

KfK 4824
April 1991

**Untersuchung der
Gitterplatzbesetzung von
Fremdatomen
mit negativer Lösungswärme
nach Implantation in
Aluminium Einkristallen**

R. Gerber
Institut für Nukleare Festkörperphysik

Kernforschungszentrum Karlsruhe

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Institut für Nukleare Festkörperphysik

KfK 4824

UNTERSUCHUNG DER GITTERPLATZBESETZUNG
VON FREMDATOMEN MIT NEGATIVER
LÖSUNGSWÄRME NACH IMPLANTATION
IN ALUMINIUM EINKRISTALLEN*

Reiner Gerber

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

*von der Fakultät für Physik der Universität (TH) Karlsruhe genehmigte Dissertation

Als Manuskript gedruckt
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurde die Gitterplatzbesetzung und der substitutionelle Anteil von verschiedenen, in Aluminium-Einkristallen implantierten Elementen, mit Hilfe der Channeling-Meßmethode untersucht. Die ausgewählten Fremdatome besitzen in Aluminium eine negative Lösungswärme und zeichnen sich in etwa der Hälfte aller Fälle durch einen im Vergleich zu Aluminium kleineren Atomradius aus. Für Systeme mit positiver Lösungswärme wächst die Volumenfehlpassungsenergie mit zunehmender Lösungswärme an. Für Systeme mit negativer Lösungswärme besteht diese Korrelation nicht. Es wurde der Einfluß der Lösungswärme und der Volumenfehlpassungsenergie auf die Gitterplatzbesetzung der bei verschiedenen Temperaturen implantierten Fremdatome untersucht.

Die Ergebnisse zeigen, daß die Volumenfehlpassungsenergie als maßgeblicher Parameter die Gitterplatzbesetzung charakterisiert. Mit zunehmender Volumenfehlpassungsenergie sinkt der substitutionelle Anteil für alle Implantationstemperaturen. Diese Tendenz zeigt sich besonders deutlich bei tiefen Temperaturen, bei denen Punktdefekte nicht oder nur teilweise beweglich sind. Für mittlere Werte der Fehlpasungsenergie besteht die nichtsubstitutionelle Komponente bei tiefen Temperaturen sowohl aus Fremdatom-Eigenzwischengitteratom- als auch aus Fremdatom-Leerstellenkomplexen. Für hohe Werte der Fehlpasungsenergie dominieren Fremdatom-Leerstellenkomplexe in der nichtsubstitutionellen Komponente. Die Bildung der verschiedenen Defektkomplexe erfolgt bereits in der Abkühlphase der Kaskade. Weiterhin zeigt sich eine Abhängigkeit des substitutionellen Anteils von der Implantationstemperatur. Generell werden bei Implantations- und Meßtemperaturen unterhalb der Stufe III höhere Werte für die substitutionelle Komponente beobachtet als oberhalb der Stufe III. Diese Regeln konnten nicht nur auf ein Metall-Nichtmetall-System angewandt werden, sie gelten auch für in Aluminium implantierte Systeme mit positiver Lösungswärme. Der entscheidende Mechanismus für die Gitterplatzbesetzung ist jedoch die Wechselwirkung von Fremdatomen mit Punktdefekten in der Abkühlphase der Kaskade.

Investigation on the Lattice Site Occupation of Impurities with negative Heat of Solution after Implantation in Aluminium Single Crystals

Abstract

In this work investigations on the lattice site occupation and on the substitutional fraction of diverse elements, implanted into aluminium single crystals, were performed using the channeling technique. The selected impurities possess a negative heat of solution in aluminium and have in about half of all cases a smaller atomic radius compared to aluminium. For systems with positive heat of solution the size mismatch energy increases with increasing heat of solution. This correlation does not exist for systems with negative heat of solution. The influence of the heat of solution and of the size mismatch energy was investigated on the lattice site occupation of impurities implanted at different temperatures.

The results reveal the size mismatch energy to be the decisive parameter characterizing the lattice site occupation. With increasing size mismatch energy the substitutional fraction decreases for all implantation temperatures. This tendency is more clearly seen at low temperatures, where point defects are not or only partially mobile. For mean values of the size mismatch energy the non-substitutional component at low temperatures consists of impurity-self interstitial as well as of impurity-vacancy complexes. For large values of the size mismatch energy the non-substitutional component is dominated by impurity-vacancy complexes. The formation of the various defect complexes already occurs in the cooling phase of the cascade. Moreover a dependence of the substitutional fraction on the implantation temperature is seen. Larger values of the substitutional component are generally observed at implantation and analysis temperatures below stage III. These rules are valid also for aluminium implanted systems with positive heat of solution and could be applied to a metal-non metal system, too. Nevertheless the governing mechanism for the lattice site occupation is the interaction of impurities with point defects in the cooling phase of the cascade.

Inhalt

1	Einleitung	1
2	Experimentelles	3
2.1	Probenpräparation	3
2.2	Experimentelle Anordnung	3
2.3	Tiefemperatur- und Dreiachsen-Goniometer	5
3	Theoretische Grundlagen	7
3.1	Defekterzeugung	8
3.2	Kaskadenmodelle	8
3.3	Rutherford Rückstreuung	9
3.3.1	Tiefenskalierung	10
3.4	Channeling	11
3.4.1	Kontinuummodell	14
3.4.2	Monte-Carlo Simulation	16
3.4.3	Anwendungen	16
3.5	Fremdatom-Punktdefekt- Wechselwirkungen	20
3.6	Miedema Modell	22
4	Ergebnisse und Diskussion	24
4.1	Gold implantiert in Aluminium	24
4.2	Palladium implantiert in Aluminium	28
4.3	Cobalt implantiert in Aluminium	31
4.4	Kupfer implantiert in Aluminium	42
4.5	Cer implantiert in Aluminium	54
4.6	Barium implantiert in Aluminium	54
4.7	Jod implantiert in Aluminium	57
5	Zusammenfassende Diskussion	68
	Bibliographie	74

Kapitel 1

Einleitung

Ionenimplantation und -bestrahlung haben sich als vielseitiges Hilfsmittel zur Veränderung von Materialeigenschaften in oberflächennahen Bereichen erwiesen. So können mit dieser Technik unter anderem elektrische, chemische und mechanische Festkörpereigenschaften modifiziert werden [1]. Die Ionenimplantation wird beispielsweise zur Dotierung von Halbleiterbauelementen oder auch zur Oberflächenhärtung mittels Stickstoffimplantation bereits in großem Maße genutzt. Betrachtet man kristalline Materialien, so hängen in vielen Fällen die durch Ionenimplantation veränderten Eigenschaften auch davon ab, ob die implantierten Fremdatome auf substitutionellen Gitterplätzen eingebaut werden oder nicht.

Im Gegensatz zu anderen Dotierungsmethoden erweist sich die Ionenimplantation als Methode praktisch jedes Element in prinzipiell jeden Festkörper einzubringen. Weiterhin bietet sich damit die Möglichkeit, die Konzentration und den Tiefenbereich der implantierten Atome bei praktisch jeder Implantationstemperatur kontrolliert festzulegen. Dies bedeutet daher auch eine hohe Reproduzierbarkeit der gewünschten Ergebnisse.

Die Ionenimplantation eignet sich insbesondere zur Herstellung von Nichtgleichgewichtszuständen, d.h. es können Systeme gebildet werden, die im Gleichgewichtsphasendiagramm nicht möglich sind. Für zahlreiche Systeme ergibt sich eine hohe Substitutionalität der implantierten Fremdatome auch noch dann, wenn die Grenze der Gleichgewichtslöslichkeit bereits überschritten ist. Die Gleichgewichtslöslichkeit ist folglich keine notwendige Bedingung für das Auftreten von Substitutionalität. Eine Frage von grundsätzlicher Bedeutung für die Eigenschaften eines implantierten Systems ist die Vorhersage der Gitterpositionen der implantierten Atome. Mögliche Mechanismen, die die Gitterplatzbesetzung bestimmen, werden in der Arbeit von Brice [2] in Form von Ersetzungsstößen oder bei Poate et al. [3,4] durch ultraschnelles Abschrecken aus einer flüssigkeitsähnlichen, dichten Kaskade vorgeschlagen. Von Kloska [5] konnte gezeigt werden, daß die spontane Rekombination eines implantierten Fremdatoms mit einer Leerstelle in der Relaxationsphase einer Kaskade der wesentliche Mechanismus für die Besetzung eines substitutionellen Gitterplatzes ist. Ein weiterer Prozeß ist die Wechselwirkung von Fremdatomen mit Punktdefekten in der Abkühlphase der Kaskade. Doyama [6] und Dederichs [7] entwickelten Mo-

KAPITEL 1. EINLEITUNG

delle zur Beschreibung der Wechselwirkung von Fremdatomen mit Leerstellen beziehungsweise mit Zwischengitteratomen. Doyama konnte zeigen, daß die Bindungsenergie zwischen einer Leerstelle und einem substitutionellen Fremdatom proportional zur Lösungswärme des Fremdatoms ist [6]. In weiteren Arbeiten werden Kriterien zur Vorhersage der Löslichkeit und Parameter zur Gitterplatzbesetzung vorgeschlagen. Die Modelle von Hume-Rothery et al. [8], Darken und Gurry [9], Miedema et al. [11,12,13], Chelikowsky [14] und Alonso und Lopez [15] sind im wesentlichen phänomenologischer Natur. Das Modell von Singh und Zunger [16] basiert auf quantenmechanischen Rechnungen.

Die Verlagerung von Elementen mit positiver Lösungswärme, die in V, Fe und Al implantiert wurden, kann nach [17,18,19] auf die Bildung von Fremdatom-Leerstellenkomplexen in der Abkühlphase einer Stoßkaskade zurückgeführt werden. Es wurde angenommen, daß die Lösungswärme, welche nach [6] mit der Bindungsenergie zwischen Fremdatom und Leerstelle korreliert ist, einen wesentlichen Einfluß auf die Gitterplatzbesetzung der implantierten Fremdatome hat. Für Systeme mit positiver Lösungswärme wächst die Volumenfehlpassungsenergie mit zunehmender Lösungswärme an [12]. Es ist daher nicht möglich, den Einfluß der Volumenfehlpassungsenergie auf die substitutionelle Gitterplatzbesetzung getrennt zu untersuchen.

Für Systeme mit negativer Lösungswärme besteht diese Korrelation dagegen nicht. Solche Systeme sind durch die Existenz zahlreicher intermetallischer Verbindungen charakterisiert. Die implantierten Fremdatome zeichnen sich in vielen Fällen durch einen im Vergleich zum Wirtsgitteratom kleineren Atomradius aus. Gegenstand dieser Arbeit ist die Untersuchung des Einflusses der negativen Lösungswärme und der Volumenfehlpassungsenergie auf die Gitterplatzbesetzung von Fremdatomen, die bei verschiedenen Temperaturen in Aluminium implantiert wurden.

Kapitel 2

Experimentelles

2.1 Probenpräparation

Als Ausgangsmaterial wurden hochreine, in $\langle 110 \rangle$ - und $\langle 100 \rangle$ -Richtung orientierte Aluminium-Einkristalle in Stabform mit 5 mm Durchmesser verwendet. Die Kristalle wurden mittels einer Säuresäge (verdünnte Salzsäure) in ca. 5 mm dicke Scheiben zerschnitten. Hierzu wurde der Kristall so montiert, daß die Kristallachse etwa 5° gegen die Oberflächennormale verkippt war. Vor jedem Experiment wurde eine Kristallscheibe elektrochemisch in einer Lösung aus Methanol und Salpetersäure geätzt. In dieser Anordnung stellt ein Aluminiumblech die Kathode, der mit einer Aluminiumpinzette gehaltene Kristall die Anode dar. Der Strom wurde auf 4 bis 6 A reguliert. Nach dem Ätzen wurde der Kristall zur Passivierung in reinem Methanol und anschließend in wasserfreiem Äthanol gereinigt.

