

*Bild 6.6: Energiespektrum der K, L und M Konversionselektronen von  $^{73}\text{As}$  bzw.  $^{73}\text{Ge}$*

## 7. Durchführung der Experimente

### 7.1 Implantation von $^{32}\text{P}$ und $^{33}\text{P}$ am Schwerionenbeschleuniger in Konstanz

Als radioaktives Isotop wurde in Konstanz in erster Linie  $^{111}\text{In}$  verwendet. So lag es nahe, das radioaktive Phosphor auf die gleiche Weise wie das Indium zu implantieren. Hier trocknet man das Indium, welches als Indiumchlorid in verdünnter HCl-Lösung geliefert wird, in ein Stahlschiffchen ein, ionisiert anschließend das Indium in einer Sideniusquelle zusammen mit dem Trägergas ( $\text{Ar}^+\text{H}_2$ ), in die das Schiffchen mit einem Motor durch ein Karamikrohr eingeschoben wird. Die Ionen werden auf 30 keV beschleunigt, damit sie in einem Massenseparator getrennt werden können. Nach der Massenseparation können die Ionen auf die gewünschte Energie nachbeschleunigt (max. 350 keV) werden. In einer Implantationskammer direkt nach dem Switchermagnet, mit dem der Strahl in das gewünschte Strahlrohr geleitet werden kann, werden die Ionen dann implantiert. Eine Beschreibung des Schwerionenbeschleunigers in Konstanz ist in Bild 7.1 gezeigt.

Da das Dechanneling, wie in Kap. 5.1 diskutiert, sehr stark von der Implantationstiefe abhängt, und Phosphor zu den leichteren der bisher verwendeten Emmissionchannelingsonden gehört, mußte die Implantationsenergie so gering als möglich gehalten werden. Um dies an unserem Schwerionenbeschleuniger zu ermöglichen, mußte eine Implantationskammer direkt

nach der Massenseparation noch vor dem eigentlichen Beschleunigungsrohr angebracht werden. Dort können nun die Ionen mit 30 keV implantiert werden. Es wurde also ein Flansch mit Fenster, Stromdurchführungen und Blende konstruiert. Die implantierte Dosis erhält man durch Integration des auf der Probe fließenden Stromes durch einen Stromintegrator. Um von außen mit einem Geiger-Müller Zählrohr die ankommende Aktivität nachweisen zu können, wurde statt eines Bleiglasfensters ein Folienfenster mit einer 10 µm dicken Kaptonfolie verwendet, die für die entstehende Bremsstrahlung der  $\beta^-$  Elektronen transparent ist.

