

Tiefenaufgelöste Fehlstellenuntersuchungen mit langsamen Positronen

von

Ulrike Männig

Diplomarbeit in Physik
angefertigt im
Institut für Strahlen- und Kernphysik

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

Bonn, im November 1996

Ich versichere, daß ich diese Arbeit selbständig verfaßt und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt, sowie die Zitate kenntlich gemacht habe.

Referent: Prof. Dr. Karl Maier
Korreferent: Prof. Dr. Dieter Meschede

Inhaltsverzeichnis

| | | |
|----------|--|-----------|
| 1 | Einleitung | 1 |
| 2 | Physikalische Grundlagen | 3 |
| 2.1 | Positronen | 3 |
| 2.2 | Positronen im Festkörper | 4 |
| 2.2.1 | Thermalisierung | 4 |
| 2.2.2 | Diffusion | 5 |
| 2.2.3 | Zerstrahlung | 6 |
| 2.2.4 | Positronium | 6 |
| 2.3 | Langsame Positronen | 8 |
| 2.4 | Fehlstellen in kristallinen Strukturen | 12 |
| 2.4.1 | Plastische Deformation | 12 |
| 2.4.2 | Bestrahlung mit Protonen | 14 |
| 2.5 | Positronen-Einfang an Fehlstellen | 15 |
| 2.6 | Experimentelle Methoden | 16 |
| 3 | Der langsame Positronenstrahl | 19 |
| 3.1 | Apparativer Aufbau | 19 |
| 3.1.1 | Prinzip | 19 |
| 3.1.2 | Strahlfokussierung | 21 |
| 3.1.3 | Elektronik | 21 |
| 3.1.4 | Betriebsparameter | 23 |
| 3.2 | Bestimmung des Strahldurchmessers | 24 |

| | | |
|----------|---|-----------|
| 4 | Messungen und Ergebnisse | 26 |
| 4.1 | Auswahl der Materialien | 26 |
| 4.2 | Eichproben für eine Positronen-Mikrosonde | 27 |
| 4.3 | Testmessungen mit bestrahltem Silizium | 27 |
| 4.3.1 | Messungen | 30 |
| 4.3.2 | Ergebnisse und Diskussion | 30 |
| 4.4 | Messung an leicht verformtem Aluminium | 32 |
| 4.4.1 | Messungen | 33 |
| 4.4.2 | Ergebnisse und Diskussion | 34 |
| 4.5 | Druckverformtes Aluminium | 34 |
| 4.5.1 | Messungen | 35 |
| 4.5.2 | Ergebnisse und Diskussion | 36 |
| 5 | Zusammenfassung und Ausblick | 38 |
| A | Anhang | 40 |

Kapitel 1

Einleitung

Die Untersuchung von Fehlstellen in Festkörpern ist seit langem ein wichtiger Bereich innerhalb der Festkörperphysik, da die makroskopischen Eigenschaften von Festkörpern durch Fehlstellen bestimmt werden.

Die Positronenvernichtung ist zur Untersuchung von Leerstellen in Metallen und Halbleitern ein unverzichtbares Hilfsmittel geworden, zudem werden aber auch die Wechselwirkungen von Positronen mit anderen Defektarten wie Versetzungen untersucht.

Aus diesem Grund sind Positronen äußerst empfindliche Sonden, mit denen sich Defektkonzentrationen bis zu 10^{-7} /Atom nachweisen lassen.

Dringt ein Positron in Materie ein, so wird es nach wenigen Pikosekunden auf thermische Energie abgebremst und kann während seiner Lebensdauer von typischerweise 100-200 ps im Mittel 1000 Å im Festkörper diffundieren, bis es mit einem Elektron in zwei entgegengesetzte γ -Quanten von je 511 keV Energie zerstrahlt. Während der Diffusion werden die Positronen von Leerstellen angezogen, da diese wegen des fehlenden positiv geladenen Atomrumpfes einen ca. 1 eV tiefen Potentialtopf für die Positronen darstellen.

Somit ist das Positron ein ideales Sondenteilchen zur zerstörungsfreien Materialuntersuchung. Diese Eigenschaft ist gerade auch im Hinblick auf die in der Halbleiter-Industrie benutzten Materialien von großer Bedeutung.

Meist werden für diese Untersuchungen Positronen aus einer radioaktiven Quelle mit einem kontinuierlichen Energiespektrum benutzt. Die Eindringtiefe der Positronen ist von ihrer Energie und der Dichte des zu untersuchenden Festkörpers abhängig. Bei Messungen mit Positronen aus einer Quelle wird das Innere einer Probe untersucht. Durch Benutzen eines monoenergetischen Positronenstrahls durchstimmbarer Energie können tiefenaufgelöste Defektuntersuchungen durchgeführt werden, was für den oberflächennahen Bereich bis zu einer Tiefe von ca. 1 μm interessant ist.

In dieser Arbeit werden Messungen mit einem Positronenstrahl (1-12 keV) vorgestellt, mit denen einige sehr interessante Fragestellungen zur Defekterzeugung in Silizium und Aluminium näher beleuchtet werden. Sie sind gleichzeitig vorbereitende Messungen für einen noch im Aufbau befindlichen Positronenmikrostrahl.

Nach einem einführenden Kapitel über die physikalischen Grundlagen der Positronenvernichtung werden in Kapitel 3 der Aufbau und die Funktionsweise der verwendeten Apparatur zur Erzeugung eines langsamen Positronenstrahls erläutert.

Kapitel 4 stellt die durchgeführten Messungen mit anschließender Diskussion und Interpretation der Ergebnisse vor. Zuerst werden für den Mikrostrahl entwickelte Eichproben vorgestellt. Es handelt sich hierbei um mittels Lithographie hergestellte Gold- und Chromstrukturen auf einem Silizium-Substrat. Danach werden durch Protonen unterschiedlicher Energien verschieden stark geschädigte Siliziumproben untersucht. Es folgt eine Messung an einem verformtem Aluminium-Einkristall, wobei das Ziel die Unterscheidung von Stufen- und Schraubenversetzungen mittels Positronen ist. Die letzte Messung erfaßt das Positronensignal als Funktion der relativen Längenänderung eines druckverformten Aluminium-Einkristalls.

Kapitel 2

Physikalische Grundlagen

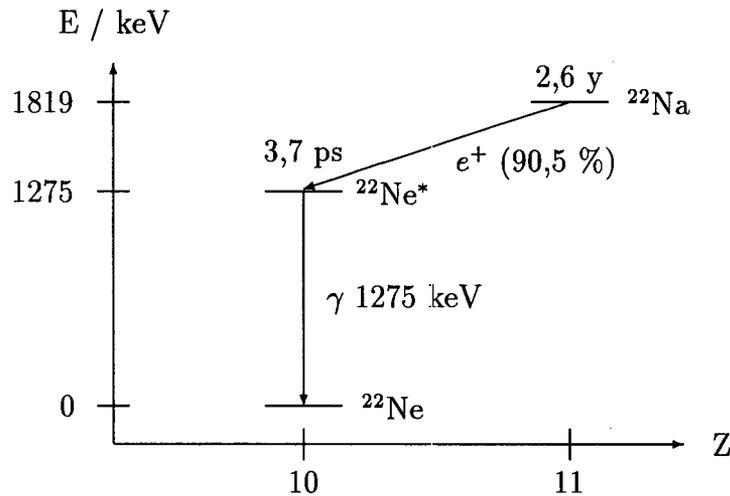
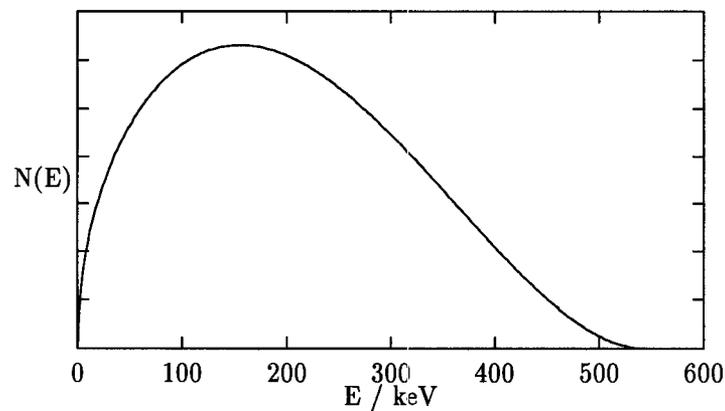
2.1 Positronen

Positronen wurden als Antiteilchen der Elektronen 1929 von Dirac theoretisch vorhergesagt, und ihre Existenz 1932 von Anderson experimentell bestätigt. Aber erst die Entdeckung von DeBenedetti et al. [DeB49], daß die beiden bei der Zerstrahlung von Positron und Elektron entstehenden γ -Quanten im Laborsystem nicht exakt kollinear sind, begründete die große Bedeutung der Positronen-Annihilation in der Festkörperphysik.

Positronen entstehen bei dem radioaktiven Zerfall neutronenarmer Kerne¹ (z.B. ^{22}Na , ^{58}Co oder ^{64}Cu). Das kontinuierliche Energiespektrum ist analog zum β^- -Zerfall (Abb. 2.2). ^{22}Na wird sehr häufig als Positronen-Quelle benutzt, da es eine große Halbwertszeit von 2.6 Jahren und mit 90 % eine hohe Positronenausbeute hat. Des weiteren ist ^{22}Na leicht handhabbar und es emittiert ein γ -Quant hoher Energie (1275 keV), was für Lebensdauermessungen das nötige Start-Signal liefert. Auch in dieser Arbeit wird ^{22}Na als Quelle verwandt. Andere Möglichkeiten zur Erzeugung von Positronen sind z.B. der Myonzerfall oder die Paarbildung, sie spielen in dieser Arbeit aber keine Rolle.

Im Vakuum ist ein Positron stabil (theoretisch gilt: $\tau_{1/2} > 2 \cdot 10^{22}$ Jahre [Sch88]), wohingegen es in Materie schon nach 10^{-10} - 10^{-9} Sekunden mit einem Elektron zerstrahlt. Es kann sich allerdings auch ein wasserstoffähnliches Atom aus Elektron und Positron ausbilden, welches in Kapitel 2.2.4 näher beschrieben wird.

¹ β^+ -Zerfall : $p \rightarrow n + e^+ + \nu_e$

Abbildung 2.1: Zerfallsschema von ^{22}Na [Led78]Abbildung 2.2: Energieverteilung des β^+ -Spektrums von ^{22}Na . $N(E)$: Anzahl der Positronen der Energie E

2.2 Positronen im Festkörper

Dringen Positronen in Materie ein, so erfolgen bis zur Aussendung der Zerstrahlungsquanten nacheinander unterschiedliche Prozesse, auf die im folgenden näher eingegangen wird.

2.2.1 Thermalisierung

Auf Grund ihrer kinetischen Energie (z.B. bei einer ^{22}Na -Quelle maximal 544 keV) dringen die Positronen einige Zehntel Millimeter tief ins Material ein, wobei sie bei jedem Stoß mit einem Elektron Energie verlieren. Wenn die Positronenenergie

kleiner als die Energielücke der Elektronen im Material ist, so wird die Energieabgabe durch Stöße mit Elektronen gehemmt. Weitere Energieabgabe erfolgt in Metallen durch Plasmonenanregung und vor allem durch Phononanregung.

In dieser Weise erreicht das Positron in kurzer Zeit thermische Energie ($E_{th} = \frac{3}{2}k_B T \approx \frac{1}{25} \text{ eV}$ bei Raumtemperatur). Dies ist möglich, obwohl Positronen Fermionen sind, denn wegen ihrer geringen Anzahl können Positronen im Festkörper immer den energetisch niedrigsten Zustand einnehmen. In Metallen und Halbleitern geschieht dies in 3 ps, was wesentlich kürzer als die mittlere Lebensdauer von ca. 100-200 ps ist [Wes73]. Damit wird die Zerstrahlung aus nichtthermischen Zuständen unbedeutend.

2.2.2 Diffusion

Im folgenden wird auf Isolatoren nicht weiter eingegangen, da diese später im Kapitel „Positronium“ behandelt werden.

Das thermische Positron kann nun als freies Teilchen im Metall diffundieren (Abb. 2.3), was durch die Diffusionsgleichung beschrieben wird. In Festkörpern hat der Diffusionskoeffizient einen Wert $D \approx 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$ [Leo93], woraus sich mit einer mittleren Lebensdauer der Positronen von $\tau_{e^+} \approx 100 \text{ ps}$ eine Diffusionslänge von ca. $0.1 \mu\text{m}$ ergibt ($\bar{x} = \sqrt{3D\tau_{e^+}}$). Auf ihrem Weg werden die Positronen von Potentialmulden angezogen, wie sie zum Beispiel durch atomare Fehlstellen gebildet werden (Abb. 2.4). Einmal in solch einer Haftstelle eingefangen, können sie diese bis zur Zerstrahlung nicht mehr verlassen, da ihre Energie $E = 1/25 \text{ eV}$ klein gegen die Bindungsenergie von typischerweise 1 eV ist. Aus diesem Grund sind Positronen ideale Sonden, da sie für äußerst geringe Fehlstellenkonzentrationen (bis $10^{-7}/\text{Atom}$) empfindlich sind [Sch88].

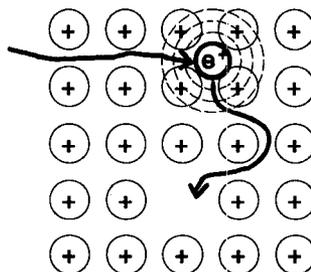


Abbildung 2.3: Diffundierendes Positron im Festkörper

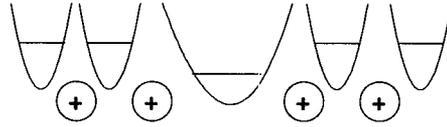


Abbildung 2.4: Potentialverlauf im Umfeld einer Leerstelle. Der Positroneneinfang ist sehr effizient (Einfangrate $\approx 10^{15} \text{ s}^{-1}$ [Sch88]).