2.2 Experimentelle Anordnung

Sämtliche Experimente wurden am Kernforschungszentrum Karlsruhe, Institut für Nukleare Festkörperphysik (INFP) durchgeführt. Der für die Rutherford Rückstreu- und Channeling-Messungen erforderliche Beschleuniger, das Strahlrohrsystem und die Streukammern befinden sich in der Experimentierhalle 434. Die Steuerung der Messungen und die Datenaufnahme erfolgte durch einen NOVA3-Minarechner [20]. Die Kommunikation zwischen Rechner und Experiment läuft über ein CAMAC-Datenerfassungssystem. Die Datenauswertung wurde auf einem separaten Rechner vorgenommen. Die bereits vorhandenen Meß- und Auswerterroutinen wurden in wesentlichen Fällen durch eigene Programme ergänzt. So können unter anderem winkelabhängige Rückstrespektren inzwischen problemlos vollständig aufgenommen werden. Dies hat den Vorteil einer genaueren Abschätzung der Meßfehler der aus diesen Spektren erhaltenen Ergebnisse. Weiterhin wurden Programme zur Auswertung und Darstellung von normierten, winkelabhängigen Ausbeutekurven und Spektren auf Bildschirm und Plotter erstellt. Abbildung 2.1 zeigt die Anordnung der Beschleuniger und Meßkammern. Für die Rutherford Rückstreu- und Channeling-Experimente stehen zwei Van de Graaf-Beschleuniger mit Maximalenergien von 2.0 und 3.75 MeV

KAPITEL 2. EXPERIMENTELLES

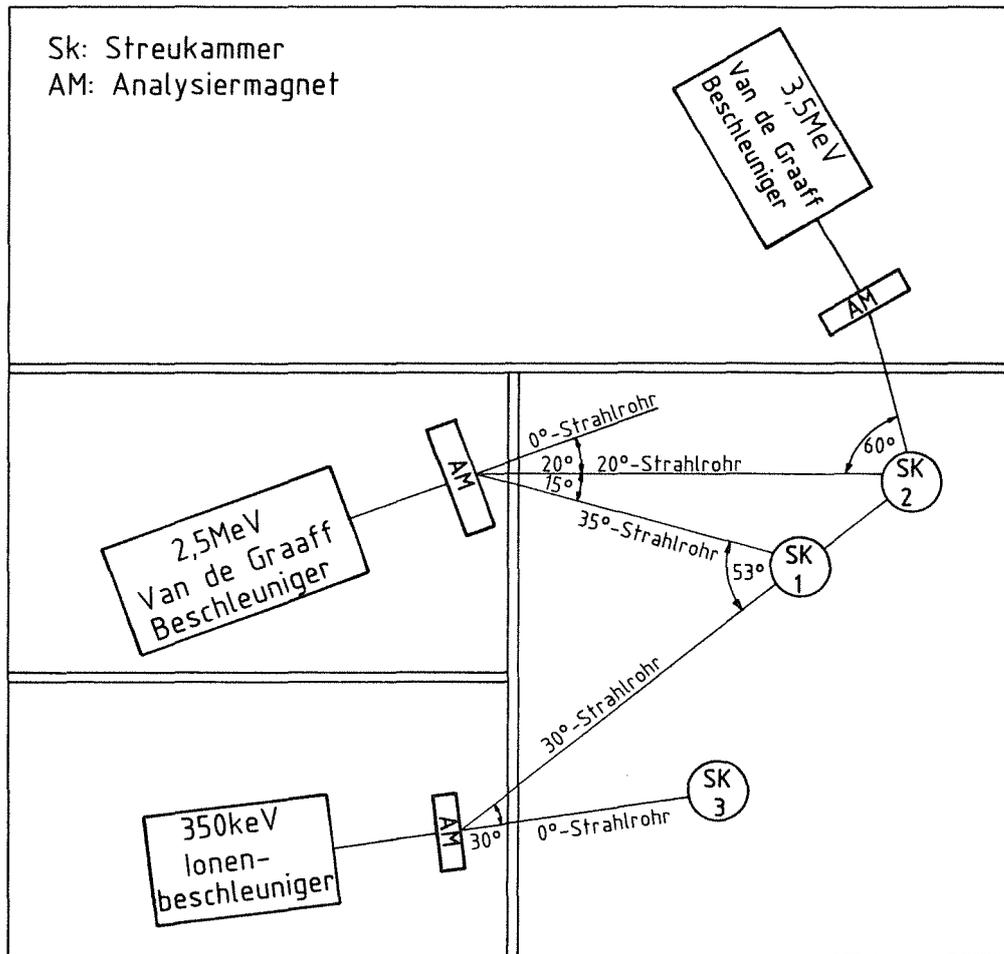


Abbildung 2.1: Anordnung der Beschleuniger, Strahlrohre und Streukammern.

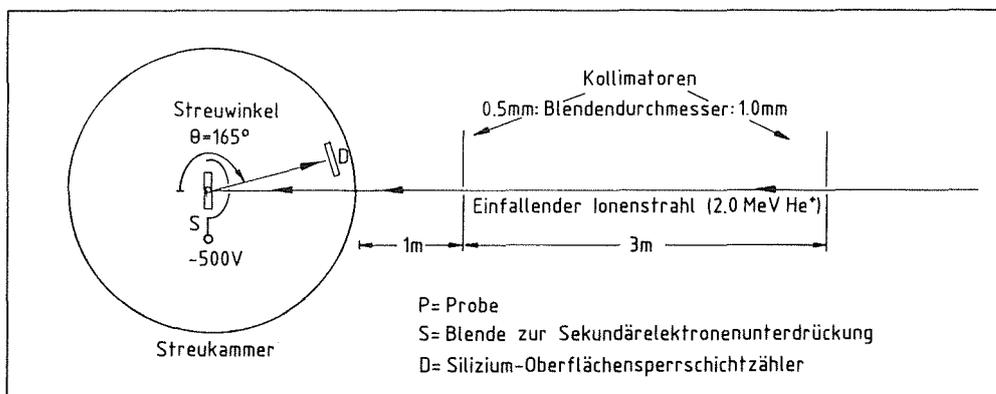


Abbildung 2.2: Strahlweg im Strahlrohr und in der Streukammer.

KAPITEL 2. EXPERIMENTELLES

zur Verfügung. Der für alle Messungen benutzte 2.0 MeV He⁺ - Strahl ist mit einer Winkeldivergenz von $< 0.01^\circ$ sehr gut kollimiert und besitzt einen Strahldurchmesser von ≈ 1.0 mm. Der Strahlstrom wurde üblicherweise auf Werte von 10-20 nA eingestellt.

Die meisten Implantations- und Bestrahlungsexperimente wurden mit Hilfe eines 350 keV Schwerionenbeschleunigers durchgeführt, dessen prinzipieller Aufbau bereits mehrfach beschrieben worden ist [21,22]. Da jedoch die in diesem Ionenbeschleuniger eingesetzte Ionenquelle keine Sputterionenquelle ist, wurden die Proben im Falle hochschmelzender Elemente (Rh und Ir) in den USA implantiert¹. Die Messungen selbst erfolgten im INFP (KfK).

2.3 Tieftemperatur- und Dreiachsen-Goniometer

Die Tieftemperatur- (5K, 77K) und anschließende Anlaßexperimente wurden in einem mit zwei Freiheitsgraden ausgestatteten Kryostaten (Streukammer 1) durchgeführt [20,23]. Wie aus Abbildung 2.1 ersichtlich, kann in dieser Kammer *in-situ* implantiert, bestrahlt und gemessen werden.

Das Innenteil des Kryostaten besteht aus einem dünnwandigen Edelstahlrohr (Vorratstank), welches am oberen Ende mit einem drehbaren Edelstahlflansch und am unteren Ende mit einem Cu-Rechteckblock verbunden ist. Der angedrehte Bund des Flansches dient zur Führung und zur axialen Abdichtung mittels geschmierter Viton-Dichtungen. Über einen außen am Flansch angebrachten Zahnkranz läßt sich das Innenteil mit Hilfe eines Schrittmotors mit Winkelkodierer um die vertikale Achse drehen. Durch den Boden des Vorratstanks und in den Cu-Block ist ein Hohlraum ausgefräst, der mit flüssigem Helium oder Stickstoff gefüllt werden kann. Der Aluminium-Einkristall ist zur Messung des Probenstroms isoliert auf einem Probenhalter montiert, der mit In-Folie über Federdruck thermisch an den Cu-Block angekoppelt ist. Ein im unteren Teil des Cu-Blocks eingesetztes UHV-Kugellager dient dabei zur Aufnahme und Drehung des Probenhalters um seine Oberflächennormale. Die Rotation erfolgt über ein Schneckengetriebe, welches mit einem Edelstahlrohr und einer UHV-Durchführung ebenfalls mit einem Schrittmotor und Winkelkodierer verbunden ist. Ein für alle Experimente erforderlicher innerer Cu-Abschirmtopf ist am Cu-Block zur thermischen Abschirmung der Probe befestigt und enthält auf seiner Innenseite eine isoliert angebrachte Blende.

Um die beim Beschuß der Probe mit hochenergetischen Teilchen entstehenden Sekundärelektronen zu unterdrücken, wird die Blende auf ein negatives Potential von

¹Die Implantationen wurden freundlicherweise von Herrn Dr. T. Zabel (IBM-Research Center, Yorktown Heights, N.Y) und Prof. Dr. I. Khubeis (Dept. of Physics, University of Jordan, Amman, Jordan) durchgeführt.

KAPITEL 2. EXPERIMENTELLES

300 V gelegt. Damit wird eine Verfälschung des Probenstroms verhindert. Der Probenstrom selbst wird durch Integration der über die Probe abfließenden Ladung gemessen. Die Temperaturmessung erfolgt über einen seitlich am Cu-Block angebrachten geeichten Ge-Widerstand. In einem Kontrollexperiment wurde mit einem zweiten am Ort der Probe montierten Ge-Widerstand während einer Rückstreuanalyse eine Temperatur von 5.5 K gemessen.

Vor jedem Einkühlen des Vorratstanks wird zur Kondensation von Restgasen der Außenmantel des Kryostaten mit flüssigem Stickstoff gefüllt. Am Außenmantel ist ein weiterer Cu-Abschirmtopf befestigt. Er dient zur thermischen Abschirmung des Vorratstanks und der Probenkammer.

Die mechanische Reproduzierbarkeit der Rotation um die vertikale Achse beträgt 0.02° , die der Rotation um die Oberflächennormale etwa 0.2° , sofern die Bewegung aus jeweils der gleichen Richtung erfolgt.

Der Nachweis der He-Teilchen, die unter einem Winkel von 165° rückgestreut werden, erfolgt durch einen Siliziumoberflächensperrschichtzähler. Der von ihm erfaßte Raumwinkel beträgt 4.6 msterad . Die Energieauflösung des gesamten Nachweissystems beträgt etwa 20 keV.

Das Vakuum in der Streukammer wird durch eine Turbomolekularpumpe erzeugt. Der Druck ist bei $T = 293 \text{ K}$ kleiner als $5 \cdot 10^{-4} \text{ Pa}$ und bei $T \leq 77 \text{ K}$ kleiner als $2 \cdot 10^{-6} \text{ Pa}$.

Raumtemperaturexperimente, bei denen eine *in-situ* Implantation oder Bestrahlung nicht erforderlich war, wurden in einem Dreiachsen-Goniometer durchgeführt. Der dritte Freiheitsgrad erlaubt eine zusätzliche Rotation der Probe um eine in derselben Ebene um 90° zur Oberflächennormalen montierten Achse. Die Strommessung, die Unterdrückung von Sekundärelektronen und der Antrieb über Schrittmotoren mit Winkelkodierern erfolgt nach ähnlichem Prinzip wie bei dem Tieftemperatur-Goniometer beschrieben.

Kapitel 3

Theoretische Grundlagen

Beschießt man einen Festkörper mit Ionen, so werden diese in einer Reihe von Kollisionen mit den Targetatomen abgebremst. Der Energieverlust der Ionen bestimmt dabei ihre Reichweite, ihre Verteilung und die Erzeugung von Defekten [24,25,26]. In dieser Arbeit wurde die Ionenimplantation dazu benutzt, um in einer bestimmten Tiefe des Festkörpers eine definierte Konzentration von Fremdatomen einzubauen. Ziel der Bestrahlungsexperimente war es dagegen, im Bereich der implantierten Fremdatome einen dosierten Strahlenschaden zu erzeugen. Hierzu wurde die Energie der Ionen so hoch gewählt, daß sie den implantierten Bereich durchdringen und erst in einer tieferen Region des Festkörpers zur Ruhe kommen.

Der Abbremsvorgang eines Ions im Festkörper wurde bereits von Lindhard, Scharff und Schiott (LSS) [27,28] in Form von 2 Prozessen beschrieben: nämlich der Wechselwirkung mit gebundenen oder freien Elektronen (elektronischer Energieverlust) und der elastischen Streuung an den Atomkernen (nuklearer Energieverlust). Unter der Annahme, daß sich beide Prozesse nicht beeinflussen, erhält man den spezifischen Energieverlust: $dE/dx = (dE/dx)_e + (dE/dx)_n = S_e + S_n$ in Abhängigkeit von der Ionenenergie E und der Schichttiefe x .

Während der elektronische Term insbesondere bei hohen Ionengeschwindigkeiten maßgebliche Beiträge liefert (Rutherford Rückstreuung mit Ionen im MeV-Bereich), dominiert der nukleare Term in dem bei der Ionenimplantation und -bestrahlung genutzten Energiebereich mit kleinen Ionengeschwindigkeiten. Der nukleare Energieverlust S_n entsteht durch die Wechselwirkung der Ionen mit den Kernen der Targetatome. In dem für die Ionenimplantation interessanten Energiebereich ist die Wechselwirkung elastisch und wird als klassisches Zweikörperproblem behandelt [29].

