
STRUKTURIERTER BRECHUNGSINDEX DURCH IONENBESTRAHLUNG

von

Niels Lennart R ath

Diplomarbeit in Physik

angefertigt am

Helmholtz-Institut f ur Strahlen- und Kernphysik

vorgelegt der

Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakult at

der Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universit at Bonn

M arz 2010

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

Referent: Prof. Dr. Karl Maier
Korreferent: PD Dr. Paul-Dieter Eversheim

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Theoretischer Hintergrund	3
2.1	Lithiumniobat	3
2.1.1	Kristallstruktur	3
2.1.2	Optisches Verhalten	3
2.1.3	Defekte und Dotierung	5
2.2	Strahlenschäden	5
3	Experimentelle Grundlagen	8
3.1	Verwendete Proben	8
3.2	Zyklotron	8
3.3	Bestimmung der Bestrahlungsdosis	9
4	Brechungsindexänderungen in bestrahltem Lithiumniobat	12
4.1	Experimentelle Techniken	12
4.1.1	Automatischer Probenwechsler	12
4.1.2	Interferometrische Messung des Brechungsindexes	12
4.1.3	Thermische Behandlungen	19
4.2	Experimentelle Resultate	20
4.2.1	Verfärbungen in Folge der Bestrahlung	20
4.2.2	Abhängigkeit Δn von der Ionendosis	20
4.2.3	Reproduzierbarkeit der Bestrahlungs- und Messergebnisse	21
4.2.4	Abhängigkeit von der Bestrahlungsrichtung	21
4.2.5	Thermische Stabilität der Modifikationen	22
4.2.6	Langzeitverhalten der Brechungsindexänderung	24
4.3	Diskussion	25
4.3.1	Dosisabhängigkeit	25
4.3.2	Stabilität	25
4.3.3	Richtungsabhängigkeit	25
5	Strukturierung von Lithiumniobat	27
5.1	Experimentelle Techniken	27
5.1.1	Strahlplatz	27
5.1.2	Herstellung des Tantalschlitzes	27
5.1.3	Aufbau	28
5.1.4	Justierung	29

5.2	Experimentelle Resultate	29
5.2.1	Betrachtung mit dem Lichtmikroskop	29
5.2.2	Interferometrische Auswertung	30
5.3	Diskussion	31
6	Herstellung eines fokussierten He-Mikrostrahls	32
6.1	Ionenoptik	32
6.1.1	Quadrupol-Magnete	32
6.1.2	Strahlplatz	33
6.1.3	Theoretische Berechnungen	34
6.2	Experimentelle Techniken	35
6.2.1	Beam-Profile-Scanner (BPS)	35
6.2.2	Verschiebemechanik und Leuchtschirm	36
6.2.3	Kombination der Aufbauten	37
6.2.4	Auswertetechnik	38
6.3	Experimentelle Resultate	40
6.3.1	Strahlprofil	40
6.3.2	Erreichte Strahlparameter	41
6.4	Diskussion	42
7	Ausblick	43
8	Zusammenfassung	44
	Danksagung	46
	Literaturverzeichnis	47

1 Einleitung

Seit MAXWELL in den 1860er Jahren seine Gleichungen zur Beschreibung elektromagnetischer Wellen formulierte [Max65], hat die Bedeutung der Optik als Technologie in unserer Welt immens zugenommen. Viele Bereiche der heutigen Technik verwenden die nützlichen Eigenschaften des Lichts oder wären ohne Optik gar nicht denkbar. Neben vielfältigen Anwendungen in Medizin, Wissenschaft und Technik ist auch die Nutzung für Kommunikationszwecke interessant. Immer größere Datenmengen und immer schnellere Übertragungsraten machen neben der bereits etablierten optischen Datenübertragung auch eine optische Datenverarbeitung notwendig. Die verlangsamende Um- und Rückwandlung von optischen in elektrische Signale kann so vermieden werden.

Für diesen Zweck werden Bauelemente wie optische Speicher, Schalter, Transistoren, Modulatoren und Verteiler benötigt. Zusätzlich dazu sind monokristalline Laser und Verstärker hilfreich. Für einige dieser Zwecke hat sich das künstliche Material Lithiumniobat (LiNbO_3) als gut geeignet erwiesen. Durch Modifikation der Materialparameter wie z. B. dem Brechungsindex konnten bereits holographische Speicher [Mok93, Che68] und Wellenlängenfilter [Bre99] realisiert werden, ebenso eingeschriebene Wellenleiter, optische Modulatoren [Ram78] und integrierte Laser [Bec98]. Für viele dieser und weiterer angestrebter Anwendungen ist die gezielte Modifikation des Brechungsindex notwendig. Oft geschieht dies durch photorefraktive Prozesse oder Ionenimplantation. Es wurde jedoch bereits gezeigt, dass wesentlich großvolumigere und langzeitstabile Brechungsindexänderungen durch die Durchstrahlung von Lithiumniobat mit leichten, schnellen Ionen (z. B. ^3He mit 40 MeV) erzielt werden können [And04, Pei06a, ZM10]. Dabei wurden Änderungen des ordentlichen und außerordentlichen Brechungsindex von bis zu 6×10^{-3} beobachtet [Jen08a] und die Herstellung eines vergrabenen Wellenleiters demonstriert [Pei06b]. Von weiterem Interesse ist Lithiumniobat für effektive Frequenzverdopplung [Arm62] durch Quasiphasenanpassung [Fej92]. Dafür ist es notwendig die Spontanpolarisierung des Kristalls mit wenigen Mikrometern Periodenlänge alternierend umzukehren („periodically poled lithium niobate“, PPLN) [Bat99]. Das für diese Umpolung notwendige elektrische Feld wird durch die Bestrahlung mit 40 MeV ^3He um etwa 10 % verringert, was die Strukturierung erleichtert [Jen08b, Jen08a]. Daneben wird durch die Bestrahlung die elektrische Leitfähigkeit des Materials um etwa eine Größenordnung erhöht [Jen08b, Jen10].

Diese Arbeit beschäftigt sich mit der genaueren Untersuchung der durch Bestrahlung mit ^3He -Ionen bei einer Energie von 40 MeV erzielten Brechungsindexänderungen in magnesiumdotiertem Lithiumniobat. Die Magnesiumdotierung unterdrückt den in vielen Fällen störenden „optischen Schaden“, der durch den photorefraktiven Effekt bei hohen

Intensitäten entsteht [Bry84]. Von Interesse sind die entstehenden makroskopischen Brechungsindexänderungen, insbesondere deren zeitliche und thermische Stabilität. Darüber hinaus wird die Strukturierung von Kristallen mit einigen Mikrometern Periodenlänge mittels eines verschiebbaren Schlitzes sowie einem zu diesem Zweck realisierten Ionenmikrostrahl verfolgt. Die auf diese Weise in den Kristall eingebrachte periodische Defektstruktur könnte eine Grundlage für eine alternative Herstellung von PPLN bilden.

2 Theoretischer Hintergrund

2.1 Lithiumniobat

Diese Arbeit beschäftigt sich mit dem künstlich hergestellten, kristallinen Dielektrikum Lithiumniobat mit der chemischen Summenformel LiNbO_3 . Lithiumniobat wird üblicherweise mittels des Czochralski-Verfahrens direkt aus einer bei einer Temperatur von 1253°C gehaltenen Schmelze bestehend aus Li_2O und Nb_2O_5 gezogen. Das so hergestellte, kongruent schmelzende Lithiumniobat besitzt entgegen der Summenformel LiNbO_3 einen Mangel an Lithium von etwa 6 % [Ler68]. Im Gegensatz dazu bezeichnet man Kristalle, die kein Lithiumdefizit aufweisen, als stöchiometrisch. Man erhält zylindrische Boules, die dann in dünne Wafer geschnitten kommerziell vertrieben werden.

2.1.1 Kristallstruktur

Lithiumniobat befindet sich unterhalb der CURIE-Temperatur (etwa 1210°C) in der in Abbildung 2.1 dargestellten **ferroelektrischen** Phase [Wei85]. Hierbei bilden Sauerstoffionen (O^{2-}) Ebenen in einer verzerrten hcp-Anordnung. Die dadurch gebildeten Zwischengitterplätze sind entlang der so genannten \vec{c} -Achse abwechselnd jeweils zu einem Drittel mit Lithium (Li^+), Niob (Nb^{5+}) und Fehlstellen besetzt, wobei die Anionen durch elastische Kräfte gegen ihre symmetrische Position verschoben sind.

Auf diese Weise entsteht im Kristall eine Spontanpolarisierung \vec{P}_s entlang der \vec{c} -Achse, die an der Oberfläche jedoch durch frei bewegliche Ladungsträger ausgeglichen wird. Um diese Achse herum besitzt der Kristall eine dreizählige Rotationssymmetrie, somit gehört LiNbO_3 der Punktgruppe $3m$ an [Wei85]. Üblicherweise legt man bei der Beschreibung des Kristalls durch ein Koordinatensystem die \vec{z} -Achse entlang der \vec{c} -Achse.

Als Ferroelektrikum ist Lithiumniobat darüberhinaus auch **pyro-** und **piezoelektrisch**. Das elektrische Feld im Kristall hängt also von der Temperatur bzw. der Verformung des Kristalls ab.

2.1.2 Optisches Verhalten

Die Kristallstruktur macht Lithiumniobat optisch einachsigt und damit **doppelbrechend**. Man erhält für ordentlich polarisiertes Licht (Polarisation des einfallenden Lichts senkrecht

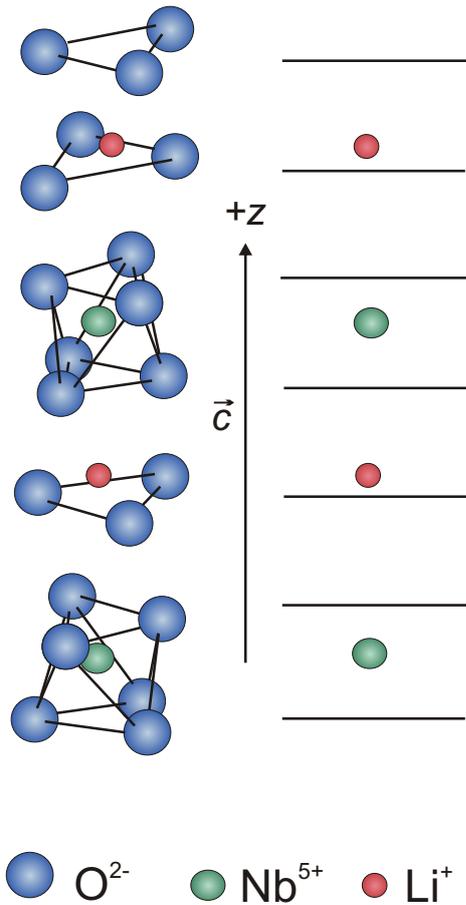


Abb. 2.1: Kristallstruktur von kristallinem Lithiumniobat unterhalb der CURIE-Temperatur (nach [Wei85]). Die \vec{z} -Achse liegt entlang der Spontanpolarisierung \vec{P}_s .

zur \vec{c} -Achse) als Brechungsindex n_o und für außerordentlich polarisiertes Licht (Polarisation des einfallenden Lichts parallel zur \vec{c} -Achse) n_e . Die Doppelbrechung

$$\delta n(\lambda, T) = n_e(\lambda, T) - n_o(\lambda, T) \quad (2.1)$$

hängt von der Licht-Wellenlänge λ und der Temperatur T ab. Für Licht mit $\lambda = 633$ nm (HeNe-Laser) liegt der ordentliche Brechungsindex bei $n_o = 2,2866$, der außerordentliche Brechungsindex beträgt $n_e = 2,2028$. Somit besitzt $LiNbO_3$ im sichtbaren Bereich eine negative Doppelbrechung [Wei85].

Mit Eisen oder Kupfer dotiertes Lithiumniobat ist **photorefraktiv**. Eine inhomogene Beleuchtung des Kristalls führt durch den sehr starken **volumen-photovoltaischen** Effekt zu einem Ladungstransport, der räumlich inhomogen ist und vom Lichtmuster abhängt. Es bauen sich Raumladungsfelder auf, die durch den **elektro-optischen** Effekt den Brechungsindex ändern [Ash66]. Dieses Phänomen kann zur holographischen Datenspeicherung genutzt werden, wird allerdings oft auch als „Optischer Schaden“ bezeichnet und ist unerwünscht. Insbesondere dann, wenn das Material als **optisch nichtlinearer** Kristall zur effizienten Frequenzkonversion (z. B. SHG, OPO, OPA) genutzt werden soll [Kie09]. Um den optischen Schaden effektiv zu unterdrücken, können geeignete Dotierungen wie

Magnesium, Indium oder Zink verwendet werden. Insbesondere Magnesium-dotiertes Lithiumniobat ($\text{LiNbO}_3:\text{Mg}$) ist dabei von großem technologischen Interesse; eine gezielte Strukturierung im Sinne stabiler Brechungsindexänderungen oder kleiner Periodenlängen bei periodischer Polung sind anzustreben. Mit herkömmlichen Techniken ist das schwer erreichbar, da sich der Brechungsindex nicht mehr über photorefraktive Prozesse ändern lässt.

2.1.3 Defekte und Dotierung

Wie bereits erwähnt, sind die aus der Schmelze gezogenen Lithiumniobat-Kristalle nicht stöchiometrisch, sodass das Verhältnis $[\text{Li}]/[\text{Nb}]$ nicht 1 sondern 0,942 beträgt [Sch91]. Nahezu stöchiometrische Kristalle lassen sich mit der so genannten „double crucible Czochralski method“ (DCCZ) herstellen. Hierbei wird die Schmelzzusammensetzung während des Ziehens kontinuierlich angepasst und auf 58,5 mol% Li_2O gehalten [Kit92]. Im Allgemeinen findet jedoch das kongruent schmelzende Lithiumniobat breitere Verwendung, da seine Herstellung wesentlich unkomplizierter und somit kostengünstiger ist.

Die im kongruent-schmelzenden Material durch den Lithiummangel entstehenden Fehlstellen werden teilweise durch Nb^{5+} besetzt. Es bilden sich sogenannte $\text{Nb}_{\text{Li}}^{4+}$ (Nb-auf-Li-Platz) Antisite-Defekte. Aus Gründen der Ladungskompensation werden nur etwa ein Fünftel der Lithiumfehlstellen auf diese Weise besetzt, der Rest verbleibt als Leerstelle \square_{Li}^- . Die Kristallzusammensetzung ist damit $[\text{Li}_{1-5x}\square_{4x}\text{Nb}_x]\text{NbO}_3$ mit $x = 0,0118$ [Ler68, Sch91].

Durch geeignete Dotierung können die Niob-Antisite-Defekte vermieden werden, indem die Li^+ -Fehlstellen durch die Dotierungionen besetzt werden. In dieser Arbeit wird mit Magnesium dotiertes Material verwendet. Die $\text{Nb}_{\text{Li}}^{4+}$ werden so durch Mg_{Li}^+ ersetzt, was die Ladungskompensation und die verbleibenden Lithiumfehlstellen verringert. Ab einer Magnesiumkonzentration von etwa 1,25 mol% sind alle Niob-Antisite-Defekte durch Magnesium besetzt und ab 5 mol% werden teilweise Mg_{Li}^+ Antisite-Defekte und kompensierende Lithiumfehlstellen erzeugt [Abd09, Gra91]. Der „optische Schaden“ wird ab dieser Magnesiumkonzentration stark unterdrückt [Bry84]. Die Kristallzusammensetzung ist dann $[\text{Li}_{0,8}\square_{0,1}\text{Mg}_{0,1}]\text{NbO}_3$ [Abd09].

2.2 Strahlenschäden

Wird ein Festkörper von hochenergetischen Ionen durchdrungen, verlieren diese zu Beginn hauptsächlich Energie über elektronische Wechselwirkungen. Der Energieverlust pro Strecke $\frac{\Delta E}{\Delta x}$ kann somit zunächst durch die BETHE-BLOCH-Gleichung beschrieben werden [Tow94]. Mit zunehmender Eindringtiefe nimmt die kinetische Energie der Ionen ab und elastische Stöße mit den Kernen des Festkörpers dominieren, bis im sogenannten BRAGG-Peak der Energieverlust maximal wird. Kurz danach wird die Stopptiefe erreicht und die Ionen bleiben im Kristall stecken.

Nukleare Wechselwirkungen sind eher selten, führen bei hohen Energien aber zu einer messbaren Aktivierung des bestrahlten Kristalls.

Der Energieverlust und die Reichweite, die von vielen Parametern wie den Targetatomen, den Projektilionen und der Energie abhängen, können mit dem Programm SRIM 2008 simuliert werden [Zie85, Zie08]. Das Programm macht dabei einige vereinfachende Annahmen. Das Targetmaterial wird als amorph und vor jedem Ionentreffer unbeschädigt angenommen. Effekte die durch Beteiligung mehrerer Ionen oder durch die Kristallstruktur hervorgerufen werden, bleiben damit unberücksichtigt. Diese Näherung ist in der Regel ausreichend gut. Die Abbildung 2.2 zeigt den Energieverlust, Abbildung 2.3 die Reichweite von 40 MeV ^3He -Ionen in mit 5 mol% Magnesium dotierten Lithiumniobat ($\text{LiNbO}_3:\text{Mg}$) entlang der Probentiefe.

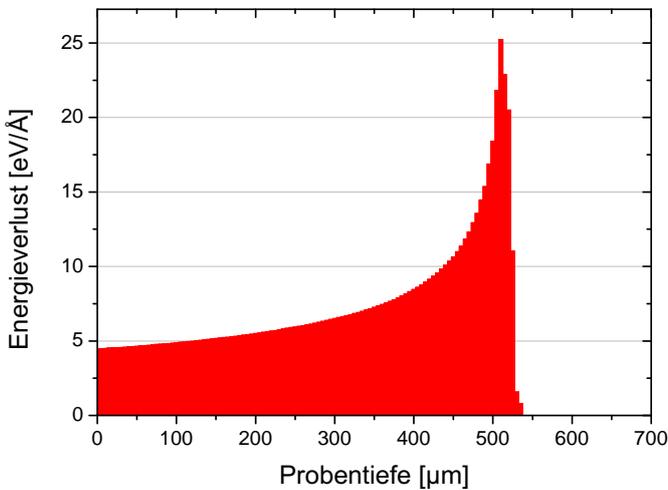


Abb. 2.2: Simulation des Energieverlustes $\frac{\Delta E}{\Delta x}$ von 40 MeV ^3He -Ionen in $\text{LiNbO}_3:\text{Mg}$ entlang der Probentiefe mit SRIM 2008 [Zie08].