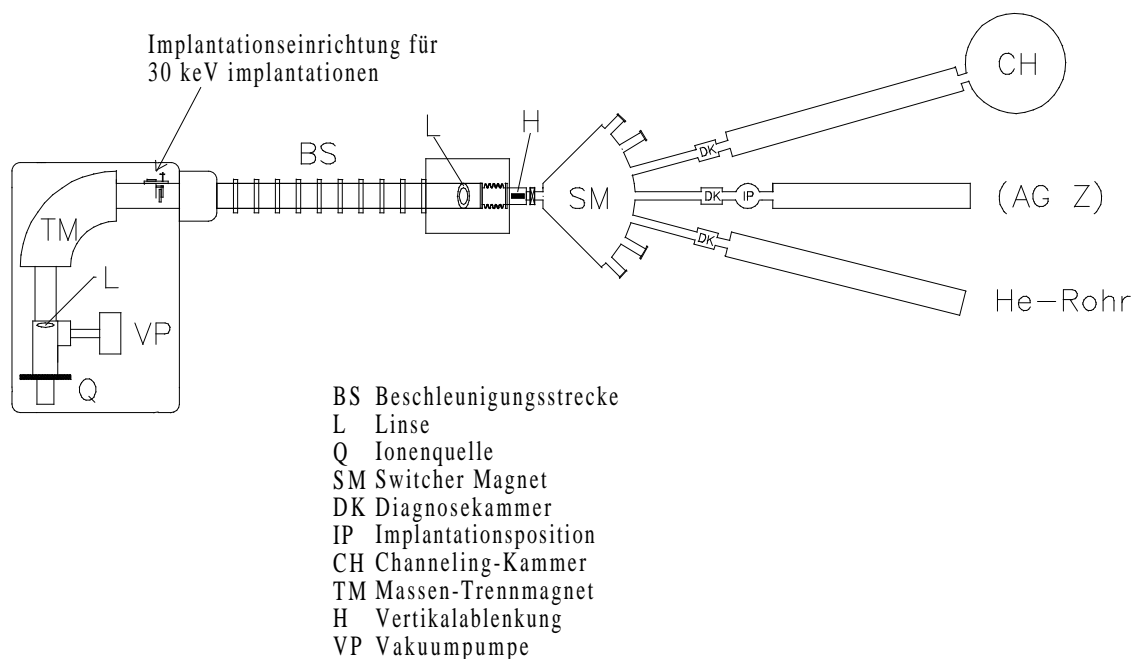


Bild 7.1: Schematische Darstellung des Schwerionenbeschleunigers in Konstanz

Die Implantation mit oben beschriebener Methode birgt beim  $^{32}\text{P}$  einige isotopenspezifische Probleme in sich:

- (i) Einfach geladener Sauerstoff  $\text{O}_2^+$  hat dasselbe Verhältnis von Masse zu Ladung wie  $^{32}\text{P}$  und läßt sich deshalb nicht von unserem Massentrennmagnet vom  $^{32}\text{P}$  trennen. Deshalb braucht man eine sauerstofffreie Quelle.
- (ii) Radioaktiver Phosphor wird als verdünnte Phosphorsäure ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) geliefert. Phosphorsäure läßt sich nicht eintrocknen, sondern muß chemisch reduziert werden.

- (iii) Die Reduktion des Phosphors muß über eine chemische Reaktion geschehen, die wir in unserer Sideniusquelle thermisch wieder lösen können.

Es wurden verschiedene Verbindungen und Quellenarchitekturen getestet.

- ◆ Wir trockneten das Phosphor auf Stahlwolle ein, was zu Eisenphosphit führte, aus dem das Phosphor nicht mehr herauszulösen war.
- ◆ Aluminium sollte mit Phosphor eine geeignete Verbindung eingehen. Die Bindungsenergie liegt jedoch über dem Schmelzpunkt des Aluminiums, weswegen unsere Quelle mit dem Aluminium verstopft wurde.
- ◆ Nun wurde versucht, das Phosphor mit Bornitrid zu reduzieren. Dazu wurde eine BN Hochtemperaturquelle verwendet, bei der das radioaktive Material direkt in die noch ausgebaute Quelle eingeträufelt wird. Hier verdampft der radioaktive Phosphor bereits während dem Hochheizen der Quelle. Außerdem konnte trotz sauerstoffarmen Bornitrid und Ausheizen der Quellenteile auf 1200 °C für 30 Minuten im Vakuum der Sauerstoffanteil nicht auf ein für die Implantation gewünschtes Maß reduziert werden. Trotzdem konnten zwei Proben implantiert werden, jedoch mit einem um den Faktor 1000 größeren Sauerstoffanteil, verglichen mit <sup>32</sup>P. Prinzipiell ist Bornitrid als Behältermaterial zum Verdampfen von Phosphor geeignet.
- ◆ Als hochschmelzendes Metall, welches ein Metallphosphit mit kleiner Bindungsenergie bildet, kam noch Gold in Frage. Es wurde Phosphor in ein goldbeschichtetes Tantalstiftchen eingetrocknet, und alle Keramikteile durch Tantal ersetzt, die mit einem Bornitridmantel isoliert wurden. Als Resultat wurde lediglich Gold ionisiert. Das Phosphor bildete sofort mit dem Tantal Tantalphosphit.

Für eine Gitterplatzbestimmung von Phosphor in Diamant ist <sup>32</sup>P wegen der oben diskutierten Probleme mit dem O<sub>2</sub> nicht geeignet, deshalb wurde <sup>33</sup>P verwendet. Als Verunreinigung tritt bei der Masse 33 allenfalls der stabile Schwefel auf. Dieser hat aber nur einen Isotopenanteil von 0.8 %. Deshalb konnte der Untergrundstrom praktisch vernachlässigt werden. <sup>33</sup>P wurde in einen Bornitridstutzen, der auf einen Strahlstab montiert ist, eingetrocknet, und von dort in der Quelle verdampft und ionisiert.

