIN65] J. LINDHARD,
Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk. **34** (1965) No. 14
- [LOO99] H.J. LOOI, M. D. WHITFIELD, J.S. FOORD, R.B. JACKMAN,
Thin Solid Films **343-344** (1999) 623
- [MAU83] B. MAUREL, G. AMSEL,
Nucl. Instr. and Meth. **218** (1983) 159
- [MEH92] S.P. MEHANDRU, A.B. ANDERSON, J.C. ANGUS,
J. Mater. Res. **7,3** (1992) 689
- [MEH94] S.P. MEHANDRU, A.B. ANDERSON,
J. Mater. Res. **9,2** (1994) 383
- [MÖH90] W. MÖLLER, F. BESENBACHER,
Nucl. Instr. and Meth. **168** (1980) 111
- [NUC] NUCLEAR DATA SHEETS,
Academic Press, Orlando
- [OSI87] T. OSIPOWICZ, K.P. LIEB, S. BRÜSSERMANN,
Nucl. Instr. and Meth. **B18** (1987) 232
- [PIC74] S.T. PICRAUX, F.L. VOOK,
Phys. Rev. Lett **33** (1974) 1216
- [POP97] G. POPOVICI, A. MELNIKOV, V.V. VARICHENKO, T. SUNG, M.A. PRELAS,
R.G. WILSON, S.K. LOYALKA,
J. Appl. Phys. **81(5)** (1997) 2429

- [SAG01] C. UZAN-SAGUY, A. REZNIK, C. CYTERMANN, R. BRENER, R. KALISH, E. BUSTARRET, M. BERNARD, A. DENEUVILLE, E. GHEERAERT, J. CHEVALLIER, *Diam. and Rel. Mat.* **10(3-7)** (2001) 453
- [SAM95] R. SAMLENSKI, J. SCHMÄLZLIN, R. BRENN, C. WILD, W. MÜLLER-SEBERT, P. KOIDL, *Diam. and Rel. Mat.* **4** (1995) 503
- [SAM96] R. SAMLENSKI, C. HAUG, R. BRENN, C. WILD, R. LOCHER, P. KOIDL, *Diam. and Rel. Mat.* **5(9)** (1996) 947
- [SCH97A] M. SCHRECK, K.-H. THÜRER, B. STRITZKER, *J. Appl. Phys.* **81(7)** (1997) 3092
- [SCH97B] M. SCHRECK, K.-H. THÜRER, R. KLARMANN, B. STRITZKER, *J. Appl. Phys.* **81(7)** (1997) 3096
- [SCH] M. SCHRECK, CH. GRUNICK, C. HAUG, R. BRENN, B. STRITZKER, *Diam. and Rel. Mat.* (to be published)
- [SEL98] F. SELLSCHOP, S.H. CONNELL, *Phys. Res.* **B136-138** (1998) 1253
- [SMU87] P.J.M. SMULDERS, D.O. BOERMA, *Nucl. Instr. and Meth.* **B29** (1987) 471
- [SPI81] B.V. SPITSYN, L.L. BOUILOV, B.V. DERYAGUIN, *J. Cryst. Growth* **52** (1981) 219
- [WAM99] W.R. WAMPLER, S.M. MYERS, *MRS Internet J. Nitr. Semicond. Res.* **4S1**, G3.73 (1999)
- [WAM00] W.R. WAMPLER, J.C. BARBOUR, C.H. SEAGER, S.M. MYERS, A.F. WRIGHT, J. HAN, *MRS Internet J. Nitr. Semicond. Res.* **5S1**, W10.7 (2000)
- [WAT71] G.D. WATKINS, R.P. MESSMER, C. WEIGEL, D. PEAK, J.W. CORBETT, *Phys. Rev. Lett.* **27** (1971) 1573
- [WEI73] C. WEIGEL, D. PEAK, J.W. CORBETT, G.D. WATKINS, R.P. MESSMER, *Phys. Rev.* **B6** (1973) 2906
- [WEI62] K. WEISER, *Phys. Rev.* **126** (1962) 1427
- [ZIE77] J.F. ZIEGLER, *Helium: stopping powers and ranges in all elemental matter* Pergamon Press, New York 1977
- [ZIE80] J.F. ZIEGLER, *Handbook of stopping cross-sections for energetic ions in all elements* Pergamon Press, New York 1980

- [ZIE85] J.F. ZIEGLER,
The Stopping and Range of Ions in all Solids
Pergamon Press, New York 1985
- [ZIE98] J.F. ZIEGLER,
Nucl. Instr. and Meth. **B136-138** (1998) 141
- [ZIN94] M. ZINKE-ALLMANG, O. KRUSE,
Nucl. Instr. and Meth. **B90** (1994) 579

Veröffentlichungen

Teile dieser Arbeit wurden bereits veröffentlicht oder sind zur Veröffentlichung eingereicht.
Über folgende Teilergebnisse wurde auf Tagungen berichtet:

Publikationen:

- J. PORTMANN, C. HAUG, R. BRENN, J. SCHNEIDER, K. ROTTNER, R. HELBIG
Determination of hydrogen in 6H-SiC epitaxial layers by the ^{15}N nuclear reaction analysis technique
Nucl. Instr. and Meth. **B155** (1999), 132
- J. PORTMANN, C. HAUG, R. BRENN, T. FREY, B. SCHÖTTKER, D.J. AS
Ion-channeling studies of cubic GaN and $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ on GaAs substrates
Nucl. Instr. and Meth. **B155** (1999), 489
- A. SCHÜLER, C. ELLENBERGER, P. OELHAFEN, C. HAUG, R. BRENN
Optical properties of titanium containing amorphous hydrogenated carbon films (a-C:H/Ti)
J. of Appl. Phys. **87,9** (2000), 4285
- T. FREY, D. J. AS, M. BARTELS, A. PAWLIS AND K. LISCHKA
A. TABATA, J. R. L. FERNANDEZ, M. T. O. SILVA AND J. R. LEITE
C. HAUG AND R. BRENN
Structural and vibrational properties of molecular beam epitaxy grown cubic (Al, Ga)N/GaN heterostructures
J. of Appl. Phys. **89,5** (2001), 2631
- L. KIRSTE, D.G. EBLING, C. HAUG, R. BRENN, K.W. BENZ, K. TILLMANN
Structural quality and ordering of MBE grown $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ -layers
Mat. Sci. and Eng. B82 (2001)
- C. HAUG, H. GÄRTNER, J. PORTMANN, R. SAMLENSKI, C. WILD, R. BRENN
Ion channeling studies of hydrogen in homoepitaxially grown CVD diamond
Diam. and Rel Mat. **10(3-7)** (2001), 411

Tagungen:

- C. Haug, J. Portmann, H. Gärtner, R. Samlenski, R. Brenn
Untersuchungen möglicher Gitterplätze von Wasserstoff in homoepitaktischem CVD-Diamant
D-A-CH Kolloquium 1997, Altlengbach (Österreich)
- J. Portmann, C. Haug, R. Brenn
Gitterplatzanalyse von Sauerstoff in CVD-Diamant
D-A-CH Kolloquium 1997, Altlengbach (Österreich)
- C. Haug, J. Portmann, R. Brenn
Analyse von heteroepitaktischen Diamantschichten mit nuklearen Methoden
DPG Frühjahrstagung Regensburg 1998, Beitrag DS 24.21, Verh. DPG (1998)

- J. Portmann, C. Haug, R. Brenn
Tiefenprofilanalyse und Strukturuntersuchungen an GaN-Schichten
DPG Frühjahrstagung Regensburg 1998, Beitrag HL 2.19, Verh. DPG (1998)
- C. Haug, J. Portmann, R. Brenn
Einbau und Mobilität von Wasserstoff in Diamant
D-A-CH Kolloquium 1998, Giengen (Deutschland)
- C. Haug, J. Portmann, R. Brenn
Untersuchungen zum Einbau und zur Diffusion von Wasserstoff in Diamant
DPG Frühjahrstagung Münster 1999, Beitrag DS 33.13, Verh. DPG (1999)
- J. Portmann, C. Haug, R. Brenn, T. Frey, D.J. As, K. Lischka
Defekt- und Strukturuntersuchungen an kubischen GaN und InGaN-Schichten
DPG Frühjahrstagung Münster 1999, Beitrag HL 23.73, Verh. DPG (1999)
- C. Haug, H. Gärtner, J. Portmann, R. Samlenski, C. Wild, R. Brenn
Ion channeling studies of hydrogen in homoepitaxially grown diamond
Diamond 2000
- D. G. Ebling, P. Cristea, K. W. Benz, C. Haug, R. Brenn, S. Novikov, C. T. Foxon
AES-analysis of the SB incorporation into GaN MBE-layers
E-MRS Strasbourg (2001)
- M. Schreck, Ch. Grunick, C. Haug, R. Brenn, B. Stritzker
Bias assisted growth on diamond single crystals: a micro-Raman and ion channeling
study on the defect formation due to ion bombardment
Diamond 2001

DANKE

Ich bedanke mich an dieser Stelle bei allen, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben, insbesondere:

Herrn Prof. Dr. R. Brenn für die Betreuung und Unterstützung während der Arbeit

Hadwig Sternschulte und Matthias Schreck für die interessante Zusammenarbeit bei den verschiedensten Diamantproben

Lutz Kirste, Peter Christea und Dirk Ebling für die Zusammenarbeit im Bereich der Nitride

Herrn J. Fürderer, Herrn H. Winterhalter und Herrn G. Asal für den Betrieb des Van de Graaff Beschleunigers

Vielen Dank auch an alle übrigen Mitglieder der Abteilung Brenn, die mir durch ihre Hilfsbereitschaft und die gute Atmosphäre weitergeholfen haben.

Außerdem möchte ich mich bei meiner Lebensgefährtin Catharina bedanken, die mich immer wieder beim Schreiben dieser Arbeit unterstützt hat.