2.2.3 Zerstrahlung

Die Zerstrahlung ist der relativistische Prozeß, in dem die Masse von Elektron und Positron in elektromagnetische Energie umgewandelt wird. Diese Energie wird in Materie fast immer in Form von zwei entgegengesetzten γ -Quanten von je 511 keV frei, da das Auftreten von 1- γ - sowie 3- γ -Zerstrahlungen um den Faktor α ($\alpha = 1/137$) beziehungsweise α^3 unwahrscheinlicher ist und deswegen nicht weiter beachtet wird. Für die Lebensdauer τ_{e^+} ergibt sich nun nach Dirac folgende Abhängigkeit von der Elektronendichte n_e bei kleinen Positronengeschwindigkeiten v ($v/c < \alpha$) [Wes73]:

$$\tau_{e^+}^{-1} = \sigma_2 \cdot v \cdot n_e = \pi \cdot r_0^2 \cdot c \cdot n_e \quad (*)$$

Da der Wirkungsquerschnitt σ_2 für 2- γ -Zerstrahlung proportional zu $1/v$ ist, ist die Positronenlebensdauer nach Gleichung (*) im Festkörper unabhängig von der Geschwindigkeit der Positronen und wird nur von der Elektronendichte n_e bestimmt. Da n_e in Fehlstellen kleiner ist als im ungestörten Kristall, erhält man aus Lebensdauermessungen Informationen über die Fehlstellenkonzentration. Hierauf beruht die physikalische Bedeutung der Lebensdauermessung in der Festkörperphysik.

Die beiden Zerstrahlungsquanten sind im Gegensatz zum Ruhesystem der Teilchen im Laborsystem weder exakt entgegengesetzt noch haben sie eine Energie von genau 511 keV [DeB49]. Diese Abweichungen sind auf den Dopplereffekt durch den Impuls des Elektrons zurückzuführen (Abb.2.5) und werden bei Messungen der Dopplerverbreiterung und der Winkelkorrelation ausgenützt. Der Impuls des thermischen Positrons hat hierbei einen vernachlässigbaren Einfluß.

Ein Beispiel für die Größenordnungen: Bei einem thermalisierten Positron und einem Elektron mit 10 eV Energie ergibt sich eine Verschiebung der 511 keV-Linie um $\delta E = 1,5 \text{ keV}$.

2.2.4 Positronium

In Isolatoren kann sich wie im Vakuum Positronium als ein wasserstoffähnlich gebundener Zustand aus Elektron und Positron bilden (Bindungsenergie 6.8 eV,

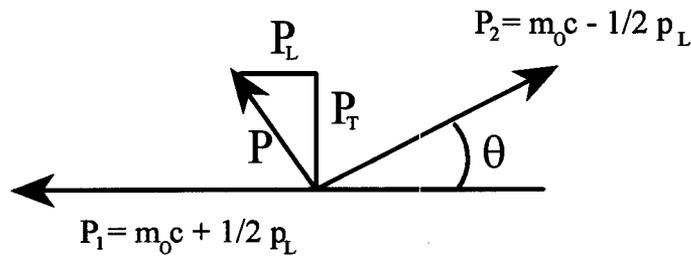


Abbildung 2.5: Dopplereffekt aufgrund des Longitudinalimpulses P des Elektrons

Größe 1 \AA). In Metallen wird die Bildung von Positronium durch die Abschirmung der Positronenladung durch die umgebenden Leitungselektronen verhindert.

Zur energetischen Betrachtung der Positroniumbildung in Materie wird das Ore-Gap-Modell benutzt, welches den Energiebereich angibt, in dem sich Positronium bildet [Hau79]. Es gilt :

$$E_i - E_{ps} < E < E_{ex} \quad \text{Ore - Gap}$$

Hierbei ist E_i die Ionisationsenergie des e^- , E_{ps} die Bindungsenergie des Positroniums und E_{ex} die niedrigste Anregungsenergie der Elektronen im Festkörper.

Die Grundzustände des Positroniums sind der 1S_0 -Zustand (**Parapositronium** $\uparrow\downarrow$) und der 3S_0 -Zustand (**Orthopositronium** $\uparrow\uparrow$). Für sie sind nach den quantenmechanischen Auswahlregeln unterschiedliche Zerstrahlungsarten erlaubt, woraus sich im Vakuum stark verschiedene Lebensdauern ergeben.

Der Singulettzustand, welcher energetisch $8.4 \cdot 10^{-4} \text{ eV}$ unter dem Triplettzustand liegt, hat im Vakuum eine mittlere Lebensdauer von $\tau_p = 125 \text{ ps}$. Sie ist vergleichbar mit der Positronen-Lebensdauer in Metallen, da hier ebenfalls ein $2\text{-}\gamma$ -Zerfall stattfindet.

Das Orthopositronium zerstrahlt wegen der Spinerhaltung in 3 γ -Quanten, was im Vakuum zu einer erheblich längeren Lebensdauer von $\tau_o = 142 \text{ ns}$ führt. Es gibt aber in Materie eine Reihe von Prozessen, die die mittlere Lebensdauer verkürzen, indem sie auch dem Orthopositronium eine $2\text{-}\gamma$ -Zerstrahlung ermöglichen. Im Pick-Off-Prozeß zerstrahlt das Positron mit einem Elektron aus der Umgebung, welches einen antiparallelen Spin hat. Wenn das Elektron durch Wechselwirkung mit einem anderen Elektron seinen Spin umdreht, so bezeichnet man dies als Spin-Flip [Hau79].

2.3 Langsame Positronen

Im Gegensatz zu dem kontinuierlichen Energiespektrum einer radioaktiven Positronenquelle können mit monoenergetischen Positronen durchstimmbarer Energie tiefenempfindliche Messungen durchgeführt werden. Da die Energie dieser monoenergetischen Positronen normalerweise wesentlich kleiner als die Energie der Quellpositronen ist, spricht man auch von langsamen Positronen (0.1-30 keV).

Moderation

Am effektivsten ist die Erzeugung von langsamen Positronen durch Benutzung eines Moderators. Dies ist ein Material mit einer negativen Austrittsarbeit für Positronen an der Oberfläche, so daß die nach dem Eindringen ins Material zur Oberfläche diffundierten Positronen (ca. 0.01 %) mit einer Energie von wenigen eV senkrecht aus der Oberfläche austreten. Der Grund hierfür ist die Dipolbarriere D , die die Elektronen am Verlassen der Oberfläche hindert, auf die Positronen aber wegen ihrer umgekehrten Ladung entgegengesetzt wirkt. Die Austrittsarbeit ϕ ergibt sich für Elektron und Positron jeweils aus der Summe von chemischem Potential μ^\dagger und D .

$$\phi_{e^+} = -D - \mu_{e^+}$$

$$\phi_{e^-} = +D - \mu_{e^-}$$

So ergibt sich für ϕ_{e^+} häufig ein Wert nahe Null und in einigen Metallen (zum Beispiel W, Cu, Ni) oder festen Edelgasen negative Werte.

Es werden Effizienzen[‡] von $\epsilon \leq 7 \cdot 10^{-4}$ mit einer Energieunschärfe $\delta E < 0.1$ eV erreicht, was mit einem Energiefilter aus elektrischen und magnetischen Feldern nicht möglich ist [Sch88].

Metallmoderatoren müssen aufwendig im Ultra-Hoch-Vakuum präpariert werden. Der in dieser Arbeit benutzte Positronenstrahl wird mit festem Krypton moderiert, da die Effizienz hoch, die Handhabung einfach und die benötigte Temperatur mit $T < 40$ K experimentell ohne viel Aufwand realisierbar ist. Für genauere Beschreibungen sei auf [Gre94] verwiesen.

„Oberflächenprozesse“

Neben der Emission von langsamen Positronen finden bei Bestrahlung mit Positronen ($E \leq 100$ keV) zahlreiche andere Prozesse in der Nähe der Oberfläche

[†]Im chemischen Potential werden die Wechselwirkungen des eindringenden Teilchens – Positron oder Elektron – mit den Elektronen (V_{corr}) und den Atomrümpfen (V_0) des Festkörpers berücksichtigt. Das Vorzeichen von μ ist für beide gleich.

[‡]Als Effizienz wird hier das Verhältnis von moderierten Positronen zur Gesamtzahl der auftreffenden Positronen verstanden. Theoretisch ist ein Wert von $\epsilon = 1$ % möglich.

eines Materials statt. Diese werden in Abb. 2.6 mit Hinblick auf ihren zeitlichen Ablauf schematisch dargestellt.

Eindringtiefe

Das Eindringen von Positronen aus einer Quelle mit Energien bis zu einigen hundert keV in einen Festkörper wird durch ein exponentielles Gesetz für die Intensität $I(z)$ der Positronen in Abhängigkeit ihrer maximalen Energie E_{max} und der Dichte des Festkörpers ρ beschrieben [Pus94]:

$$I(z) = I_0 \cdot e^{-\alpha_+ z}, \quad \alpha_+ \approx 17 \frac{\rho(g/cm^3)}{E_{max}^{1.43}(MeV)} (cm^{-1})$$

Die Positronen aus ^{22}Na dringen also bis in eine Tiefe der Größenordnung 0.1 mm ein, was für die Meßgröße eine Integration über das Volumen der Probe bedeutet. Möchte man aber nur eine bestimmte Schicht untersuchen, so benötigt man einen monoenergetischen Strahl passender Energie, was durch einen durchstimmbaren langsamen Positronenstrahl ideal erfüllt ist.

Für niederenergetische Positronen (3-30 keV) müssen die Oberflächeneffekte berücksichtigt werden, dies ist in guter Übereinstimmung mit experimentellen Ergebnissen mit Monte-Carlo-Simulationen gelungen [Val84].

Das Implantationsprofil läßt sich mit einer von Makhov zuerst für Elektronen entwickelten Funktion beschreiben [Pus94]:

$$P(z) = \frac{mz^{m-1}}{z_0^m} \cdot \exp\left(-\left(\frac{z}{z_0}\right)^m\right), \quad z_0 = \frac{\bar{z}}{\Gamma[(1/m) + 1]}$$

Für die Abhängigkeit der mittleren Eindringtiefe \bar{z} von der Positronenenergie E gilt der einfache Zusammenhang:

$$\bar{z} = AE^n \quad (**)$$

Die Anpassungsparameter A , n und m sind für einige Materialien in Tabelle 2.1 gegeben, sie sind im Bereich von $3 \text{ keV} < E < 30 \text{ keV}$ von E unabhängig. Die sich daraus ergebenden mittleren Eindringtiefen von Positronen in Materie sind in Abb. 2.7 gegen die Positronenenergie aufgetragen.

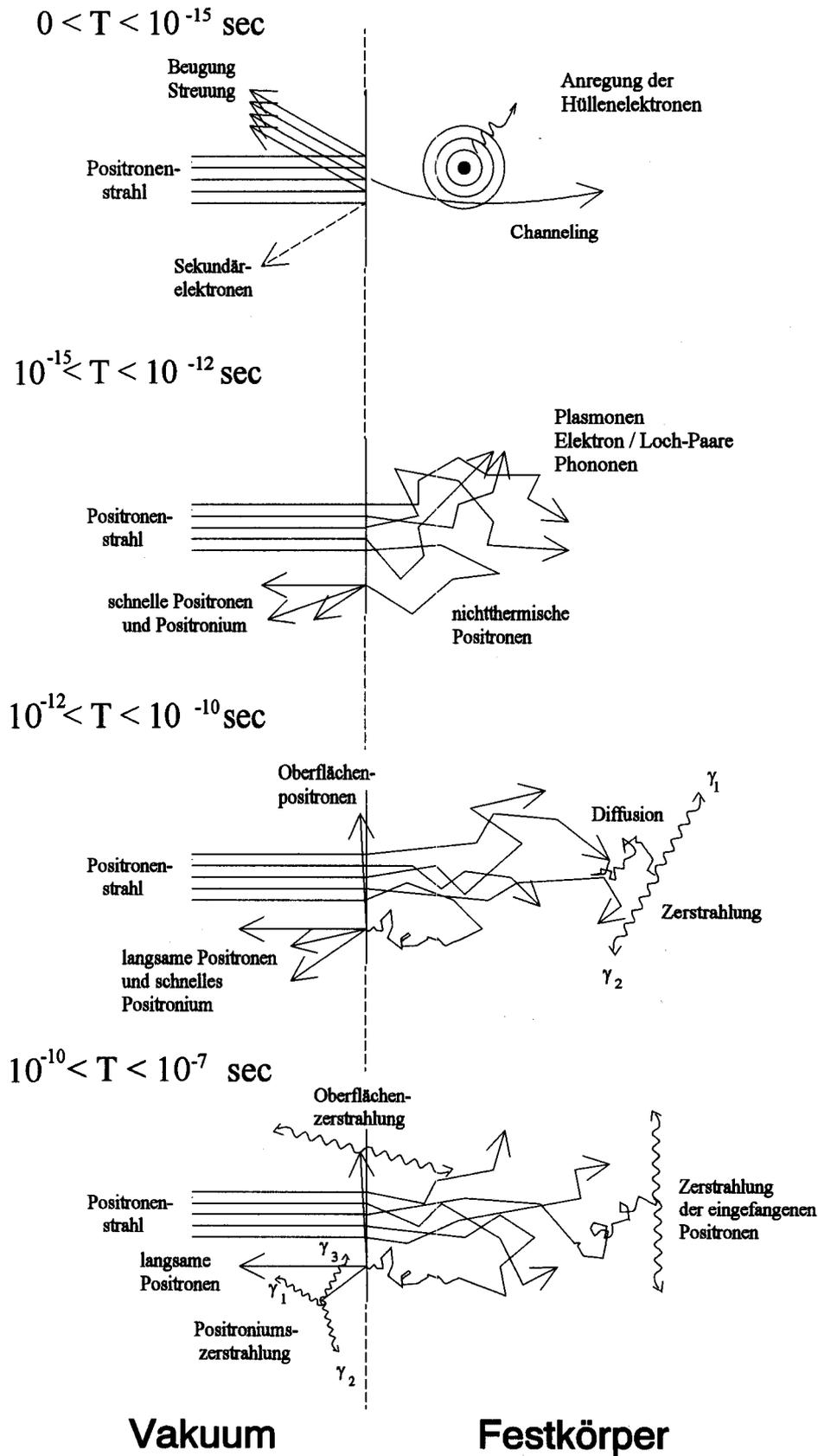


Abbildung 2.6: Oberflächennahe Wechselwirkungen eines Positronenstrahls ($\leq 100 \text{ keV}$) mit einem Festkörper. Die Prozesse laufen auf verschiedenen Zeitskalen ab, was bei den einzelnen Abbildungen berücksichtigt wurde.