Hier eine Auflistung der implantierten Proben und der Implantationstiefen (TRIM).

Target:	Isotop:	Implantationsenergie	mittl. Implantationstiefe	Profilbreite (FWHM)
Diamant	<sup>32</sup> P	30 keV	217 Å	135 Å
Diamant	<sup>33</sup> P	30 keV	217 Å	135 Å
Diamant	<sup>73</sup> As	60 keV	248 Å	118 Å
Silizium	<sup>32</sup> P	30 keV	399 Å	345 Å

## 7.2 Ausheilen von Gitterschäden

Nach der Implantation werden die entstandenen Gitterschäden durch Anlassen der Probe auf eine entsprechende Temperatur größtmöglich ausgeheilt. Beim Diamanten liegt diese bei 1200°C [BHAR95].

Das Anlassen muß außerdem bei einem Druck unter  $10^{-5}$  mbar stattfinden, um zu verhindern, daß der Diamant oxidiert. Die hohe Temperatur von 1200°C kann in der Channelingkammer nicht erreicht werden, deshalb muß in einen externen Ofen gewechselt werden. Hierzu benützt man einen Graphittiegel, der in eine Aufdampfanlage eingebaut wird. Dieser wird dann durch Anlegen eines Stromes aufgeheizt. Dabei erreicht man bei ca. 120 Ampère die gewünschten 1200°C, was mit einem Pyrometer überprüft wurde. Die Temperatur wird dann 5 min lang gehalten, damit sich der Gitterschaden ausheilen kann. Beim Silizium reichen 900°C, um den Kristall auszuheilen. Auch diese Temperatur kann nicht in der Kammer erreicht werden. Hier genügt es aber, den Siliziumkristall in ein evakuiertes Glasröhrchen einzuschmelzen und dieses dann in einem Rohrofen, mit dem bis zu 1000°C erreicht werden können, bei einer konstanter Temperatur von 900°C für 10 min zu halten.

## 7.3 Aufbau und Funktionsweise der Channeling-Kammer

Für Channeling-Messungen mit radioaktiven Sondenatomen steht in Konstanz eine UHV-taugliche Meßapparatur zur Verfügung [HOFS87]. Die wichtigste Baugruppe der Meßapparatur ist ein Dreiachs-Goniometer der Firma „Panmure Instrument“. Es ermöglicht ein Drehen der Probe um drei Achsen entsprechend den Euler'schen Winkeln. Der Antrieb erfolgt durch Schrittmotoren, die mit dem Personalcomputer gesteuert werden, wobei ein Schritt einer Drehung von 0.0025° entspricht. Die Reproduzierbarkeit einer Drehung liegt bei dem von uns verwendeten Steuerprogram bei 0.02°. Die Kammer ist mit einem Vakuum-

Pumpensystem, bestehend aus einer Drehschiebevorpumpe und einer Turbomolekularpumpe versehen. Die Messung erfolgt nun, indem man die Probe in einen Probenhalter einbaut und diesen entsprechend der kristallographischen Orientierung des Kristalls auf den Detektor ausrichtet. Dieser ist in horizontaler Drehebene des Goniometers auf einen Flanschdeckel montiert. Um die Elektronen des  $^{73}\text{As}$  und des  $^{33}\text{P}$  energieaufgelöst nachweisen zu können, verwenden wir einen Silizium-Oberflächen-Sperrschicht-Detektor mit einer 300  $\mu\text{m}$  dicken Sperrschicht. Er ist geeignet für Elektronen bis 300 keV.

Für die Elektronen des  $^{32}\text{P}$  mit einer max. Energie von 1.7 MeV verwenden wir einen Detektor mit einer Sperrschicht von 1400  $\mu\text{m}$ . Beide Detektoren haben eine aktive Fläche mit einem Durchmesser von 5,6 mm. Durch die Verwendung von Teflonblenden kann der Durchmesser auf 2 mm oder 3 mm reduziert werden, um eine bessere Winkelauflösung zu erreichen. Der Abstand des Detektors zur Probe beträgt 390 mm. Aus der Geometrie ergeben sich bei einem Implantationsfleck von 3 mm Winkelauflösungen zwischen  $0.45^\circ$  bei einer Messung ohne Blende,  $0.3^\circ$  bei einer 3 mm Blende und  $0.2^\circ$  für die 2 mm Blende.