Die Verteilung der Ionen als Funktion der Tiefe unterliegt statistischen Gesetzen und läßt sich näherungsweise durch eine Gaußkurve mit dem Maximum bei R_p und der Streuung ΔR_p beschreiben. Die Berechnung von R_p und ΔR_p erfolgte in dieser Arbeit unter Verwendung eines Computerprogramms nach [30].

3.1 Defekterzeugung

Die Versetzung eines primär angestoßenen Targetatoms aus der Potentialmulde seines Gitterplatzes ist dann möglich, wenn der kinetische Energieübertrag größer ist als die Höhe der Potentialbarriere E_D . E_D wird auch als mittlere Verlagerungsenergie bezeichnet. Ein typischer Wert für Metalle ist $E_D = 25$ eV [31], für Aluminium beträgt er $E_D = 18$ eV [32]. Wandert das angestoßene Atom von seinem Gitterplatz auf einen Zwischengitterplatz, so bilden die entstandene Leerstelle und das Zwischengitteratom einen Frenkel-Defekt; bei Wanderung des Atoms an die Probenoberfläche spricht man von einem Schottky-Defekt. Bei primären Stoßprozessen ausgelöste Atome können ihrerseits weitere Targetatome verlagern, die wiederum zusätzliche Ereignisse auszulösen vermögen. Dieser dabei entstehende Prozeß wird als *Stoßkaskade* bezeichnet. Er wird häufig mit dem Modell der linearen Kaskade beschrieben (siehe z.B. Kinchin und Pease [31]). Im modifizierten Kinchin-Pease-Modell wird jedoch darauf hingewiesen, daß unter anderem die elektronischen Energieverluste auch bei kleinen Energien nicht vernachlässigt werden dürfen [33].

3.2 Kaskadenmodelle

Bei der Untersuchung der räumlichen Verteilung einer Kaskade haben sich Computer Simulationsrechnungen als sehr nützlich erwiesen. Grundsätzlich kann man zwei verschiedene Entwicklungen unterscheiden:

1. Für Projektile mit hoher Geschwindigkeit ist die mittlere freie Weglänge zwischen zwei Stößen und damit auch die Entfernung zwischen primären Ereignissen groß. Jedes der bei einem primären Ereignis hervorgegangenen Atome kann seinerseits eine unabhängige Subkaskade einleiten. In den Bereichen, in denen die verlagerten Atome schließlich zur Ruhe kommen, steigt gleichzeitig die Wahrscheinlichkeit einer Wechselwirkung untereinander. Eine Anhäufung der verlagerten Atome am Ende jeder Subkaskade ist die Folge.
2. Für eine Projektil-Target-Kombination schwerer Teilchen mit gleichzeitig geringer Projektilgeschwindigkeit ist die mittlere freie Weglänge relativ klein. Die hohe Dichte der Streueignisse bewirkt ein Überlappen der Subkaskaden, eine Unterscheidung zwischen ihnen ist praktisch nicht mehr möglich. Die Kollisionkaskade läßt sich in diesem Fall als ein Bereich mit einer großen Dichte verlagerten Atome charakterisieren.

Untersuchungen zur Entwicklung einer Kaskade auf der Grundlage molekulardynamischer Rechnungen wurden unter anderem von Guinan und Kinney [34] durchgeführt. Danach kann der zeitliche Ablauf in drei Phasen unterteilt werden:

KAPITEL 3. THEORETISCHE GRUNDLAGEN

1. Kollisionsphase

Dauer $\leq 2 \cdot 10^{-13}$ s. Die bei einem primären Ereignis übertragene Energie wird über sekundäre Prozesse solange dissipiert, bis im Bereich von E_D keine weiteren Atome verlagert werden können. Zu diesem Zeitpunkt stellt sich das Kaskadenzentrum als entleerter Bereich, umgeben von einem Halo von Zwischengitteratomen dar.

2. Relaxationsphase

Dauer etwa $5 \cdot 10^{-13}$ s. Während dieser Zeit befindet sich der Kaskadenbereich im hochangeregtem Zustand; das Gitter weist, bedingt durch eine hohe Defektkonzentration, eine starke Unordnung auf. Während des Wiederaufbaus der ursprünglichen Kristallstruktur findet eine spontane Rekombination instabiler Defekte und die Bildung von Verzerrungsfeldern statt.

3. Abkühlphase

Dauer $\approx (1 - 10) \cdot 10^{-12}$ s. In diesem Bereich kommt es, induziert durch große Verzerrungsfelder, zum weiteren Abbau der anfangs erzeugten Defekte. Die Abkühlphase wird auch als *Thermal Spike* bezeichnet. Am Ende dieser Phase ist die Kaskadenregion im thermischen Gleichgewicht mit ihrer Umgebung.

3.3 Rutherford Rückstreuung

Die Rutherford Rückstreuung hat sich als ein bewährtes Hilfsmittel zur zerstörungsfreien Analyse oberflächennaher Festkörperbereiche erwiesen. Eine ausführliche Beschreibung findet man z.B. in [35,36].

Im betrachteten Energiebereich (typisch 2 MeV) beruht die Wechselwirkung zwischen den einfallenden Ionen und Targetatomen im wesentlichen auf der Coulomb-Abstoßung. Der Rückstreuprozess kann als elastischer Stoß zwischen zwei Teilchen angesehen werden, sofern die Projektilenergie eine für Kernreaktionen erforderliche Mindestenergie nicht überschreitet. Für He^+ - Ionen liegt diese Schwelle erst oberhalb des 2 MeV - Bereichs. Der differentielle Wirkungsquerschnitt $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ wird im Fall elastischer Streuung durch die Rutherfordsche Streuformel beschrieben, die im Laborsystem folgende Form hat:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left(\frac{Z_1 \cdot Z_2 \cdot e^2}{4 \cdot E} \right)^2 \cdot \frac{4}{\sin^4 \theta} \cdot \frac{\left\{ \left[1 - \left(\frac{M_1}{M_2} \cdot \sin \theta \right)^2 \right]^{1/2} + \cos \theta \right\}^2}{\left[1 - \left(\frac{M_1}{M_2} \cdot \sin \theta \right)^2 \right]^{1/2}} \quad (3.1)$$

KAPITEL 3. THEORETISCHE GRUNDLAGEN

Dabei sind Z_1 und Z_2 die Ordnungszahlen von Projektil und Target, M_1 und M_2 die entsprechenden Massen, θ der Streuwinkel, e die Elementarladung und E die Energie des Ions vor der Streuung. Die Proportionalität von $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ zu Z_2^2 erklärt die höhere Nachweisempfindlichkeit für schwere Massen.

Der Energieverlust beim Rückstoß wird durch den *kinematischen Faktor* k beschrieben, der als das Verhältnis der Energien des Projektils nach dem Stoß (E_1) und vor dem Stoß (E_o) definiert ist. Unter Anwendung des Energie- und Impulserhaltungssatzes gilt im Laborsystem

$$k = \left[\frac{\left(M_2^2 - M_1^2 \cdot \sin^2 \theta \right)^{1/2} + M_1 \cdot \cos \theta}{M_1 + M_2} \right]^2$$

Da k bei festen Werten von E_o , M_1 und θ nur von der Masse M_2 des Targetatoms abhängt, kann in mehrkomponentigen Targets durch die Energiemessung auch eine Massentrennung erreicht werden. Die Empfindlichkeit der Massentrennung dE_1/dM_2 ist umso höher, je geringer die Differenz zwischen θ und 180° ist. Dies impliziert die Positionierung des Detektors bei großen Streuwinkeln (*Rückstreuung*).

3.3.1 Tiefenskalierung

Findet der Rückstreuprozess in einer gewissen Tiefe des Festkörpers statt, so muß der spezifische Energieverlust dE/dx des Projektils bis zum Rückstoß und nach dem Rückstoß bis zum Austritt aus dem Festkörper mitberücksichtigt werden. Da in dieser Arbeit nur oberflächennahe Bereiche untersucht werden, kann für die folgenden Betrachtungen die Methode der Oberflächennäherung benutzt werden. Hierin wird die Energieabhängigkeit des spezifischen Energieverlustes dE/dx vernachlässigt und stattdessen ein konstanter Wert genommen. Für die Energie eines Teilchens in der Tiefe x gilt damit

$$E(x) = E_o - x \cdot \left. \frac{dE}{dx} \right|_{E_o}$$

Die Gesamtenergie eines aus der Tiefe x rückgestreuten Teilchens ist beim Verlassen des Targets gegeben durch

$$E_1 = k \cdot E(x) - \left. \frac{x}{|\cos \theta|} \cdot \frac{dE}{dx} \right|_{k \cdot E_o}$$

Der spezifische Energieverlust dE/dx wird hierin für einfallende Teilchen an der Stelle E_o und für herauslaufende Teilchen angenähert an der Stelle $k \cdot E_o$ genommen. Die Energiedifferenz zwischen direkt an der Oberfläche gestreuten Teilchen ($k \cdot E_o$) und solchen, die in einer Tiefe x rückgestreut werden, beträgt daher

$$\Delta E = k \cdot E_0 - E_1 = \left[k \cdot \frac{dE}{dx} \Big|_{E_0} + \frac{1}{|\cos \theta|} \cdot \frac{dE}{dx} \Big|_{k \cdot E_0} \right] \cdot x = [S] \cdot x \quad (3.2)$$

Die Energiedifferenz ΔE ist also proportional zur Schichttiefe x . Der Proportionalitätsfaktor wird auch Rückstreuenergieverlustparameter $[S]$ genannt. Mit Gleichung 3.2 kann damit die Energieskala in eine Tiefenskala umgerechnet werden.

3.4 Channeling

Die Eindringtiefe eines Ions im Festkörper ist generell nicht nur von seiner Einschußenergie, sondern auch von der Struktur des Festkörpers selbst abhängig. Ist der Festkörper kristallin und die Einfallsrichtung der Teilchen gleichzeitig parallel zur einer niedrig indizierten Kristallrichtung, so findet man eine deutlich höhere Eindringtiefe als bei Beschuß eines gleichen polykristallinen Targets. Im Falle des orientierten Einschusses beobachtet man gleichzeitig eine erhebliche Abnahme der Rückstreausbeute. Dieses Phänomen wird als *Channeling-Effekt* bezeichnet.

Der Gedanke, ein Kristallgitter könne energetische Ionen führen, wurde bereits von Stark [38] vorgebracht, geriet aber wieder in Vergessenheit. Die Entdeckung des Channeling-Effektes geschah Jahrzehnte später bei Computersimulationen zur Bestimmung der Reichweite von Ionen in Festkörpern [39], und wurde in der Folgezeit für verschiedene Projektil-Target-Kombinationen auch experimentell bestätigt [40,41,42,43,44]. Grundlagen und Anwendungsmöglichkeiten werden in zahlreichen Arbeiten beschrieben [26,45,46,47,48,49,50].

Experimentelle Ergebnisse zeigen allerdings, daß der Channeling-Effekt nicht ausschließlich eine Folge der Transparenz des Kristalls in niedrig indizierten Richtungen ist. In diesem Fall wäre der kritische Winkel Ψ_c , d.h. der maximale Kippwinkel, unter dem die Teilchen gegen eine niedrig indizierte Kristallachse einfallen dürften, um noch dem Channeling-Effekt zu unterliegen, geometrisch bestimmbar und für eine Tiefe von $1 \mu m$ kleiner als 0.004° . Eine Energieabhängigkeit würde zudem nicht erwartet werden. Experimentelle Werte für Ψ_c liegen jedoch, in Abhängigkeit von der Kristallstruktur und Projektilenergie, im Bereich von 1° bis etwa 3° . Das Channeling beruht daher tatsächlich auf einem Führungseffekt der Atomketten oder Ebenen. Unter der Annahme, daß gechannelte Teilchen unter kleinen Winkeln und Erhaltung ihrer transversalen Energie E_\perp an den Atomketten des Kristalls gestreut werden, ergibt sich

$$U(r) + E \cdot \Psi^2(r) = E_\perp$$

wobei $U(r)$ das effektive Wechselwirkungspotential der Ionen mit den Kettenatomen,

KAPITEL 3. THEORETISCHE GRUNDLAGEN

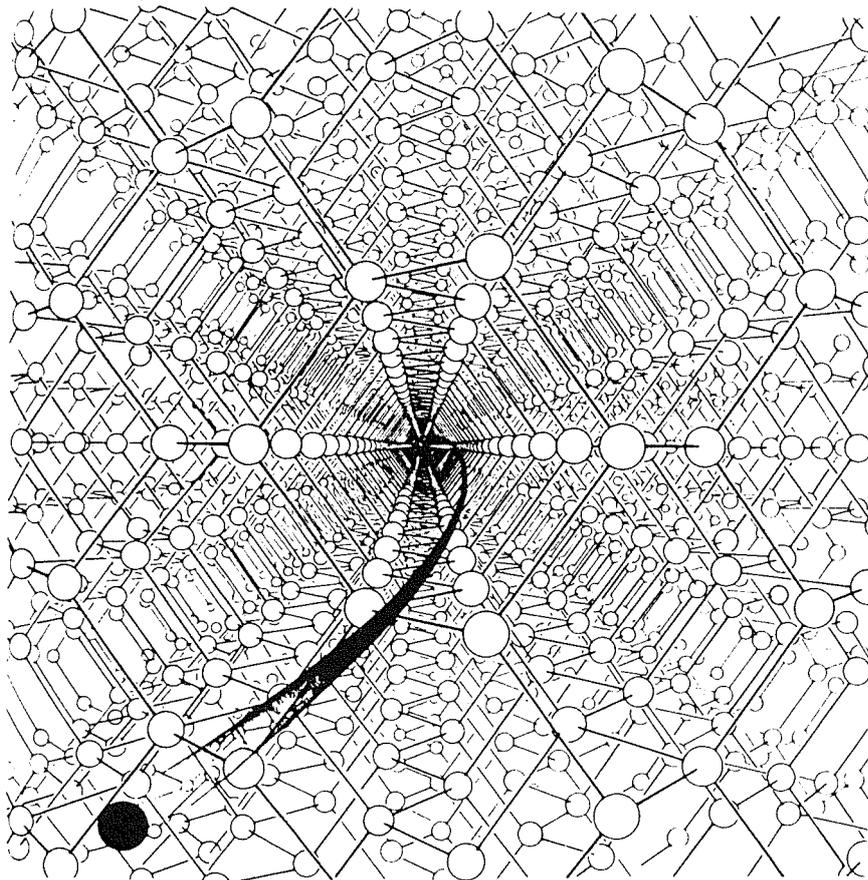


Abbildung 3.1: Flugbahn eines in Diamant- $\langle 110 \rangle$ channelnden Teilchens [37].