| Material | $A(\mu\text{g}/\text{cm}^2\text{keV}^{-n})$ | n | m |
|----------|---|------|------|
| Al | 3.4 | 1.69 | 1.94 |
| Si | 3.3 | 1.69 | 1.91 |
| Ge | 4.3 | 1.60 | 1.78 |
| Au | 7.4 | 1.48 | 1.70 |

Tabelle 2.1: Anpassungsparameter für Makhovs Funktion [Soi92]

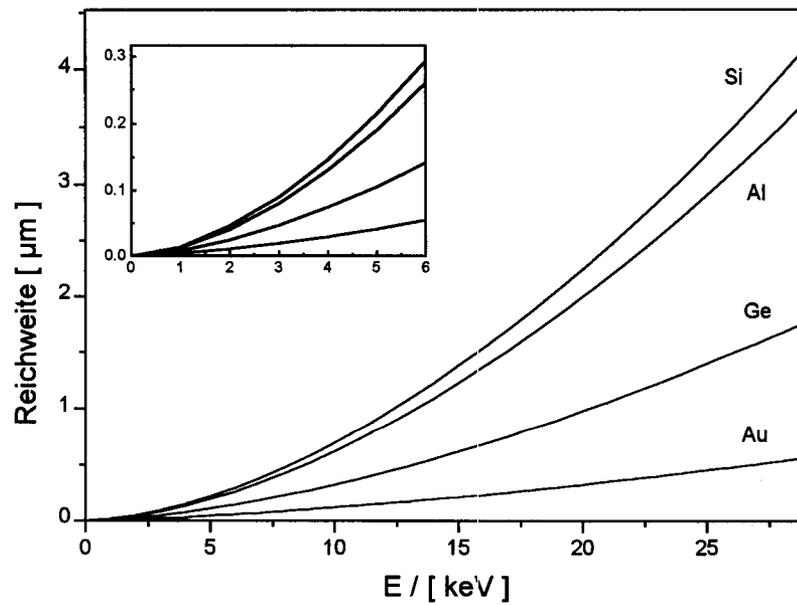


Abbildung 2.7: Eindringtiefen von langsamen Positronen in Festkörpern, nach der Formel (**) berechnet.

2.4 Fehlstellen in kristallinen Strukturen

Bisher wurden Fehlstellen ganz allgemein nur als Orte mit verminderter Elektronendichte in einem ansonsten ungestörten Kristall betrachtet, in denen Positronen eingefangen werden können. Wie diese Fehler zustandekommen und welche unterschiedlichen Typen es gibt, soll nun näher betrachtet werden.

Neben den nulldimensionalen Fehlern wie atomaren Leerstellen und Zwischengitteratomen gibt es auch eindimensionale Fehler, sogenannte Stufen- und Schraubenversetzungen. Es sind auch in den besten Metalleinkristallen 10^3 cm^{-2} dieser Versetzungen enthalten, sehr gute Silizium-Einkristalle sind dagegen versetzungsfrei. Für nähere Betrachtungen sei an dieser Stelle auf die einschlägige Literatur verwiesen ([BeS92],[Kit93],[Kop89]).

2.4.1 Plastische Deformation

Wird ein Einkristall plastisch deformiert, so wird die Deformation von sich bewegenden und vervielfachenden Versetzungen getragen. Die Verzerrungen des Gitters beschränken sich auf die unmittelbare Umgebung der Versetzungslinien. Passierende Versetzungen hinterlassen das Gitter wieder in perfektem Zustand. Steigt die Dichte der Versetzungslinien an, so können sie durch ihre weitreichenden Spannungsfelder in Wechselwirkung treten und sich in ihrer Bewegungsfähigkeit behindern. Somit müssen die zur Aufrechterhaltung der Verformung notwendigen äußeren Kräfte bzw. Spannungen zunehmen, bis sich der Kristall schließlich verfestigt.

Bei der Verformung von Metallen unterscheidet man zunächst zwei Bereiche, den elastischen und den plastischen. Bei kleiner Belastung geht die Deformation bei Entlastung wieder zurück (Hookesches Gesetz). Der Bereich plastischer Verformung ist erreicht, wenn die Schubspannung auf einer Gleitebene in Richtung des kürzesten Gittertranslationsvektors einen bestimmten Wert, die sogenannte kritische Schubspannung, überschreitet.

Im allgemeinen werden Versetzungen auf mehreren Ebenenscharen (den Gleitebenen, dichtest gepackte Ebenen) gleichzeitig bewegt. Durch Wahl der Kristallachse $\vec{\sigma}$ im Bezug zur Kristallorientierung (Gleitebenennormale \vec{n}_{Gl}) kann der Gleitprozess manipuliert werden.

Der Schubspannungsanteil τ auf der Gleitebene ist

$$\tau = \frac{\text{Kraft in Achsenrichtung}}{\text{Querschnittsfläche}} \cdot \mu$$

wobei $\mu = (\vec{b} \cdot \vec{\sigma})(\vec{n}_{Gl} \cdot \vec{\sigma}) = \cos\lambda \cdot \cos\phi$ der Orientierungsfaktor und \vec{b} der Burgersvektor ist. Die Variablen λ und ϕ stehen für die Winkel zwischen Stabachse

und Gleitrichtung sowie zwischen Stabachse und Gleitebenenormale, wie es auch Abb. 2.8 entnommen werden kann.

Wählt man $\lambda \approx \phi \approx 45^\circ$, die sogenannte Mittelorientierung, so erreicht μ und damit die Schubspannung auf genau einer Gleitebene einen Maximalwert. Es tritt Einfachgleitung auf, was in Abb.2.8 dargestellt ist.

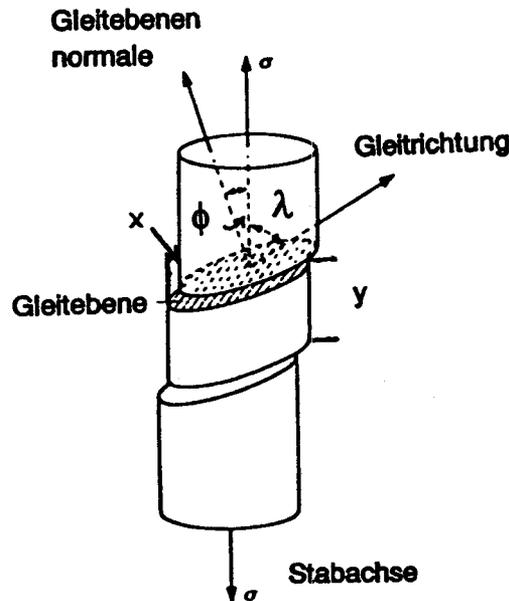


Abbildung 2.8: Einfachgleitung bei axialer Belastung eines Einkristalls [Bac93] Als Ableitung a wird der Mittelwert von x/y bezeichnet.

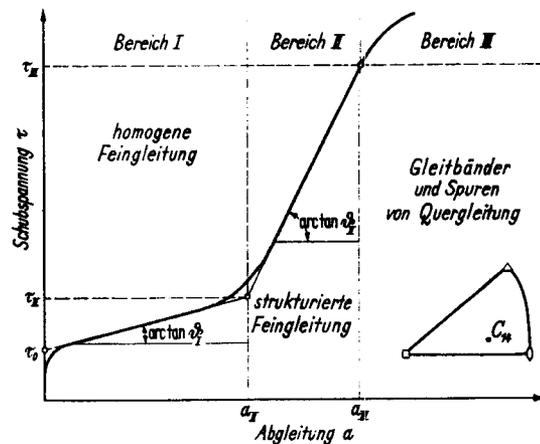


Abbildung 2.9: Typische Verfestigungskurve für kubisch-flächenzentrierte Einkristalle in eingetragener Mittelorientierung [BeK65].

Abb. 2.9 zeigt eine schematische Verfestigungskurve, wie sie bei kubisch-flächenzentrierten Einkristallen in Mittelorientierung zu beobachten ist. Oberhalb des

nicht eingezeichneten elastischen Bereiches kann der plastische Bereich in drei weitere Bereiche eingeteilt werden. In Bereich I tritt Einfachgleitung auf. Durch lineare Extrapolation zur Abgleitung $a = 0$ erhält man die kritische Schubspannung τ_0 . Der lineare Kurvenverlauf im Bereich II beschreibt Mehrfachgleitung. Die wesentlich größere Steigung beruht auf der Agglomeration von Defekten verschiedener Ebenen, die das Ausbreiten der Versetzungen in den Gleitebenen und damit die Verformung behindern. Im Bereich III reicht die anliegende Schubspannung aus, um den Schraubenversetzungen durch Quergleitung ein Umgehen der Hindernisse zu ermöglichen. Die Verfestigungskurve endet mit dem Bruch der Probe [BeK65].

2.4.2 Bestrahlung mit Protonen

Bei der Bestrahlung eines Kristalls mit Ionen entstehen überwiegend Leerstellen und Zwischengitteratome (Frenkel-Paare).

Ein beschleunigtes Ion überträgt eine Rückstoßenergie auf ein Gitteratom, was eine Versetzungsstoßfolge auslöst, in der jeweils ein Atom das nächste von seinem Platz stößt (Abb. 2.10). Die Kaskade endet nach etwa 10^{-13} s, wenn die Energie nicht mehr ausreicht, ein Atom von seinem Gitterplatz zu stoßen, und das letzte Atom einen Zwischengitterplatz einnimmt.

Anschließend verteilt sich die Primärenergie, die für eine Aufheizung im Primärbereich auf ca. 10^4 K gesorgt hat, gleichmäßig und fließt in etwa 10^{-11} s in die Umgebung ab.

Es bleiben im Primärbereich sehr viele Leerstellen zurück, die von einer Schale aus Zwischengitteratomen umrandet sind [BeS92]. Bei dem raschen Erstarren der Kaskade kann sich in einfach aufgebauten Metallen im inneren Bereich wieder eine Kristallstruktur ausbilden. In komplizierteren Strukturen, aber auch in kovalent gebundenen Materialien (Si oder Ge), kann allerdings eine amorphe Phase

zurückbleiben.

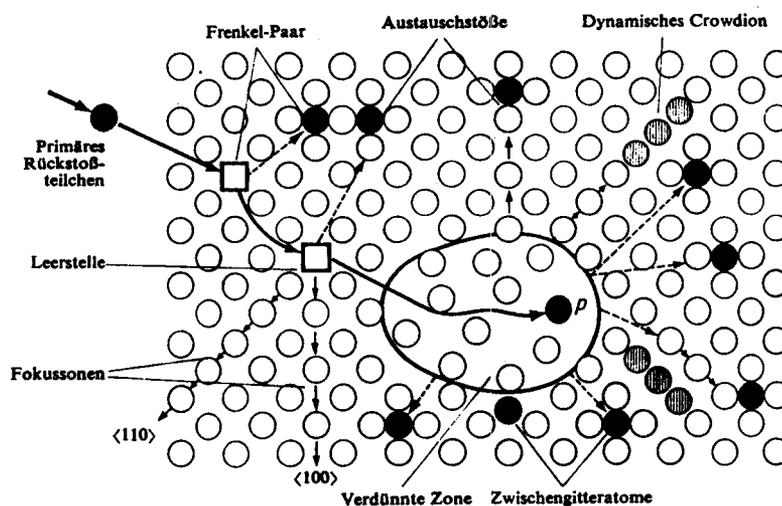


Abbildung 2.10: Defekterzeugung durch Bestrahlung [Die65]

Die Eindringtiefe der Protonen in Abhängigkeit ihrer Energie wurde für verschiedene Festkörper der im Anhang abgebildeten Kurve entnommen [And77]. Ähnliche Zahlenwerte ergaben sich auch aus einer Simulation mit dem Programm TRIM92 [Tri85].

2.5 Positronen-Einfang an Fehlstellen

Verallgemeinert kann man sagen, daß jede Art von Fehlstelle, die einen Potentialtopf für Positronen bildet, je nach Tiefe und räumlicher Ausdehnung des Potentials zum Einfang von Positronen geeignet ist. Im Prinzip können unterschiedliche Defekt-Typen durch Messung des Positronensignals unterschieden werden. Dies ist bei Lebensdauerspektren zwar durch Anpassen mehrerer Lebensdauern an die Daten möglich, im Rahmen der Fehler aber häufig nicht überzeugend. Bei den Impulsmethoden Dopplereffekt und Winkelkorrelation ist dies nicht möglich.

Allerdings ist es auch in der Literatur keineswegs klar, ob Fehlstellen überhaupt ein vom ungestörten Gitter abweichendes Signal ergeben. Neue Messungen untersuchen den Positroneneinfang an Versetzungen genauer [Han97], [Wid97].

In dieser Arbeit wird somit nur das Auftreten von Fehlstellen, nicht aber ihre Art betrachtet.

2.6 Experimentelle Methoden

Lebensdauermessung

Zur Messung der Lebensdauer eines Positrons im Festkörper benötigt man ein START-Signal, welches den Eintritt in das Material markiert, und ein STOPP-Signal, das durch eines der beiden Zerstrahlungsquanten gegeben ist. Meist wird ^{22}Na für diesen Zweck verwendet, da hier die Energie des vom angeregten ^{22}Ne -Niveaus emittierten 1275 keV γ -Quants sehr hoch ist und die kurze Lebensdauer für eine gute Zeitauflösung sorgt (Abb. 2.1).

Bei Messungen mit einem langsamen Positronenstrahl ist diese Meßmethode nicht anwendbar, da wegen des kleinen Moderationswirkungsquerschnitts und der Moderationszeit die Zeitauflösung verloren geht.

Dopplerverbreiterung

Da die longitudinale Impulskomponente des zerstrahlenden Paares im Laborsystem zu einer Dopplerverbreiterung der 511 keV-Linie führt, ist die Linienform ein Maß für den mittleren Impuls der zerstrahlenden Elektronen im Festkörper. Um diese zu messen, benötigt man einen hochauflösenden Halbleiterdetektor (Ge oder Ge(Li)), mit dem eine Auflösung von 0,24 % bei $E = 511$ keV möglich ist. Außerdem ist für ein stabiles Verhalten der Elektronik zu sorgen.