## 7.4 Meßwerterfassung und Auswertung

Die Erfassung der Elektronenenergie erfolgt mit einem Vielkanalanalysator. Für die Channelingmessung werden dazu entsprechende Energiefenster ausgewählt. Da es für Elektronen noch keine brauchbaren zweidimensionalen Detektoren gibt, verwenden wir einen nulldimensionalen Detektor (s.o.), und müssen für eine winkelaufgelöste Messung jeden einzelnen Winkel zur Kristallachse messen. Die Zählrate in dem Energiefenster und die gewünschten Zählereignisse legen zusammen mit der Zerfallskorrektur die Meßzeit für jeden Punkt fest. Zuerst mißt man durch Variation des Azimut- und des Polarwinkels ein Raster aus. Hier arbeiten wir ohne Detektorblende, um eine möglichst kurze Meßzeit zu ermöglichen. Aus dem Raster kann man den genauen Ort des Maximums, sowie die Lage der Ebeneneffekte, bestimmen. Nun ist es möglich, ein einzelnes Spektrum mit höherer Zählrate, besserer Winkelauflösung und kleinern Schritten als im Raster, durch das Maximum und in einem definierten Winkel zu einer Ebene aufzunehmen.

Als Ergebnis erhält man die Spektren, die eine Intensitätsverteilung der emittierten Elektronen bezüglich der gewählten Kristallachse in Abhängigkeit des Winkels zeigen. Um ein Maß für den Untergrundfaktor bei  $\beta^-$ -Elektronenemitter zu bekommen, wird ein Scan mit sehr hoher Zählrate und mehreren Energiefenstern aufgenommen. Da der Untergrund, der von

inelastisch gestreuten Elektronen herrührt, für den niederenergetischen Bereich größer ist als für den hochenergetischen, kann man eine gute Abschätzung des Untergrundes vornehmen. Bei uns stellen wir für den mittleren Energiebereich, in dem auch die Messungen vollzogen wurden, einen Untergrund von 25% fest. Nach der Untergrundkorrektur wird noch der Randomwert auf Eins normiert, bevor die gemessenen Spektren mit den simulierten verglichen werden können. Bei den Konversionselektronen des  $^{73}\text{As}$  erhielten wir einen Untergrund von 15%.

## **8. Gitterplatzbestimmung von $^{32}\text{P}$ und $^{33}\text{P}$ in Diamant**

### **8.1 Besonderheiten des Emissionschannelings bei $\beta^-$ -Elektronen**

Beim Channeling mit  $\beta^-$ -Elektronen ergeben sich Besonderheiten, die daraus resultieren, daß die Elektronen des  $\beta^-$  Zerfalls mit kontinuierlichem Energiespektrum emittiert werden. Wie bereits in 5.3 angedeutet, variiert die Channelingeffekthöhe mit der Energie so, daß die  $\beta^-$ -Energieverteilung in der Auswertung bedacht werden muß. In Bild 8.1 sind die simulierten Effekte in der  $\langle 110 \rangle$  Achse, nach einer Implantation mit  $^{33}\text{P}$  mit 30 keV in Diamant für Energien zwischen 50 keV und 250 keV aufgetragen.

Man muß also den Channelingeffekt in Abhängigkeit der Energie berechnen und diesen mit dem Energiespektrum falten, um den simulierten Effekt zu erhalten. Dies ist mit der Manybeam Simulation nicht möglich, sondern es können nur Channelingeffekte für einzelne diskrete Energien berechnet werden. Als gute Näherung kann man das  $\beta^-$ -Spektrum in einige Energiefenster aufteilen (Bild 8.2), den Channelingeffekt für diese Energien rechnen und diese, gewichtet mit dem Beitrag zum Energiespektrum, addieren. Dies ist allerdings erst bei niederenergetischen Elektronen unter 500 keV nötig, also für die Rechnung der Elektronen des  $^{33}\text{P}$ . Darüber tritt keine oder nur eine zu vernachlässigende Energieabhängigkeit auf, so daß man bei dem Isotop  $^{32}\text{P}$  die Messungen mit einer mittleren Elektronenenergie von 1 MeV simulieren kann.