KAPITEL 3. THEORETISCHE GRUNDLAGEN

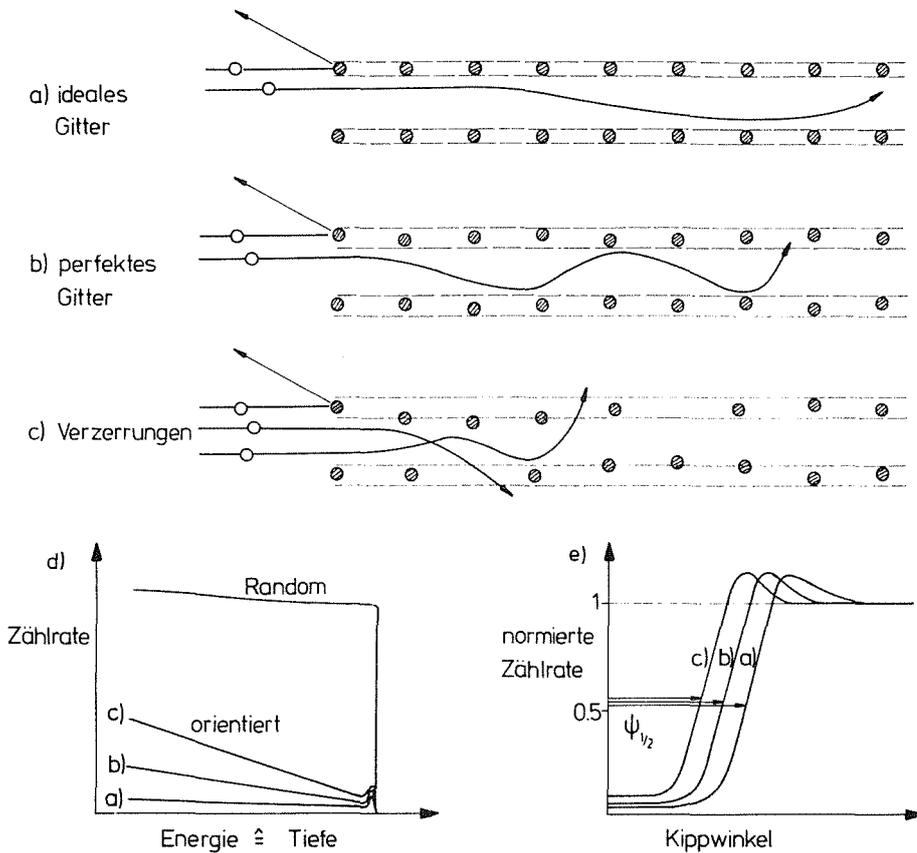


Abbildung 3.2: Trajektorien von Ionen mit ihren entsprechenden Rückstreupektren und winkelabhängigen Ausbeutekurven.

r der senkrechte Abstand zur Atomkette, E die Energie der Ionen und $\Psi(r)$ der momentane Winkel zwischen Kettenrichtung und Bahntangente sind.

Die Erhaltung der transversalen Energie bei der Bewegung eines geführten Teilchens gilt jedoch nur für den idealen Kristall (siehe Abb. 3.2a). In diesem Fall verbleiben die Teilchen im Kanal und werden auf oszillierenden Bahnen mit einer im Vergleich zum Gitter großen Wellenlänge weiter in den Kristall hineingeführt. Ionen, die beim Einschuss direkt an der Probenoberfläche rückgestreut werden, führen zum Auftreten eines Maximums (Oberflächenpeak) im Rückstreupektrum. Eine auf der Probenoberfläche befindliche Oxidschicht bewirkt ein zusätzliches Anwachsen des Oberflächenpeaks. Bei Benutzung eines Kristalls (Abb. 3.2b), welcher keine Defekte, jedoch thermische Schwingungen aufweist, nimmt die transversale Energie in Abhängigkeit der Eindringtiefe zu und bewirkt schließlich den Austritt des Teilchens aus dem Kanal. Diesen Prozeß bezeichnet man auch als *Dechanneling*. Im realen Kristall (Abb. 3.2c) verursacht die Wechselwirkung des Teilchens mit Kristalldefekten

KAPITEL 3. THEORETISCHE GRUNDLAGEN

wie Versetzungen oder Gitterverzerrungen eine weitere Zunahme des Dechanneling. In Abb. 3.2d sind die Spektren orientierter Proben für die Fälle a), b) und c) dargestellt. Man nennt sie auch *Aligned*-Spektren. Als *Random*-Spektrum bezeichnet man ein Rückstreuungsspektrum bei nicht orientierter Probe. Hierzu wird die justierte Probe um etwa das 10-fache des kritischen Winkels gegenüber dem Teilchenstrahl verkippt und während der Rückstreuanalyse um die Oberflächennormale rotiert. Die Integration aller Rückstreueignisse in einem bestimmten Tiefenbereich und Auftragung dieser Zählrate als Funktion des Kippwinkels (gegen die orientierte Position) liefert die sogenannte winkelabhängige Ausbeutekurve (*Scan*). Dividiert man diese Zählrate jeweils durch die Zählrate des Random-Spektrums, so erhält man eine entsprechende normierte Ausbeutekurve (e). Die winkelabhängige Ausbeutekurve ist im Idealfall symmetrisch zum Kippwinkel Null. In der Praxis kann es, bedingt durch die endliche mechanische Auflösung bei der Probenjustierung, zu einer Abweichung von dieser Symmetrie kommen. Typische Konfigurationen sind in [51] beschrieben. Die symmetrische winkelabhängige Ausbeutekurve ist durch zwei Parameter charakterisiert:

1. die minimale Ausbeute χ_{min} bei orientierter Position
2. die Halbwertsbreite $\Psi_{1/2}$ des kritischen Winkels.

Im realen Kristall ist $\Psi_{1/2}$ auf Grund der thermischen Schwingungen der Gitteratome bei tiefen Temperaturen größer als bei Raumtemperatur. Typische Werte für Aluminium-Einkristalle sind $\Psi_{1/2} \approx 0.7^\circ$ bei $T = 5$ K und $\Psi_{1/2} \approx 0.5^\circ$ bei Raumtemperatur; die minimale Ausbeute beträgt vor einem Implantationsexperiment $\chi_{min} \approx 3\% - 5\%$.

3.4.1 Kontinuummodell

Die grundlegende Idee für das Verständnis des Channeling-Effektes wurde von Lindhard [52] in Form des Kontinuummodells geliefert. Die Kernaussage seines Modells ist die Annäherung einer Atomkette durch ein Zylinderpotential, an dem die Streuung eines schnellen Ions in Form von aufeinanderfolgenden Kleinwinkelstößen erfolgt. Voraussetzung ist dabei, daß ein kritischer Abstand zur Atomkette nicht unterschritten wird. Als ein Ergebniss dieses Modells ergibt sich für den kritischen Winkel eine umgekehrte Proportionalität zur Wurzel der Projektilenergie. Abb. 3.3 zeigt das Kontinuumpotential für einen idealen Aluminium-Einkristall in den drei Kristallrichtungen $\langle 110 \rangle$, $\langle 100 \rangle$ und $\langle 111 \rangle$ ¹.

¹Die graphische Darstellung der Potentialdaten erfolgte unter Verwendung eines Computerprogrammes von Herrn Dipl. Phys. P. Martin.

KAPITEL 3. THEORETISCHE GRUNDLAGEN

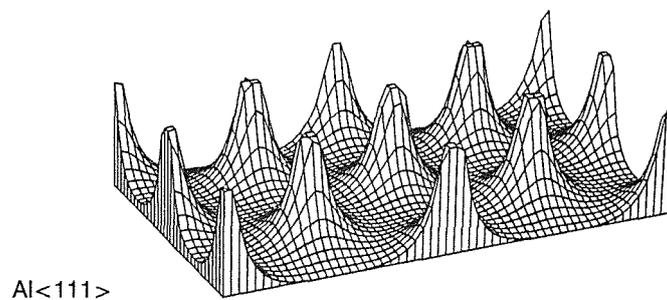
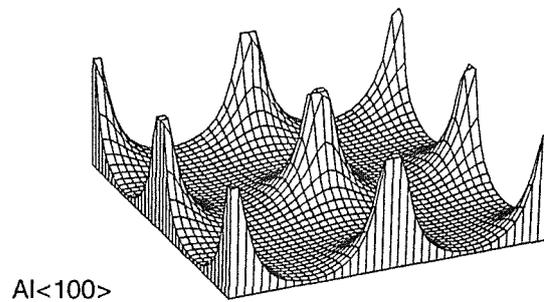
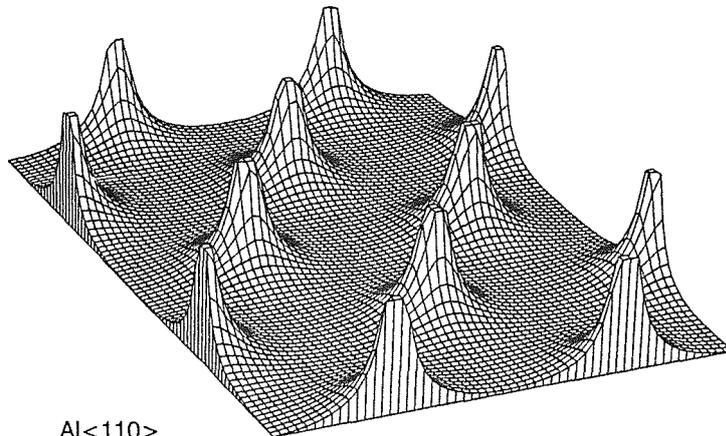


Abbildung 3.3: Kontinuumpotential in 3-dimensionaler Darstellung für einen idealen Aluminium-Einkristall in den niedrig indizierten Kristallrichtungen $\langle 110 \rangle$, $\langle 100 \rangle$ und $\langle 111 \rangle$.

KAPITEL 3. THEORETISCHE GRUNDLAGEN

Für praktische Anwendungen unterliegt das Kontinuummodell, das nur für ein statisches Gitter gilt, jedoch einigen Beschränkungen. So trifft es unter anderem keine Aussagen bezüglich des Einflusses von thermischen Schwingungen und Kristalldefekten. Diese Effekte sind aber für die Zunahme der transversalen Energie E_{\perp} und des Dechanneling verantwortlich.

3.4.2 Monte-Carlo Simulation

Eine Computersimulation des Channeling-Effektes durch ein Monte-Carlo Programm unterliegt nicht den oben angeführten Beschränkungen. Sie ermöglicht im Gegenteil erst die gezielte Untersuchung des Einflusses gitterdynamischer Prozesse oder vorhandener Fremdatome auf die Teilchenbahnen. In den meisten Fällen basieren solche Simulationsprogramme auf dem Modell des binären Stoßes, sie sind in [23,53] genauer beschrieben. Im folgenden soll daher nur der prinzipielle Ablauf erläutert werden.