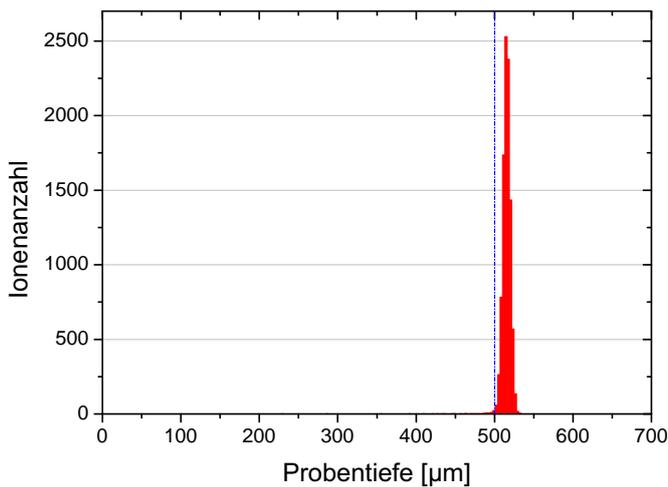


Abb. 2.3: Simulation der Stoptiefe von 40 MeV ^3He -Ionen in $\text{LiNbO}_3:\text{Mg}$ mit SRIM 2008 [Zie08]. Die blaue Linie kennzeichnet die in dieser Arbeit verwendete Probendicke.

Eine Bestrahlung von Lithiumniobat mit leichten schnellen Ionen (z. B. ^3He oder α) erhöht den außerordentlichen Brechungsindex Δn_e und reduziert den ordentlichen Brechungsindex Δn_o . Die Doppelbrechung des Materials wird damit verringert, die Änderungen Δn_e und Δn_o sind dabei betragsmäßig gleich. Ebenso erfolgt eine leichte Deformation

und damit auch eine Dickenänderung des Kristalls im bestrahlten Bereich (vgl. auch [And05, Hau06, ZM07, Hat07, Jen08b]).

Für die Beschreibung der nach Bestrahlung von LiNbO_3 -Kristallen verbleibenden Schäden, insbesondere bei den hier verwendeten hohen Energien, existieren noch keine zufriedenstellenden Modelle. Für niedrigere Energien, wie sie hauptsächlich bei der Implantation genutzt werden, wurden bereits einige Ergebnisse vorgestellt. Vorgeschlagen wird eine Verlagerung von Lithiumatomen [Gla88], insbesondere in den durchstrahlten Bereich hinein [Zha91]. Auch die Erzeugung von Sauerstofffehlstellen [Hod88, Ubi00], sowie eine Gitterverzerrung und damit einhergehende Spannungsfelder im Kristall werden als Ursachen vermutet [Zha91].

ZAMANI-MEYMIAN et al. untersuchten die durch 40 MeV ^3He entstehenden Schäden mithilfe der Transmissionselektronenmikroskopie und fanden Hinweise auf die Entstehung so genannter „thermal spikes“ [ZM09]. Die Heliumionen allein haben nicht ausreichend Energieverlust, um den Kristall lokal zu amorphisieren und einen „thermal spike“ zu bilden. Sie erfahren hingegen zentrale elastische Stöße mit Niob- oder Sauerstoffkernen, die ihrerseits auf ihrem Weg durch den Kristall genügend Energieverlust pro Strecke erleiden, um den Kristall lokal zu amorphisieren. Diese Bereiche können daraufhin in einer anderen kristallinen Phase rekristallisieren.

3 Experimentelle Grundlagen

3.1 Verwendete Proben

Die in dieser Arbeit verwendeten Proben wurden aus Lithiumniobat-Wafern gesägt und haben folgende Abmessungen:

- x -cuts: $(x \times y \times z) = 0,5 \times 15 \times 16 \text{ mm}^3$
- z -cuts: $(x \times y \times z) = 16 \times 15 \times 0,5 \text{ mm}^3$

Die beiden großen yz - bzw. xy -Flächen sind dabei mit optischer Qualität poliert. Durch die rechteckige Form und das Abschleifen einer Ecke bleibt die Orientierung des Kristalls eindeutig identifizierbar. Alle Wafer wurden von Yamaju Ceramics Co. Ltd. (Japan) bezogen und sind kongruent-schmelzend. Die z -cuts sind mit 5 mol% Magnesium dotiert, die x -cut-Wafer undotiert.

Bei der Auswahl der Probendicke wurde darauf geachtet, dass die Ionen den Kristall ganz durchdringen und so die Effekte des BRAGG-Peaks für die Beobachtungen in dieser Arbeit keine Rolle spielen. In Abbildung 2.3 ist zu erkennen, dass der größte Teil der Ionen etwa in einer Tiefe von $515 \text{ }\mu\text{m}$ stecken bleibt. In der hier gewählten Probendicke von $500 \text{ }\mu\text{m}$ verbleiben nur etwa 8 ‰ der Ionen.

3.2 Zyklotron

Die Bestrahlung der Proben findet am Bonner Isochron-Zyklotron des Helmholtz-Instituts für Strahlen- und Kernphysik [Zyk06] mit ${}^3\text{He}^{2+}$ -Ionen bei einer Energie von etwa 40 MeV statt. Diese sind besonders geeignet, da sie die Probe nicht durch das Entstehen langlebiger Isotope aktivieren und so ein zügiger Ausbau und eine problemlose Handhabung derselben ermöglicht wird.

Es werden ferner auch Teststrahlzeiten mit α -Teilchen bei 54 MeV durchgeführt. Dabei wurden jedoch keine Kristalle bestrahlt.

Die Strahlführung ist in Abbildung 3.1 dargestellt. Die in den Kapiteln 4 und 5 betrachteten Proben werden an Strahlplatz 8 auf dem so genannten „D-Weg“ bestrahlt, Kapitel 6 behandelt Bestrahlungen an Strahlplatz 2 („C-Weg“).

Die in dieser Arbeit verwendeten Aufbauten sind so konzipiert, dass sich die Probenhalter direkt im Vakuum (etwa 10^{-5} mbar) der Zyklotron-Strahlführung befinden. Ein vor

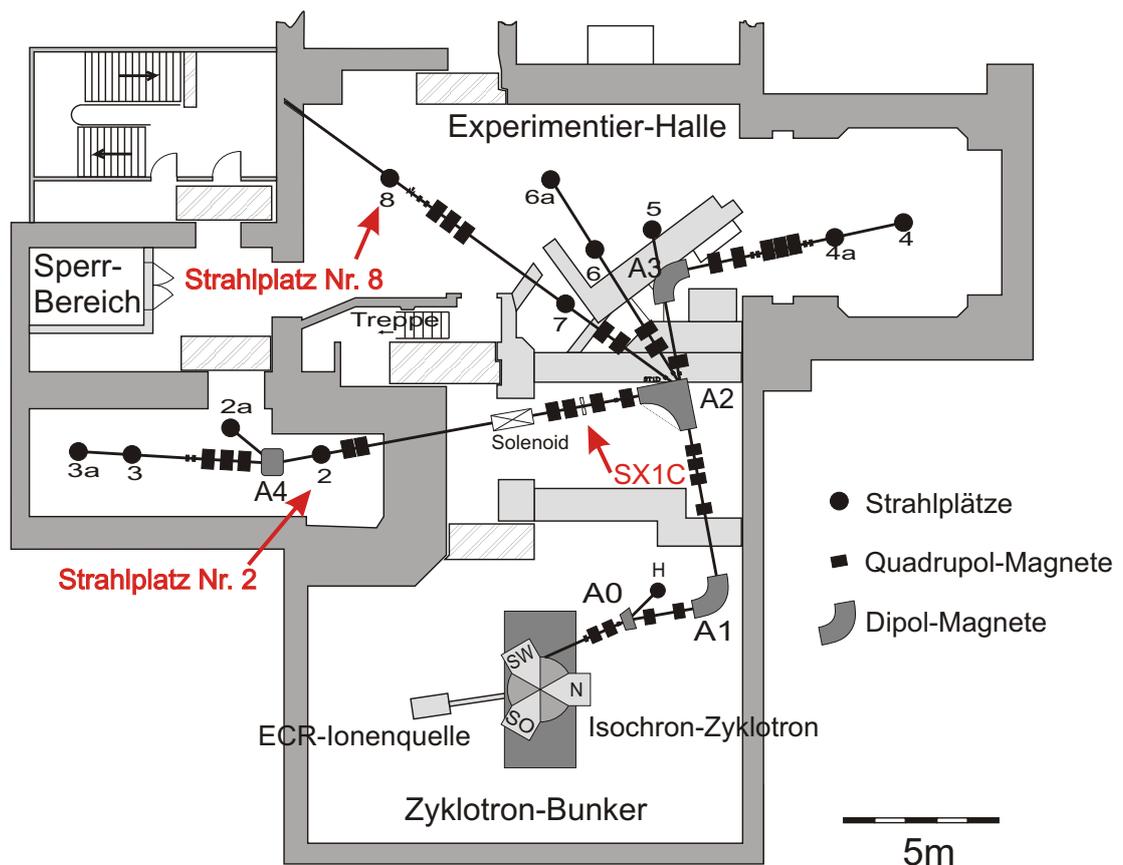


Abb. 3.1: Strahlführung am Bonner Zyklotron [Zyk06]. Es werden die Strahlplätze 2 und 8 verwendet.

den Proben angebrachter Leuchtschirm ermöglicht es, die Strahlage und -form über eine Kamera zu überprüfen und zu optimieren. Hat der Strahlfleck zufriedenstellende Parameter erreicht, kann der Leuchtschirm ferngesteuert aus dem Strahl herausgefahren werden, sodass der Ionenstrahl auf den dahinterliegenden Aufbau fällt.

Die Proben werden zur Abführung der bei der Bestrahlung entstehenden Wärme mit Wärmeleitpaste auf den Probenhaltern aus Aluminium befestigt. Eine zusätzliche Fixierung mit kleinen schraubbaren Klemmen ist zusätzlich möglich, aber selten notwendig.

3.3 Bestimmung der Bestrahlungsdosis

Ein entscheidender Parameter bei der Bestrahlung ist die auf die Probe treffende Ionen-dosis. Aufgrund zeitlicher und räumlicher Schwankungen des Ionenstroms ist diese Größe schwer abzuschätzen und mit einem großen Fehler behaftet. Durch Messung der Proben-aktivierung nach der Bestrahlung gelingt es jedoch die relative Dosis abzuschätzen. Dafür

wird mit einem Germaniumdetektor ein Gammaskpektrum des bestrahlten Kristalls aufgenommen. Für die Eichung wird das metastabile ^{92m}Nb mit einer Halbwertszeit von etwa $T_{1/2} = 10$ Tagen benutzt. Es entsteht durch die Kernreaktion $^{93}\text{Nb}({}^3\text{He}, \alpha){}^{92m}\text{Nb}$ und sendet beim Übergang in den Grundzustand ^{92}Nb ein Gammaquant mit $E_\gamma = 934,44$ keV aus. Die Auswertung des Spektrums geschieht mit dem Programm MSPEC [Haa06]. Die Anzahl der mit dieser Energie registrierten Quanten wird mithilfe der Halbwertszeit und der seit der Bestrahlung verstrichenen Zeit auf die Anfangsaktivität A_0 zurückgerechnet und auf die bestrahlte Fläche F normiert.

$$A_0 = \frac{\ln 2}{T_{1/2}} \cdot N(t) \cdot \exp\left(t \cdot \frac{\ln 2}{T_{1/2}}\right) \quad (3.1)$$

Während diese zu Beginn verwendete Messmethode innerhalb ein und derselben Strahlzeit relativ gut vergleichbare Ergebnisse liefert, erweist sie sich dennoch als zu ungenau und erschwert die Reproduktion von Bestrahlungsbedingungen, insbesondere über verschiedene Strahlzeiten hinweg. Deshalb werden alle verwendeten Aufbauten mit einem sogenannten Cup ausgerüstet, der es ermöglicht während der Strahlzeit in Echtzeit den durch die Probe transmittierten Strahlstrom zu messen. Als Cup bezeichnet man dabei einen elektrisch kontaktierten Strahlstopper, der den gesamten Ionenstrom absorbiert. Dafür wird bei den hier verwendeten Aufbauten der Aluminiumprobenhalter verwendet, auf dem die Probe klebt. Da fast alle Ionen den Kristall auch wieder verlassen (vgl. Abb. 2.3) entspricht diese Messung sehr genau dem tatsächlich auf die Probe treffenden Ionenstrom.

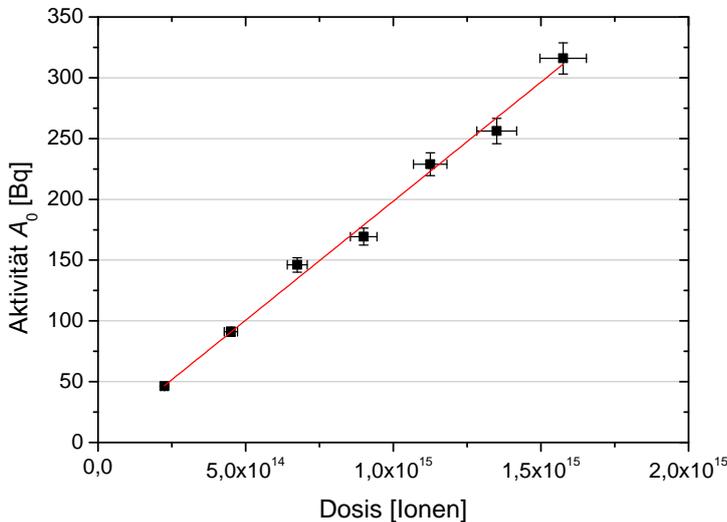


Abb. 3.2: Die gemessene Aktivität der Proben aufgetragen gegen die mit der Cupstrommessung direkt ermittelte Ionendosis. Alle Proben wurden in derselben Strahlzeit bestrahlt. Die Punkte repräsentieren Messdaten und die Gerade ist eine lineare Anpassung an die Daten.

Der so gemessene Ionenstrom ermöglicht einerseits eine Optimierung der Strahlposition und andererseits eine direkte Messung der Dosis. Dazu wird der Strom mit einem Pikoamperemeter gemessen und mithilfe eines PCs aufgenommen und integriert. Die Angabe erfolgt in nAh bzw. nach Umrechnung als Gesamtanzahl der Ionen.

Abbildung 3.2 setzt die Aktivität der bestrahlten Kristalle in Beziehung mit der über die Cupstrommessung ermittelten Dosis. Wie zu erkennen ist, folgt der Zusammenhang

innerhalb einer Strahlzeit sehr genau einem linearen Verlauf. Der Hauptvorteil der Cupstrommessung liegt in der unmittelbaren Kontrolle des Ionenstroms während der Bestrahlung und einer dadurch erhöhten Reproduzierbarkeit der Bestrahlungsergebnisse. Darüber hinaus entfällt die Messung des Gammaspektrums, sowie dessen Auswertung.

Der Fehler bei der Dosisbestimmung resultiert hauptsächlich aus der Unsicherheit bei der Stromintegration zu insgesamt etwa 5 %. Bei Normierung auf die Strahlfleckgröße spielt auch die Unsicherheit von $\pm 1 \text{ mm}^2$ bei Bestimmung derselben aus dem Bestrahlungsbild eine Rolle.

4 Brechungsindexänderungen in bestrahltem Lithiumniobat

In diesem Abschnitt werden die von der Bestrahlung hervorgerufenen Veränderungen des Brechungsindex näher untersucht. Von besonderem Interesse ist dabei die Abhängigkeit von Parametern wie Ionendosis und Bestrahlungsrichtung sowie die zeitliche und thermische Stabilität.

4.1 Experimentelle Techniken

4.1.1 Automatischer Probenwechsler

Um mehrere Kristalle während einer Strahlzeit bestrahlen zu können, wird ein Aufbau (siehe Abb. 4.1) benutzt, bei dem die Proben auf einem drehbaren Teller befestigt sind. Der bis zu 8 Proben fassende Teller aus Aluminium wird über ein Schneckenradgetriebe und eine Welle von einem Schrittmotor angetrieben, der außerhalb der Vakuumkammer am Strahlplatz 8 sitzt (vgl. Abb. 3.1). Vor dem Teller befindet sich eine Abschirmung aus Graphit, die mit einer Blende versehen ist. Im Rahmen dieser Arbeit wird eine kreisförmige Blende mit 4 mm Durchmesser verwendet. Der Ionenstrahl wird durch diese Blende hindurch auf die jeweils hinter der Blende liegende Probe fokussiert. Seine Lage kann hierbei durch zwei rechts und links isoliert aufgebraachte Graphitbacken sowie den bereits in Kapitel 3.3 erwähnten Cup kontrolliert werden. Dieser besteht hier aus dem Teller, der elektrisch, aber nicht thermisch, isoliert an der Welle befestigt und mit einem Kabel kontaktiert ist. Bei optimaler Strahllage sollte der gemessene Ionenstrom dabei symmetrisch auf beide Backen verteilt und auf dem Cup maximal sein.

Während der Strahlzeit kann der Schrittmotor mittels eines LabVIEW-Programms zeitgesteuert oder bei Erreichen einer bestimmten Dosis auf dem jeweiligen Kristall automatisch den Teller weiterdrehen und somit den nächsten Kristall hinter die Blende und in den Strahl bringen.

4.1.2 Interferometrische Messung des Brechungsindex

Nach der Bestrahlung von Lithiumniobat mit schnellen, leichten Ionen treten Änderungen des Brechungsindex und der Probendicke auf [And04]. Das Verfahren zur Messung dieser

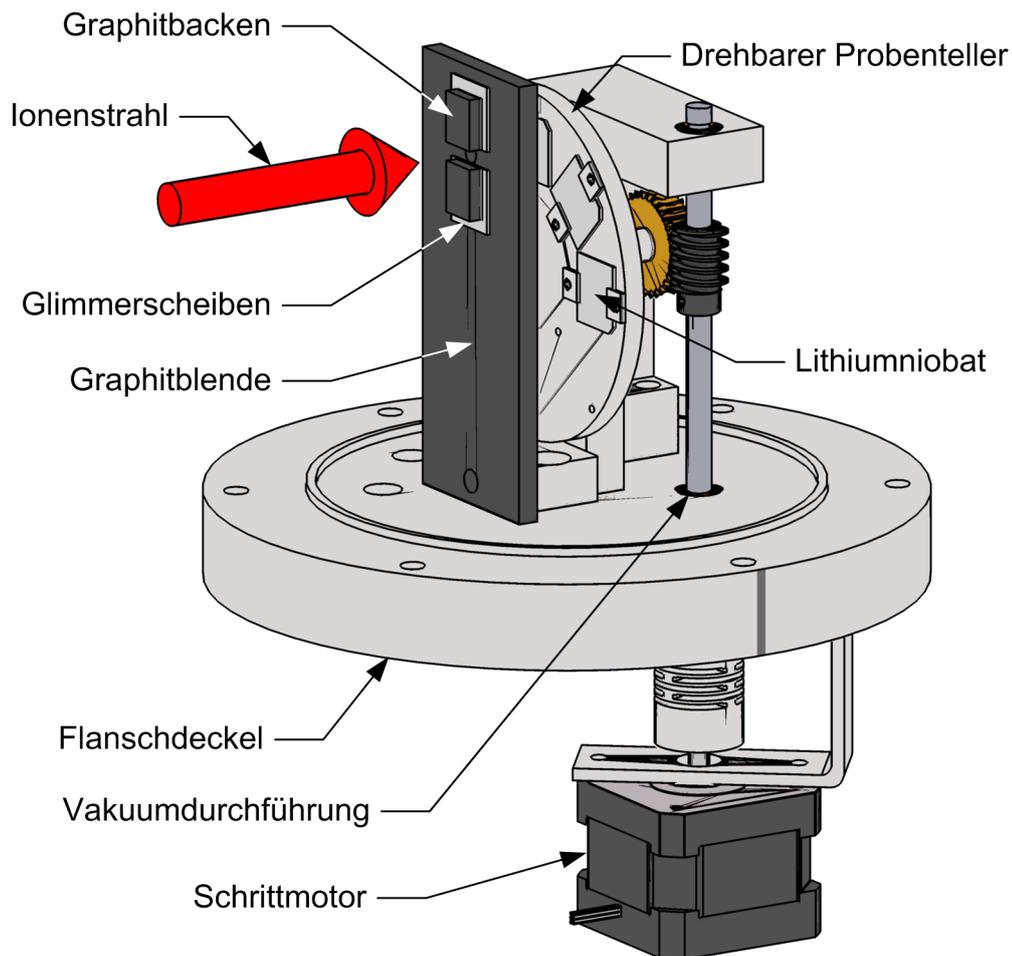


Abb. 4.1: Skizze des Aufbaus zur Bestrahlung mehrerer Kristalle. Ein drehbarer Probesteller wird über ein Getriebe von einem außerhalb der Vakuumkammer sitzenden Schrittmotor angetrieben. Der Ionenstrahl trifft durch eine Graphitblende hindurch auf den jeweils dahinter liegenden Kristall. Zwei Graphitbacken ermöglichen eine Kontrolle der Strahllage.