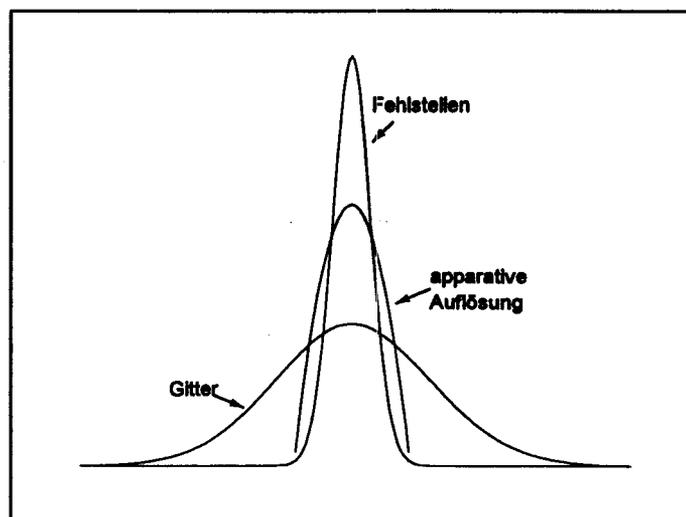


Abbildung 2.11: Beiträge zur Linienform der 511 keV-Zerstrahlungslinie: Zerstrahlung der Positronen mit langsamen (Fehlstellen) und schnellen (Gitter) Elektronen sowie die apparative Auflösung.

Wie man sich anhand der Abb.2.11 verdeutlichen kann, ist die Halbwertsbreite der Linie nicht sensitiv für die Änderung der Linienform. Zerstrahlt das Positron in einer Fehlstelle, so ist das Partner-Elektron mit höherer Wahrscheinlichkeit ein Leitungselektron mit kleinem Impuls, es ergibt sich eine schmale Zerstrahlungslinie. Im ungestörten Gitter findet die Zerstrahlung hauptsächlich mit Rumpfelektronen höheren Impulses statt, was zu einer größeren Dopplerverbreiterung führt. Durch Überlagerung beider Linienverläufe mit der apparativen Auflösung erhält man die gemessene Zerstrahlungslinie. Eine Veränderung der Anteile von Gitter- und Fehlstellenzerstrahlung ergibt keine nennenswerte Variation der Halbwertsbreite. Aus diesem Grund wurde der S-Parameter als neue Meßgröße eingeführt, der wie folgt definiert ist (Abb.2.12):

$$S = \frac{A}{B} = \frac{\int_{E_0-\delta E}^{E_0+\delta E} N(E)dE}{\int_{\text{gesamt}} N(E)dE}$$

Hierbei ist $N(E)$ die Anzahl der Positronen mit Energie E , E_0 die mittlere Energie der Zerstrahlungsquanten und δE die halbe Breite des inneren Energiefensters A .

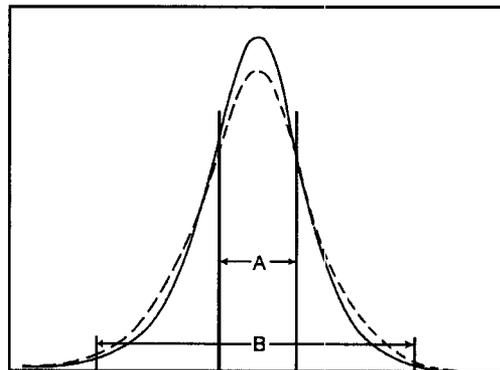


Abbildung 2.12: Definition des S-Parameters: $S = \frac{A}{B}$

Der absolute Wert des S-Parameters ist natürlich entscheidend von der Wahl der Fenster und der jeweiligen apparativen Auflösung abhängig, so daß er nur als ein relatives Maß angesehen werden kann. Im allgemeinen werden die Fenster so gewählt, daß der S-Parameter ungefähr den Wert 0.5 hat und für Änderungen der Linienform am empfindlichsten ist.

Winkelkorrelation

Bei dieser Methode wird die durch den Transversalimpuls des Elektrons verursachte Abweichung des Winkels zwischen den beiden γ -Quanten von 180° ge-

messen. Die Zerstrahlungsquanten werden von zwei Detektoren in Koinzidenz registriert, wobei die Detektoren durch Kollimatoren nur einen Raumwinkel von typischerweise < 1 mrad sehen können. Für vernünftige Zählraten müssen die Positronenquellen ca. 100 mal stärker ($10 \text{ mCi} - 1 \text{ Ci}$) als bei Lebensdauer- oder Dopplerverbreiterungsmessungen sein. Die nur durch die Geometrie begrenzte Auflösung kann auf Kosten der Zählrate beliebig hoch gewählt werden. Aus diesem Grund ist die Winkelkorrelation eine wichtige Meßmethode zur Bestimmung der Impulsverteilung der Elektronen (Fermiflächen).

Kapitel 3

Der langsame Positronenstrahl

3.1 Apparativer Aufbau

3.1.1 Prinzip

Der Aufbau der Apparatur ist in Abb. 3.1 dargestellt. Sie besteht aus der ^{22}Na -Quelle auf einem Kühlfinger, der durch einen Helium-Verdampfungskryostaten problemlos auf Temperaturen unter 20 K gekühlt werden kann. Ein Teil der austretenden Positronen wird durch eine direkt auf die Quelle (Potential V_0) aufgefrorene Krypton-Schicht moderiert und durch ein Zwischenpotential ($V_0 - 150\text{ V}$) abgesaugt. Zur Trennung der moderierten Positronen von den nicht moderierten folgt nun eine gebogene magnetische Strahlführung, welche außerdem eine gute Abschirmung der Detektoren gegen die γ -Strahlung aus der Quelle ermöglicht. Nach dem Passieren der Strahlführung werden die Positronen zu der auf Erdpotential befindlichen Probe hin beschleunigt, wobei die zwischen 0 und 12 kV durchstimmbare Beschleunigungsspannung die an der Quelle anliegende positive Hochspannung V_0 ist. Die Positronen werden durch Magnetfelder auf die Probe fokussiert (Strahldurchmesser ca. 2.5 mm).

Gemessen werden die Zerstrahlungsquanten von zwei auf beiden Seiten der Probe befindlichen Detektoren (Germanium und Natrium-Iodid in Koinzidenz). Für eingehendere Erläuterungen des Aufbaus siehe [Gre94].

Neu eingebaut wurde ein Manipulator, mit dem über eine Schleuse die Proben ein- und ausgeführt werden können. Es handelt sich hierbei um eine polierte VA-Stange, die in zwei Dichtungsringen geführt wird. Zur besseren Dichtung nach außen hin wird das Volumen zwischen den beiden Dichtungsringen von einer separaten Vorpumpe abgepumpt.

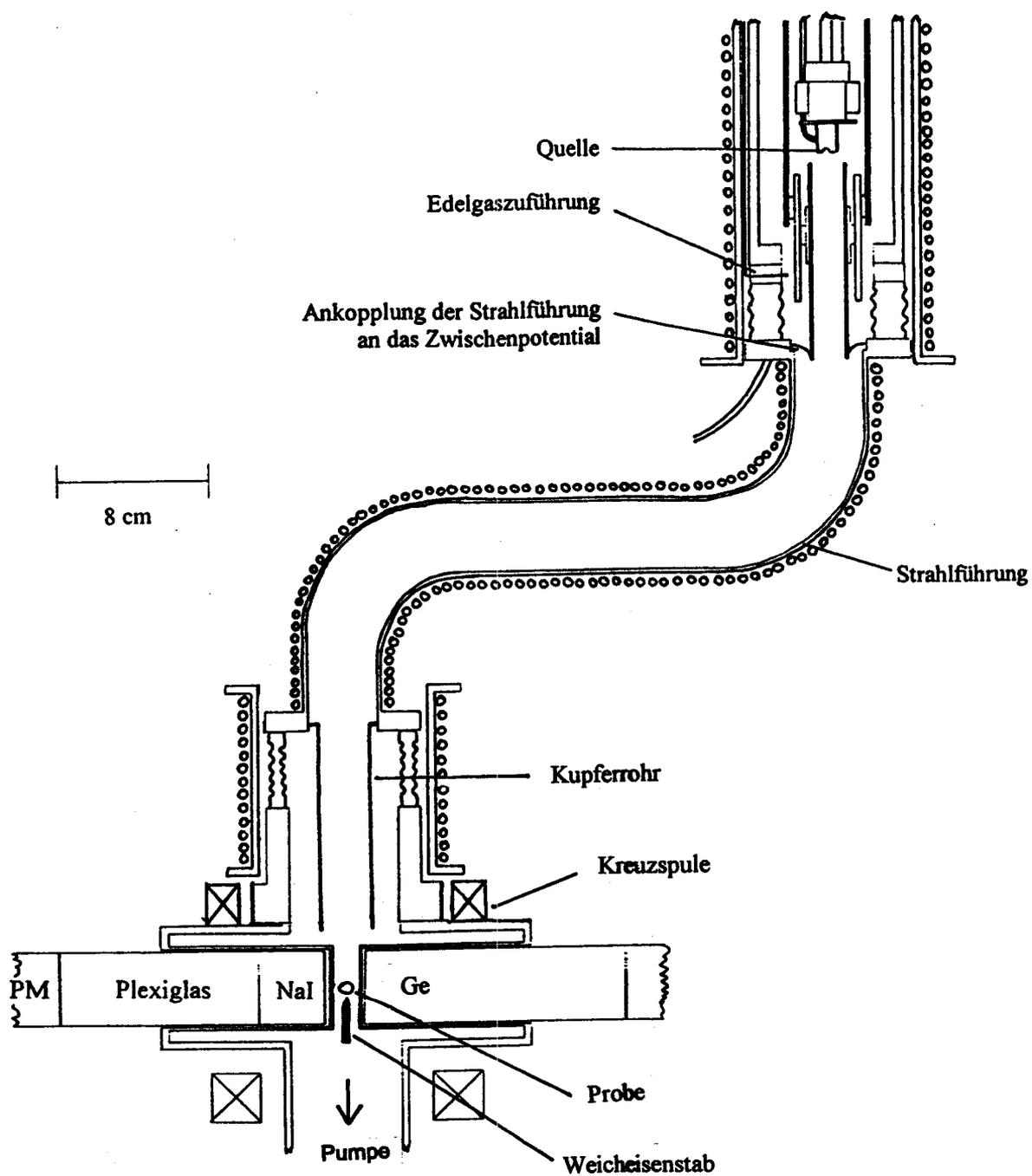


Abbildung 3.1: Aufbau der Apparatur. Die Positronen werden von der Quelle (positives Potential V_0) über das Zwischenpotential ($V_0 - 150 \text{ V}$) auf die Probe hin beschleunigt.

3.1.2 Strahlfokussierung

Zur Optimierung der Strahlführung waren weitere Maßnahmen nötig, da die Positronen auf dem letzten Wegstück zwischen Spulenkörper und Probe nicht mehr durch eine Zylinderspule geführt werden können und Abbildungsfehler unvermeidlich sind. Grund dafür sind die beiden Detektoren, die für eine angemessene Zählrate einen möglichst großen Raumwinkel um die Probe abdecken müssen. Die Breite des Spalts zwischen ihnen beträgt ca. 6 mm, was die maximal mögliche Ausdehnung der Probe begrenzt.

Die weitere Strahlführung erfolgt durch ein 10 cm langes Kupferrohr (Durchmesser ca. 3 cm), welches die Positronen bis kurz über die Detektoren führt. Allerdings muß zwischen Rohr und Detektoren ein genügend großer Abstand sein, um Hochspannungsüberschläge zu vermeiden. Für die Einschnürung des Positronenstrahls zwischen die Detektoren wird eine überkreuz gewickelte Spule benutzt (Abb. 3.2). Der Magnetfeldverlauf wurde mit einer Hall-Sonde gemessen und ist ebenfalls schematisch dargestellt. Der nötige Magnetfeldgradient auf die Probe hin wird durch einen unterhalb der Probenposition angebrachten Weicheisenstab verstärkt.

Bei Messungen wird die Probe direkt über dem Weicheisenstab positioniert, so daß dieser vollständig von der Probe verdeckt ist.

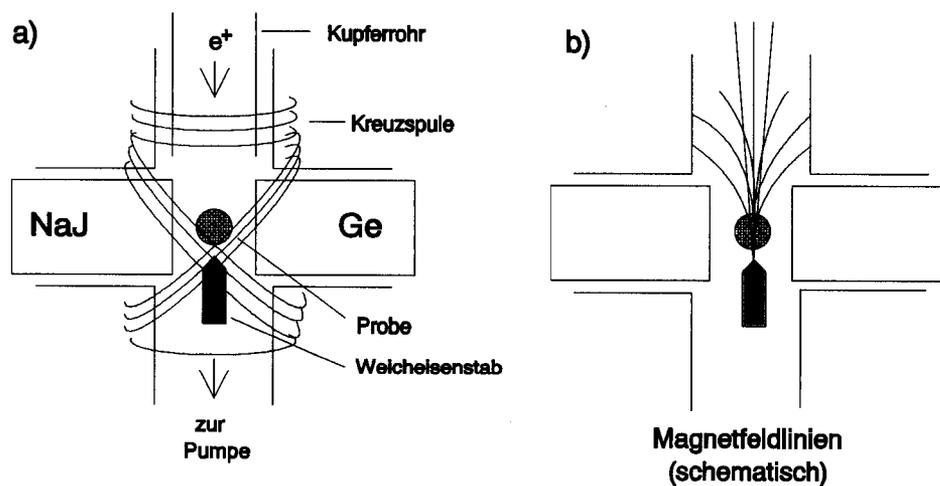


Abbildung 3.2: Skizze der Strahlfokussierung mittels Kupferrohr und Kreuzspule

3.1.3 Elektronik

Die Elektronik entspricht einer Koinzidenzschaltung, wie sie in der nuklearen Meßtechnik üblich ist. Das Koinzidenzsignal der beiden Detektoren filtert aus dem

gesamten Germanium-Spektrum, welches in den Analog-Digital-Wandler(ADC) gespeist wird, die physikalisch relevanten Signale heraus. Hierbei wird die 180°-Symmetrie ausgenutzt, um nur die in der Probe zerstrahlten Positronen zu registrieren, was den Untergrund stark unterdrückt. Da der gemessene S-Parameter äußerst empfindlich auf Schwankungen der Elektronik reagiert, ist in die Signalverarbeitung noch ein digitaler Stabilisierer zwischengeschaltet. Dieser hält den Schwerpunkt der als Monitorlinie zusätzlich mitgemessenen 482 keV-Linie des ^{181}Hf fest. Bei der Datenauswertung der S-Parameter dokumentiert diese Linie die apparative Auflösung.