Der Beschuß des Targets erfolgt unter Vorgabe der Startwerte für Energie, Ordnungszahl, Masse und Einschußwinkel des Projektils. Die Kristallstruktur des Targets ist im Rechner abgespeichert und in den meisten Anwendungen auf *eine* Elementarzelle reduziert. Die Elementarzelle wird entsprechend den Netzebenen der Kristallstruktur in einzelne Streuebene unterteilt, welche die niedrig indizierte Kristallrichtung, in der gechannelt werden soll, als Normale besitzen. Für jede Streuebene werden nun die Streuwinkel des Ions mit allen umgebenden Wirtsgitter- und Fremdatomen berechnet. Die Summation der Einzelstreuwinkel ergibt den effektiven Streuwinkel an dieser Ebene. Mit der geänderten Bahnasymptote gelangt das Teilchen in die folgende Streuebene, für die sich die Rechnung wiederholt. Parallel dazu wird die Wahrscheinlichkeit für Rückstreuung berechnet. Bei der Simulation von winkelabhängigen Ausbeutekurven für Fremdatome, die in geringer Konzentration auf bestimmten Zwischengitterplätzen angenommen werden, ist es unter Umständen vorteilhaft, die Summation der Einzelstreubeiträge auf entsprechende Atome benachbarter Elementarzellen auszudehnen [54].

3.4.3 Anwendungen

Der Einsatz des Channeling-Effektes als Analysemethode ist vielfältig. Anwendungen zur Untersuchung von Gitterplatzbelegungen, Kristalldefekten, Oberflächen und epitaktischer Schichten (z.B. Hoch- T_c Supraleiter) [55,56,57] gehören inzwischen zum Standart dieser Technik.

In dieser Arbeit wird die Channing-Methode vorwiegend zur Gitterplatzbestimmung implantierter Fremdatome in Aluminium benutzt. Man macht sich dabei die Tatsache zunutze, daß die Rückstreausbeute von auf Zwischengitterplätzen befindlichen Fremdatomen stark von der Wahl der Channeling-Richtung abhängt. Dagegen

KAPITEL 3. THEORETISCHE GRUNDLAGEN

beeinflussen Fremdatome, die substitutionell auf regulären Gitterplätzen sitzen, den Teilchenfluß für alle Kristallrichtungen in ähnlicher Weise wie die Wirtsgitteratome. Durch Aufnahme winkelabhängiger Ausbeutekurven für verschiedene Kristallrichtungen $\langle 110 \rangle$, $\langle 100 \rangle$ und $\langle 111 \rangle$ läßt sich dabei die Position der Fremdatome eindeutig bestimmen. Abb. 3.4 zeigt die Abhängigkeit solcher Ausbeutekurven von einigen Defektkonfigurationen. Für eine Einfallrichtung parallel zu den Atomketten weist die Flußverteilung ein Maximum in der Kanalmitte auf. Daher zeigt die Rückstreuerausbeute von Fremdatomen, die in der Kanalmitte lokalisiert sind, ebenfalls ein Maximum (Abb. 3.4d); mit wachsendem Kippwinkel erfolgt eine Abnahme des Teilchenflusses und damit der Rückstreuerausbeute. Die Anordnung dieser und weiterer Gitterdefekte veranschaulicht Abb. 3.5. Die Projektion ihrer Position in niedrig indizierte Kristallrichtungen und ihre effektiven Ionenflüsse, die mit dem Kontinuummodell berechnet wurden, sind in Abb. 3.6 dargestellt [48].

Die Channeling-Methode ist eine spezielle Anwendung der Rückstreuanalyse. Für die Gitterplatzbestimmung erfordert dies daher eine energetische Trennung der Rückstreusignale von Fremd- und Wirtsgitteratom. Da in dieser Arbeit nur Fremdatome implantiert wurden, die eine größere Masse als das Wirtsgitteratom hatten, läßt sich diese Trennung immer durchführen.

Der substitutionelle Anteil f_s implantierter Fremdatome wird nun wie folgt berechnet

$$f_s = \frac{1 - \chi_{min}^i}{1 - \chi_{min}^h} \quad (3.3)$$

mit

$$\chi_{min}^i = \frac{R_A^i}{R_R^i}$$

und

$$\chi_{min}^h = \frac{R_A^h}{R_R^h}$$

R_A^i und R_R^i sind die Zählraten eines im Fremdatomsignal gesetzten Energiefensters für Aligned- (A) und Random-Spektrum (R). Analog bedeuten R_A^h und R_R^h die Zählraten des Wirtsgittersignals, welches aus der korrespondierenden Schichttiefe aufgenommen wird. Gleichung 3.3 ist eine Näherung und nur dann gültig, wenn der nichtsubstitutionelle Anteil der Fremdatome Zwischengitterplätze niedriger Symmetrie einnimmt [47].

KAPITEL 3. THEORETISCHE GRUNDLAGEN

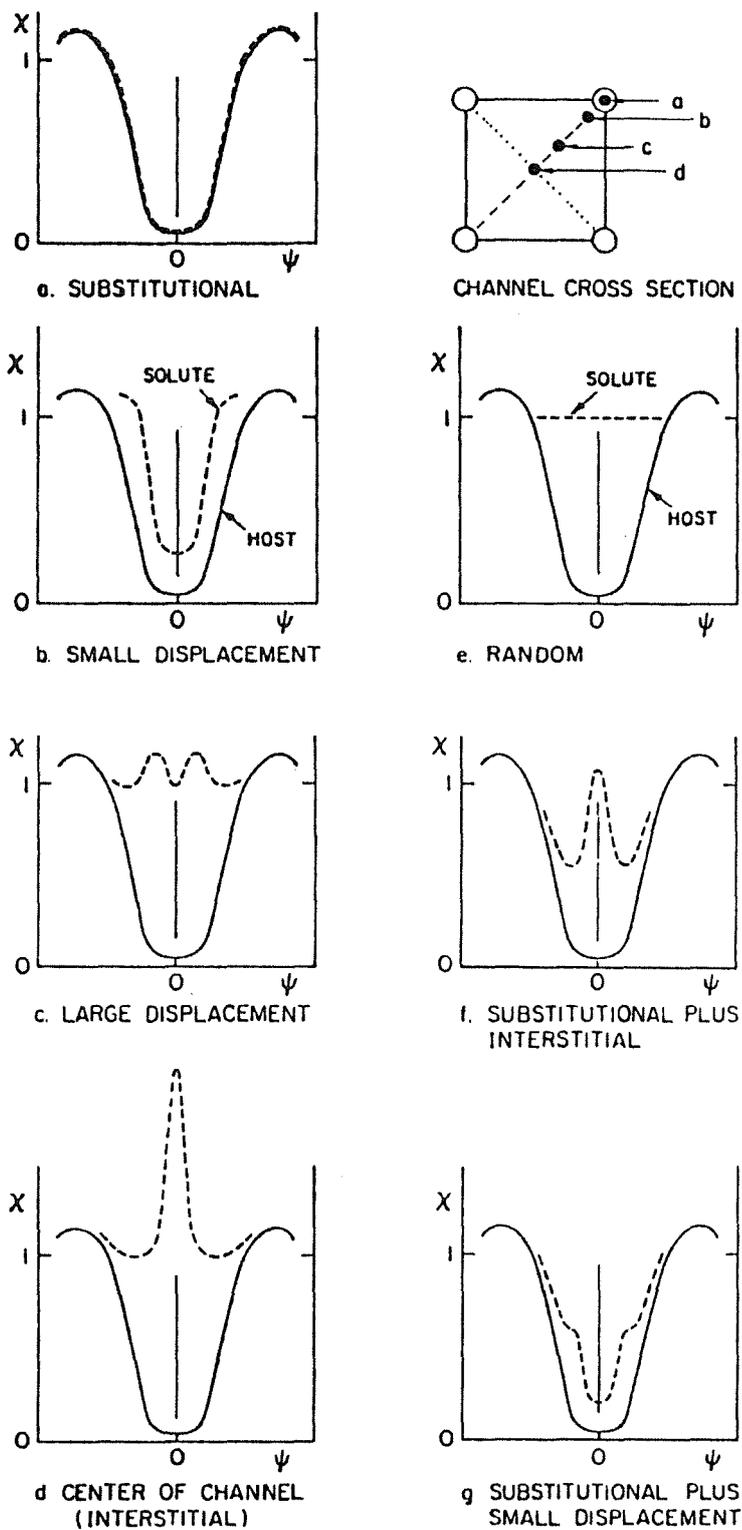


Abbildung 3.4: Typische winkelabhängige Ausbeutekurven für verschiedene Positionen der Fremdatome im Wirtsgitter [49].

KAPITEL 3. THEORETISCHE GRUNDLAGEN

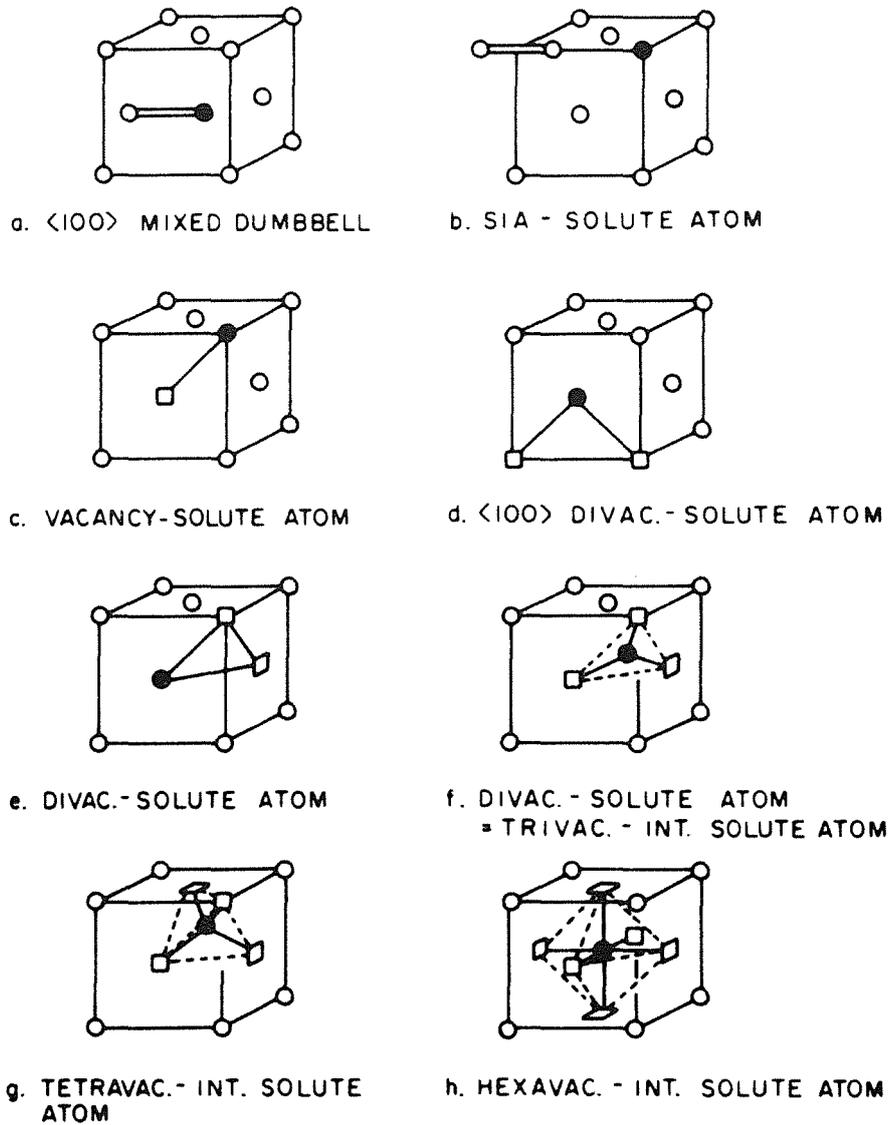


Abbildung 3.5: Einfache Fremdatom-Defekt Konfigurationen in einem fcc-Gitter [48].

KAPITEL 3. THEORETISCHE GRUNDLAGEN

CHANNEL COMPLEX	$\langle 111 \rangle$	$\langle 100 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 112 \rangle$	ION FLUX $g_i F_i$			
					$\langle 111 \rangle$	$\langle 100 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 112 \rangle$
MIXED DUMBBELL INTERSTITIAL					0.57	0.32	1.44	1.32
TRI- VACANCY SOLUTE					0.56	1.64	1.32	1.01
TETRA- VACANCY SOLUTE					0	2.27	1.10	0.69
HEXA- VACANCY SOLUTE					0	0	2.24	2.06

Abbildung 3.6: Projektion der Fremdatompositionen in niedrig indizierte Kristallrichtungen eines fcc-Gitters [48].

3.5 Fremdatom-Punktdefekt-Wechselwirkungen

Über das Verhalten von Punktdefekten in Metallen und deren Wechselwirkung mit Fremdatomen finden sich in der Literatur zahlreiche Arbeiten (siehe z.B. [47,48] und Zitate darin). Mit Meßmethoden wie beispielsweise Channeling, Mößbauer-Spektroskopie, gestörte $\gamma - \gamma$ Winkelkorrelation (PAC) oder Positronenvernichtung konnten viele, insbesondere einfache Defektstrukturen, analysiert werden. Werden substitutionell eingebaute Fremdatome durch Wechselwirkung mit Punktdefekten von ihren Gitterplätzen verlagert, so kann dies mit Channeling-Messungen beobachtet werden.