Modifikationen wird in diesem Abschnitt erläutert.

Tritt Licht der Wellenlänge λ durch ein Medium hindurch, so hängt die Phase Φ von der im Medium zurückgelegten Strecke d und dem Brechungsindex n ab:

$$\Phi = \frac{2\pi}{\lambda} nd \quad (4.1)$$

Eine lokale Veränderung des Brechungsindex oder der Probendicke führt somit direkt zu einer Änderung der Phase des austretenden Lichts. Die Abbildung 4.2 illustriert die Beiträge der Brechungsindexänderung $\Delta n(x, y)$ und der Dickenänderung $\Delta d(x, y)$ zur Gesamtphasenänderung $\Delta\Phi(x, y)$.

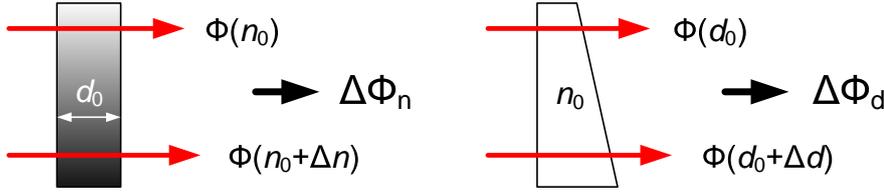


Abb. 4.2: Die lokale Gesamtphasenänderung $\Delta\Phi(x, y)$ resultiert aus den Phasenänderungen durch Brechungsindex $\Delta\Phi_n(x, y)$ und Probendicke $\Delta\Phi_d(x, y)$.

Es folgen

$$\Delta\Phi_n(x, y) = \frac{2\pi}{\lambda} d_0 \Delta n(x, y) \quad (4.2)$$

$$\Delta\Phi_d(x, y) = \frac{2\pi}{\lambda} (n_0 - n_L) \Delta d(x, y) \quad (4.3)$$

die zusammengesetzt ergeben:

$$\Delta\Phi(x, y) = \frac{2\pi}{\lambda} [d_0 \Delta n(x, y) + (n_0 - n_L) \Delta d(x, y)] \quad (4.4)$$

Hierbei ist d_0 die ursprüngliche Kristalldicke, n_0 der ursprüngliche Brechungsindex und $n_L \approx 1$ der Brechungsindex der umgebenden Luft. Es werden deshalb die Gesamtphasenänderung $\Delta\Phi$ und die Dickenänderung Δd getrennt gemessen um daraus Δn zu ermitteln.

$$\Delta n(x, y) = \frac{\lambda}{2\pi d_0} \Delta\Phi(x, y) - \frac{n_0 - n_L}{d_0} \Delta d(x, y) \quad (4.5)$$

Die Messung wird mit einem kombinierten MACH-ZEHNDER-MICHELSON-Interferometer durchgeführt, dessen Funktionsweise im Folgenden erklärt wird.

Gesamtphasenänderung

Die Gesamtphasenänderung wird mit dem MACH-ZEHNDER-Interferometer aus Abbildung 4.3 bestimmt. Der aufgeweitete Strahl eines HeNe-Lasers ($\lambda = 633 \text{ nm}$) wird an Strahlteiler ST 1 aufgespalten, wobei der abgebeugte Signalstrahl über zwei Spiegel umgelenkt wird, bevor er durch die Probe und anschließend den Strahlteiler ST 2 tritt. Der Referenzstrahl gelangt über zwei Spiegel und durch den Strahlteiler ST 2 hindurch auf einen piezoelektrisch verstellbaren Spiegel auf einem Verschiebetisch, der zusätzlich mit einem Linearmotor verfahren werden kann. Der reflektierte Strahl wird am Strahlteiler ST 2 abgebeugt und interferiert dort mit dem von der Probe kommenden Signalstrahl. Beide Strahlen werden gemeinsam durch eine Linse und einen weiteren Spiegel ins Kameraobjektiv einer CCD-Kamera (1280x1024 Pixel, 8 Bit Intensitätsauflösung) gelenkt. Das resultierende Interferogramm kann in Echtzeit auf einem Computer betrachtet werden. Um Reflexe der Oberfläche und FABRY-PEROT-Interferenzen innerhalb der Probe zu verhindern wird die Probe über den vertikal und horizontal verdrehbaren Probentisch ein

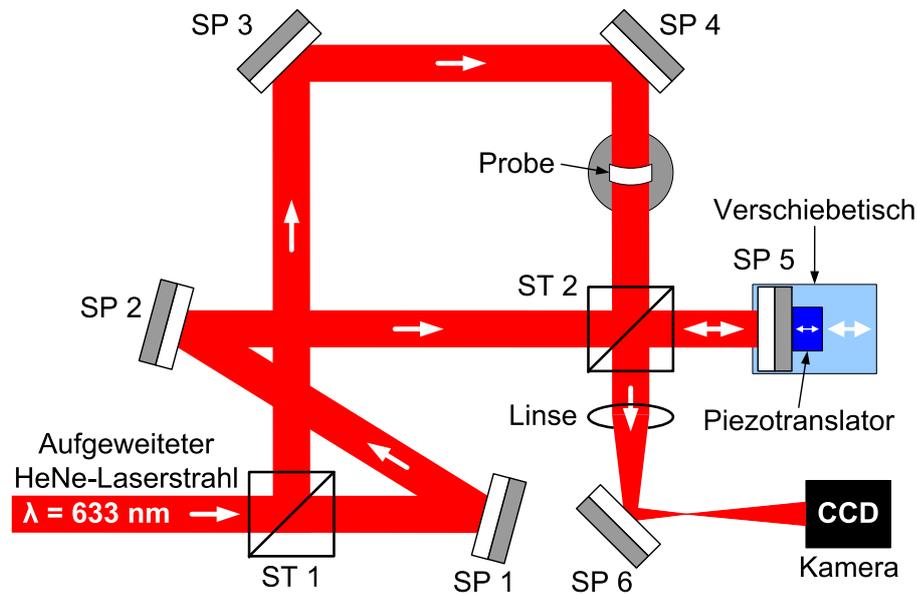


Abb. 4.3: Interferometer in MACH-ZEHNDER-Konfiguration zur Messung der Gesamtphasenänderung.

wenig verkippt. Die dadurch entstehende Versetzung des Signalstrahls ist vernachlässigbar klein. Eine Nullmessung ohne Probe wird zusätzlich durchgeführt um Justagefehler und Untergrundeffekte zu eliminieren.

Um bei x -cuts eine getrennte Messung des ordentlichen und außerordentlichen Brechungsindexes durchzuführen, ist der Laserstrahl polarisiert und die Polarisationssebene kann um 90° gedreht werden. Es werden dann jeweils eine Transmissions- und eine Nullmessung pro Polarisationsrichtung aufgenommen.

Der Abbildungsmaßstab beträgt 1:1, sodass man direkt aus den Pixeln des Kamerabildes Entfernungen im Interferogramm ermitteln kann, wobei die Pixelgröße des CCD-Sensors $18,6 \times 18,6 \mu\text{m}^2$ beträgt. Durch Veränderung der Kameraposition kann auch ein vergrößernder Maßstab von 4:1 erreicht werden.

Dickenänderung

Da die Dickenänderung nicht direkt bestimmt werden kann, wird stattdessen die Deformation der Oberflächen $\Delta\epsilon$ bestimmt. Daraus kann dann die Dickenänderung Δd errechnet werden. Um die Deformation der Oberflächen mit einem MICHELSON-Interferometer zu messen, wird der bekannte Aufbau aus Abb. 4.3 zu dem in Abb. 4.4 modifiziert. Die Abbildungsgeometrie der Probe wird dadurch beibehalten. An die Stelle des Lasers tritt nun eine LED ($\lambda = 650 \text{ nm}$) und es wird nur ein Strahlteiler genutzt. Der Strahl der LED wird an ST 2 in zwei Teilstrahlen aufgespalten. Der abgebeugte Signalstrahl trifft auf die Probenoberfläche, die als Spiegel fungiert und läuft gerade zurück durch den Strahlteiler. Der Referenzstrahl tritt durch ST 2 hindurch und wird vom Piezospiegel wieder in den Strahlteiler reflektiert, wo er in Richtung Kamera abgebeugt wird und wieder mit

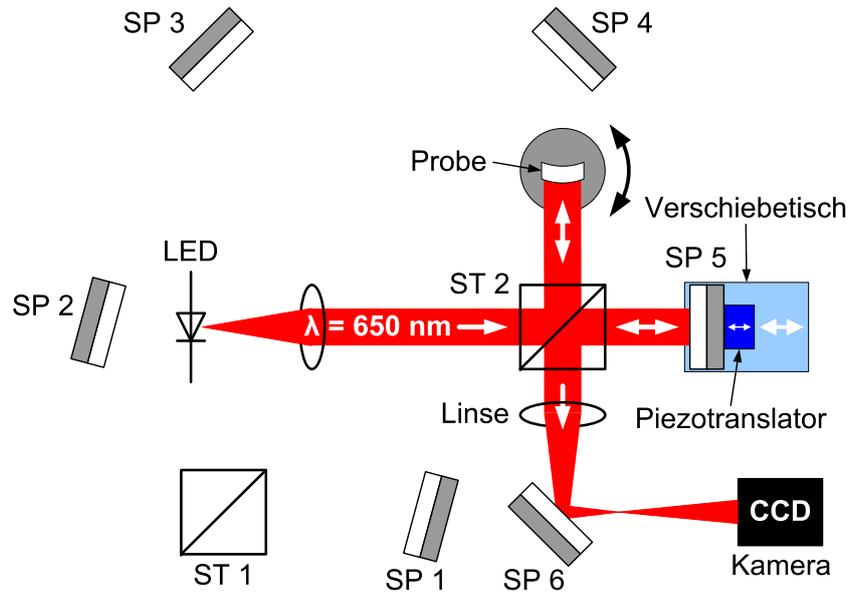


Abb. 4.4: Interferometer in MICHELSON-Konfiguration zur Messung der Oberflächen deformation. Vorder- und Rückseite werden separat gemessen und die Dickenänderung ermittelt.

dem Signalstrahl interferiert. Eine Verformung der Oberfläche $\Delta\epsilon(x, y)$ erzeugt nun im Signalstrahl eine Phasendifferenz:

$$\Delta\Phi_\epsilon(x, y) = 2 \cdot \frac{2\pi}{\lambda_{\text{LED}}} \Delta\epsilon(x, y) \quad (4.6)$$

Hierbei ist es im Gegensatz zu Aufbau 4.3 notwendig, dass die Probenoberfläche exakt senkrecht zum Strahl steht, sodass der Oberflächenreflex in sich selbst zurückgeworfen wird. Dies kann vorher mit dem Laser sichergestellt werden. Die LED wird hier verwendet, da die wesentlich kürzere Kohärenzlänge von ca. $15 \mu\text{m}$ dafür sorgt, dass nur die Vorderseite der Probe beiträgt; der von der Rückseite der Probe kommende Reflex ist nicht mehr interferenzfähig. Damit die Interferenzbedingung für die Vorderseite zunächst überhaupt erfüllt wird, muss ein exakter Weglängenabgleich stattfinden, indem man den Piezospiegel mittels des Verschiebetischs entsprechend verfährt.

Um die Deformation der Rückseite zu bestimmen wird die Probe um 180° gedreht und die Messung wiederholt. Unter Berücksichtigung der Vorzeichen und der Seitenvertauschung lässt sich dann aus den Deformationen der Vorder- und Rückseite die Dickenänderung Δd bestimmen. Eine Voraussetzung ist hierbei, dass die beiden Oberflächen ansonsten hinreichend planparallel sind, was für die hier benutzten Proben aus in optischer Qualität polierten Wafern erfüllt ist.

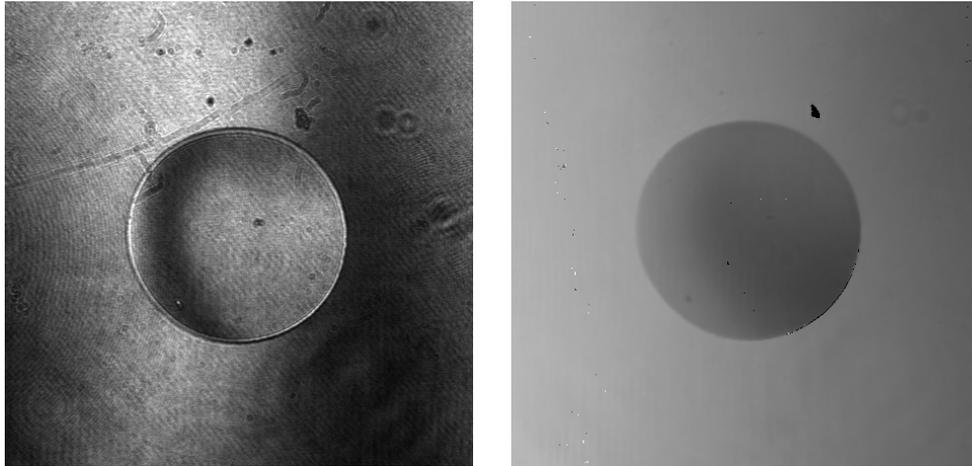


Abb. 4.5: Transmissionsinterferogramm (links) und aus diesem und 2 weiteren mit FRAN NT [Jud02] verstetigtes Phasenbild (rechts). Es wird jeweils nur ein Ausschnitt der Probe gezeigt.

Phasenbestimmung aus den Interferenzbildern

Bei beiden Verfahren erfolgt die eigentliche Messung der jeweiligen Phasenänderung durch das Verschieben des Piezospiegels, wodurch sich die Phase zwischen Referenz- und Signalstrahl um den Phasenwinkel θ verändern lässt. Dafür wird die am Piezoversteller anliegende Spannung schrittweise von 70 V bis 80 V variiert und jedesmal mit dem PC ein Interferogramm aufgenommen. Man benötigt drei dieser Bilder, zwischen denen jeweils der Phasenwinkel θ Abstand besteht. Dann gilt für deren Intensitäten $I_i(x, y)$:

$$\begin{aligned} I_1 &= a + b \cdot \cos(\Delta\Phi); \\ I_2 &= a + b \cdot \cos(\Delta\Phi + \theta); \\ I_3 &= a + b \cdot \cos(\Delta\Phi + 2\theta). \end{aligned} \quad (4.7)$$

Hierbei bezeichnet a die Hintergrundintensität und b die Amplitude der Interferenzstreifen. Für die Gesamtphasenänderung folgt dann [And05]:

$$\Delta\Phi = \arctan \left[\frac{(I_3 - I_1)(\cos \theta - 1) - (I_2 - I_1)(\cos 2\theta - 1)}{(I_3 - I_1) \sin \theta - (I_2 - I_1) \sin 2\theta} \right] \quad (4.8)$$

Da der Arcustangens nur Werte im Intervall $[-\frac{\pi}{2}, +\frac{\pi}{2}]$ annimmt, können Unstetigkeiten auftreten. Um das Phasenbild zu verstetigen und daraus die Phase zu bestimmen wird das Programm FRAN NT [Jud02] verwendet. Die Abbildung 4.5 zeigt ein typisches Interferogramm sowie das aus dreien solcher Bilder von FRAN verstetigte Phasenbild. Der Phasenwinkel zwischen den drei Interferogrammen hängt von der Wellenlänge ab und kann ermittelt werden, indem man den Verlauf der Intensität an einer Stelle im Interferogramm aufzeichnet, während man die Steuerspannung des Piezoverstellers variiert. Für die hier benutzten Aufbauten gilt:

$$\begin{aligned} \theta_{\text{LED}} &= 20,7^\circ \text{ pro 1 V Spannungsänderung} \\ \theta_{\text{HeNe}} &= 21,6^\circ \text{ pro 1 V Spannungsänderung} \end{aligned}$$

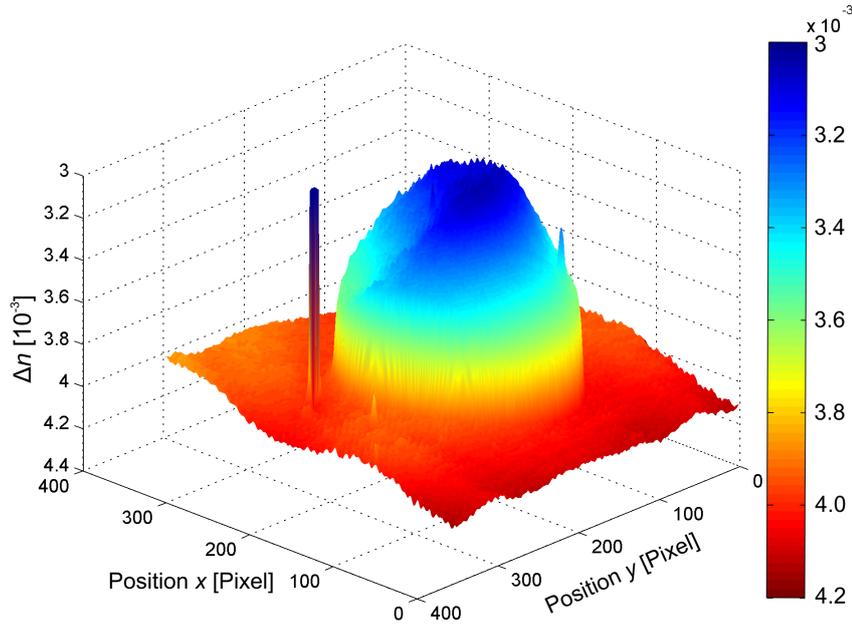


Abb. 4.6: Ausgewertetes Brechungsindexprofil mit einer deutlich erkennbaren Absenkung desselben um $\Delta n_{\max} = -1 \times 10^{-3}$ im bestrahlten Bereich. Es wurde derselbe Ausschnitt gewählt wie in Abb. 4.5. Die z -Achse ist aus Gründen der Darstellung invertiert.