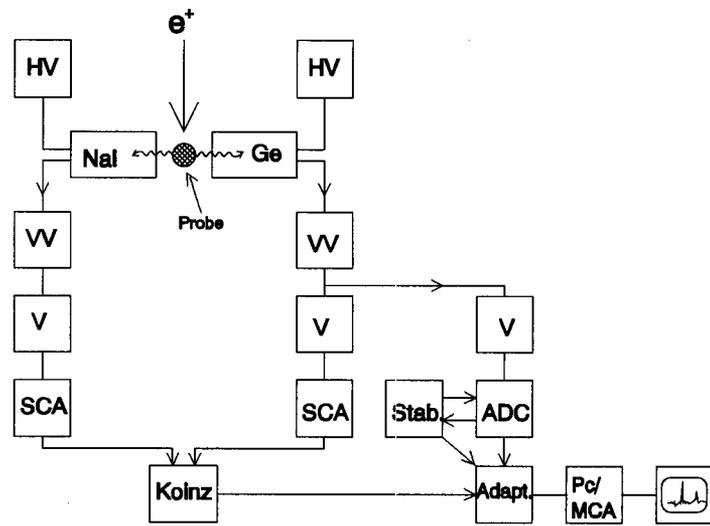


Abbildung 3.3: Blockschaltbild der Koinzidenzschaltung

Zur Elektronik gehört auch eine automatische Steuerung, mit der im Meßbetrieb die Temperatur über Heizwiderstände auf 0.01 K genau geregelt wird. Realisiert wurde diese Steuerung durch einen programmierten PID-Regler, da in diesem Fall sehr niedrige Regelfrequenzen (≈ 3 Hz) ausreichen. Der Computer bekommt die von einem Thermoelement (NiCr/Au(0.3 % Fe)) gemessene Thermospannung und gibt den Regelwert über einen AD-Wandler an ein Netzgerät, das den Heizstrom erzeugt.

Datenauswertung

Das Ge-Spektrum enthält nur zwei Linien, die 511 keV-Linie der Positronenzerstrahlung und die 482 keV-Linie vom Hafnium (rechts in Abb. 3.4). Zur vollen Ausnutzung der Auflösung werden diese Linien auf die höchsten Kanäle des ADC gelegt, was man durch entsprechende Wahl der Verstärkung erreichen kann. Die Zählrate der Hafnium-Quelle wird durch Variation des Abstandes zum Germanium-Detektor an die 511 keV-Koinzidenzzählrate angeglichen (ca.

300 s^{-1}). In der linken Bildhälfte wird das Koinzidenzspektrum gezeigt, was nur aus den 511 keV-Zerstrahlungsquanten aus der Probe besteht.

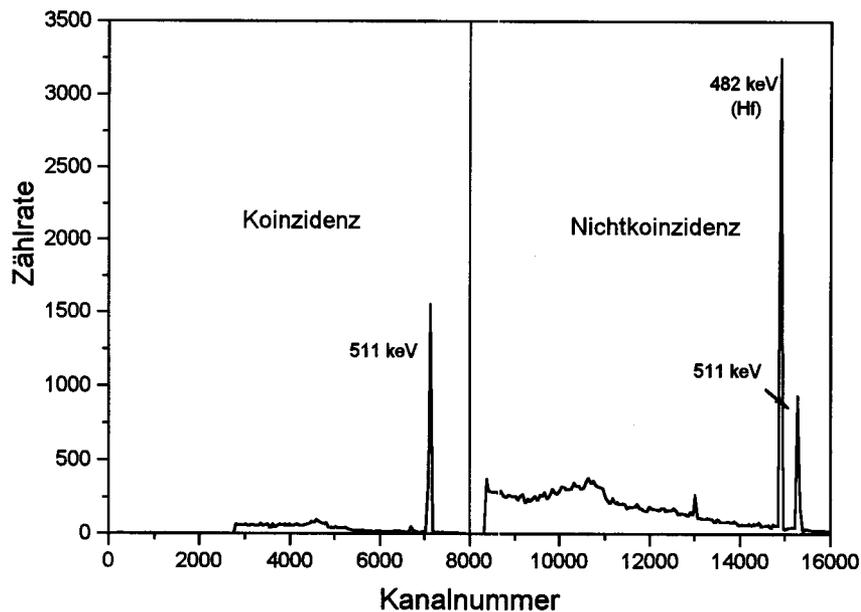


Abbildung 3.4: Typisches Energiespektrum für S-Parameter-Messungen

Bei der Datenauswertung wird zuerst ein linearer Untergrund subtrahiert. Dann wird gemäß der Definition des S-Parameters ein innerer Bereich A in der Peakmitte und ein Gesamtbereich B definiert und der S-Parameter berechnet. Dank der guten Stabilisierung können für alle Spektren die gleichen Fenster gewählt werden, so daß die Ergebnisse direkt vergleichbar sind.

3.1.4 Betriebsparameter

Der Druck in der Apparatur beträgt ca. $2 \cdot 10^{-6}$ mbar. Für den Meßbetrieb wird die Quelle auf 39.5 K gekühlt, damit die Krypton-Schicht kurz unterhalb ihres Sublimationspunktes optimal aufwachsen kann (Sublimationspunkt von Krypton bei 10^{-6} mbar = 42 K). Hierzu wird 10 Minuten lang Krypton mit einem Druck von $1.6 \cdot 10^{-3}$ mbar eingelassen und auf die Quelle aufgefroren. Nach dem Schließen der Krypton-Zufuhr verringert sich der Druck wegen des abdampfenden Kryptons lediglich auf ca. $5 \cdot 10^{-6}$ mbar. Es ist nicht sinnvoll, ein dynamisches Gleichgewicht zwischen auffrierendem und abdampfendem Krypton durch erhöhten Druck einzustellen. Dies würde zwar die Standzeit der Moderatorschicht erhöhen, die elektrische Durchschlagfestigkeit innerhalb der Apparatur aber erniedrigen, so daß die höheren Beschleunigungsspannungen nicht mehr eingestellt

werden könnten. Nach Einschalten der Magnetfelder sowie der Beschleunigungsspannung kann maximal 1 Stunde gemessen werden, da dann wegen Abdampfen der Krypton-Schicht und Auffrieren von Fremdgasatomen die Zählrate von 300-500 Ereignisse pro Sekunde auf ca. 50 s^{-1} gesunken ist.

Während einer Messung nimmt die Zählrate also laufend ab, was zu einer Veränderung der Auflösung führt. Deswegen wurde pro Schicht nur ein Meßpunkt aufgenommen (Meßzeit: 20 min, Gesamtzahl der Ereignisse: ca. 300 000). Ein Betrieb bei tieferen Temperaturen ist nicht möglich, da bei den vorhandenen Vakuumbedingungen Fremdatome auf die Kryptonschicht auffrieren und die Moderationseigenschaften verschlechtern würden.

3.2 Bestimmung des Strahldurchmessers

Zur Messung des Strahldurchmessers wird ein Strahlstopper bekannter Länge in kleinen Schritten aus dem Strahl gezogen, was hier nur in einer Richtung möglich ist. Da die Messungen sehr schnell durchgeführt wurden, ist ein Abfallen der Zählrate mit der Zeit vernachlässigbar.

Der für die Strahlfokussierung notwendige Weicheisenstab bewirkt, daß auch ohne Probe ein Zerstrahlungssignal gemessen wird. Zur Bestimmung des Strahldurchmessers werden deshalb die Detektoren auf der unteren Hälfte mit Blei abgedeckt, so daß nur die Zerstrahlungsquanten aus der Probe und nicht die aus dem Weicheisen registriert werden können.

Die Messungen ergaben einen von der Beschleunigungsspannung unabhängigen Strahldurchmesser von ca. 2.5 mm und eine sehr stabile Strahlposition (Abb. 3.5).

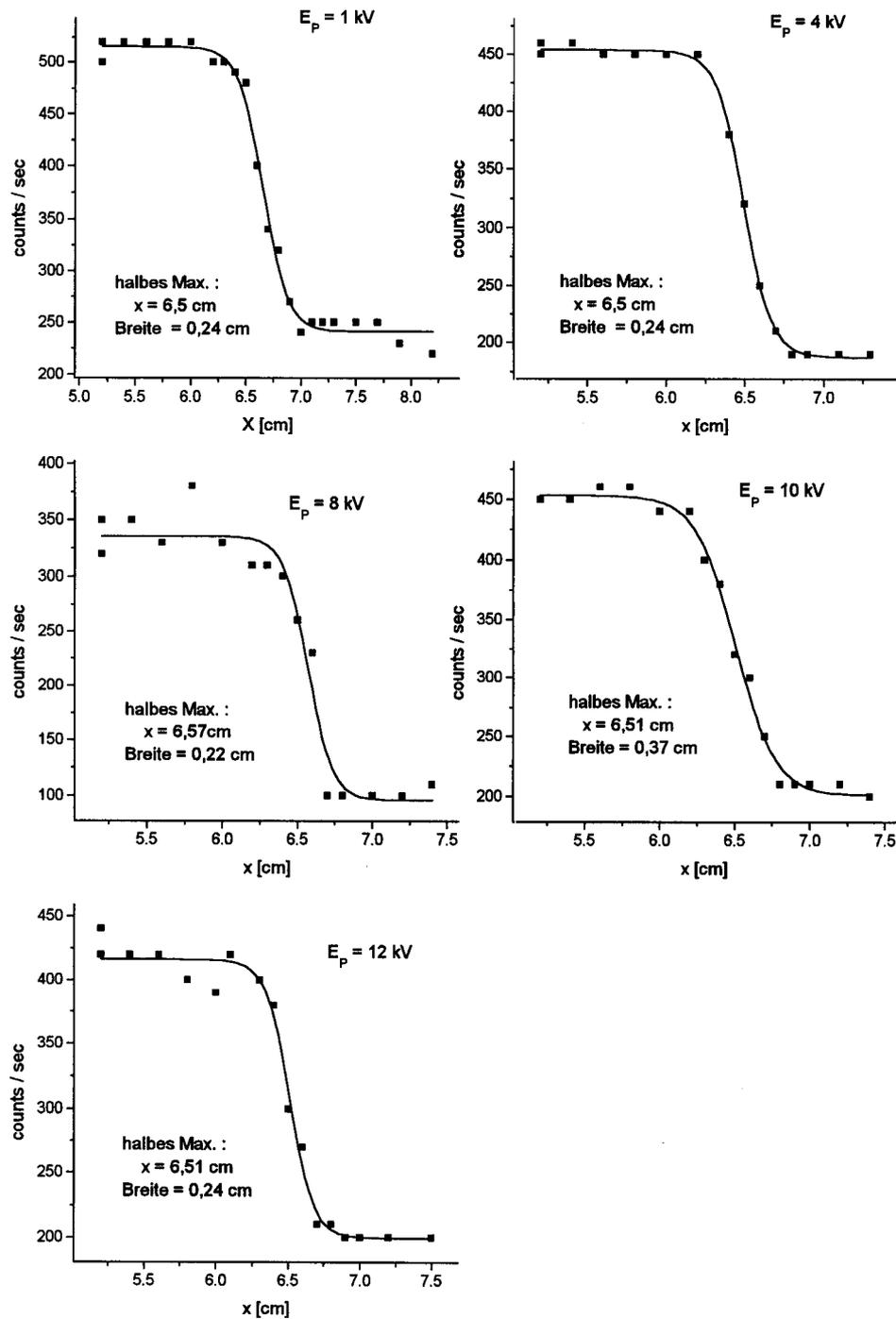


Abbildung 3.5: Strahldurchmesser für verschiedene Beschleunigungsspannungen. An die Daten wurde eine Sigmoiden-Funktion (Gauß gefaltet mit Stufe) angepaßt, die Differenz der x -Positionen mit 80% und 20% der Intensität entspricht etwa dem Strahldurchmesser und ist bei allen Messungen im Mittel (2.5 ± 0.5) mm. Die Strahlposition ist für alle Energien sehr stabil.

Kapitel 4

Messungen und Ergebnisse

4.1 Auswahl der Materialien

Mit dem zur Zeit im Aufbau befindlichen Positronenmikrostrahl sollen künftig Integrierte Schaltkreise untersucht werden. Es wurden deshalb Eichproben (z.B. zur Bestimmung des Strahldurchmessers des Mikrostrahls) angefertigt und erste Testmessungen mit bestrahlten Siliziumwafern durchgeführt.

Im folgenden werden Messungen an protonenbestrahlten Silizium- und plastisch verformten Aluminium-Einkristallen vorgestellt.

Bei Bestrahlung mit Ionen entstehen in den Silizium-Proben hauptsächlich atomare Fehlstellen, wie in Kapitel 2.4.2 erläutert.

In der ersten Messung mit Aluminium wurde die Probe wenig verformt und dann eine oberflächennahe Schicht winkelabhängig untersucht.

Bei der zweiten Probe wurde die Defektkonzentration in Abhängigkeit von der plastischen Verformung nahe der Oberfläche und im Volumen betrachtet. Die Ergebnisse wurden mit einer älteren Messung im Zugversuch verglichen [Hug95].

Das Aluminiumgitter ist kubisch flächenzentriert, Hauptgleitebene ist die $\{111\}$ -Ebene, die im Experiment jeweils einen Orientierungsfaktor nahe 0.5 (ca. 45° zur Stabachse) hatte. In dieser Orientierung tritt bei Raumtemperatur Einfachgleitung auf, was die Interpretation der Meßergebnisse vereinfacht. Außerdem ist die Leerstellenbeweglichkeit in Aluminium bei Raumtemperatur so hoch, daß praktisch alle entstehenden Leerstellen sofort von Versetzungen eingefangen werden und demnach nur Versetzungen beobachtet werden können [LB91].

4.2 Eichproben für eine Positronen-Mikrosonde

Die Proben haben eine Größe von $10 \times 10 \times 0.3$ mm. Es gibt 5 verschiedene Strukturen, die mit Gold, Chrom und Aluminium auf die Silizium-Wafer aufgedampft¹ wurden.