Die Aktivierungsenergie von Eigenzwischengitteratomen ist in Metallen im allgemeinen niedriger als für Leerstellen. Daher kann das Verhalten dieser Punktdefekte durch Vorgabe der Meßtemperatur getrennt untersucht werden. In Aluminium sind unterhalb der Stufe I ($T < 15\text{K}$) [69] keine Punktdefekte beweglich. Im Bereich der Stufe II (zwischen 45K und 170K) sind Eigenzwischengitteratome beweglich, Leerstellen jedoch nicht. In diesem Temperaturbereich ist die Bildung von Zwischengitteratomkomplexen möglich. Im Bereich oberhalb der Stufe III ($T > 170\text{K}$) werden auch Leerstellen beweglich. In Abhängigkeit der Meßtemperatur sind bei der Wanderung von Punktdefekten folgende Reaktionen möglich:

KAPITEL 3. THEORETISCHE GRUNDLAGEN

1. Rekombination von Leerstellen mit Zwischengitteratomen (Defekt-Antidefekt Reaktion)
2. Zusammenschluß zu größeren Defektkomplexen
3. Auflösung an Versetzungen, Korngrenzen oder Oberflächen
4. Einfang durch Fremdatome.

Fremdatome, die sich auf regulären Gitterplätzen befinden, erzeugen ein im Vergleich zum Wirtsgitteratom unterschiedliches Potential. Je nach Art des Fremdatoms kann dieses Potential attraktiver oder repulsiver Natur sein. Ist das Fremdatom kleiner als das Wirtsgitteratom, entsteht eine Kontraktion des Gitters. Dies führt allgemein zu einem bevorzugten Einfang von Eigenzwischengitteratomen. Größere Atome bewirken eine Expansion des Gitters und fangen bevorzugt Leerstellen ein. Die treibende Kraft in diesen Relaxationsprozessen stellt die jeweilige Reduzierung der Verspannungsenergie des Gitters auf ein Minimum dar.

Die stabile Defektkonfiguration eines Zwischengitteratoms mit einem vergleichsweise kleineren Fremdatom ist die Bildung einer gemischten Hantel. Dies wurde bereits von Dederichs et. al. [7] theoretisch vorhergesagt und in der anschließenden Zeit auch experimentell bestätigt [60]. Für Aluminium als Wirtsgitter wurde die Bildung von gemischten Hanteln nach Implantation von beispielsweise Mn, Ag oder Cu beobachtet [48,61,83]. Für diesen Defekttyp ist eine Stabilität bis etwa 200K (Stufe III) bekannt. Für übergroße Fremdatome ist diese Defektstruktur instabil. Dennoch ist auch in diesem Fall der Einfang von Eigenzwischengitteratomen oberhalb der Stufe I möglich. Aufgrund der Gitterverzerrung durch beide Defekte ergibt sich als stabile Konfiguration ein nahezu substitutionelles Fremdatom mit einem angelagerten Eigenzwischengitteratom. Die Bindungsenergie eines solchen Defekttyps ist sehr gering (*shallow trapping*), der Defekttyp ist nur bis etwa 100K [61] stabil.

Die Wechselwirkung von größeren Fremdatomen mit einer oder mehreren Leerstellen resultiert in der Bildung von Fremdatom-Leerstellenkomplexen. Stabile, einfache Defektkonfigurationen ergeben sich bei Assoziation eines Fremdatoms mit zwei, drei, vier oder sechs Leerstellen. In der Literatur finden sich zahlreiche Beispiele für solche Defektarten. Entsprechende Defektkonfigurationen für Fremdatome, die in Aluminium implantiert wurden, sind beispielsweise in [19,64] aufgeführt. Nach [62] findet ein Ausheilen von Fremdatom-Leerstellenkomplexen im Temperaturbereich zwischen 300K und 500K statt.

Die Wechselwirkung implantierter Fremdatome mit Punktdefekten bezieht sich im wesentlichen auf die in der Kollisionskaskade erzeugten Punktdefekte (*korrelierter Strahlenschaden*). Durch Bestrahlung implantierter Proben werden zusätzliche

KAPITEL 3. THEORETISCHE GRUNDLAGEN

Punktdefekte produziert, die im Hinblick auf die Position der implantierten Fremdatome willkürlich im Gitter verteilt sind (*unkorrelierter Strahlenschaden*). Eine Wechselwirkung dieser zusätzlich erzeugten Defekte mit implantierten Fremdatomen unterliegt den Bedingungen für eine freie Beweglichkeit dieser Defekte. Durch Wahl der Bestrahlungstemperatur kann daher die Wechselwirkung implantierter Atome mit diesen Punktdefekten besonders im Hinblick auf die Gitterplatzbesetzung der Fremdatome gezielt untersucht werden.

3.6 Miedema Modell

Miedema et al. [11,12,13] entwickelten ein halbempirisches Modell, mit dem es möglich wurde, nicht nur das Vorzeichen, sondern auch die Größenordnung der Bildungswärme ΔH_f von zahlreichen Verbindungen korrekt vorherzusagen. Unter Verwendung einer modifizierten Austrittsarbeit ϕ^* und der Elektronendichte n_{WS} an der Grenze der Wigner-Seitz Zelle (im Ortsraum) erhielten sie für die Bildungswärme

$$\Delta H_f = -P(\Delta\phi^*)^2 + Q(\Delta n_{WS}^{1/3})^2 - R$$

wobei P und Q empirisch zu bestimmende Konstanten sind. Die Konstante R ist nur dann von Null verschieden, wenn eine der Komponenten ein mehrwertiges Metall mit p-Elektronen ist. Eine Differenz in $n_{WS}^{1/3}$ erfordert einen Energieaufwand, um die Diskontinuität der Elektronendichte an der Grenze der Wigner-Seitz Zelle auszugleichen. Dies bedeutet einen positiven Beitrag zu ΔH_f . Eine Differenz in ϕ^* führt zu einem Ladungstransfer über die Grenze verschiedener atomarer Zellen und liefert einen negativen Beitrag zu ΔH_f .

Im Grenzfall eines stark verdünnten Systems geht die Bildungswärme ΔH_f in die Lösungswärme ΔH_{sol} über, welche nötig ist, um ein Fremdatom in einer gegebenen Matrix durch ein Wirtsgitteratom zu ersetzen. Die Lösungswärme ist die Summe eines elektronischen Terms und der Volumenfehlpassungsenergie ΔH_{size} . Für den elektronischen Term eines in der Matrix A hoch verdünnten Elements B gilt nach [12]

$$\Delta H_{sol,el}^{BinA} = P \frac{V_B^{2/3}}{(n_{WS}^{-1/3})_{av}} \cdot \left(-(\Delta\mu^*)^2 + \frac{Q}{P} (\Delta n_{WS}^{1/3})^2 \right) \quad (3.4)$$

wobei μ^* das chemische Potential und V_B das molare Volumen des Elements B ist.

Das Modell von Miedema hat sich als durchaus brauchbar zur Vorhersage von Lösungswärmen erwiesen. Dennoch ist der physikalische Inhalt dieses Modells fraglich. So verweist beispielsweise Pettifor [58] darauf, daß die Identifizierung des Parameters ϕ^* mit der Austrittsarbeit oder mit dem chemischen Potential von quantenmechanischer Seite aus nicht unterstützt werden kann.

KAPITEL 3. THEORETISCHE GRUNDLAGEN

Die Volumenfehlpassungsenergie wird nach [59] abgeschätzt zu

$$\Delta H_{size} = 2\mu \frac{(V_I - V_H)^2}{(3\gamma V_H)} \quad (3.5)$$

mit $\gamma = 1 + 4\mu/3K_I$. V_I und V_H sind die entsprechenden molaren Volumina von Fremdatom und Wirtsgitteratom, μ ist der Schubmodul des Wirtsgitters und K_I der Kompressionsmodul des Fremdatoms.

Kapitel 4

Ergebnisse und Diskussion

In dieser Arbeit wird die Gitterplatzbesetzung von verschiedenen, in Aluminium implantierten Fremdatomen, mit Hilfe der Channeling-Methode untersucht. Von grundlegender Bedeutung sind in diesem Zusammenhang Prozesse, welche die Gitterplatzbelegung der implantierten Ionen im Wirtsgitter bestimmen. Systematische Untersuchungen hierzu wurden bereits für eine Reihe von Wirtsgittern wie Cu [10], Be [63], Fe [64,65], V [66] und Al [19,67] vorgenommen. Einen ausführlichen Überblick über Ergebnisse in V, Fe und Al findet man in [68].

In Aluminium liegen die Erholungsstufen für Eigenzwischengitteratome im Bereich zwischen 15K und 45K (Stufe I), die Wanderung von Leerstellen (Stufe III) erfolgt ab etwa 170K [69]. Um den Einfluß von Fremdatom-Punktdefekt-Wechselwirkungen auf die Gitterplatzbesetzung implantierter Ionen getrennt untersuchen zu können, wurden daher Implantationsexperimente bei Temperaturen von $T_I = 5, 77$ und 293K durchgeführt. Die Erzeugung von Punktdefekten durch Nachbestrahlung mit leichten Ionen (direkt nach der Implantation oder nach Tempern) kann zusätzlich Einfluß auf die Gitterplatzbesetzung nehmen und ist in den Untersuchungen mit einbezogen.

Im folgenden werden die Ergebnisse für die implantierten Atome Au, Pd, Co, Cu, Ce, Ba und J vorgestellt. Die in den einzelnen Abbildungen in diesem Kapitel verwendeten Begriffe haben dabei folgende Bedeutung: $\Psi_{1/2}$ ist die Halbwertsbreite des kritischen Winkels, χ_{min} die minimale Ausbeute bei orientierter Position, T_I die Implantationstemperatur, T_M die Meßtemperatur, T_A die Anlaßtemperatur und T_{irr} die Nachbestrahlungstemperatur.

4.1 Gold implantiert in Aluminium

Die Löslichkeitsgrenze von Au in Al beträgt im thermodynamischen Gleichgewicht etwa 0.2 at% bei 642 °C [70]. Die substitutionelle Komponente von Au ist bei Raumtemperatur abhängig von der implantierten Au-Konzentration. Ein f_s -Wert von 0.68 ± 0.03 ergibt sich, konzentrationsunabhängig, im Bereich 0.03 at% bis 0.1 at%. Für höhere Au-Konzentrationen nimmt f_s ab und ist bei einer Peakkonzentration von 1 at% schließlich Null [71]. Den Einfluß der Implantationstemperatur auf die substi-

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

tutionelle Komponente zeigt Abb. 4.1. Für alle drei Implantationstemperaturen a), b) und c) in Abb. 4.1 sind die jeweiligen kritischen Winkel von Au und Al praktisch gleich, was auf die Existenz einer ungestörten substitutionellen Komponente hinweist. Die aus der Implantation bei 5K und 77K resultierende Differenz in f_s kann der Defektkomplexbildung von Gold mit Eigenzwischengitteratomen zugeordnet werden, welche bei 77K beweglich sind. Diese Wechselwirkung sollte ebenfalls beim Tempern über die Stufe I auftreten und nachgewiesen werden können. So wurde beim Aufwärmen des bei 5K implantierten Systems auf 77K eine Abnahme in f_s von 0.93 auf 0.81 beobachtet. Um Informationen über die Position der verlagerten Goldatome zu erhalten, wurde bei 77K eine winkelabhängige Ausbeutekurve auch in der Al- $\langle 100 \rangle$ -Richtung aufgenommen. In Abb. 4.2 ist der Unterschied dieser Kurve zur Ausbeutekurve in Al- $\langle 110 \rangle$ zu sehen. Die Kurven für Al und Au liegen in der $\langle 100 \rangle$ -Richtung eng beieinander, was auf einen f_s -Wert von 0.94 hinweisen würde. Der flache Boden der Au-Kurve in Al- $\langle 110 \rangle$ -Richtung mit einem resultierenden f_s -Wert von 0.78 zeigt jedoch, daß ein Teil der Au-Atome in der Nähe der $\langle 110 \rangle$ -Kanalmitte, d.h. in der Nähe des oktaedrischen Zwischengitterplatzes, lokalisiert ist. Dies könnte ein Hinweis auf die Bildung gemischter Hanteln sein. Der scheinbar hohe f_s -Wert von Au, das in Al- $\langle 100 \rangle$ -Richtung implantiert wurde, resultiert aus der Tatsache, daß beim Blick parallel zur $\langle 100 \rangle$ -Richtung der oktaedrische Zwischengitterplatz durch die entsprechenden kubisch-flächenzentrierten Al-Atome völlig abgeschattet ist. Die Ausbeutekurven für Gold in Aluminium in Abb. 4.2 wurden mit Monte-Carlo Simulationsrechnungen verglichen¹. Die beste Übereinstimmung mit den Meßkurven ergab sich unter der Annahme, daß 12% der Goldatome auf oktaedrischen Plätzen und 88% auf substitutionellen Gitterplätzen sitzen. Danach ist der tatsächliche f_s -Wert gleich 0.88. Eine Nachbestrahlung der nicht getemperten Probe (Au implantiert in Al- $\langle 100 \rangle$ -Richtung) bei 77K mit $2 \cdot 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ (300 keV) beeinflusste die oktaedrische Komponente nicht, da eine Änderung in f_s nicht beobachtet wurde. Beim Aufwärmen dieser Proben auf Raumtemperatur zeigte sich eine Abnahme in f_s von 0.93 auf 0.78 ± 0.03 für die $\langle 100 \rangle$ -Richtung und von 0.78 auf 0.66 für die $\langle 110 \rangle$ -Richtung. Dies weist auf eine Wechselwirkung von Au-Atomen mit Leerstellen oder auch auf Prezipitatsbildung von Au-Atomen hin. Abb. 4.3 zeigt die Rückstreuenspektren der mit 0.12 at% Au bei 77K implantierten und anschließend auf 293K aufgewärmten Probe.