Nach einem kompletten Messzyklus liegen vier verstetigte Phasenbilder vor:

- Gesamtphasenänderung bei Transmission
 - Gesamtphasenänderung der Nullmessung
 - Phasenänderung durch Reflexion an der Vorderseite
 - Phasenänderung durch Reflexion an der Rückseite
- $$\left. \begin{array}{l} \bullet \text{ Gesamtphasenänderung bei Transmission} \\ \bullet \text{ Gesamtphasenänderung der Nullmessung} \end{array} \right\} \Delta\Phi(x, y)$$
- $$\left. \begin{array}{l} \bullet \text{ Phasenänderung durch Reflexion an der Vorderseite} \\ \bullet \text{ Phasenänderung durch Reflexion an der Rückseite} \end{array} \right\} \Delta d(x, y)$$

Mit Hilfe der Software MATLAB wird nun aus diesen vier Bildern nach (4.6) $\Delta\epsilon(x, y)$ bzw. $\Delta d(x, y)$ und nach (4.5) $\Delta n(x, y)$ berechnet. Dabei ist zu beachten, dass sich nur relative Größen ermitteln lassen, da nur $\Delta\Phi$ gemessen wird und nicht Φ . Die durch die Bestrahlung hervorgerufene Gesamtbrechungsindexänderung Δn wird als Differenz zwischen dem unbestrahlten und dem bestrahlten Bereich bestimmt. Eine für diesen Zweck geschriebene MATLAB-Funktion ermittelt dafür die durch den unbestrahlten Bereich definierbare Nullebene des resultierenden $\Delta n(x, y)$. Die mittlere und maximale Abweichung von dieser Ebene im Bereich des Strahlflecks entspricht dann der mittleren bzw. maximalen Gesamtbrechungsindexänderung Δn_{mean} bzw. Δn_{\max} (vgl. Abbildung 4.6).

Fehlerabschätzung

Für die Genauigkeit der Methode spielen verschiedene Faktoren eine Rolle. Durch ungleichmäßige Ausdehnung des Piezotranslators können Phasenfehler $\delta\theta$ von bis zu 20° auftreten, deren Einfluss auf die Phasenänderungen $\Delta\Phi_\epsilon$ und $\Delta\Phi$ aber erfreulich gering

ist und mit etwa $\pm\frac{\pi}{6}$ angegeben werden kann. Zusammen mit anderen Fehlerquellen wie zum Beispiel Ungenauigkeiten in der Probendicke und Drift des Interferometers zwischen den Messungen, beträgt der Fehler für die Ermittlung der Dickenänderung nach (4.6) etwa $\delta\Delta d(x, y) = \pm 100$ nm. Als Fehler für die Brechungsindexänderung nach (4.5) folgt für 500 μm dickes LiNbO_3 etwa $\delta\Delta n = \pm 1 \times 10^{-4}$.

4.1.3 Thermische Behandlungen

Um die Stabilität der erzielten Brechungsindexänderungen in LiNbO_3 zu untersuchen, werden die Kristalle einer thermischen Behandlung (Tempern) unterzogen. Hierzu werden die Proben in einen auf die gewünschte Temperatur vorgeheizten Ofen unter Normalatmosphäre eingebracht und nach Ablauf der gewünschten Zeit instantan entfernt, sodass sie bei Raumtemperatur zügig abkühlen. Nach jedem Tempersschritt wird mit dem in Kapitel 4.1.2 beschriebenen Verfahren die Brechungsindexänderung bestimmt. Die Proben liegen während des Temperns nur am Rand auf einem Aluminiumhalter auf, sodass beide Flächen des Kristalls frei an der Luft liegen. In der Nähe der Probe befindet sich ein Thermoelement, das die Temperatur überwacht; die Schwankungen betragen maximal $\delta T = \pm 5$ °C.

Für die bei dieser Arbeit getemperten Proben, wird das Verfahren der isothermen Erholung verwendet. Es wird bei konstanter Temperatur bei jedem weiteren Tempersschritt die Zeit im Ofen erhöht.

4.2 Experimentelle Resultate

Die meisten hier betrachteten Proben haben z -cut-Geometrie, sodass nur der ordentliche Brechungsindex n_o für unsere Messmethode zugänglich ist.

Jeder im Rahmen dieser Arbeit bestrahlte Kristall wird mit der in Kapitel 4.1.2 beschriebenen Methode auf Änderungen der Dicke und des Brechungsindex hin untersucht.

4.2.1 Verfärbungen in Folge der Bestrahlung

Die Bestrahlung erzeugt im betroffenen Bereich leichte bräunliche Verfärbungen in Strahlfleckform, die je nach Dosis unterschiedlich stark ausfallen und mit der Zeit bei Raumtemperatur verblassen (vgl. [Jen08b]).

4.2.2 Abhängigkeit Δn von der Ionendosis

Um die Abhängigkeit der Brechungsindexänderungen in $\text{LiNbO}_3:\text{Mg}$ von der Ionendosis zu ermitteln, werden Kristalle bei etwa dem selben Ionenstrom für verschieden lange Zeiten bestrahlt. Die Kontrolle der Zeiten geschieht dabei mittels der Cupstrommessung, bei Erreichen der gewünschten Dosis wird der Probenwechsler weiter gedreht.

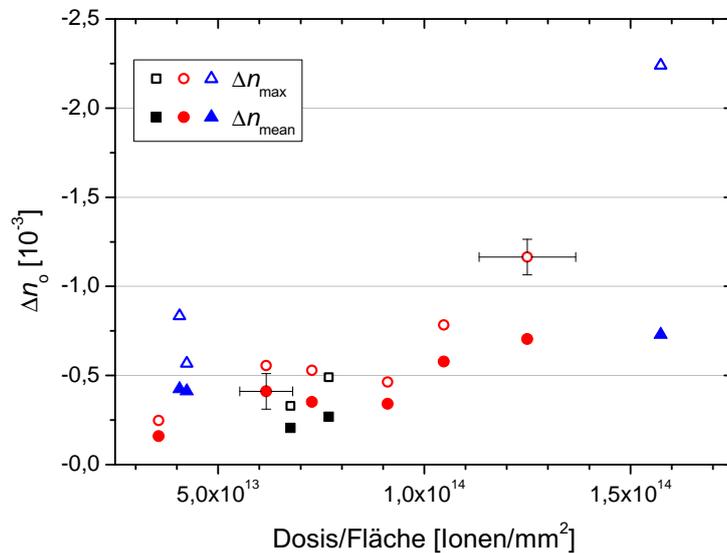


Abb. 4.7: Mittlere und maximale Brechungsindexänderung (Δn_{mean} bzw. Δn_{max}) in Abhängigkeit von der Ionendosis. Die Proben wurden mit einem mittleren Strahlstrom von etwa 100 nA unterschiedlich lang bestrahlt und stammen aus drei verschiedenen Strahlzeiten, gekennzeichnet durch verschiedene Symbole.

Abbildung 4.7 zeigt die Ergebnisse für bestrahlte z -cut Kristalle aus drei unterschiedlichen Strahlzeiten. Die Ionendosen reichen von 2×10^{13} bis $1,6 \times 10^{15}$ Ionen/ mm^2 , die mittlere Brechungsindexänderung Δn_{mean} von $0,15 \times 10^{-3}$ bis $0,75 \times 10^{-3}$ und die maximale Brechungsindexänderung Δn_{max} von $0,25 \times 10^{-3}$ bis $2,25 \times 10^{-3}$. Es ist zu erkennen, dass die Brechungsindexänderung zunächst leicht mit steigender Dosis zunimmt. Ab etwa 10^{14} Ionen/ mm^2 ist ein sprunghafter Anstiegs zu erkennen. Die maximale Änderung

Δn_{\max} nimmt dabei stärker zu, als die über den gesamten Strahlfleck gemittelte Änderung Δn_{mean} , erstere hängt allerdings auch stärker von der Strahlfokussierung ab. Die Fehler berechnen sich nach Kapitel 3.3 bzw. 4.1.2 und sind exemplarisch an zwei Punkten eingezeichnet.

4.2.3 Reproduzierbarkeit der Bestrahlungs- und Messergebnisse

Zur Überprüfung der Messgenauigkeit und der Reproduzierbarkeit der Messergebnisse, sowie zur Untersuchung des kurzzeitigen Verhaltens des Brechungsindex unmittelbar nach der Bestrahlung werden acht Kristalle während einer Strahlzeit mit jeweils einer Ionendosis von 120 nAh ($\hat{=} 1,125 \times 10^{14}$ Ionen/mm²) bestrahlt. Es folgt eine wiederholte Messung des Brechungsindex im Zeitraum zwischen 8 und 21 Tagen nach der Bestrahlung für vier der Proben. Zwei dieser Proben werden darüber hinaus zwischen den Messungen je eine, zwei und drei Minuten bei 200 °C getempert. Eine Messung innerhalb der ersten 8 Tage nach der Bestrahlung wird durch die Aktivierung der Probe durch kurzlebige Isotope verhindert.

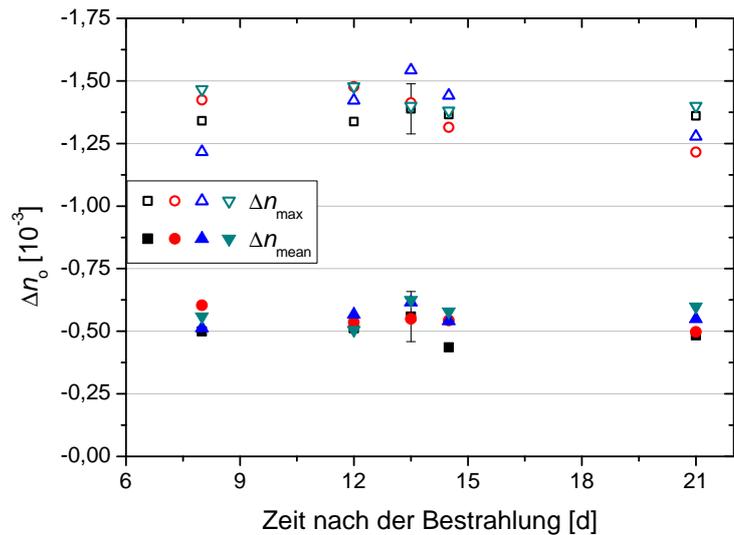


Abb. 4.8: Wiederholte Messungen der maximalen und mittleren Brechungsindexänderungen für vier unter gleichen Bedingungen bestrahlte Kristalle aufgetragen über der Zeit nach der Bestrahlung. Die mit dreieckigen Symbolen bezeichneten Proben wurden zwischen den Messungen zusätzlich kurz getempert.

In Abbildung 4.8 sind die Ergebnisse dargestellt, die dreieckigen Symbole bezeichnen dabei die getemperten Kristalle. Eine signifikante Variation der Brechungsindexänderungen ist im Rahmen der an einer Messung beispielhaft dargestellten Messfehler für keinen der vier Kristalle zu erkennen.

4.2.4 Abhängigkeit von der Bestrahlungsrichtung

Bei der Bestrahlung von z -cuts zeigt sich für die Brechungsindexänderung eine Abhängigkeit von der Bestrahlungsrichtung. Werden die Kristalle von der $+z$ Seite (antiparallel zur \vec{c} -Achse) bestrahlt fällt die Brechungsindexänderung geringer aus als bei

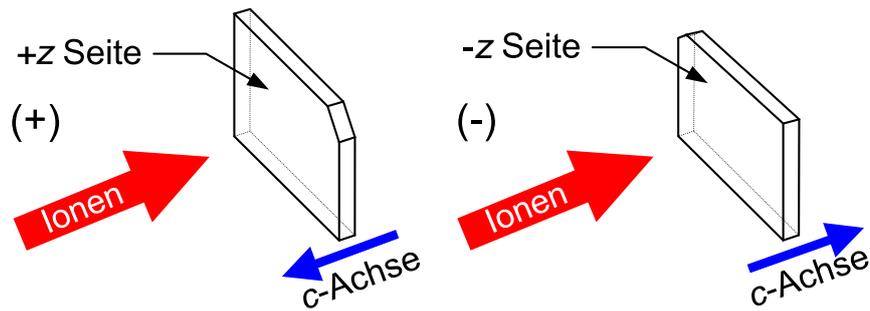


Abb. 4.9: Die Skizze illustriert die Bestrahlungsrichtung der Kristalle.

Bestrahlung von der $-z$ Seite (parallel zur \vec{c} -Achse). Die Ergebnisse für sechs mit derselben Ionendosis von 120 nAh ($\hat{=} 1,125 \times 10^{14}$ Ionen/mm²) bestrahlten Kristalle sind in Abbildung 4.10 dargestellt. Drei Proben wurden dabei von der $+z$ Seite (eckige Symbole), die anderen drei von der $-z$ Seite (runde Symbole) bestrahlt. Es ist zu erkennen, dass alle von der $(-)$ -Seite bestrahlten Proben eine um etwa 20 % geringere Brechungsindexänderung erfahren, als die von der $(+)$ -Seite bestrahlten. Bei Kristall Nummer 3 war der Ionenstrahl nicht so stark fokussiert, wie bei den anderen Proben, sodass die mittlere Brechungsindexänderung zwar den selben Wert besitzt, wie die anderen $(+)$ -Kristalle, die maximale Änderung aber geringer ausfällt. Die Messfehler sind exemplarisch für zwei Punkte eingetragen, trotz der relativ großen Fehler ist die Tendenz klar zu erkennen.

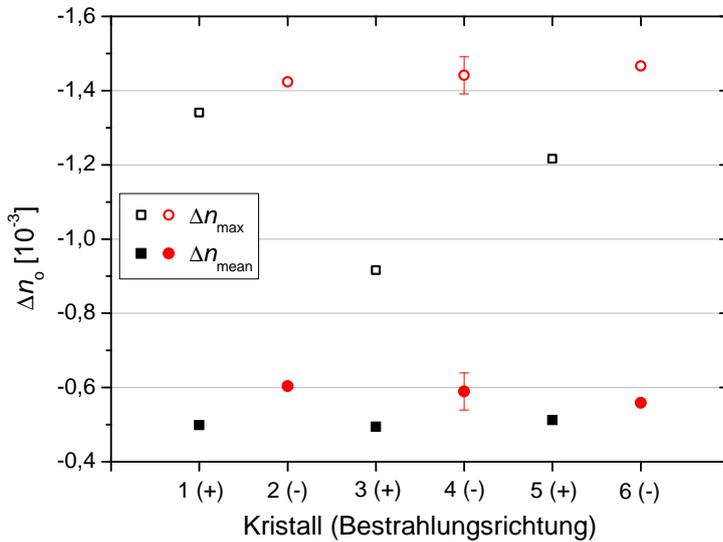


Abb. 4.10: Mittlere und maximale Brechungsindexänderung (Δn_{mean} bzw. Δn_{max}) in Abhängigkeit von der Bestrahlungsrichtung. Die Bestrahlung erfolgte mit gleicher Dosis von der $+z$ Seite (eckige Symbole) bzw. der $-z$ Seite (runde Symbole).

4.2.5 Thermische Stabilität der Modifikationen

Um die thermische Stabilität zu untersuchen, werden zwei x - und zwei z -cuts aus unterschiedlichen Strahlzeiten einer längeren Messreihe isothermer Erholung bei 200 °C unterzogen (siehe Kapitel 4.1.3). Der längste Tempersschritt beträgt 3000 Minuten und die

Gesamttemperaturdauer pro Kristall 6000 Minuten. Die Abbildungen 4.11 und 4.12 zeigen den Verlauf der Brechungsindexänderungen für die Probe LNC-105 (*z*-cut) linear und halblogarithmisch über der Gesamttemperaturdauer aufgetragen.

Abb. 4.11: Isotherme Erholung der Probe LNC-105 bei $T = 200\text{ °C}$ in linearer Darstellung. Aufgetragen ist die maximale Brechungsindexänderung Δn_{\max} über der Gesamttemperaturdauer.

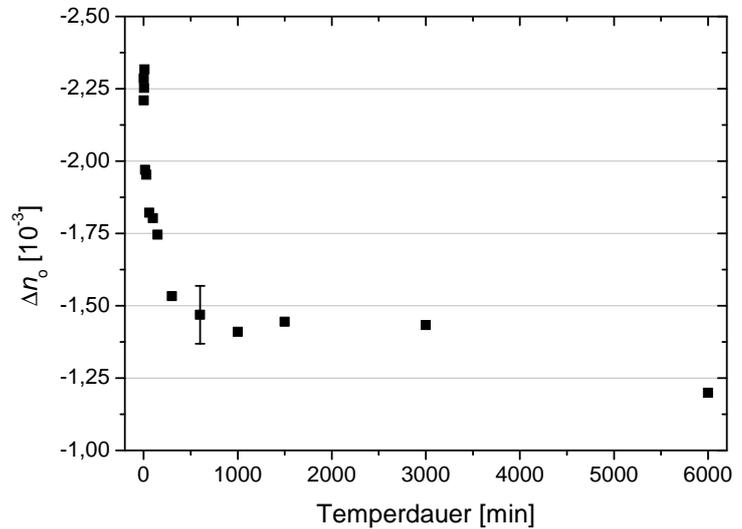
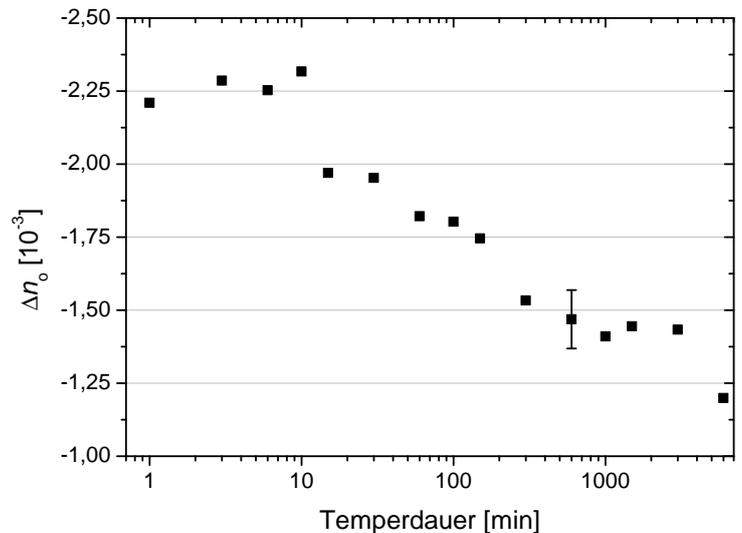


Abb. 4.12: Isotherme Erholung der Probe LNC-105 bei $T = 200\text{ °C}$ in halblogarithmischer Darstellung. Aufgetragen ist die maximale Brechungsindexänderung Δn_{\max} über der Gesamttemperaturdauer.



Es wird mit steigender Temperaturdauer eine Abnahme der strahlungsinduzierten Brechungsindexänderungen beobachtet. Der linearen Darstellung ist ein Sättigungsverhalten der Abnahme zu entnehmen, nach 6000 Minuten Temperaturdauer erreicht Δn_{\max} nur noch etwa 60% des Ursprungswerts. In der halblogarithmischen Darstellung ist ein starker Einbruch der Modifikationen für eine Temperzeit jenseits von 10 Minuten zu erkennen. Für größere Zeiten erfolgt dann nur noch eine langsame Abnahme. Andere Proben bestätigen diese Beobachtungen, wobei bei *x*-cut Geometrie die Änderungen von außerordentlichem und ordentlichem Brechungsindex gleichförmig abnehmen. Der nach 6000 Minuten Temperaturdauer erreichte Wert für Δn_{\max} liegt bei diesen Proben aus undotiertem Lithiumniobat

aber noch bei etwa 80 % des Ursprungswerts, der Zerfall der Brechungsindexmodifikation erfolgt also langsamer.