Die aufgebrauchte Goldschicht ($0.6 \mu\text{m}$) soll das darunterliegende Silizium während der Protonenbestrahlung schützen und wird nach der Bestrahlung abgelöst. Übrig bleibt eine Mikrometerstruktur aus bestrahltem und unbestrahltem Silizium, die mit den Positronen detektiert werden kann. Aus der Schärfe der Kontraste im S-Parameter ergeben sich Durchmesser und Form des Positronenstrahls. Da diese Struktur weder optisch noch elektronenoptisch zu erkennen ist, gibt es am Rand zur optischen Einjustierung noch weitere Markierungen aus Chrom. Für die Messung von Tiefenprofilen sind die Goldschichten dünner ($0.1 - 0.5 \mu\text{m}$), so daß die Protonen das oberflächennahe Silizium schädigen können (Abb. 4.1-4.3).

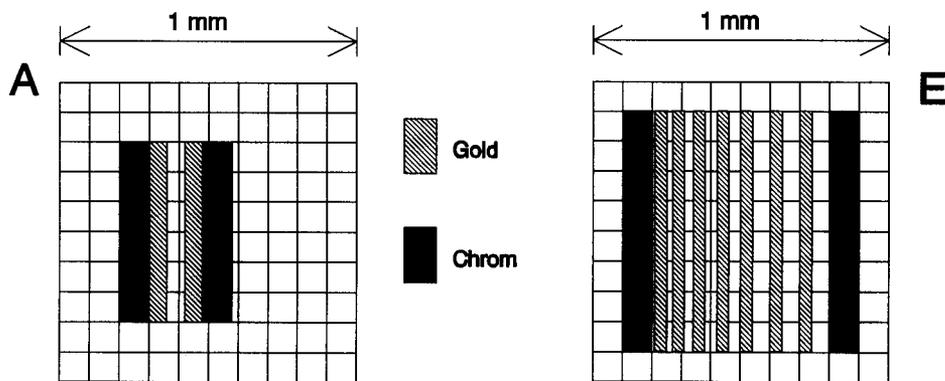


Abbildung 4.1: Modell A und E: Die Messung des Strahldurchmessers erfolgt analog zur Strahldurchmesserbestimmung des langsamen Positronenstrahls durch Messen einer Stufenfunktion mit dem Strahlprofil. Paßt der Strahl genau in einen Streifen von E, so tritt maximaler Hub im S-Parameter bei minimaler Breite der Meßkurve auf.

4.3 Testmessungen mit bestrahltem Silizium

Zur Abschätzung der nötigen Bestrahlungsdosis und -energie für maximale Unterschiede im S-Parameter zwischen bestrahlten und unbestrahlten Bereichen wurden mit reinen Silizium-Proben Testmessungen vorgenommen.

¹Die Prozessierung wurde von Herrn Lehmann in der Abteilung Prof. Schelten im Institut für Schicht- und Ionentechnik der KFA Jülich vorgenommen.

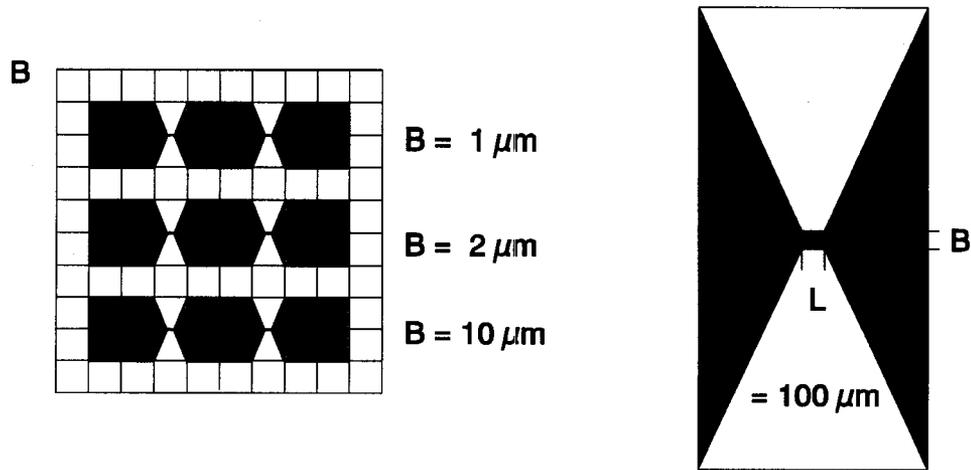


Abbildung 4.2: Modell B: Für die Elektrotransportmessungen sind an jeder Leiterbahn (Gold oder Aluminium auf Silizium) große Flächen zur elektrischen Kontaktierung vorgesehen.

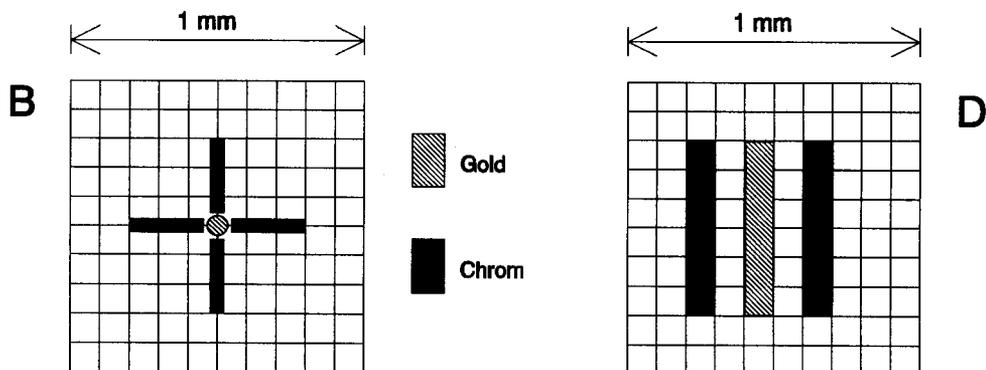


Abbildung 4.3: Modell C: Hiermit kann die Abweichung der Strahlform vom idealen Kreis bestimmt werden. Modell D: Alle Streifen sind gleich breit, wegen unterschiedlich dicker Goldschichten werden mit diesen Proben Tiefenprofile von Defekten aufgenommen.

Die Proben sind $5 \times 10 \times 1.5$ mm groß und in $\langle 111 \rangle$ -Richtung orientiert. Sie wurden nach dem Czochralski-Verfahren hergestellt.

Messungen mit unterschiedlichen Strahldosen ($10^{14} P/cm^2$ bis $10^{16} P/cm^2$) ergaben als optimale Bestrahlungsdosis für die Eichproben $10^{16} P/cm^2$.

Die untersuchten Proben wurden mit Protonen unterschiedlicher Energie bestrahlt. Die zugehörigen mittleren Eindringtiefen in Silizium wurden der im Anhang befindlichen Abb. A.2 entnommen und sind in Tabelle 4.1 zusammengefaßt.

| Protonenenergie keV | mittlere Eindringtiefe μm |
|------------------------|---|
| 30 | 0.30 |
| 35 | 0.35 |
| 40 | 0.40 |
| 160 | 1.30 |

Tabelle 4.1: Mittlere Eindringtiefe von Protonen für die hier verwendeten Energien in Silizium [And77].

Beim Eindringen in das Siliziumgitter erzeugen die Protonen Stoßkaskaden und damit Frenkel-Paare, wie es prinzipiell schon in Kap.2 erläutert wurde. Mit Hilfe von Monte-Carlo-Simulationen konnte abhängig von der Tiefe das Entstehen von unterschiedlichen Defekttypen gezeigt werden [Kei88] (Abb. 4.4).

Das Profil 1 beschreibt die Konzentration von Doppelleerstellen, die sich z.B. bei 35 keV von der Oberfläche bis in $100 \mu\text{m}$ Tiefe erstrecken. Wie schon bei Bestrahlungen mit schwereren Ionen festgestellt, stellen sie einen Großteil der erzeugten Defekte dar.

Profil 2 ergibt sich aus der Überlagerung des Protonen-Profiles, welches sich um die mittlere Eindringtiefe erstreckt, mit der Region, in der die Protonen maximale Energie an die Silizium-Atome abgeben und Frenkel-Paare erzeugen. In diesem Bereich existieren also sowohl Einfachleerstellen als auch Silizium-Atome und Protonen auf Zwischengitterplätzen, die sich zu energetisch günstigeren SiH-Zentren zusammenschließen.

Profil 3 beschreibt die durch die Protonen erzeugte Konzentration an Silizium-Zwischengitteratomen.

Der Vergleich der beiden Figuren in Abb. 4.4 zeigt die Entwicklung der Defektkonzentrationen mit steigender Energie der Bestrahlungsprotonen.

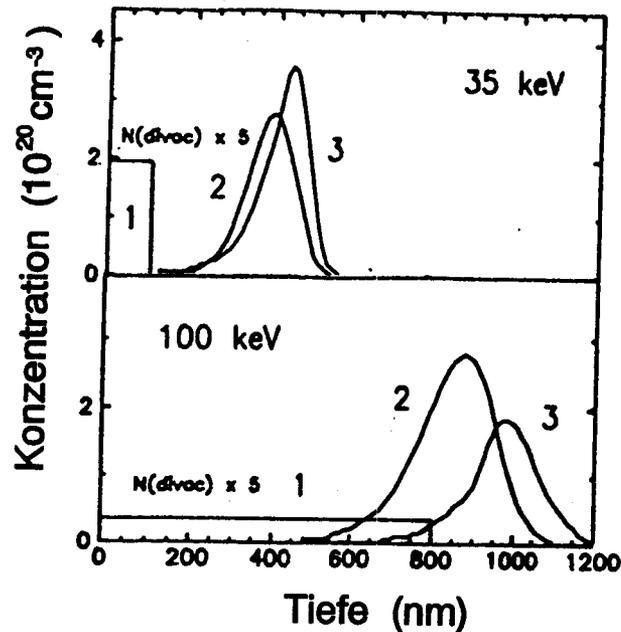


Abbildung 4.4: Defekt-Verteilung in Protonenbestrahltem Cz-Silizium [Kei88] für unterschiedliche Protonenenergien. Bereich 1: Doppelleerstellen, Bereich 2: SiH-Zentren und Einfachleerstellen, Bereich 3: Si-Zwischengitteratome

4.3.1 Messungen

In Abb. 4.5 ist der S-Parameter in Abhängigkeit der Positronenenergie von einer unbestrahlten und einer bestrahlten (30 keV Protonenenergie) Probe zu sehen.

Unterhalb einer Beschleunigungsspannung von 1 keV sind die Werte für den S-Parameter nicht reproduzierbar, da die Oberfläche bei dem vorliegenden Vakuum nicht zeitlich stabil ist (Wiederbedeckungsrate bei 10^{-6} mbar: ≈ 1 Atomlage/sec).

4.3.2 Ergebnisse und Diskussion

Die unbestrahlte Probe zeigt einen unabhängig von der Eindringtiefe der Protonen konstanten S-Parameter, da die Defektkonzentration im ganzen Kristall gleich ist. Bei der mit 30 keV bestrahlten Probe steigt der S-Parameter erst stark an, erreicht in einer Tiefe von $0.3 \mu\text{m}$ einen maximalen Hub von ca. 3% gegenüber der unbestrahlten Probe und fällt dann langsam wieder ab.

Ab einer Positronenenergie von 1 keV steigt der S-Parameter an, da die bestrahlungsbedingten Defekte als Positronenhaftstellen dienen und die Zerstrahlung mit den impulsärmeren Valenzelektronen erfolgt. Ist der Bereich maximaler Haftstel-

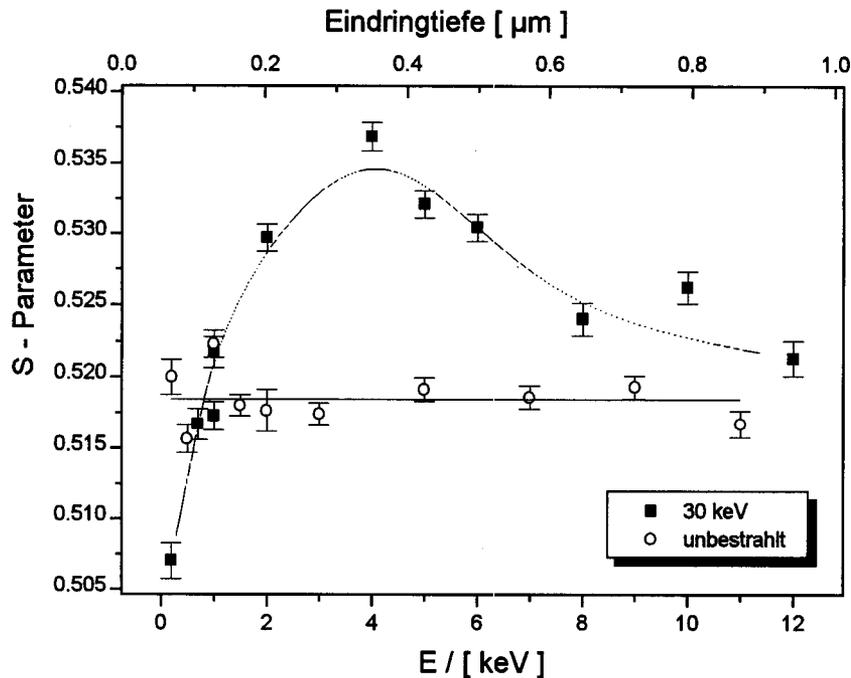


Abbildung 4.5: Vergleich von bestrahlter (30 keV Protonenenergie) und unbestrahlter Probe.

lenkonzentration überschritten, nähert sich der S-Parameter langsam wieder an denjenigen des ungestörten Materials an.

Die Meßergebnisse der mit anderen Protonenenergien bestrahlten Proben werden in Abb. 4.6 dargestellt und zeigen einen ähnlichen Verlauf. Es fällt auf, daß bei allen Meßkurven der bestrahlten Proben der maximale S-Parameter in der gleichen Tiefe von ca. $0.3 \pm 0.05 \mu\text{m}$ auftritt. Die mittleren Eindringtiefen, bis in die sich die Schädigungen erstrecken müßten, variieren aber von $0.3\text{-}1.3 \mu\text{m}$.