In einem weiteren Experiment [72] wurde eine bei 77K mit Au implantierte Probe nach Tempern auf 293K und 393K anschließend bei 77K nachbestrahlt. Eine Änderung in f_s im Vergleich zu dem bei Raumtemperatur erhaltenen Wert vor der Nachbestrahlung konnte im Rahmen der Meßgenauigkeit nicht festgestellt werden.

¹Für die Durchführung dieser und weiterer Monte-Carlo Simulationsrechnungen danke ich Herrn Dr. O. Meyer herzlich.

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

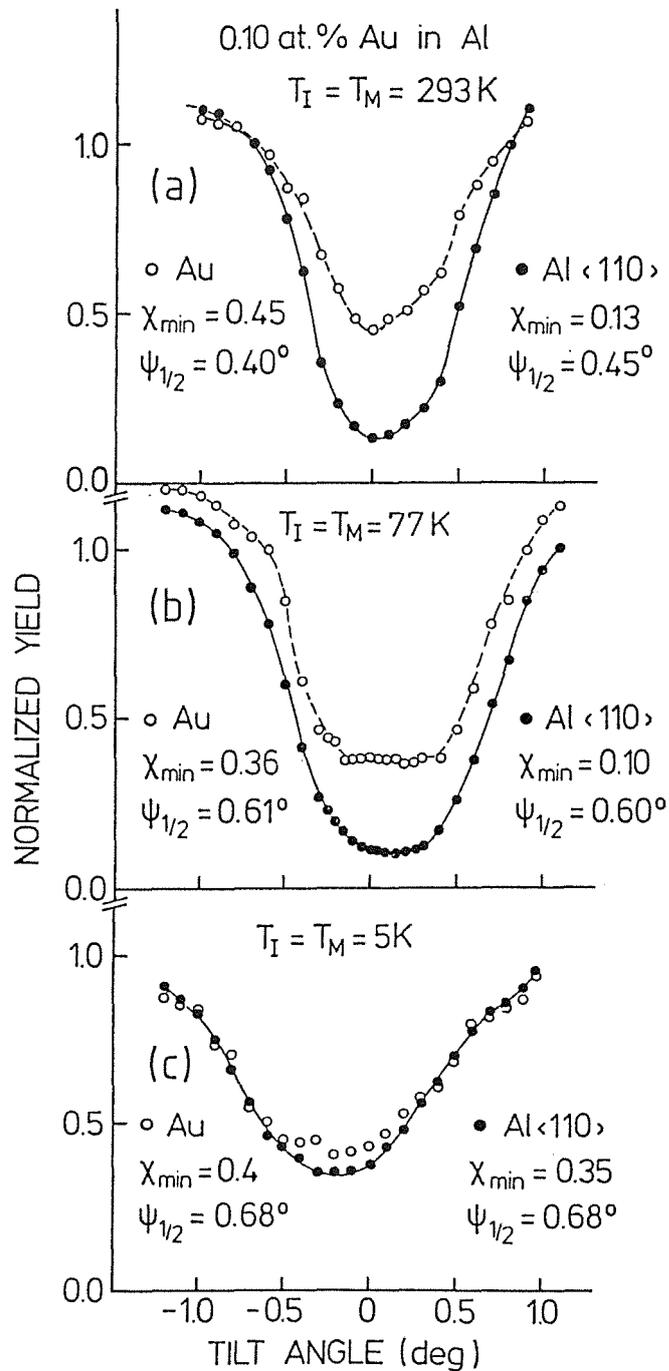


Abbildung 4.1: Winkelabhängige Ausbeutekurven von Al-Einkristallen, die bei 293K (a), bei 77K (b) und bei 5K (c) mit Au implantiert wurden.

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

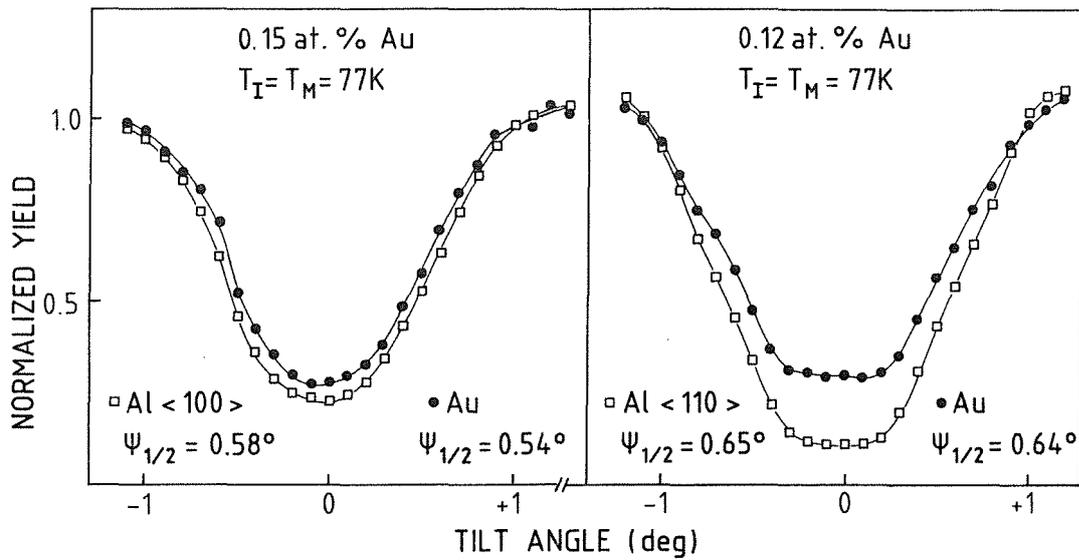


Abbildung 4.2: Winkelabhängige Ausbeutekurven von Al-<100>- (linke Seite) und Al-<110>-Einkristallen (rechte Seite) nach Implantation mit Au bei 77K.

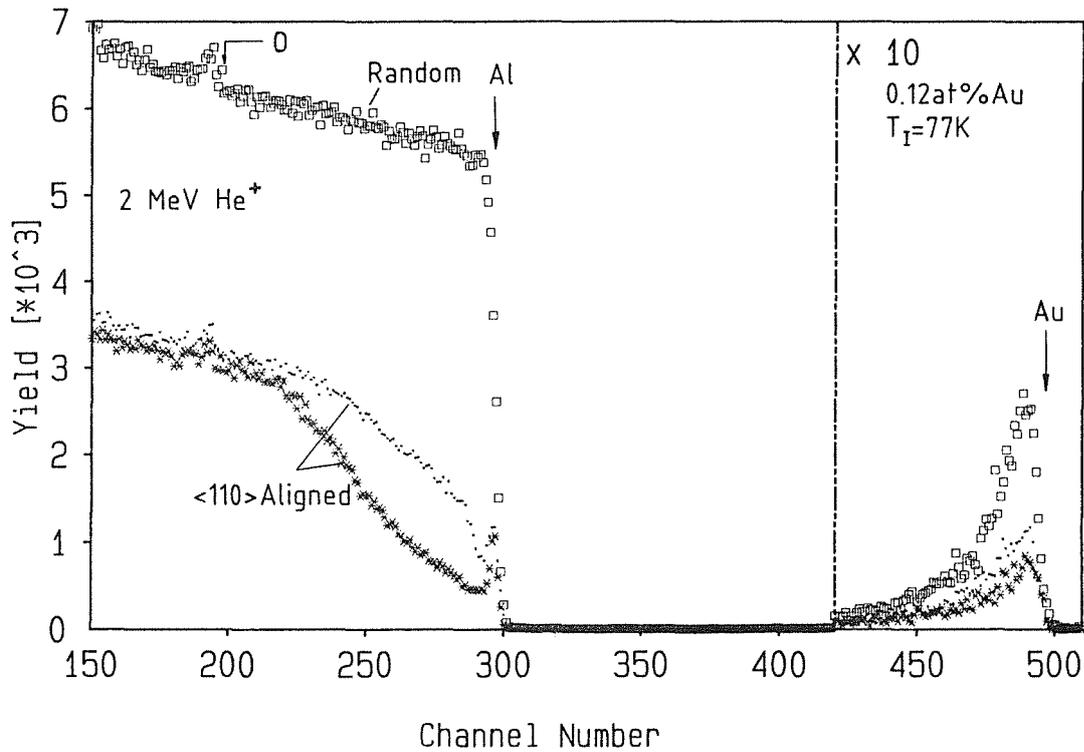


Abbildung 4.3: Rückstreuspektren einer AlAu-Probe nach Implantation bei 77K (*) und nach Aufwärmen auf 293K (●).

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Auf Grund dieses Ergebnisses könnte man auf eine nur sehr geringe oder fehlende Wechselwirkung von Au-Atomen mit Zwischengitteratomen schließen. Dies steht jedoch im Gegensatz zu den in Abb. 4.1b und 4.1c dargestellten Ergebnissen. Es wird vermutet, daß es zu einer Wechselwirkung der durch die in der Nachbestrahlung erzeugten Au-Zwischengitteratomkomplexe mit nach vorhergehendem Tempern noch vorhandenen Au-Leerstellenkomplexen kommt. D.h., es könnte eine Umordnung der Au-Punktdefekt Komplexe stattfinden. Für die substitutionelle Komponente wurde vor der Nachbestrahlung bei Tempern von 293K auf 393K eine Abnahme von $f_s = 0.66$ auf 0.52 beobachtet. Wie bereits oben erwähnt, kann auch hier der Einfluß der Wechselwirkung von Leerstellen mit Au-Atomen auf die Abnahme in f_s nicht ausgeschlossen werden. Im Zusammenhang mit der Konzentrationsabhängigkeit von f_s bei Implantationen bei 293K [71] kann jedoch auch eine Präzipitatsbildung in Betracht kommen. Diese Frage ist zur Zeit noch Gegenstand weiterer Untersuchungen [72].

4.2 Palladium implantiert in Aluminium

Bei Implantation von 0.2 at% Pd bei 293K ergibt sich eine substitutionelle Komponente von $f_s = 0.71$. In den Rückstreuenspektren in Abb. 4.4 ist dies am großen Unterschied des Pd-Signals für Random und Aligned zu sehen. Nach Implantation von Pd bei 5K und 77K werden f_s -Werte von 0.87 ± 0.03 beziehungsweise 0.71 ± 0.02 beobachtet. Die entsprechenden winkelabhängigen Ausbeutekurven sind in Abb. 4.5 dargestellt. Die aus den Direktimplantationen erhaltenen substitutionellen Komponenten entsprechen im wesentlichen den Ergebnissen für das AlAu-System [71]. Die Ergebnisse der Anlaßexperimente zeigen jedoch ein teilweise anderes Verhalten in f_s . So kann wiederum die Abnahme des substitutionellen Anteils von 0.87 auf 0.77 beim Aufwärmen von 5K auf 77K dem Einfluß beweglicher Zwischengitteratome zugeordnet werden. Beim Aufwärmen von 77K auf Raumtemperatur ergibt sich jedoch keine Änderung in f_s . Der Einfluß beweglicher Leerstellen auf f_s ist hier also von untergeordneter Bedeutung. Eine bei 77K durchgeführte Nachbestrahlung der von 5K auf 77K angelassenen Probe mit $1 \cdot 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ und der bei 77K implantierten Probe mit $2 \cdot 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ (300 keV) hatte ebenfalls keinen Einfluß auf die substitutionelle Komponente, die auch beim Tempern auf Raumtemperatur unverändert blieb. Aufgrund dieser Ergebnisse liegt es nahe, daß im System AlPd die Einfangradien und Bindungsenergien von Pd mit Zwischengitteratomen und Leerstellen relativ gering sind.