Der Verlauf für die ebenfalls ermittelte mittlere Brechungsindexänderung Δn_{mean} ist qualitativ identisch und bietet keine weiteren Informationen.

4.2.6 Langzeitverhalten der Brechungsindexänderung

Um festzustellen wie stabil die Brechungsindexänderungen bei Raumtemperatur über lange Zeiträume sind, wurde von ZAMANI-MEYMIAN die Probe LNHEP32 bei einem Strahlstrom von ca. 500 nA am Hochstromplatz (siehe Abb. 3.1, H) für 4 Minuten bestrahlt [ZM10]. Anschließend wurde die Probe bei Raumtemperatur und Tageslicht gelagert und über einen langen Zeitraum wiederholt der Brechungsindex vermessen. Diese Messungen werden im Rahmen dieser Arbeit fortgeführt.

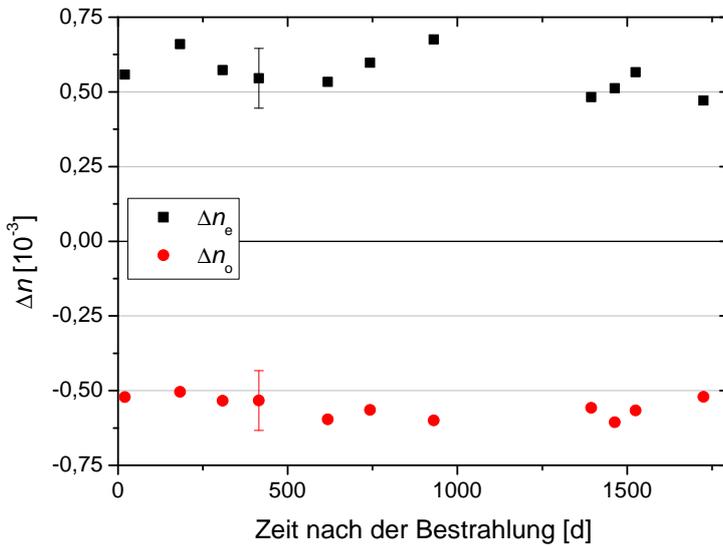


Abb. 4.13: Zeitliche Entwicklung der Brechungsindexänderung in der Probe LNHEP32. Aufgetragen ist die außerordentliche Δn_e und ordentliche Brechungsindexänderung Δn_o über der nach der Bestrahlung vergangenen Zeit.

Die Abbildung 4.13 zeigt die Änderung des ordentlichen und außerordentlichen Brechungsindex der Probe zu verschiedenen Zeitpunkten nach der Bestrahlung. Die letzte Messung erfolgte nach 1725 Tagen, also mehr als viereinhalb Jahre nach der Bestrahlung. Eine signifikante Veränderung der Brechungsindexmodifikationen ist im Rahmen der Fehlergrenzen über den gesamten Zeitraum nicht zu erkennen.

4.3 Diskussion

4.3.1 Dosisabhängigkeit

Durch Bestrahlung mit schnellen, leichten Ionen können auch in magnesiumdotiertem Lithiumniobat große Brechungsindexänderungen hervorgerufen werden. Die hier erzielten Resultate bestätigen damit frühere Messungen [Jen08a]. Der ordentliche Brechungsindex Δn_o wird dabei abgesenkt, der außerordentliche Δn_e wird erhöht. Die Änderungen sind dabei betragsmäßig etwa gleich. Die Dosisabhängigkeit (Abb. 4.7) zeigt dabei ein nichtlineares Verhalten, eine Sättigung wurde auch bei noch höheren Ionendosen bisher nicht erreicht [Jen08b]. Bei geringen Ionendosen ist die Abhängigkeit der Brechungsindexänderung von der Ionendosis nur gering, oberhalb einer Ionendosis von 10^{14} Ionen/mm² nimmt Δn mit steigender Ionendosis stark zu. Dies könnte das Zeichen für mehrstufige Prozesse sein, bei denen bereits geschädigte Kristallregionen erneut von Ionen getroffen werden. Bei nicht Mg-dotierten Kristallen wird ein analoges Verhalten beobachtet [Pei06a].

4.3.2 Stabilität

Die erzielten Modifikationen sind wesentlich langzeitstabiler (vgl. Abb. 4.13) und vom Betrag her größer als die durch photorefraktive Methoden erreichbaren Änderungen [Bus97], die darüberhinaus nur in nicht Mg-dotiertem Lithiumniobat angewandt werden können. Die durch Ionenbestrahlung erreichten Brechungsindexänderungen lassen sich gut reproduzieren (vgl. Abb. 4.8).

Die Betrachtung der isothermen Erholung bei 200 °C für undotierte x -cuts und mit Magnesium dotierte z -cuts fördert einen exponentiellen Abfall mit anscheinend mehreren Zeitkonstanten zutage (vgl. auch [ZM10]). Die entstehende Stufe bei etwa 10 Minuten Temperdauer ist experimentell begründet. Die Temperschritte bis einschließlich 4 Minuten Einzeltemperdauer sind schlicht zu kurz um den Kristall für ausreichend lange Zeit auf eine genügend hohe Temperatur zu bringen.

Der Vergleich mit undotiertem Material zeigt einen schnelleren Zerfall der Änderungen in dotierten Kristallen, aber mit qualitativ gleichem Verlauf. Nach 6000 Minuten Temperdauer sind bei undotierten Kristallen noch etwa 80 % des Ausgangswertes enthalten, bei Mg-dotierten nur noch unter 60 %. Der Grund kann dabei an den unterschiedlichen im Kristall vorliegenden Defekt- bzw. Leerstellenarten liegen (vgl. Abschnitt 2.1.3).

4.3.3 Richtungsabhängigkeit

Bei Bestrahlung der Kristalle von verschiedenen Seiten fällt eine deutliche Richtungsabhängigkeit auf. Proben die mit der \vec{c} -Achse bestrahlt wurden, weisen bei gleicher Ionendosis eine höhere Brechungsindexänderung auf als bei Bestrahlung gegen die \vec{c} -Achse.

Trotz der relativ großen Abhängigkeit der maximalen Änderung von der Strahlfokussierung ist die Tendenz deutlich zu erkennen, insbesondere da ebenso die vom Fokus unabhängige mittlere Δn_{mean} -Änderung dieses Verhalten zeigt.

Neben der Brechungsindexänderung wird auch bei der Leitfähigkeitsänderung eine derartige Asymmetrie beobachtet [Jen10].

Betrachtet man die Kristallstruktur von Lithiumniobat in Abbildung 4.14 kann man sich die entstehende Vorwärts-Rückwärts-Anisotropie der Modifikationen qualitativ plausibel machen. Bisherige Beobachtungen [ZM09] legen als Ursache für die Änderungen unter anderem elastische Treffer mit Niobkernen nahe (vgl. Abschnitt 2.2). Lithium- und Niobkerne sind entlang der \vec{c} -Achse aus ihren symmetrischen Position verschoben, die Abstände Li-Nb und Nb-Li sind dabei nicht gleich. Schaut man in Richtung der \vec{c} -Achse, so ist das nächste Li-Ion weiter vom Niobkern entfernt (3,922 Å [Wei85]) als bei Blickrichtung entgegen der \vec{c} -Achse (3,010 Å, siehe Abb. 4.14). Bei Beschuss mit schnellen Ionen in Richtung der \vec{c} -Achse dürfte die Verlagerungsenergie der Niobkerne also geringer sein, als bei Bestrahlung entgegen der \vec{c} -Achse.

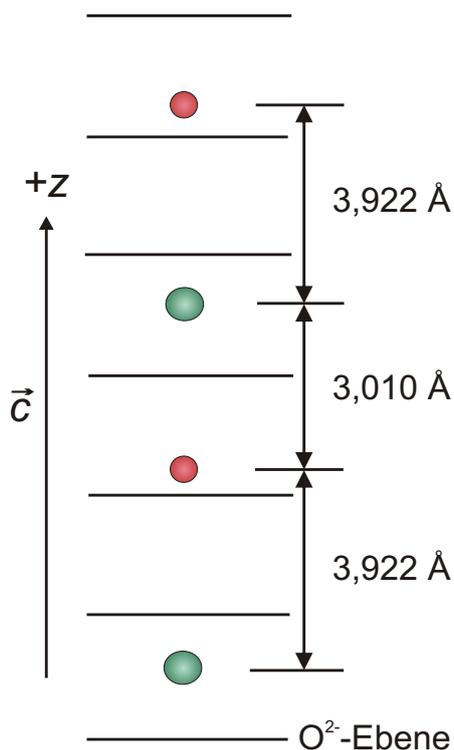


Abb. 4.14: Abstände der Niob- und Lithiumkerne im LiNbO_3 -Kristall (nach [Wei85]). Die Sauerstoffebenen sind dabei nur durch Striche angedeutet. Es ist die Asymmetrie der Abstände entlang der \vec{c} -Achse zu erkennen.

5 Strukturierung von Lithiumniobat

In diesem Abschnitt wird das Ziel verfolgt, gitterartige Brechungsindex-Strukturen mit einigen Mikrometern Periodenlänge durch schrittweises, periodisches Bestrahlen eines Lithiumniobat-Kristalls mit Hilfe einer Blende zu erstellen.

5.1 Experimentelle Techniken

Um ein Brechungsindex-Gitter in den Kristall einzuschreiben wird der Strahl durch einen schmalen Schlitz geschickt und der zu bestrahlende Kristall dahinter mittels eines Feinverstelltisches verschoben. Auf diese Weise werden nacheinander mehrere Abbilder des Schlitzes erzeugt, die dann ein Gitter bilden.

5.1.1 Strahlplatz

Die Bestrahlungen finden ebenfalls am Strahlplatz 8 mit ^3He -Ionen bei einer Energie von 40 MeV statt (vgl. Abb. 3.1). Um einen möglichst parallelen Strahl am Probenort zu erreichen, wird das letzte Quadrupoltriplett sowie der letzte Steuermagnet nicht genutzt. Die letzte strahlformende Komponente ist dadurch mehr als 8 m vom Strahlplatz entfernt.

5.1.2 Herstellung des Tantalschlitzes

Da eine Gitterperiode von nur wenigen μm erreicht werden soll, ist die Herstellung des Schlitzes nicht einfach. Als Material wird Tantal verwendet. Tantal lässt sich noch relativ gut verarbeiten, ist sehr temperaturbeständig und für hochenergetische Heliumionen stark absorbierend, sodass eine Materialstärke von 300 μm ausreicht, die Ionen vollständig zu stoppen. Ferner wird es nur relativ schwach aktiviert.

Zur Herstellung der Blende werden zwei 300 μm dicke und 3 mm breite Tantalplättchen auf einen $10 \times 30 \text{ mm}^2$ messenden Träger aus 900 μm starkem Tantal geklebt. Eine 150 μm tiefe und 4 mm breite Nut verhindert seitliches Verrutschen. Dort, wo die Kanten der Plättchen zusammenstoßen, befindet sich eine Bohrung mit 4 mm Durchmesser durch die Trägerplatte (siehe Abb. 5.1). Für die Positionierung der Plättchen, die den Schlitz bilden, werden dabei zwei Methoden verwendet. Es wird zunächst immer eine der beiden Seiten mit wärme- und vakuumbeständigem 2-Komponentenkleber befestigt. Bei Methode 1 wird

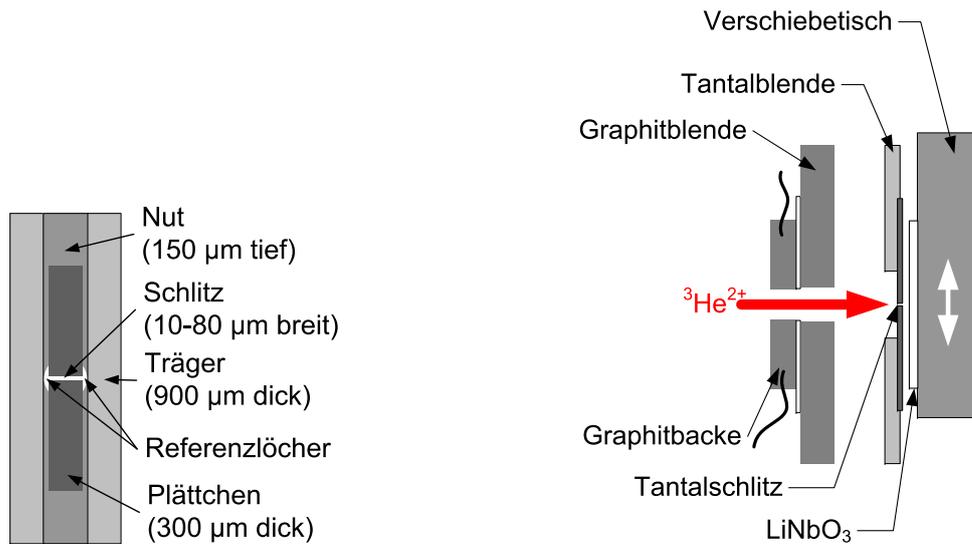


Abb. 5.1: Für Schlitzbestrahlung verwendete Tantalblende (links) und Aufbau zur Erzeugung periodischer Strukturen im Schnitt (rechts).

nach dem Aushärten des Klebers das zweite Tantalplättchen unter dem Mikroskop in die gewünschte Position gebracht und fixiert. Für Methode 2 wird eine Aluminiumfolie mit einer Dicke, die der gewünschten Spaltbreite entspricht, zwischen die beiden Backen gebracht und die lockere Backe mit Kleber versehen und soweit wie möglich an die bereits fixierte herangeschoben. Nach dem Aushärten der zweiten Backe wird die Folie nun wieder entfernt.

Im Rahmen dieser Arbeit werden Blenden mit 12 µm (hergestellt mit Methode 1) sowie mit 20 µm und 80 µm (hergestellt mit Methode 2) verwendet.

5.1.3 Aufbau

Der rechte Teil von Abbildung 5.1 zeigt den verwendeten Aufbau im Schnitt. Wie beim Aufbau in Abbildung 4.1 befindet sich eine Graphitblende vor dem Tantschlitz, die eine unnötige Aktivierung des Tants verhindert. Die Öffnung der Blende beträgt etwa $2 \times 3 \text{ mm}^2$. Oberhalb und unterhalb befinden sich wieder zwei mit Glimmer isoliert angebrachte Graphitbacken, mit deren Hilfe die Strahllage kontrolliert werden kann.

Es folgt der eigentliche Schlitz aus Tantal und dahinter der mit Wärmeleitpaste auf einen Probenhalter aus Aluminium geklebte Kristall. Der Abstand zwischen der Tantalblende und dem Kristall beträgt dabei etwa 0,1 mm um eine Aufstreuung des durch den Schlitz hindurchtretenden Ionenstrahls zu minimieren.

Der Probenhalter ist auf einem Verschiebetisch angebracht und kann mit einem Schrittmotor, gesteuert durch das bereits erwähnte LabVIEW-Programm, zeit- oder dosisabhängig vertikal zum Schlitz verfahren werden. Eine Drehung des Schrittmotors um 16 Schritte entspricht dabei einem Verschiebeweg von 1 µm. Um ein Tastverhältnis von 1:1 zu erreichen, muss der Kristall jedesmal um die doppelte Schlitzbreite verfahren werden.

5.1.4 Justierung

Betrachtet man das Aspektverhältnis des Schlitzes mit einer Breite von einigen $10\ \mu\text{m}$ und einer Tiefe von $300\ \mu\text{m}$ wird deutlich, dass der Ionenstrahl absolut senkrecht auf die Blende auftreffen muss. Eine geringe Winkelabweichung würde bereits das ungehinderte Durchfliegen der Ionen unterbinden.

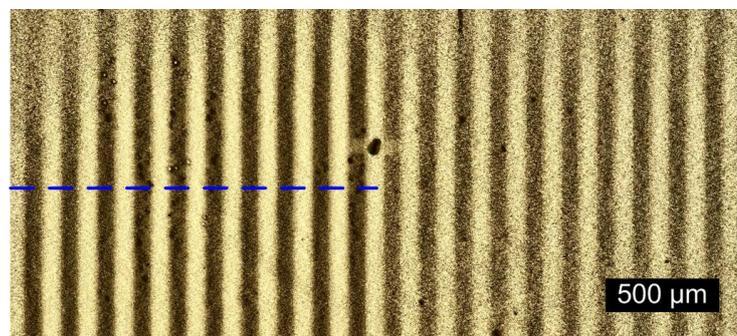
Zu diesem Zweck befindet sich hinter der Strahlkammer ein Laser, dessen Strahlage auf die Strahlführung des Zyklotrons abgestimmt ist. Er wird von einem auf der Rückseite des Verschiebetisches angebrachten Reflektor in sich selbst reflektiert, sobald der Verschiebetisch und damit der auf diesem befestigte Kristall senkrecht zum Strahl stehen. Es wird dabei angenommen, dass die Tantalblende und der Kristall dabei hinreichend planparallel sind. An dieser Stelle wird auch der Grund für einen möglichst parallelen Ionenstrahl deutlich. Ein am Ort des Schlitzes fokussierter Strahl würde diesen nicht ungestreut bzw. sogar überhaupt nicht durchstrahlen.

5.2 Experimentelle Resultate

Es werden fünf Gitterbestrahlungen mit dem beschriebenen Aufbau durchgeführt und die Kristalle anschließend mit dem Lichtmikroskop betrachtet und interferometrisch ausgewertet. Verschiedene Schlitzbreiten, Tastverhältnisse (Verhältnis [bestrahlter Bereich]/[unbestrahlter Bereich]) und Ionendosen pro Schritt werden verwendet.

5.2.1 Betrachtung mit dem Lichtmikroskop

Abb. 5.2: Ausschnitt von Probe G-6 unter dem Mikroskop. Zur besseren Sichtbarkeit wurde das Bild mit einem Grafikfilter bearbeitet, der mit einem Schwellwert arbeitet und die Kontraste verstärkt. Die bestrahlten Bereiche erscheinen dunkel. Auf der linken Seite wurden 10 Schritte mit $100\ \text{nA}$ Strahlstrom je 20 Minuten lang bestrahlt, auf der rechten Seite 10 Schritte nur je 10 Minuten. Entlang der blauen Linie findet eine genauere Auswertung des Brechungsindex statt (siehe Abb. 5.3).