Diese offensichtliche Diskrepanz weist darauf hin, daß der Wert des S-Parameters keine lineare Funktion von Positronenenergie, Protoneneindringtiefe und spezifischem Energieverlust (dE/dx) der Protonen ist. Vielmehr überlagern sich die Einflüsse der verschiedenen Arten von Haftstellen in komplizierter Weise. Die bei Protonenbestrahlung am nächsten zur Oberfläche entstehenden Doppelleerstellen scheinen allerdings den größten Einfluß zu haben, was zum einen an einem im Vergleich zu anderen Fehlstellen tieferen Potential für Positronen und zum anderen an der geringeren Konzentration von Zwischengitteratomen liegen kann.

Theoretische Berechnungen ergeben einen zu den vorliegenden Messungen analogen Verlauf. Allerdings sagen sie bei höherer Bestrahlungsenergie eine leichte Verschiebung des maximalen S-Parameters zu größeren Tiefen hin voraus, was auch experimentell bestätigt werden konnte (Unterschied der S-Parameter-Maxima bei

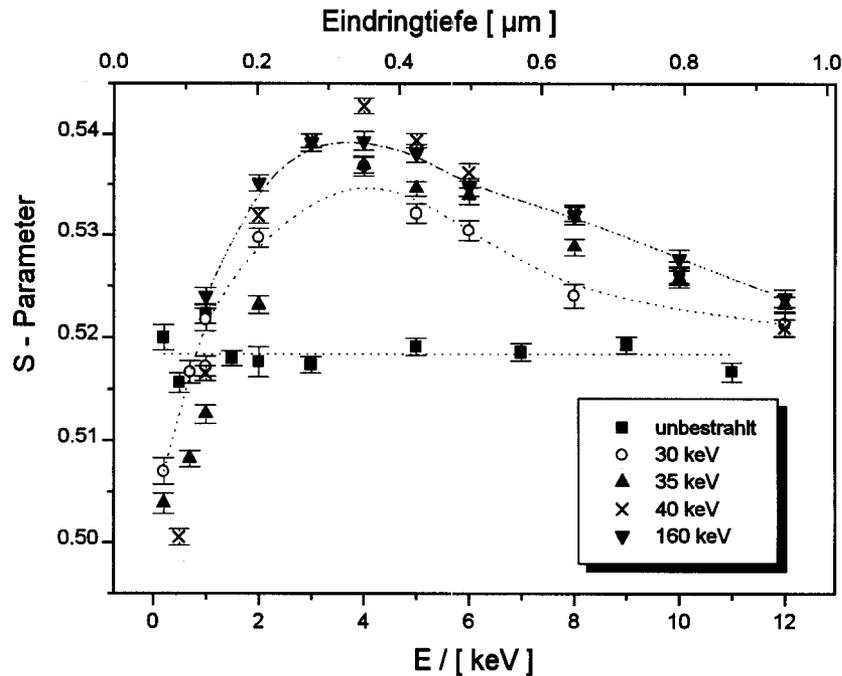


Abbildung 4.6: Messung an protonenbestrahlten Silizium-Proben bei unterschiedlicher Bestrahlungsenergie als Funktion der Positronenenergie. Das Maximum des S-Parameters bleibt mit steigender Bestrahlungsenergie nahezu in derselben Tiefe.

30 und 100 keV Protonenenergien: ca. $0.25 \mu\text{m}$ [Kei88]). In der vorliegenden Messung ist jedoch die Anzahl der Meßpunkte zu gering, um diesen kleinen Effekt aufzulösen.

4.4 Winkelaufgelöste Messung an leicht druckverformtem Aluminium

Ziel dieser Messung war es festzustellen, ob mit der Positronenvernichtung unterschiedliche Versetzungstypen voneinander unterschieden werden können. Hierzu wurde ein in Einfachgleitung orientierter Aluminium-Einkristall-Zylinder (Durchmesser 5 mm, Länge 15 mm) in einer Präzisionsverformungsapparatur [Han97], [Wid97] um $220 \mu\text{m}$ ($\approx 3\%$ Abgleitung) druckverformt.

Bei der Belastung breiten sich die im Kristall in Form von Ringen vorliegenden Versetzungen auf der Gleitebene aus, bis die immer größer werdenden Ringe die Oberfläche erreichen. Zusätzlich bilden sich im Kristallinneren neue Versetzungen (Frank-Read-Quelle [Kop89]), so daß immer mehr Versetzungsringe an die Oberfläche kommen. Die Versetzungsringe bestehen aus Stufen- (Versetzungslinie

senkrecht zum Burgersvektor, \perp) und Schraubenversetzungen (Versetzungslinie und Burgersvektor parallel, \odot). Wie aus Abb. 4.7 deutlich wird, treten am Scheitel des Kristalls die Stufenanteile, an der Seitenfläche die Schraubenanteile und an den zwischenliegenden Bereichen Überlagerungen der beiden an die Oberfläche.

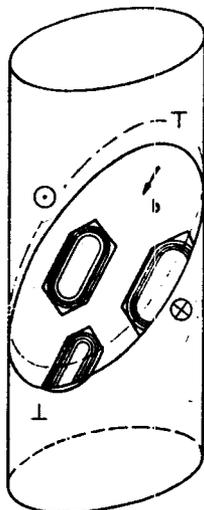


Abbildung 4.7: Bei plastischer Verformung breiten sich auf der Gleitebene Versetzungsringe bis zur Oberfläche hin aus. Am Scheitel des Kristalls treten Stufenversetzungen und an der Seite Schraubenversetzungen aus [BeK65].

Ab einer bestimmten Belastung ist dieser Prozeß auch makroskopisch an der Oberfläche in Form von schräg liegenden Ringen, den Gleitbändern, erkennbar (Foto im Anhang). Mißt man nun winkelabhängig die Dopplerverbreiterung, so kann der Unterschied im S-Parameter von reinen Schrauben-, reinen Stufenversetzungen und Mischungen der beiden bestimmt werden.

Die Lage der einzelnen Versetzungen auf dem Mantel ist durch die Kristallorientierung gegeben und kann mittels Laue-Aufnahmen ermittelt werden.

Da der Einfluß der Versetzungstypen, z.B. unterschiedlicher Positroneneinfang durch die die Oberfläche durchstoßenden Versetzungslinien, nicht bekannt war, wurde lediglich eine 2-zählige Symmetrie erwartet.

4.4.1 Messungen

Die Messung (Abb. 4.8) wurde mit Positronen der Energie 5 keV durchgeführt, da bei dieser Energie nur noch eine geringe Rückdiffusionsrate (ca.10% [Sch88]) auftritt und die Fehlstellen in dieser Tiefe (0.25 μm) erwartet wurden.

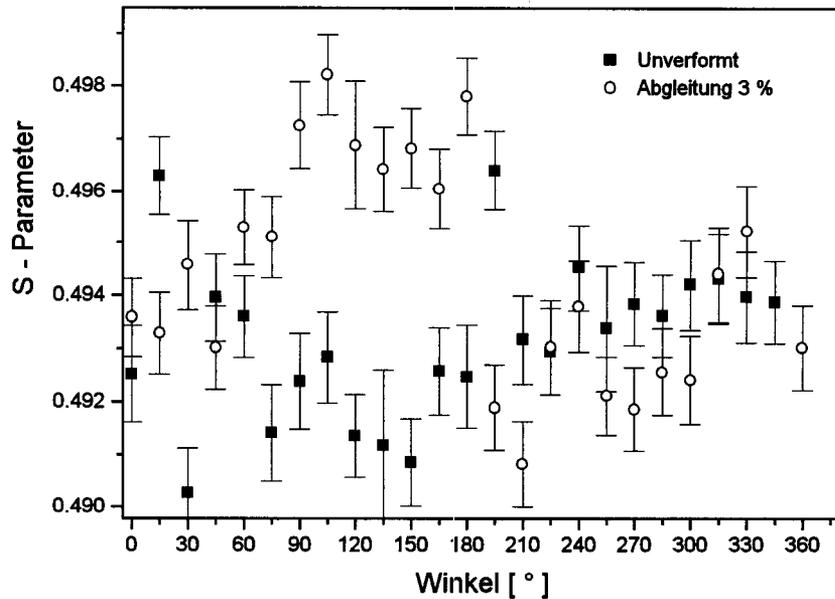


Abbildung 4.8: Winkelaufgelöste Messung von einem unverformtem und einem 3% druckverformtem Aluminium-Einkristall mit 5 keV Positronenenergie.

4.4.2 Ergebnisse und Diskussion

Der erwartete Effekt ist aus den Messungen in Abb. 4.8 nicht abzuleiten. Die leichte Erhöhung des S-Parameters im Bereich zwischen 90 und 180° ist wahrscheinlich auf eine Verbiegung des Kristalls zurückzuführen. Zwei mögliche Ursachen für das Ergebnis können sein:

1. Die Versetzungskonzentration nimmt zur Oberfläche hin ab. Dies wurde in der nachfolgenden Messung untersucht.
2. Der Strahldurchmesser ist mit 2.5 mm im Vergleich zu der 5 mm großen Probe viel zu groß. Bei einer Messung wird nie ein Versetzungstyp alleine erfaßt, sondern immer über eine Mischung beider Typen integriert. Falls der erwartete Effekt relativ klein sein sollte, konnte somit kein Unterschied gemessen werden. Dies wird mit der zur Zeit noch im Erprobungsstadium befindlichen Positronenmikrosonde weiter überprüft werden.

4.5 Druckverformtes Aluminium

Bei dieser Messung wurde ein Einkristall-Röhrchen (Außendurchmesser 5.5 mm, Innendurchmesser 3.6 mm, Länge 35 mm) benutzt, um eine Quellenmessung (^{22}Na)

in gleicher Geometrie durchführen zu können. Nach Ausbohren des massiven Aluminium-Einkristalls wurde das Röhrchen 24 Stunden lang im Vakuum bei 620°C ausgeheizt ($T_{\text{Schmelz}}(\text{Al}) = 660^{\circ}\text{C}$).

Zur Messung wurde die Probe zunächst in die Apparatur eingeschleust und mit langsamen Positronen untersucht. Danach wurde sie in eine Haltevorrichtung seitlich neben den Detektor gestellt und die Quelle eingeführt. Das Röhrchen umschloß die Quelle (Größe ca. 2 mm), so daß das Spektrum des Germanium-Detektors fast untergrundfrei war und auf Koinzidenzmessungen verzichtet werden konnte.

Die Form begünstigte ein frühzeitiges Ausknicken der Probe bei Druckverformung, was durch annähernd planparallele Druckflächen so weit wie möglich unterbunden wurde.

Die Längenänderung wurde mit einer Schieblehre auf 0.01 mm genau bestimmt.

4.5.1 Messungen

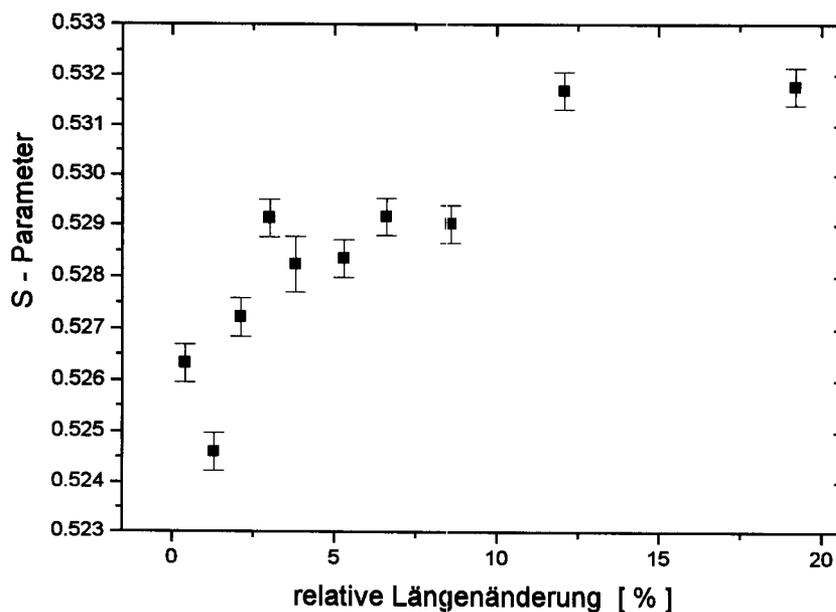


Abbildung 4.9: Messung mit einer ^{22}Na -Quelle: S-Parameter in Abhängigkeit der plastischen Verformung im Volumen. Bei größeren Verformungen als 8 % konnte die Probe nicht mit langsamen Positronen untersucht werden, da wegen der Querschnittsvergrößerung ein Einschleusen in die Apparatur nicht mehr möglich war.

Unabhängig von der Verformung wird der S-Parameter mit sinkender Positronenenergie größer (Abb. 4.10). Dies wird durch die Rückdiffusion der Positronen

zur Oberfläche und die dortige Bildung von Positronium (großer S-Parameter) verursacht. Die aus dem 3- γ -Zerfall resultierenden Quanten haben eine so große Abweichung von 511 keV, daß sie in dem betrachteten Energiebereich gar nicht erscheinen².

Der Absolutwert der mit der ²²Na-Quelle gemessenen S-Parameter (Abb. 4.9) ist mit denen der anderen Messungen nicht direkt vergleichbar, da hier andere Auswertefenster benutzt werden mußten. Da sich aber alle Werte im Bereich um 0.5 bewegen, lassen sich die prozentualen Abweichungen sehr wohl vergleichen.

4.5.2 Ergebnisse und Diskussion

Das Entstehen von Fehlstellen mit steigender Verformung ist bei der Volumensmessung mit der Quelle deutlich zu sehen, und der Hub im S-Parameter von ca. 1.2% ist vergleichbar mit dem im Zugversuch gemessenen Hub [Hug95]. Ein Vergleich der Messungen mit langsamen Positronen untereinander zeigt, daß ein signifikantes Ansteigen des S-Parameters (ca. 1%) mit der relativen Längenänderung nur bei der höchsten hier verwendeten Positronenenergie ($E_{e^+}=10$ keV), also in einer Tiefe von $0.7 \mu\text{m}$, auftritt (Abb. 4.10 unten). Bei einer Eindringtiefe von $0.25 \mu\text{m}$ ($E_{e^+}=5$ keV) variiert der S-Parameter stark, steigt aber im Mittel an, ganz in der Nähe der Oberfläche (in $0.05 \mu\text{m}$ Tiefe, $E_{e^+}=2$ keV) ist allerdings kein signifikanter Meßeffect festzustellen (Abb. 4.10 mitte und oben).