Bei der Betrachtung mit dem Lichtmikroskop kann durch die nach der Bestrahlung entstehende Verfärbung bei den meisten Proben eine Gitterstruktur im bestrahlten Bereich eindeutig festgestellt werden. Die Abbildung 5.2 zeigt einen Ausschnitt der Probe G-6

unter dem Mikroskop. Zur besseren Sichtbarkeit wurde das Bild mit einem Grafikfilter bearbeitet, der mit einem Schwellwert arbeitet und die Kontraste verstärkt. Die bestrahlten Bereiche erscheinen dunkel. Es ist deutlich die bei Probe G-6 verwendete Periode von $160\ \mu\text{m}$ zu erkennen, die bestrahlten Bereiche sind $80\ \mu\text{m}$ breit. Auf der linken Seite wurden 10 Schritte mit $100\ \text{nA}$ Strahlstrom je 20 Minuten lang bestrahlt, auf der rechten Seite 10 Schritte nur je 10 Minuten, die verringerte Stärke der Bestrahlung ist zu sehen. Eine genaue Aussage über die Ionendosis kann nicht getroffen werden, da diese Bestrahlung noch ohne Cupmessung stattfand und so der Stromverlust durch die Tantalblende nur schwer abgeschätzt werden kann.

5.2.2 Interferometrische Auswertung

Die bestrahlten Gitter werden ebenfalls auf Brechungsindexänderungen hin untersucht. Aufgrund der Kleinheit der erwarteten Struktur wurde dabei der vergrößernde Maßstab von 4:1 beim Interferometeraufbau aus Kapitel 4.1.2 verwendet. Abbildung 5.3 zeigt einen Schnitt der Brechungsindexänderung in Probe G-6 entlang der blauen Linie in Abbildung 5.2. Die Brechungsindexänderung erreicht maximal etwa $0,8 \times 10^{-3}$ und liegt in der erwarteten Periode von $160\ \mu\text{m}$ vor.

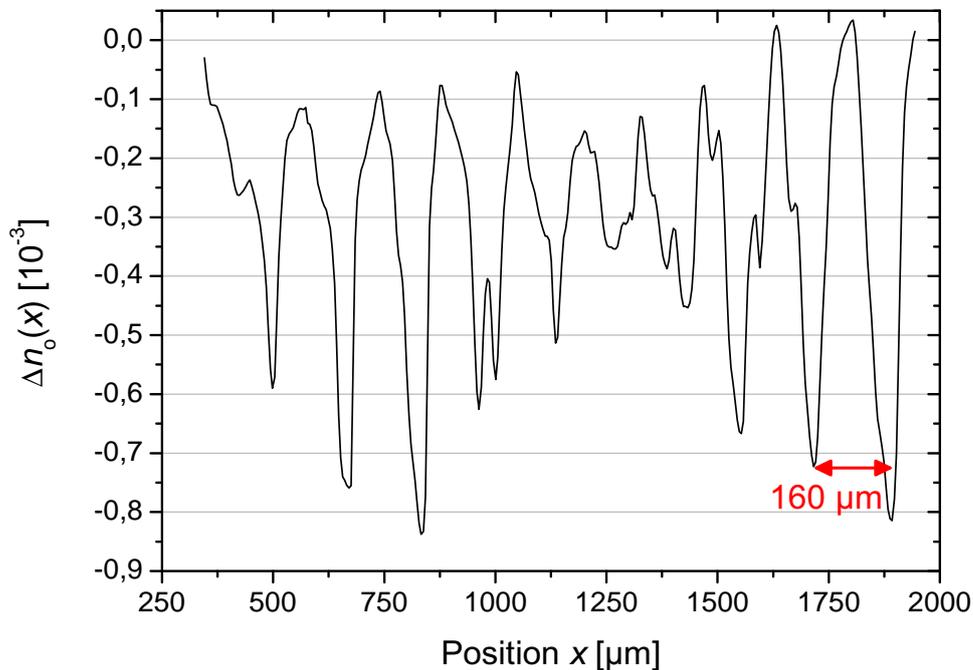


Abb. 5.3: Schnitt der Brechungsindexänderung von Probe G-6 entlang der blauen Linie in Abbildung 5.2. Es ist deutlich das durch die Bestrahlung hervorgerufene periodische Δn zu sehen.

5.3 Diskussion

Mithilfe der periodischen Bestrahlung können erfolgreich Brechungsindexgitter hergestellt werden. Die Änderungen erreichen dabei $0,8 \times 10^{-3}$. Durch die Verwendung verschiedener Tastverhältnisse konnte anhand der Verfärbung nachgeprüft werden, dass der bestrahlte Bereich der Schlitzbreite entspricht. Inwieweit die Periodizität sich durch die gesamte Kristalldicke erstreckt, ist allerdings noch zu klären.

Die in Abbildung 5.3 beobachteten Schwankungen in der periodischen Brechungsindexänderung können die Folge von Intensitätsschwankungen während der Bestrahlung sein. Die einzelnen Schritte der Bestrahlung bei Probe G-6 wurden mit einer bestimmten Zeitdauer durchgeführt, sodass mittelfristige Abnahmen des Ionenstroms sich in geringerem Brechungsindex bei den entsprechenden Schritten widerspiegeln. Eine direkte Messung der Dosis mittels der Cupstrommessung behebt dieses Problem allerdings, sodass der Kristall dann entsprechend gleichmäßiger bestrahlt wird.

6 Herstellung eines fokussierten He-Mikrostrahls

Es hat sich während dieser Arbeit und auch in der Vergangenheit als schwierig erwiesen Strukturen von wenigen Mikrometern Größe in Lithiumniobat-Kristalle einzustrahlen. Versuche mittels der Schlitzverschiebung (siehe Kapitel 5 und [Jen08b, Hat07]) oder durch einen aus Aluminium und Tantal hergestellten Folienstapel, der abwechselnd Ionen transmittiert bzw. absorbiert [Hau06] eine derartige Bestrahlung zu erzielen, führten bisher noch nicht zu zufriedenstellenden Ergebnissen.

In diesem Teil der Arbeit wird daher noch ein weiterer Ansatz verfolgt, um eine strukturierte Brechungsindexmodulation in Lithiumniobat zu erzielen. Dabei wird ausgenutzt, dass sich mit einem Ionenstrahl durch strahlformende Elemente analog zur Optik auch eine verkleinernde Abbildung erreichen lässt.

6.1 Ionenoptik

An Stelle von Spiegeln oder Linsen in der Optik treten zur Strahlführung von Ionen magnetische und elektrische Felder. Am Bonner Isochron-Zyklotron (Abb. 3.1) kommen in der Strahlführung dafür Dipolmagnete als Ablenkmagnete sowie magnetische Quadrupoltripletts und -doublets als fokussierende Elemente zum Einsatz. Horizontale und vertikale Schlitzblenden ermöglichen in Kombination mit Ablenkmagneten eine Beschränkung des Phasenraums und damit eine Erhöhung der Energieauflösung [Hin08].

6.1.1 Quadrupol-Magnete

Ein Quadrupolmagnet besteht aus einem Eisenjoch und vier annähernd hyperbolisch geformten Polschuhen, um die meist wassergekühlte Erregerspulen aus Kupfer gewickelt sind (siehe Abb. 6.1). Der magnetische Feldgradient bewirkt dabei in einer Ebene eine Fokussierung des Ionenstrahls, in der dazu senkrechten eine Defokussierung. Man führt zur Beschreibung des magnetischen Feldes innerhalb eines Quadrupols die effektive Länge

L_{eff} sowie den Feldgradienten g ein:

$$g = \frac{\partial B_y}{\partial x} = \frac{\partial B_x}{\partial y} = \frac{B_0}{a} \quad (6.1)$$

$$L_{\text{eff}} = \frac{1}{g_0} \int_{-\infty}^{+\infty} g(z) dz \quad (6.2)$$

Hierbei ist B_0 der Feldwert an der Polspitze und a der Aperturradius, also der Abstand von Polschuh zur Sollachse.

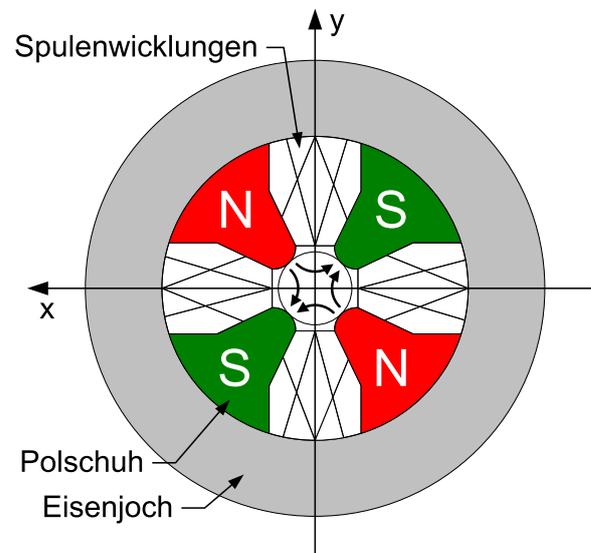


Abb. 6.1: Quadrupolmagnet im Querschnitt nach [Hin08], Blick mit der Strahlrichtung (+z). Die Magnetfeldlinien sind in schwarz angedeutet, die hier gezeigte Polarität ist für positiv geladene Teilchen horizontal defokussierend und vertikal fokussierend.

Ein einzelner Magnet ist demnach zur Strahlführung nur begrenzt geeignet, stattdessen werden Triplets und Dubletts, bestehend aus 3 bzw. 2 Quadrupolmagneten eingesetzt. Im symmetrischen Triplet ist der mittlere Quadrupol entgegengesetzt zu den äußeren gepolt und besitzt gegenüber diesen die doppelte effektive Länge oder den doppelten Feldgradienten. Insgesamt ergibt sich so eine Punkt-zu-Punkt-Abbildung mit gleichem Maßstab für horizontale und vertikale Ausdehnung.

Beim Dublett sind die beiden Quadrupole entgegengesetzt gepolt und erzeugen je nach deren Reihenfolge eine in horizontaler Richtung verkleinernde und vertikaler Richtung vergrößernde Punkt-zu-Punkt-Abbildung bzw. umgekehrt [Hin08].

6.1.2 Strahlplatz

Es wird für diesen Teil der Arbeit Strahlplatz 2 genutzt, Abbildung 3.1 zeigt die relevanten Komponenten. Ein Quadrupoldublett fokussiert mit einer langen Gegenstandsweite und einer kurzen Bildweite die Abbildung des vertikalen Schlitzes SX1C auf den Probenort am Strahlplatz. Der als Gegenstand verwendete Schlitz SX1C ist einer der vielen in der Strahlführung ohnehin vorhandenen vertikalen und horizontalen Schlitzes. Seine Stellung

und Öffnung kann mit einer Soll-Ist-Wert-Steuerung auf etwa 0,1 mm genau eingestellt werden. Der auf die Schlitzbacken auftreffende Strom kann jeweils gemessen werden, was eine Strahlagekontrolle ermöglicht. Vor und hinter dem Schlitz befindet sich jeweils ein Stopper, mit dem im eingefahrenen Zustand der Gesamtstrom gemessen werden kann.

Am Strahlplatz 2 wird hinter das Quadrupoldublett eine neue Vakuumkammer für das Target eingebaut, damit die Bildweite den Berechnungen (siehe Kapitel 6.1.3) entspricht. Auch hier kann mit einem ferngesteuerten Leuchtschirm und einer Kamera der Strahlfleck am ungefähren Probenort beobachtet werden.

Es werden zunächst auch 40 MeV ^3He -Ionen genutzt, in weiteren Teststrahlzeiten allerdings α -Teilchen mit einer Energie von 54 MeV. Dies entspricht etwa derselben Energie pro Nukleon wie 40 MeV bei ^3He . Dafür werden die theoretisch für ^3He errechneten Werte für die Strahlführung (siehe Abschnitt 6.1.3) an die veränderte magnetische Steifigkeit $B\rho$ der α -Teilchen angepasst.

6.1.3 Theoretische Berechnungen

Vor den Umbauten und der Konstruktion des neuen Aufbaus werden Simulationsrechnungen durchgeführt um die notwendigen Parameter zu finden, mit denen eine verkleinerte Abbildung des Schlitzes von etwa 1:10 zu erreichen ist. Bei einer möglichen Schlitzbreite von etwa 0,1 bis 0,2 mm wäre die Abbildung somit 10 bis 20 μm breit. Die Berechnungen werden mit dem Programm PSI Graphic TRANSPORT [Roh07] durchgeführt. Die Ergebnisse sind hier kurz zusammengefasst.

Eine Energieauflösung von 1/5000 wird durch Beschneiden des Phasenraumes mithilfe der Schlitze vor und hinter dem A1-Ablenkmagneten erreicht und ist notwendig um die chromatische Aberration der Quadrupollinsen zu begrenzen. Der Schlitz SX1C wird auf 0,1 mm gesetzt; der Strahl besitzt dort eine horizontale Winkelabweichung von 4 mrad. Ausgehend vom Strahl an diesem Punkt als Gegenstand werden die einzustellenden Magnetfelder für die Quadrupole Q3C bis Q6C errechnet, um einen sinnvollen Startwert für den Optimierungsvorgang zu haben. Die vertikale und horizontale Strahleinhüllende nach der Simulation ist in Abbildung 6.2 dargestellt. Es wird am Probenort eine sehr scharfe Strahltaile mit der horizontalen Breite von 9 μm ermittelt, was dem gewünschten Maßstab gut entspricht.

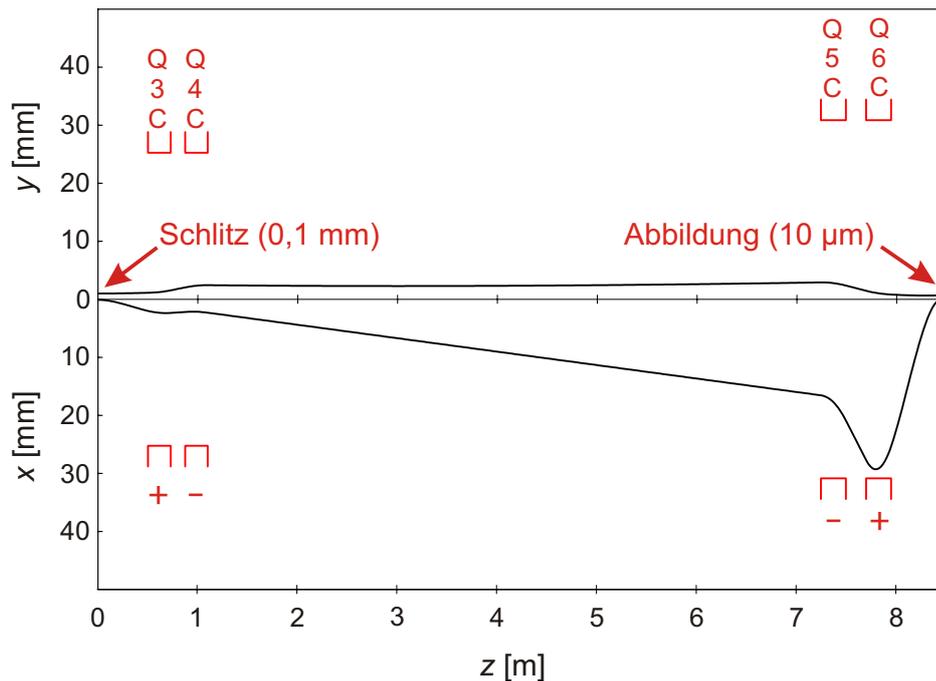


Abb. 6.2: Theoretische Berechnung der x - (unten) und y -Ausdehnung (oben) der Strahlhüllenden über den Abstand z vom Schlitz SX1C zum Probenort (nach [Hin09]). Die Positionen und Polaritäten der Quadrupole Q3C bis Q6C sind in Rot angedeutet. Hierbei steht „+“ für horizontal fokussierend und „-“ für horizontal defokussierend.

6.2 Experimentelle Techniken

Da das Ziel das Erzeugen einer verkleinerten Abbildung im Mikrometerbereich ist, wird eine Nachweisttechnik benötigt, die in Echtzeit eine Ermittlung des Strahldurchmessers am Probenort ermöglicht. Zu diesem Zweck besteht der an diesem Strahlplatz verwendete Aufbau aus zwei Teilaufbauten, die von der Seite und von oben in die Vakuumkammer eingebaut werden.

6.2.1 Beam-Profile-Scanner (BPS)

Zum Nachweis des Strahls am Probenort und der Möglichkeit der Live-Messung seiner Breite wird ein bewährter Aufbau reaktiviert und leicht verändert. Zur Messung der Polarisierung eines Protonenstrahls wurden im Jahre 1985 an der Universität Bonn sogenannte Beam-Profile-Scanner (BPS) entwickelt [Chl85]. Eine präzise Mechanik zieht einen Schlitten mittels eines DC-Motors transversal durch den Ionenstrahl. An dem Schlitten ist vertikal ein Kohlenstofffaden mit einem Durchmesser von 50 μm elektrisch isoliert befestigt, der mit einem Kabel kontaktiert ist (siehe Abb. 6.3). Die auf den Faden auftreffenden Ionen erzeugen Sekundärelektronen, die mit einem angeschlossenen Pikoamperemeter gemessen werden können.

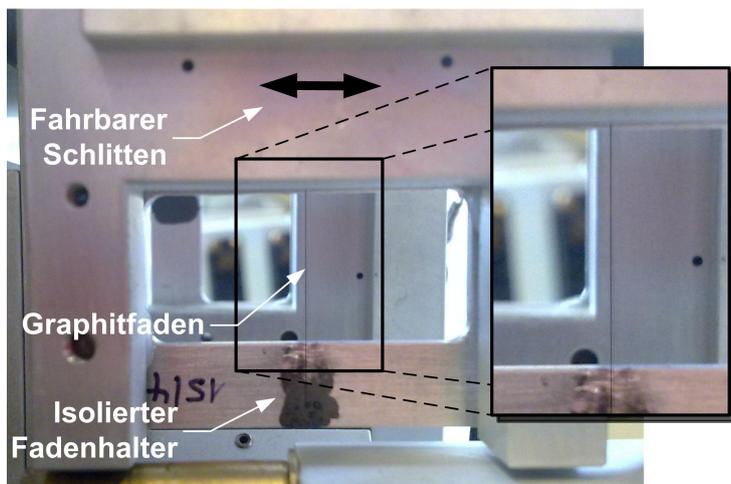


Abb. 6.3: Der Kohlenstofffaden des Beam-Profile-Scanners auf einem isolierten Halter. Im Hintergrund ist auch der vertikale Schlitten zu sehen.

Der Aufbau beinhaltet je einen Schlitten für horizontale und vertikale Bewegung. Die Ansteuerung der Motoren erfolgt mikroprozessorgesteuert über eine Soll-Ist-Wert-Regelung. Die Position des Schlittens als Regelgröße wird dabei über ein Präzisionslinearpotentiometer als Teilspannung an die Steuerung übermittelt. Die Bewegung startet zur Materialentlastung mit einer Phase konstanter Beschleunigung. Es folgt eine lineare Bewegung über 10 mm mit einer konstanten Geschwindigkeit von $v_F = 10 \text{ mm/s}$ und eine Abbremsung mit wiederum konstanter Beschleunigung. Im nächsten Zyklus fährt der Schlitten mit dem selben Muster wieder zurück. Dabei kann diese Abfolge mit einer Rate von etwa 4 Sekunden vollautomatisch wiederholt durchlaufen werden oder manuell über die Bedieneinheit der Steuerung angefordert werden. Desweiteren ist es möglich die Fahrgeschwindigkeit manuell um einen Faktor $m = 2 \dots 64$ zu untersetzen ($v_F = \frac{1}{m} \cdot v_0$). Es ist auch eine Triggerung über ein PC-Interface möglich, wird im Rahmen dieser Arbeit allerdings nicht genutzt. Obwohl nur der horizontale Schlitten Anwendung findet, bewegt die Automatik trotzdem immer beide im Wechsel zueinander.

6.2.2 Verschiebemechanik und Leuchtschirm

Der zweite Teilaufbau beinhaltet die Probe auf einem Verschiebetisch und den Leuchtschirm für eine grobe Optimierung des Strahls. Abbildung 6.4 zeigt die relevanten Komponenten. Der neue Aufbau ist so konstruiert, dass beide Aufbauten gemeinsam in der Vakuumkammer Platz finden.

Der Leuchtschirm kann über einen Seilzug mit dem außen angebrachten DC-Motor aus dem Strahl bewegt werden, wobei die Endabschaltung mittels eines Mikroschalters erfolgt. Oberhalb des Sichtschirms ist auf dem Flanschdeckel ein Sichtfenster aus PMMA aufgeklebt, sodass man diesen mit einer Kamera von oben betrachten kann.

Der Kristall wird mit Wärmeleitpaste auf dem Probenhalter aus Aluminium befestigt. Dieser ist isoliert an einem Verschiebetisch befestigt und zwecks Messung des Cupstroms mit einem Kabel kontaktiert. Der Verschiebetisch wird über ein Schneckenradgetriebe

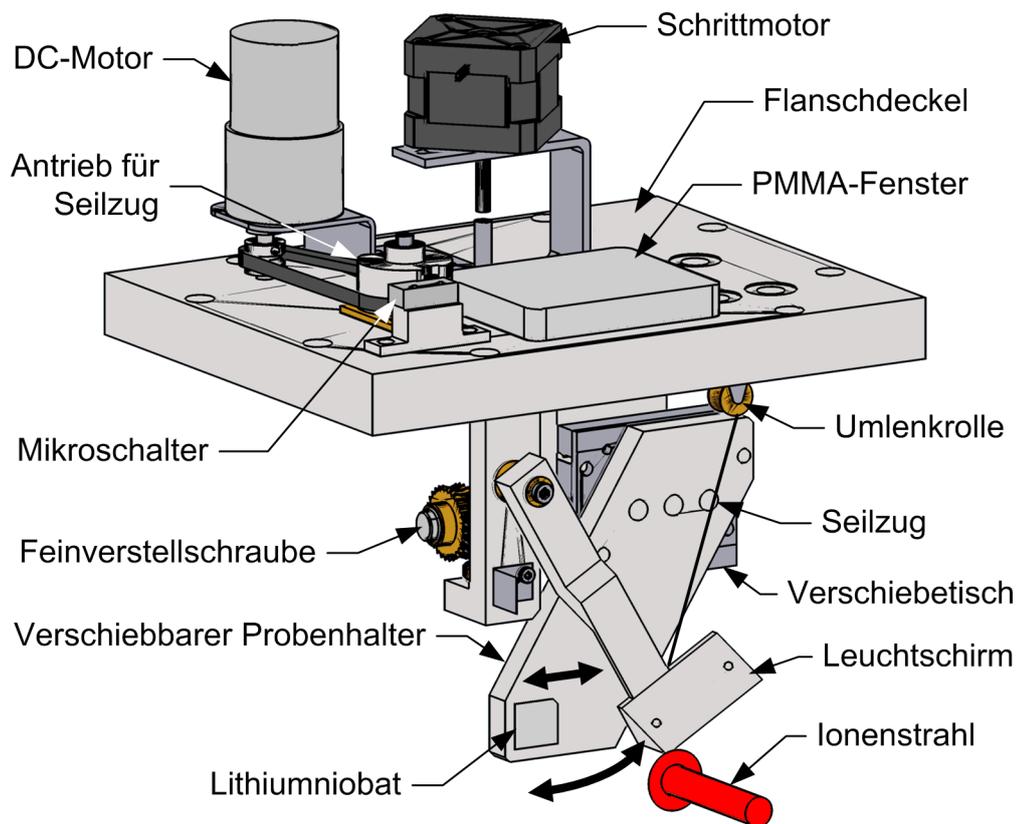


Abb. 6.4: Skizze des Aufbaus zum Verschieben des Kristalls mit eingebautem Sichtfenster und Leuchtschirm. Der Probenhalter wird mit einem Verschiebetisch über ein Getriebe vom außerhalb der Vakuumkammer angebrachten Schrittmotor verschoben. Der Leuchtschirm kann über einen Seilzug vom ebenfalls außen liegenden DC-Motor aus dem Strahl bewegt werden.

und eine Welle vom wiederum außen angebrachten Schrittmotor mithilfe eines LabVIEW-Programms verfahren. Die Ansteuerung kann dabei nach Ablauf einer gewissen Zeit, nach Erreichen einer bestimmten Ionendosis oder manuell erfolgen. Eine Drehung des Schrittmotors um 24 Schritte entspricht einem Verschiebeweg von $1\ \mu\text{m}$. Es ist möglich den kompletten Probenhalter und somit auch den Cup aus dem Strahl herauszufahren.

6.2.3 Kombination der Aufbauten

Werden die beiden Aufbauten in die Vakuumkammer eingebaut, dann sitzt der Probenhalter zwischen dem horizontalen und dem vertikalen Schlitten, was erklärt, weshalb der vertikale nicht genutzt wird. Seine Information wäre allerdings ohnehin nicht hilfreich, da die interessante Dimension des Strahlflecks die horizontale ist und er sich darüberhinaus auch etliche Zentimeter vom Fokuspunkt entfernt befindet. Der horizontale Schlitten sitzt allerdings direkt vor dem Probenhalter, sodass der Abstand zwischen Kristall und Messfaden nur einige Millimeter beträgt. Die Strahlfleckenbreiten an den beiden Orten sollten also hinreichend genau übereinstimmen.

6.2.4 Auswertetechnik

Die Auswertung der Parameter des Strahlflecks muss in Echtzeit erfolgen, damit eine Optimierung über die Feinjustierung der fokussierenden Quadrupole möglich ist. Sie geschieht mit den in Abbildung 6.5 dargestellten Komponenten.

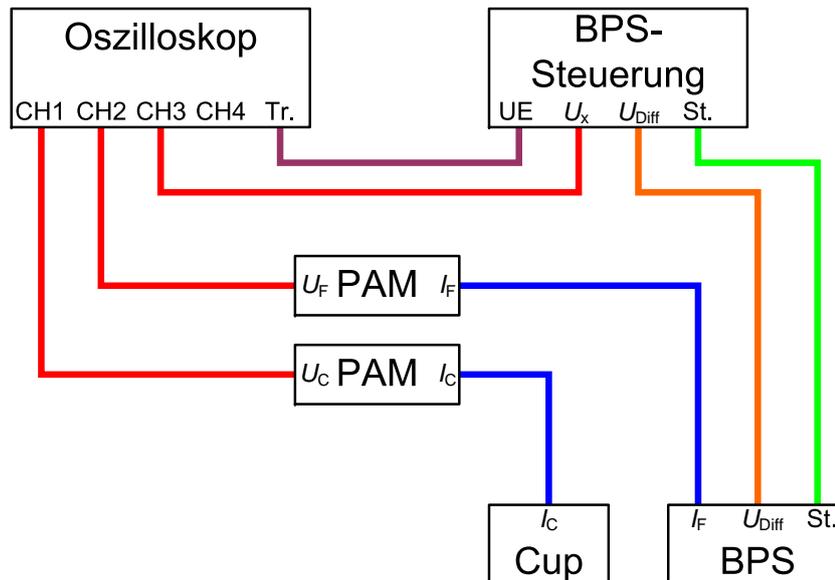


Abb. 6.5: Schaltung der beteiligten Auswerteelektronik. I_C : Cupstrom, I_F : Fadenstrom, U_C : Spannung $\propto I_C$, U_F : Spannung $\propto I_F$, U_{Diff} : Differenzspannungen \propto Schlittenposition, U_x : Spannung \propto Schlittenposition, UE: Fahrsignal, CH1-CH4: Kanäle am Oszilloskop, Tr: Triggereingang, St: Motoransteuerung, BPS: Beamprofilesscanner mit Fadenstrommessung, Cup: Probenhalter mit Cupstrommessung, PAM: Pikoamperemeter.

Es wird der auf dem Kohlenstofffaden auftreffende Strom mit einem Pikoamperemeter (KEITHLEY 6485) gemessen und der Analogausgang auf einem Speicheroszilloskop (TEKTRONIX TDS-5034) auf Kanal 2 dargestellt. Zusätzlich wird das Positionssignal U_x des Schlittens, das als Teilspannung über ein Präzisionslinearpotentiometer erzeugt und ausgegeben wird, auf Kanal 3 erfasst. Als Trigger dient das „unit enable“ Signal, das die BPS-Steuerung ausgibt, sobald der Schlitten verfahren wird. Daraufhin zeichnet das Oszilloskop für eine festgesetzte Zeit auf, die so gewählt ist, dass die gesamte Schlittenbewegung erfasst wird. Die räumliche Intensitätsverteilung des Strahls wird auf diese Weise in eine dazu proportionale zeitliche Spannungsverteilung transformiert, deren Breite und Form über den Strahlfleck Auskunft geben können.

Um Schwankungen dieses Profils durch reine Intensitätsschwankungen des gesamten Ionenstrahls zu kompensieren, wird auch der Cupstrom mit einem Pikoamperemeter (KEITHLEY 617) gemessen und der Analogausgang mit dem Oszilloskop auf Kanal 1 gemessen. Dividiert man nun Kanal 2 durch Kanal 1, erhält man ein auf den gesamten Cupstrom normiertes Intensitätsprofil.

Darüberhinaus kann eine grobe Orientierung zu Strahlgröße und Strahlposition direkt am Probenort durch Einfahren des Probenhalters in den Strahl und Relation von Position und Cupstrom erreicht werden.

Fehlerabschätzung

Bei diesen Messungen spielt die Bandbreite der verwendeten Pikoamperemeter eine entscheidende Rolle: Beim Durchfahren eines $10\ \mu\text{m}$ breiten Strahlflecks mit dem Messfaden bei einer Geschwindigkeit von $10\ \text{mm/s}$ entsteht ein Strompuls mit einer zeitlichen Länge von etwa $1\ \text{ms}$. Das bedeutet, um diesen Puls überhaupt zu messen, muss die Bandbreite mehr als $1\ \text{kHz}$ betragen, um auch seine Form korrekt wieder zu geben, sollte die Bandbreite über $10\ \text{kHz}$ liegen. Für das verwendete KEIHTLEY 6485 wurde experimentell durch Einkoppeln einer Sinusschwingung über einen $10\ \text{pF}$ Kondensator eine Bandbreite von etwa $1,5\ \text{kHz}$ bestimmt. Sobald also die Breite des dargestellten Spannungspeaks $10\ \text{ms}$ (entsprechend $100\ \mu\text{m}$) unterschreitet, sollte die Fahrgeschwindigkeit des Schlittens unteretzt werden, damit die Form (und insbesondere die Breite) des Signals nicht durch die Geschwindigkeit des Messgeräts limitiert wird.

Um die Strahlfleckbreite b angeben zu können, wird die zeitliche Halbwertsbreite des Spannungssignals mittels der Fahrgeschwindigkeit des Fadens auf die laterale Ausdehnung des Strahls umgerechnet. Für den Fehler spielen neben der zeitlichen Genauigkeit des Messgeräts von etwa $\pm 1\ \text{ms}$ auch statistische Schwankungen des Ionenstroms eine Rolle, weil die Messung des Strahlprofils nicht instantan über die gesamte Breite erfolgt, sondern eine gewisse Zeit benötigt. Insgesamt lässt sich ein Fehler von etwa $\delta b = \pm 5\ \mu\text{m}$ abschätzen. Da ein Winkelfehler zwischen abgebildetem Schlitz und Graphitfaden die Messung der Breite verfälschen würde, sind Schlitz und Faden auf ein Hundertstel Grad genau mit einem Theodoliten auf senkrechte Position überprüft worden.

6.3 Experimentelle Resultate

6.3.1 Strahlprofil

Es werden drei Strahlzeiten durchgeführt um die Apparatur und die Auswertetechnik experimentell zu testen. Es kann auf dem Oszilloskop ein Spannungssignal beobachtet werden, das augenscheinlich dem Strahlfleck am Messort entspricht. Abbildung 6.6 zeigt ein mit halber Geschwindigkeit aufgenommenes Strahlprofil mit einer Halbwertsbreite von $60\ \mu\text{m}$ jeweils bei Fahrt des Fadens von links und rechts. Man beachte, dass trotz der Richtungsänderung des Fadens das Oszilloskop den zeitlichen Verlauf immer von links beginnt. Das Signal erscheint also im zweiten Fall gespiegelt. Es ist deutlich der GAUSS-förmige Verlauf der Strahlintensität zu erkennen. Der Strahl ist darüberhinaus überwiegend symmetrisch und da die leichten Asymmetrien zwischen den beiden Bildern gespiegelt erscheinen, kann ein Artefakt der Messapparatur als Ursache ausgeschlossen werden, sodass die Signalform die tatsächliche laterale Intensitätsverteilung des Ionenstrahls am Messort darstellt.

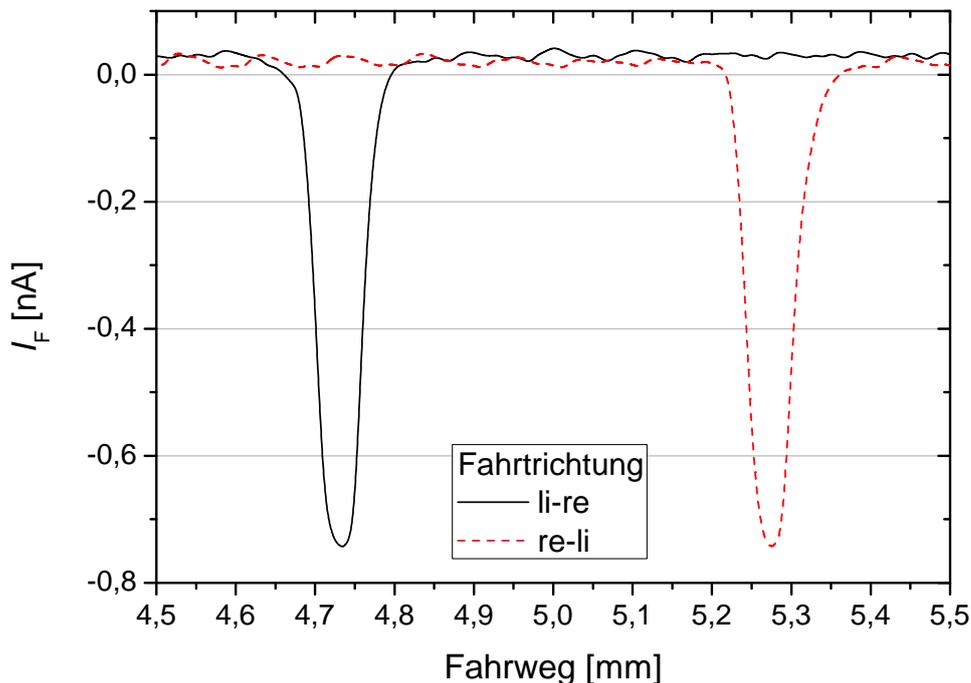


Abb. 6.6: Strahlprofil mit einer Halbwertsbreite von $60\ \mu\text{m}$ jeweils aufgenommen bei Fahrt des Fadens von links nach rechts (schwarz) und rechts nach links (rot). Man beachte, dass trotz der Richtungsänderung des Fadens das Oszilloskop den zeitlichen Verlauf immer von links beginnt. Das Signal erscheint also im zweiten Fall gespiegelt.

6.3.2 Erreichte Strahlparameter

Durch Optimierung an den Quadrupolen der Strahlführung kann die Breite des Peaks minimiert werden. Die Reaktion auf die Änderung des Magnetstroms ist dabei sehr empfindlich. Die Hysterese der Magneten ist bemerkbar, je nach Durchstimmrichtung der Netzteile verschiebt sich das Minimum leicht.

Die kleinste erreichte Breite beträgt während der Strahlzeiten etwa $45\ \mu\text{m}$ und unterschreitet damit die Breite des Graphitfadens, der abzubildende Schlitz SX1C war dabei auf $0,4\ \text{mm}$ eingestellt. Die prognostizierte Verkleinerung scheint erreicht, jedoch veränderte sich der Strahlfleck nicht, sobald man die Schlitzbreite am SX1C variierte.

Auch nach Optimierung der gesamten Strahlführung, Erhöhung der Energieauflösung durch Verschärfung des durch Ablenkmagneten und Schlitze gebildeten Impulsfilters und der räumlichen Beschneidung der Dispersion des Strahls konnte dieser Wert nicht unterschritten, jedoch beliebig wieder reproduziert werden. Eine weitere Untersetzung der Fadengeschwindigkeit auf bis zu $1/8$ ($1,25\ \text{mm/s}$) brachte ebenfalls keine neuen Erkenntnisse. Mehr dazu folgt in der Diskussion.

Die relative Position des Strahlflecks, die ebenfalls dem Stromsignal entnommen werden kann, war hingegen äußerst stabil.

6.4 Diskussion

Mit ionenoptischen Mitteln kann erfolgreich ein hochenergetischer Helium-Mikrostrahl realisiert werden. Am Probenort kann mithilfe der verwendeten Nachweisteknik eine Ionenstrahlbreite von weniger als 45 μm festgestellt werden.

Es besteht die Vermutung, dass der Strahlfleck noch wesentlich kleiner ist, da der in den BPS eingebaute Graphitfaden aber eine Breite von 50 μm hat, kann über die genaue Größe unterhalb dieses Wertes keine Aussage getroffen werden. Die so genannte „knife-edge“-Methode, bei der anhand der Stromflanke an einer bewegten Kante die Breite bestimmt werden kann, kann in diesem Fall nicht angewendet werden. Der beobachtete Strompeak entsteht durch Sekundärelektronen und damit liegt ihm eine Faltung des Strahlprofils mit dem runden Fadendurchmesser zugrunde. Somit ist kein plateauförmiges Strommaximum zu beobachten, wenn der Strahlfleck kleiner ist als der Fadendurchmesser, sondern immer nur ein GAUSS-förmiges Profil. Die einzige Möglichkeit zur Bestimmung der genaueren Breite ist demnach die Verwendung eines dünneren Graphitfadens im BPS.

Die Position des Strahlflecks war während der Strahlzeit stabil, sodass der Mikrostrahl als Methode für die Erzeugung periodischer Strukturen durchaus vielversprechend erscheint. Inwieweit die Fokusslänge ausreicht, damit die Strahlbreite über die Kristalldicke hinreichend konstant bleibt, kann nach diesen ersten Strahlzeiten noch nicht abgeschätzt werden.

Es besteht neben dem Verschieben des Kristalls zur Herstellung einer periodischen Struktur, wie es bereits bei der herkömmlichen Gitterstrahlung genutzt wurde, prinzipiell auch die Möglichkeit den Strahlfleck durch Verschieben des abgebildeten Schlitzes oder durch Nutzung von Steuermagneten über den Kristall zu bewegen, was theoretisch mehr Bewegungsfreiheit ermöglichen sollte. Die Strahlaufstreuung hinter dem Schlitz führt im Gegensatz zur herkömmlichen Methode beim Mikrostrahlansatz zu keinem Problem, da die gestreuten Ionen durch die fokussierende Optik herausgefiltert werden.