Da die Oberfläche durch die Verformung stark verändert wird, sorgen die an der Oberfläche zerstrahlenden Positronen für eine große Streuung der Meßwerte bei Positronenenergien bis 5 keV. Der Anteil der an die Oberfläche zurückdiffundierenden Positronen ist bei höheren Energien kleiner, weshalb man in der Messung mit 10 keV Positronenenergie einen signifikanten Anstieg des S-Parameters beobachten kann.

Der Anstieg des S-Parameters mit steigender Verformung ist bei der Quell-Messung (Abb. 4.9) größer als bei der Messung mit 10 keV Positronenenergie. Dieser Anstieg der Versetzungskonzentration mit zunehmender Tiefe wurde ebenfalls bei schrittweisem Abpolieren einer verformten Probe beobachtet [Mug76]. Die Untersuchung mit langsamen Positronen ist demnach die einzige Methode für eine zerstörungsfreie Messung der Tiefenabhängigkeit von Versetzungen.

²Soll die Bildung von Positronium näher erforscht werden, so benutzt man den Energiebereich unterhalb von 511 keV in einer *peak to valley* genannten Auswertemethode. Dabei wird die Zählrate im 511 keV-Peak zur Zählrate eines beliebigen aber festen Fensters in einem niedrigeren Energiebereich ins Verhältnis gesetzt. Bei steigender Positroniumsbildung steigt die Zählrate im zweiten Fenster an.

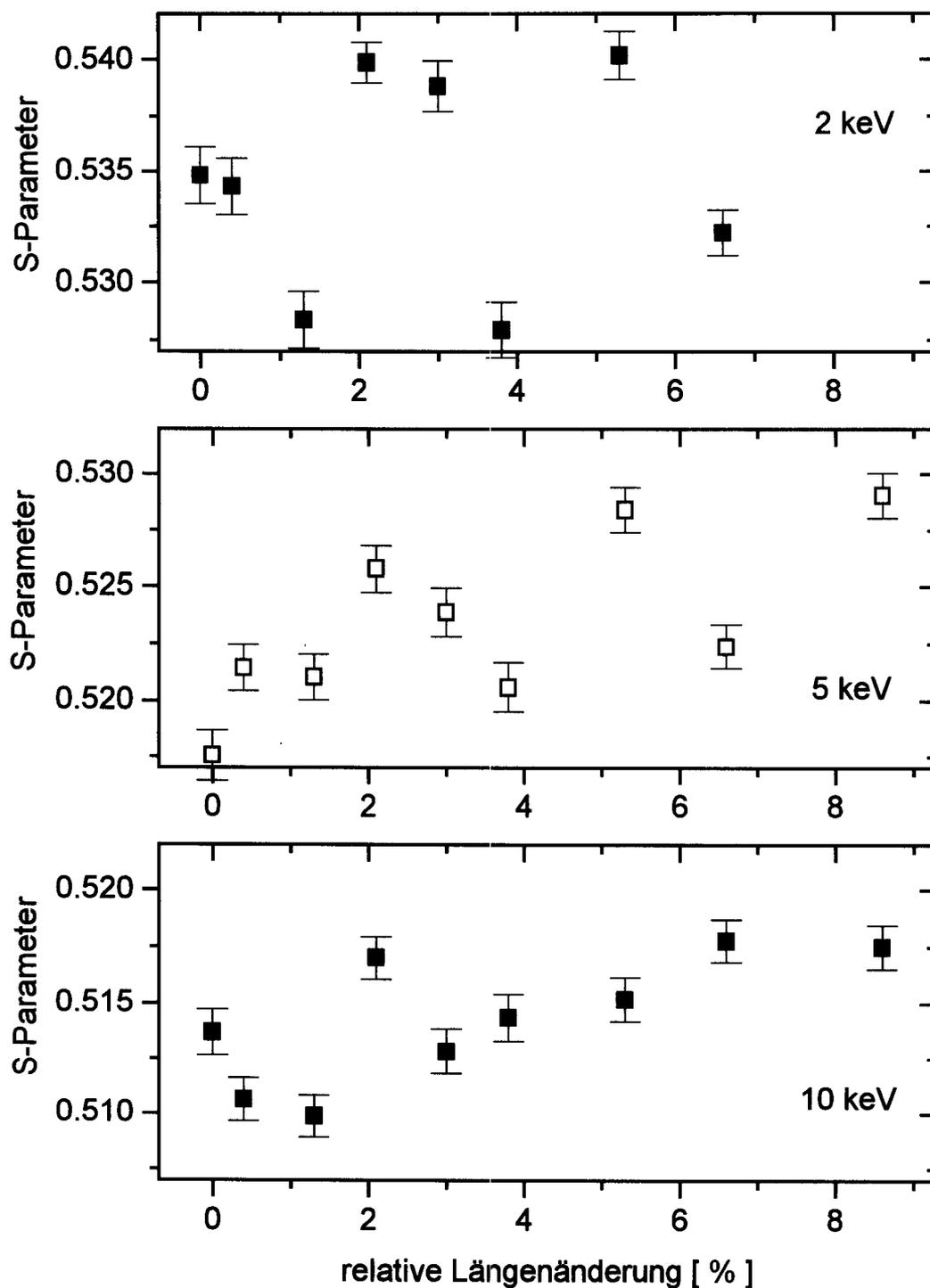


Abbildung 4.10: Messung mit langsamen Positronen: S-Parameter in Abhängigkeit der plastischen Verformung bei 2, 5 und 10 keV Positronenenergie (0.05, 0.25 und 0.7 μm Eindringtiefe.)

Kapitel 5

Zusammenfassung und Ausblick

Die Positronenvernichtung eignet sich in hervorragender Weise, um kristalline Festkörper zerstörungsfrei und äußerst empfindlich auf Fehlstellen zu untersuchen. Durch Messen der Energie der Zerstrahlungsquanten können mit Hilfe des S-Parameters Erkenntnisse über die Elektronenimpulsverteilung und damit über die Fehlstellenverteilung im Festkörper gewonnen werden. Sollen tiefenaufgelöste Defektprofile aufgenommen werden, so benötigt man einen monochromatischen Positronenstrahl durchstimmbarer Energie. Zur Untersuchung oberflächennaher Schichten bis in ca. $1\ \mu\text{m}$ Tiefe ist die in dieser Arbeit benutzte Apparatur gut geeignet.

Es wurden die Strahlführung und Meßtechnik der Apparatur soweit ausgebaut, daß ein reibungsloser Meßbetrieb mit langsamen Positronen möglich ist. Die Messung des Strahldurchmessers ergab einen Wert von $2.5 \pm 0.5\ \text{mm}$, was bei einer Quellgröße von ebenfalls ca. $3\ \text{mm}$ ein sehr befriedigendes Ergebnis ist.

Die Positronen haben sich als zerstörungsfreie Defektsonden bewährt, sowohl bei der Messung mit bestrahltem Silizium als auch bei den Messungen mit verformtem Aluminium.

Die Interpretation der Daten ergab allerdings, daß die bei Protonenbestrahlung entstehenden Fehlstellen in komplizierter Weise von der Protonenenergie und dem spezifischen Energieverlust der Protonen im Material abhängen. Es entstehen direkt unter der Oberfläche Doppelleerstellen, die auf die Positronen besonders anziehend wirken. Im Bereich der mittleren Eindringtiefe bleiben die Protonen als Zwischengitteratome stecken und bilden mit den von ihnen erzeugten Silizium-Zwischengitteratomen SiH-Zentren. In noch größerer Tiefe existieren nur noch Silizium-Zwischengitteratome.

Messungen an druckverformten Aluminium-Einkristallen mit nieder- und hochenergetischen Positronen ergaben, daß die Konzentration der durch plastische Verformung verursachten Versetzungen zur Oberfläche hin abnimmt.

Die Messungen in dieser Diplomarbeit wurden im Hinblick auf die im Erprobungsstadium befindliche Positronenmikrosonde durchgeführt.

Die winkelabhängigen Messungen an druckverformtem Aluminium ergaben, daß ein möglicher Unterschied im S-Parameter bei Zerstrahlung in Stufen- oder Schraubenversetzungen nur sehr gering sein kann. Somit ist zur Unterscheidung dieser beiden Versetzungstypen ein kleinerer Strahldurchmesser notwendig.

Des weiteren können die mit bestrahltem Silizium gewonnenen Erfahrungen bei der zerstörungsfreien Prüfung von Integrierten Schaltkreisen während des Fertigungsprozesses eingebracht werden.

Anhang A

Abbildung A.1: Gleitlinien auf einem Al-Einkristall

Literaturverzeichnis

- [And77] H. H. Andersen, J. F. Ziegler: *Stopping Power and Ranges of Ions in Matter*, Vol. 3, Pergamon Press, New York, 1977
- [Bac93] D. J. Bacon: *Materials Science and Technology*, Vol.1, VCH-Verlag, New York, 1993
- [BeK65] R. Berner, H. Kronmüller: *Moderne Probleme der Metallphysik, Band 1*, Springer, Berlin, Heidelberg, 1965
- [BeS92] L. Bergmann, C. Schäfer, *Lehrbuch der Experimentalphysik: Band 6 Festkörper*; de Gruyter, Berlin, 1992
- [DeB49] S. DeBenedetti, C. E. Cowan, W. R. Konneker: *Phys. Rev.* 76, 440, 1949
- [Die65] J. Diehl: *Moderne Probleme der Metallphysik, Band 1*, Springer, Berlin, Heidelberg, 1965
- [F7/2/58] S. Flügge, *Handbuch der Physik: Band 7/2 Kristallphysik*; Springer, Berlin, 1958
- [Gre94] H. Greif: *Aufbau und Erprobung eines mobilen Positronenstrahls*; Diplomarbeit Universität Bonn, 1994
- [Han97] S. Hansen: Diplomarbeit Universität Bonn, wird veröffentlicht
- [Hau79] P. Hautojärvi, A. Vehanen, *Positrons in Solids: Topics in Current Physics*, Springer, Berlin, 1979
- [Hug95] C. Hugenschmidt: *Ortsaufgelöste Lebensdauerspektroskopie von Positronen im Festkörper*; Diplomarbeit Universität Bonn, 1995
- [Kei88] J. Keinonen, M. Hautala, E. Rauhala et al.: *Phys. Rev. B*, Vol. 37, No. 14, 8269, 1988
- [Kit93] C. Kittel: *Einführung in die Festkörperphysik*; Oldenbourg Verlag, München, 1993

- [Kop89] K. Kopitzki: *Einführung in die Festkörperphysik*; Teubner, Stuttgart, 1989
- [LB91] Landolt-Börnstein, Neue Serie: *Gruppe III, Band 25 Atomic defects in Metals*; Springer, Berlin, 1991
- [Led78] C. M. Lederer, V. S. Shirley: *Table of Isotopes*; 7th edition; John Wiley & Sons, 1978
- [Leo93] W. R. Leo: *Techniques for Nuclear and Particle Physics Experiments*; 2nd, revised edition, Springer, New York, 1993
- [Mug76] H. Mughrabi: Proc. of 4th Int. Conf. on the Strength of Metals and Alloys, Nancy, Aug. 30 - Sept. 3, 1976, Vol. 3, 1404
- [Pus94] M. J. Puska, R. M. Nieminen: Rev. of Mod. Physics, Vol. 66, No. 3, July 1994
- [Sch88] P. J. Schultz, K. G. Lynn: Reviews of Modern Physics, Vol. 60, No.3, July 1988
- [Soi92] E. Soinen, D. Beyer, P. Hautojärvi, J. Mäkinen: Phys. Rev. B 46, 12394, 1992
- [Tri85] J. F. Ziegler, J. P. Biersack: *The Stopping and Range of Ions in Solids*; Pergamon Press, New York, 1985
- [Val84] S. Valkealahti, R. M. Nieminen: Appl. Phys. A 35, 51, 1984
- [Wes73] R. N. West: Advances in Physics, Vol. 22, Nos. 1-6, 1973
- [Wid97] T. Wider: Diplomarbeit Universität Bonn, wird veröffentlicht

Danksagung

Ganz herzlicher Dank gilt Herrn Karl Maier für die hervorragende Betreuung meiner Diplomarbeit.

Herrn Prof. Dr. Dieter Meschede danke ich für die Übernahme des Korreferats.

Bei Christoph Hugenschmidt bedanke ich mich für die gute Zusammenarbeit insbesondere bei der langwierigen Verbesserung der Strahlführung am langsamen Positronenstrahl.

Bei Tobias Wider bedanke ich mich für die Erstellung der Temperaturautomatik, sowie für die zusammen mit Sabine Hansen und Uwe Holzwarth durchgeführten Verformungen der Aluminium-Einkristalle in ihrer Apparatur.

Auch allen übrigen Mitgliedern der Gruppe Maier, Thomas Albrecht, Carsten Bühner, Christoph Deckers, Holger Greif, Matz Haaks, Dieter Platzek, Joachim Reske und Martin Tongbhoyai danke ich für die jederzeitige Hilfsbereitschaft und das außerordentlich gute Arbeitsklima.

Herrn Lehmann vom Institut für Schicht- und Ionentechnik in Jülich danke ich für die lithographische Erstellung der Eichproben.

Frau Engelhard und Herrn Freitag sowie der Zyklotron-Mannschaft danke ich für die Bestrahlungen der Siliziumproben.

Bei den Mitgliedern der Elektronik- sowie der Feinmechanik-Werkstatt bedanke ich mich für sofortige Hilfeleistungen in Problemfällen und die schnelle Auftragsabwicklung.

Mein herzlicher Dank gilt meinen Eltern und meinem Bruder, ohne deren Unterstützung mein Studium nicht möglich gewesen wäre.

Ebenso bedanke ich mich bei Jochen Gröger für seine liebevolle Unterstützung.

Auch meine Kommilitonen seien nicht vergessen – ich bedanke mich für viele schöne gemeinsame Jahre.

Zuletzt bedanke ich mich bei allen, die hier nicht namentlich erwähnt wurden und die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.