7 Ausblick

Die Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit haben einige interessante Aspekte hervorgebracht, aber auch neue Fragen aufgeworfen.

Die Richtungsabhängigkeit der Modifikationen durch die Bestrahlung sollte weiter untersucht werden, da zu diesem Effekt in optischen Materialien kaum Untersuchungen vorliegen.

Ebenso wären die Unterschiede der Δn -Änderung zwischen undotiertem Lithiumniobat und $\text{LiNbO}_3\text{:Mg}$ quantitativ genauer zu betrachten. Es wurde zudem bisher kein Maximum der erreichbaren Brechungsindexänderung festgestellt, es wäre interessant, ob die Doppelbrechung des Materials durch Ionenbestrahlung eventuell vollständig neutralisiert werden könnte.

Die periodische Strukturierung sollte mit dem Mikrostrahlansatz weiter verfolgt werden. Dafür ist es zunächst nötig, den im BPS verwendeten Faden auszutauschen. Der vorhandene Faden besteht aus circa 30 jeweils 8 μm dicken Einzelfäden [Chl85], es sollte möglich sein, einen einzelnen dieser Fäden zu verwenden. Es sollten dann natürlich auch Kristalle mit diesem Aufbau bestrahlt und untersucht werden. Im nächsten Schritt könnte der verstellbare Schlitz SX1C durch einen festen Schlitz mit einer genau definierten Breite von unter 100 μm oder sogar ein ganzes Gitter ersetzt werden, das dann im Maßstab 1:10 abgebildet wird.

Ein derart periodisch bestrahlter Kristall könnte zur Herstellung von PPLN dienen, indem die Absenkung des zur Umpolung nötigen Koerzitivfeldes durch die Bestrahlung [Jen08a] es ermöglichen sollte, nur die bestrahlten Bereiche umzupolen und so eine periodisch gepolte Struktur herzustellen.

8 Zusammenfassung

Die immense Bedeutung der Optik in der modernen Kommunikationstechnik bringt die Notwendigkeit für integrierte optische Komponenten wie Laser, Wellenleiter, optische Filter und Schalter mit sich. Benötigt werden zu deren Herstellung geeignete Materialien, deren optische und elektrische Eigenschaften gezielt verändert werden können. Lithiumniobat-Kristalle (LiNbO_3) haben sich bereits in der Vergangenheit in diesem Zusammenhang bewährt. Insbesondere bei Verwendung für nichtlineare Prozesse ist Magnesium-dotiertes Lithiumniobat ($\text{LiNbO}_3:\text{Mg}$) zur Unterdrückung des optischen Schadens interessant. Da photorefraktive Prozesse in diesem Material zur Brechungsindexmanipulation nicht mehr herangezogen werden können, sind Alternativen nötig. Diese können unter anderem in der Bestrahlung mit leichten, schnellen Ionen gefunden werden.

Während dieser Arbeit werden am Bonner Isochron-Zyklotron mit 5 mol% Magnesium dotierte Lithiumniobat-Kristalle mit 40 MeV $^3\text{He}^{2+}$ -Ionen bestrahlt und die Auswirkung der Bestrahlung auf den Brechungsindex untersucht.

Wie auch in undotiertem Lithiumniobat wird in $\text{LiNbO}_3:\text{Mg}$ -Kristallen eine nichtlineare Abhängigkeit der erzielten Brechungsindexänderungen Δn von der Ionendosis beobachtet. Der außerordentliche Brechungsindex n_e erfährt durch die Bestrahlung eine Erhöhung, der ordentliche n_o eine Absenkung von bis zu einigen 10^{-3} . Es ist zu diesem Zeitpunkt noch kein Sättigungsverhalten der maximalen Änderungen abzusehen, sodass Δn durch eine Erhöhung der Dosis vermutlich noch steigerbar ist. Die Brechungsindexmodifikationen sind dabei derart langzeitstabil, dass sich auch nach mehr als viereinhalb Jahren Lagerung bei Raumtemperatur noch keine Abschwächung der Effekte nachweisen lässt. Thermische Behandlung der bestrahlten Kristalle fördert für Mg-dotierte Kristalle eine schnellere Degeneration des erzielten Effekts zutage als bei undotiertem Material.

Es wird bei den Bestrahlungen eine Abhängigkeit der Brechungsindexänderungen von der Bestrahlungsrichtung beobachtet: Bei Ionenflugrichtung parallel zur \vec{c} -Achse erreicht Δn höhere Werte als bei Bestrahlung antiparallel zur \vec{c} -Achse. Genauere Untersuchungen dazu stehen noch aus, es wurde ein erster qualitativer Erklärungsansatz über die entlang der \vec{c} -Achse asymmetrische Kristallstruktur von LiNbO_3 geliefert.

Mithilfe einer Schlitzblende und schrittweiser Bestrahlung wird eine periodische Brechungsindexänderung in LiNbO_3 -Kristalle eingeschrieben. Für eine Periodenlänge von 160 μm kann eine gitterförmige Brechungsindexänderung mit einer Amplitude von $\Delta n = 0,8 \times 10^{-3}$ direkt nachgewiesen werden. Eine derartige Bestrahlung mit Periodenlängen von wenigen Mikrometern, wie sie z. B. für photonische Kristalle benötigt wird, gestaltet sich jedoch zunächst als experimentell schwierig.

Zur Realisierung derartiger Strukturen mit wenigen Mikrometern Ausdehnung wird am Bonner Zyklotron erfolgreich ein Helium-Mikrostrahl realisiert. Es wird eine Strahlnachweistechnik demonstriert, mit der die erreichte Strahlbreite auf unter 45 μm bestimmt werden kann. Die genaue Breite des vermutlich in der Realität bereits kleineren Strahl sollte durch eine Verkleinerung des zum Nachweis verwendeten Graphitfadens möglich sein.

Die in dieser Arbeit vorgestellten Ergebnisse tragen zum Verständnis der durch Bestrahlung mit schnellen Heliumionen in Lithiumniobat erzielten Brechungsindexänderungen bei und dürften zu einer noch besseren Verwendbarkeit dieses Materials in Form eines für die jeweiligen Zwecke maßgeschneiderten Kristalls führen.

Danksagung

Zum Gelingen dieser Arbeit haben viele Leute beigetragen, denen ich sehr gerne danken möchte.

Zunächst ein herzliches Dankeschön an Professor Maier, der mich in seiner Arbeitsgruppe aufgenommen hat und mit seiner netten Art und seinem schier unerschöpflichen Fachwissen für alle Probleme immer eine Lösung hatte. Danke für die vielen tollen Ausflüge, Feiern und die Käsespätzle!

Großer Dank geht auch an Herrn PD Eversheim für die Übernahme des Korreferats und die große Hilfe bei der Inbetriebnahme und Verwendung des BPS. Professor Hinterberger führte die theoretischen Berechnungen für die Fokussierung durch, Dankeschön dafür. Ohne diese beiden wäre das Mikrostrahlprojekt nicht möglich gewesen, vielen Dank auch für die Hilfe während der Microbeam-Teststrahlzeiten.

Besonders danke ich Herrn Dr. Konrad Peithmann für die tolle Betreuung und Unterstützung während meiner Arbeit. Seine Fachkompetenz, seine Ideen und Vorschläge haben wesentlich zum Gelingen der Konstruktionen, Messungen und Auswertungen beigetragen.

Ich bedanke mich ganz herzlich bei meiner LiNbO-Kollegin Lena Jentjens für ihre Hilfe bei so vielen Dingen, für ihren Überblick über unsere Probensammlung und die einfach tolle Zusammenarbeit.

Den Mitgliedern des Domänen-Stammtisches sei für den regen Informationsaustausch und die guten Anregungen gedankt.

Meinen Zimmerkollegen, insbesondere Björn Korff, danke ich für eine angenehme Zeit und unzählige Stunden physikalische und nicht-physikalische Konversation. Ebenso der ganzen restlichen AG Maier für die einzigartige Arbeitsatmosphäre, es hat immer großen Spaß gemacht!

Für die problemlos durchgeführten Strahlzeiten und die große Hilfe bei Um- und Neubauten an den Strahlplätzen danke ich jedem Einzelnen aus dem Bonner Zyklotron-Team aufs Herzlichste.

Bei den Mitarbeitern des Oberflächenlabors, sowie der Elektronik- und Feinmechanikwerkstätten, insbesondere den Herren Kerp, Wolf, Eichler und Klaes bedanke ich mich herzlich für die immer ausgezeichnet und schnell durchgeführten Arbeiten.

Zuletzt danke ich meinen Eltern, die mich während meines Lebens immer unterstützt haben und meiner Freundin Anja, die während meines Studiums immer für mich da war und doch zu oft auf mich verzichten musste.

Literaturverzeichnis

- [Abd09] F. ABDI, M. AILLERIE, P. BOURSON und M. D. FONTANA: *Defect structure in Mg-doped LiNbO₃: Revisited study*. J. Appl. Phys., 106(3):033519, 2009.
- [And04] B. ANDREAS, K. PEITHMANN, K. BUSE und K. MAIER: *Modification of the Refractive Index of Lithium Niobate Crystals by Transmission of High Energy ⁴He²⁺ and D⁺ Particles*. Appl. Phys. Lett., 84:3813, 2004.
- [And05] B. ANDREAS: *Modifikation des Brechungsindexes von Dielektrika mit Hilfe ionisierender Strahlung*. Dissertation, Universität Bonn, 2005.
- [Arm62] J. A. ARMSTRONG, N. BLOEMBERGEN, J. DUCUING und P. PERSHAN: *Interactions between light waves in a nonlinear dielectric*. Phys. Rev., 127:1918, 1962.
- [Ash66] A. ASHKIN, G. D. BOYD, J. M. DZIEDZIC, R. G. SMITH, A. A. BALLMAN, J. J. LEVINSTEIN und K. NASSAU: *Optically-Induced Refractive Index Inhomogeneities in LiNbO₃ and LiTaO₃*. Appl. Phys. Lett., 9:72, 1966.
- [Bat99] R. BATCHKO, V. Y. SHUR, M. M. FEJER und R. L. BYER: *Backswitching poling in lithium niobate for high-fidelity domain patterning and efficient blue light generation*. Appl. Phys. Lett., 75:1673, 1999.
- [Bec98] C. BECKER, A. GREINER, T.OESSELKE, A. PAPE, W. SOHLER und H. SUCHE: *Integrated optical Ti:Er:LiNbO₃ distributed Bragg reflector laser with a fixed photorefractive grating*. Opt. Lett., 23:1194, 1998.
- [Bre99] S. BREER, H. VOGT, I. NEE und K. BUSE: *Low crosstalk WDM by Bragg diffraction from thermally fixed reflection holograms in lithium niobate crystals*. Electron. Lett., 34:2419, 1999.
- [Bry84] D. A. BRYAN, R. GERSON und H. E. TOMASCHKE: *Increased optical damage resistance in lithium niobate*. Appl. Phys Lett., 44(9):847, 1984.
- [Bus97] K. BUSE, S. BREER, K. PEITHMANN, S. KAPPHAN, M. GAO und E. KRÄTZIG: *Origin of Thermal Fixing in Photorefractive Lithium Niobate Crystals*. Phys. Rev. B, 56:1225, 1997.
- [Che68] F. S. CHEN, J. T. LAMACCHIA und D. B. FRASER: *Holographic Storage in Lithium Niobate*. Appl. Phys. Lett., 13:223, 1968.

- [Chl85] J. CHLEBEK: *Entwicklung eines mikroprozessorgesteuerten on-line Systems zur Präzisionsvermessung von Eigenschaften eines polarisierten Protonenstrahles*. Diplomarbeit, Universität Bonn, 1985.
- [Fej92] M. M. FEJER, G. A. MAGEL, D. H. JUNDT und R. L. BYER: *Quasi-Phase-Matched Second Harmonic Generation: Tuning and Tolerances*. IEEE J. Quant. Electron, QE-28:2631, 1992.
- [Gla88] E. GLAVAS, L. ZHANG, P. J. CHANDLER und P. D. TOWNSEND: *Thermal Stability of Ion Implanted LiTaO₃ and LiNbO₃ Optical Waveguides*. Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B, 32:45, 1988.
- [Gra91] B. C. GRABMAIER, W. WERSING und W. KOESTLER: *Properties of Undoped and MGO-Doped LiNbO₃; Correlation to the Defect Structure*. J. Cryst. Growth, 110:339, 1991.
- [Haa06] M. HAAKS: *M_Spec 2*. Programm und Informationen unter <http://www.hiskp.uni-bonn.de/gruppen/material/software/MSpec.php>, 2006.
- [Hat07] H. HATTERMANN: *Modifikation der Materialeigenschaften von Lithiumniobat durch Teilchenbestrahlung*. Diplomarbeit, Universität Bonn, 2007.
- [Hau06] S. HAUBRICH: *Strukturierung eines optisch aktiven Materials durch Partikelbeschuss*. Staatsexamensarbeit, Universität Bonn, 2006.
- [Hin08] F. HINTERBERGER: *Physik der Teilchenbeschleuniger und Ionenoptik*. Springer (Berlin, Heidelberg, New York), 2. Auflage, 2008.
- [Hin09] F. HINTERBERGER: *Private Mitteilung*. Universität Bonn, 2009.
- [Hod88] E. R. HODGSON und F. AGULLÓ-LÓPEZ: *Displacement Damage in LiNbO₃*. Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B, 32:42, 1988.
- [Jen08a] L. JENTJENS, H. HATTERMANN, K. PEITHMANN, M. HAAKS, K. MAIER und M. KÖSTERS: *Domain reversal properties and refractive index changes of magnesium doped lithium niobate upon ion exposure*. J. Appl. Phys., 103(3):034104, 2008.
- [Jen08b] L. JENTJENS: *Brechungsindex und Polungsverhalten in Lithiumniobat nach ³He-Bestrahlung*. Diplomarbeit, Universität Bonn, 2008.
- [Jen10] L. JENTJENS: *Private Mitteilung*. Universität Bonn, 2010.
- [Jud02] T. R. JUDGE und P. J. BRYANSTON-CROSS: *Automatic fringe analysis (FRAN)*. Programm und Informationen unter <http://www.eng.warwick.ac.uk/oel/previous/fran.htm>, 2002.
- [Kie09] J. KIESSLING, R. SOWADE, I. BREUNIG, K. BUSE und V. DIEROLF: *Cascaded optical parametric oscillations generating tunable terahertz waves in periodically poled lithium niobate crystals*. Opt. Express, 17:87–91, 2009.

- [Kit92] K. KITAMURA, J. YAMAMOTO, N. IYI, S. KIRNURA und T. HAYASHI: *Stoichiometric LiNbO₃ single crystal growth by double crucible Czochralski method using automatic powder supply system*. J. Cryst. Growth, 116(3-4):327, 1992.
- [Ler68] P. LERNER, C. LEGRAS und J. P. DUMAS: *Stoechiométrie des monocristaux de métaniobate de lithium*. J. Cryst. Growth, 3-4:231, 1968.
- [Max65] J. C. MAXWELL: *A Dynamical Theory of the Electromagnetic Field*. Phil. Trans. R. Soc., 155:459, 1865.
- [Mok93] F. H. MOK: *Angle-multiplexed storage of 5000 holograms in lithium niobate*. Opt. Lett., 18:915, 1993.
- [Pei06a] K. PEITHMANN, M.-R. ZAMANI-MEYMIAN, M. HAAKS, K. MAIER, B. ANDREAS und I. BREUNIG: *Refractive Index Changes in Lithium Niobate Crystals by High-Energy Particle Radiation*. J. Opt. Soc. Am. B, 23:2107, 2006.
- [Pei06b] K. PEITHMANN, M.-R. ZAMANI-MEYMIAN, M. HAAKS, K. MAIER, B. ANDREAS, K. BUSE und H. MODROW: *Fabrication of Embedded Waveguides in Lithium-Niobate Crystals by Radiation Damage*. Appl. Phys. B, 82:419, 2006.
- [Ram78] V. RAMASWAMY, M. D. DIVINO und R. D. STANDLEY: *Balanced bridge modulator switch using Ti-diffused LiNbO₃ strip waveguides*. Appl. Phys. Lett., 32:644, 1978.
- [Roh07] U. ROHRER: *PSI Graphic Transport Framework based on a CERN-SLAC-FERMILAB version by K.L. Brown et al*. Programm und Informationen unter <http://pc532.psi.ch/trans.htm>, 2007.
- [Sch91] O. F. SCHIRMER, O. THIEMANN und M. WÖHLECKE: *Defects in LiNbO₃ - I. Experimental Aspects*. J. Phys. Chem. Sol., 52:185, 1991.
- [Tow94] P. D. TOWNSEND, P. J. CHANDLER und L. ZHANG: *Cambridge Studies in Modern Optics. Optical Effects of Ion Implantation*. Cambridge University Press (Cambridge), 1994.
- [Ubi00] S. B. UBIZSKII, A. O. MATKOVSKII, N. A. MIRONOVA-ULMANE, V. SKVORTSOVA, A. SUCHOCKI, Y. A. ZHYDACHEVSKII und P. POTERA: *Radiation Displacement Defect Formation in some Complex Oxide Crystals*. Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B, 166/167:40, 2000.
- [Wei85] R. S. WEIS und T. K. GAYLORD: *Lithium Niobate: Summary of Physical Properties and Crystal Structure*. Appl. Phys. A, 37:191, 1985.
- [Zha91] L. ZHANG, P. J. CHANDLER und P. D. TOWNSEND: *Optical Analysis of Damage Profiles in Ion Implanted LiNbO₃*. Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B, 59/60:1147, 1991.
- [Zie85] J. F. ZIEGLER, J. P. BIERSACK und U. LITTMARK: *The Stopping and Range of Ions in Solids*. Pergamon Press (New York), 1985.

- [Zie08] J. F. ZIEGLER, M. D. ZIEGLER und J. P. BIRSACK: *Particle interactions with matter (SRIM)*. Programm und Informationen unter <http://www.SRIM.org>, 2008.
- [ZM07] M.-R. ZAMANI-MEYMIAN: *Brechungsindexänderungen in Lithiumniobat-Kristallen durch Strahlenschäden*. Dissertation, Universität Bonn, 2007.
- [ZM09] M.-R. ZAMANI-MEYMIAN, K. PEITHMANN, K. MAIER, H. SCHMID und W. MADER: *Direct visualization of damage cascades in lithium niobate crystals caused by high-energy ions*. J. Phys. Condensed Matter, 21(7), 2009.
- [ZM10] M.-R. ZAMANI-MEYMIAN, L. JENTJENS, N. L. RAETH, K. PEITHMANN und K. MAIER: *Thermal and long-term stability of fast-ion-irradiation-induced refractive index changes in lithium niobate crystals*. Appl. Phys. A, 98(4):909, 2010.
- [Zyk06] BONNER ISOCHRON-ZYKLOTRON-TEAM: *Das Bonner Isochron-Zyklotron*. <http://www.zyklotron.hiskp.uni-bonn.de/zyklo/index.html>, 2006.