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

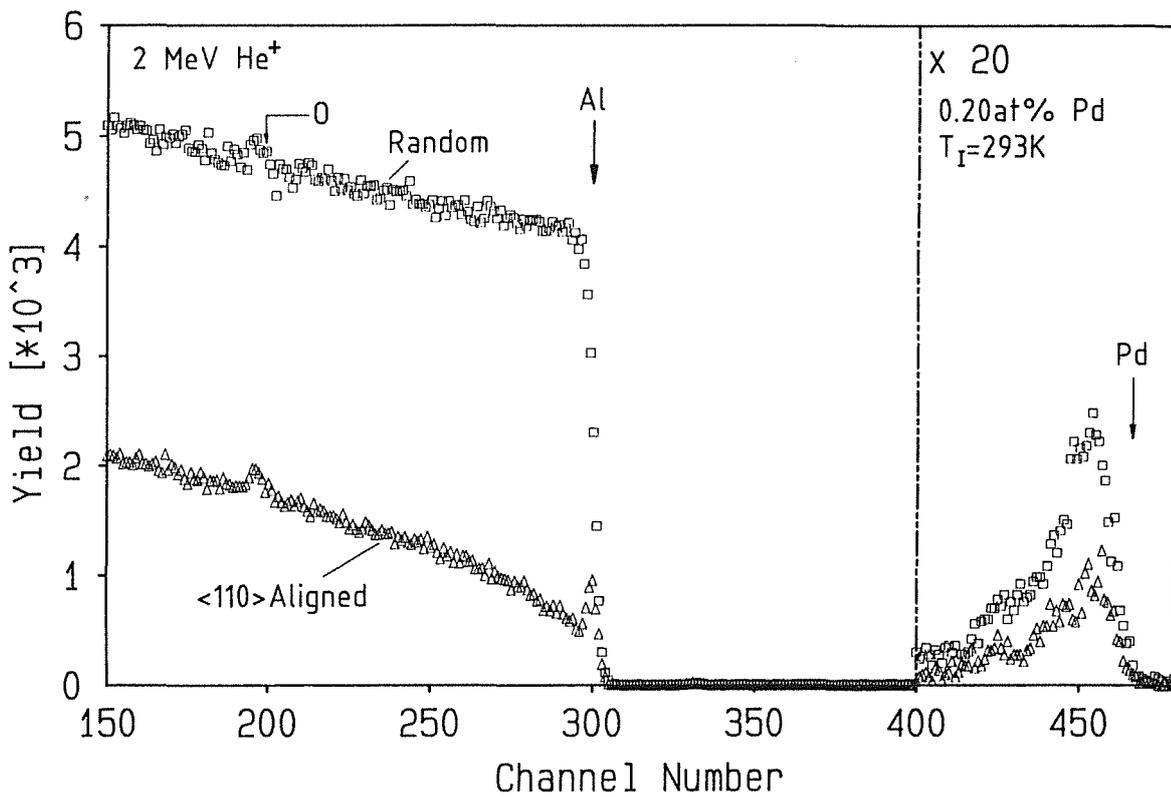


Abbildung 4.4: Rückstreuungsspektren einer AlPd-Probe nach Implantation bei 293K.

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

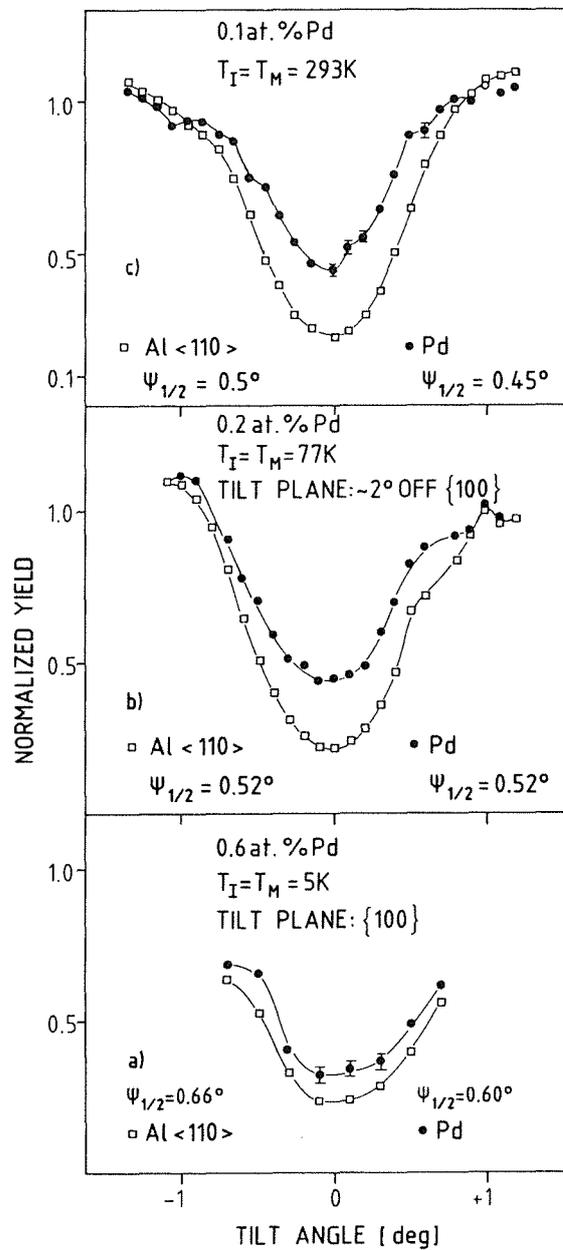


Abbildung 4.5: Winkelabhängige Ausbeutekurven von Al-Einkristallen, die bei 5K (a), bei 77K (b) und bei 293K (c) mit Pd implantiert wurden.

Implantiertes Element	Peakkonz. [at%]	$T_I = T_M$ [K]	f_s (± 0.03)
Co	0.06	293	0.21
Al-<110>	0.12	293	0.26
	0.21	293	0.33
	0.27	293	0.36

Tabelle 4.1: Abhängigkeit der substitutionellen Komponente f_s von der Co-Konzentration nach Implantation bei Raumtemperatur.

4.3 Cobalt implantiert in Aluminium

Die Löslichkeit von Co in Al wird nach [70] mit weniger als 0.01 at% bei 657 °C angegeben. Für Implantationen bei Raumtemperatur wird eine Zunahme der substitutionellen Komponente in Abhängigkeit von der Konzentration des implantierten Co beobachtet (siehe Tabelle 4.1). So ergibt sich beispielsweise für eine Peakkonzentration von 0.21 at% Co ein f_s -Wert von 0.33 ± 0.03 . Für eine etwas höhere Peakkonzentration von 0.27 at% Co ist die winkelabhängige Ausbeutekurve in Abb. 4.6b zu sehen. Der geringe Unterschied in den kritischen Winkeln deutet auf eine leicht gestörte substitutionelle Komponente hin. Die Untersuchung der konzentrationsabhängigen substitutionellen Komponente bei Implantation von Co bei Raumtemperatur wurde in weiteren Experimenten [74] auf höhere Co-Konzentrationen ausgedehnt. Die bisherigen Ergebnisse zeigen, daß für eine Co-Konzentration von ≈ 0.3 at% ein maximaler f_s -Wert von $\approx 0.39 \pm 0.03$ erreicht wird. Für höhere Co-Konzentrationen wird eine Abnahme in f_s beobachtet. Diese Resultate legen eine Präzipitatsbildung für höhere Co-Konzentrationen nahe.

Nach einer Implantation von 0.16 at% Co bei 77K wird ein f_s -Wert von 0.69 ± 0.04 beobachtet. Aus der Übereinstimmung der kritischen Winkel für Al und Co in Abb. 4.6a kann auf eine ungestörte substitutionelle Komponente geschlossen werden. In einem weiteren Experiment wurde ebenfalls eine Probe mit 0.16 at% Co bei 77K implantiert. Aus experimentellen Gründen konnten jedoch keine Messungen bei 77K vorgenommen werden. Nach Aufwärmen auf 293K wurde ein f_s -Wert von ≈ 0.69 beobachtet. Diese Probe wurde anschließend bis auf 393K getempert und bei 293K erneut analysiert. Die substitutionelle Komponente nahm nur geringfügig auf $f_s = 0.64 \pm 0.03$ ab. Die entsprechenden winkelabhängigen Ausbeutekurven sind in Abb. 4.7 dargestellt. Aus der Identität der kritischen Winkel für Al und Co kann auf eine ungestörte substitutionelle Komponente geschlossen werden.

Nach einer Implantation von 0.7 at% Co bei 5K ergibt sich ein f_s -Wert von

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

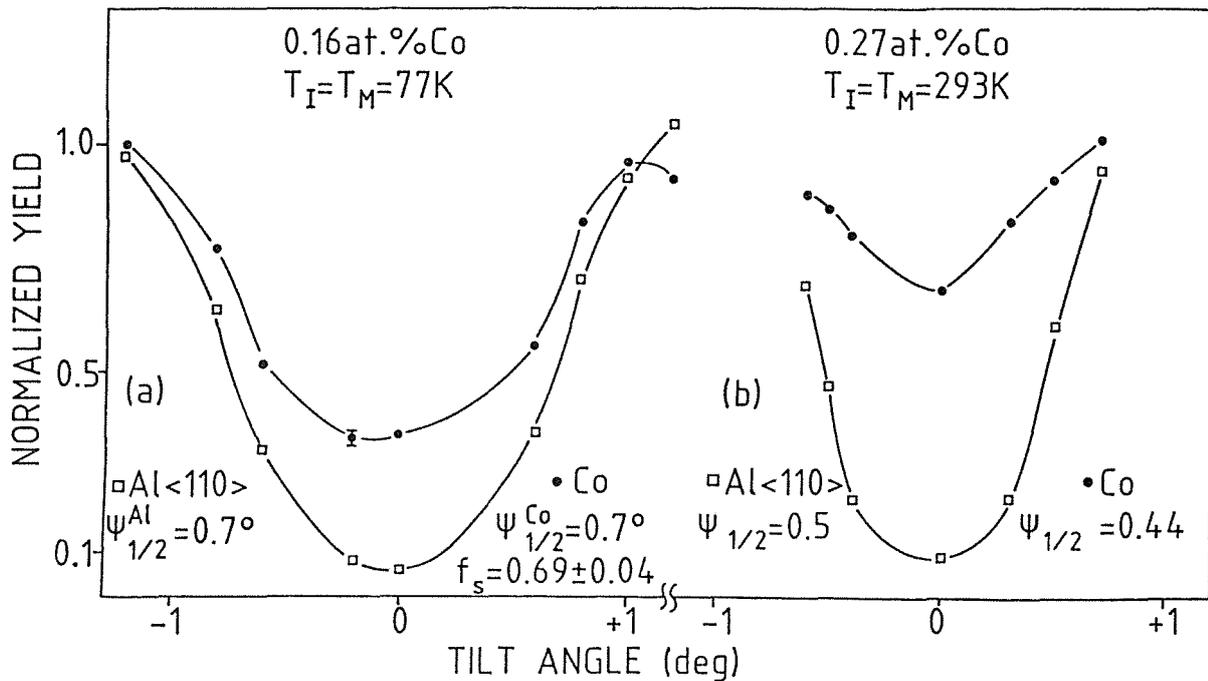


Abbildung 4.6: Winkelabhängige Ausbeutekurven eines mit Co implantierten Al-Einkristalls bei 77K (Abb. 4.6a) und bei 293K (Abb. 4.6b).

0.56 ± 0.02 . Abb. 4.8 zeigt die dazugehörigen Rückstreuenspektren. Beim Aufwärmen auf 77K und 293K wird eine Änderung des Dechanneling im Al-Signal beobachtet (s. Abb. 4.8 und Abb. 4.9). Im Bereich des Co-Signals zeigt sich jedoch zuerst eine leichte Abnahme (von 5K auf 77K) und nach Anlassen auf 293K eine deutliche Zunahme. Für die substitutionelle Komponente ergibt sich hieraus ein f_s -Wert von 0.63 ± 0.03 bei 77K beziehungsweise 0.33 ± 0.03 bei 293K. Die Resultate legen es nahe, diese Änderungen auf eine Wechselwirkung des Co sowohl mit Zwischengitteratomen als auch mit Leerstellen zurückzuführen. Im Hinblick auf die Konzentrationsabhängigkeit von f_s bei Raumtemperatur (s. oben) muß jedoch in Betracht gezogen werden, daß die Abnahme in f_s von 77K auf 293K auch durch Präzipitatsbildung verursacht sein könnte. Abb. 4.10 zeigt die entsprechenden winkelabhängigen Ausbeutekurven nach Aufwärmen auf 77K und Raumtemperatur. Die Ergebnisse für f_s entsprechen im wesentlichen den bei 77K und 293K direkt implantierten Proben. Der hohe f_s -Wert einer mit 0.16 at% Co bei 77K implantierten Probe nach Aufwärmen auf Raumtemperatur steht jedoch im Gegensatz zu den bisherigen Ergebnissen. Eine Präzipitatsbildung bei 293K wird nicht beobachtet (s. oben). Eine mögliche Erklärung wäre, daß die Bindungsenergie der bei tiefen Temperaturen erzeugten Co-Punktdefektkomplexe für Systeme mit geringer Co-Konzentration hoch genug ist, um nach Aufwärmen auf 293K eine Präzipitatsbildung zu verhindern.

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

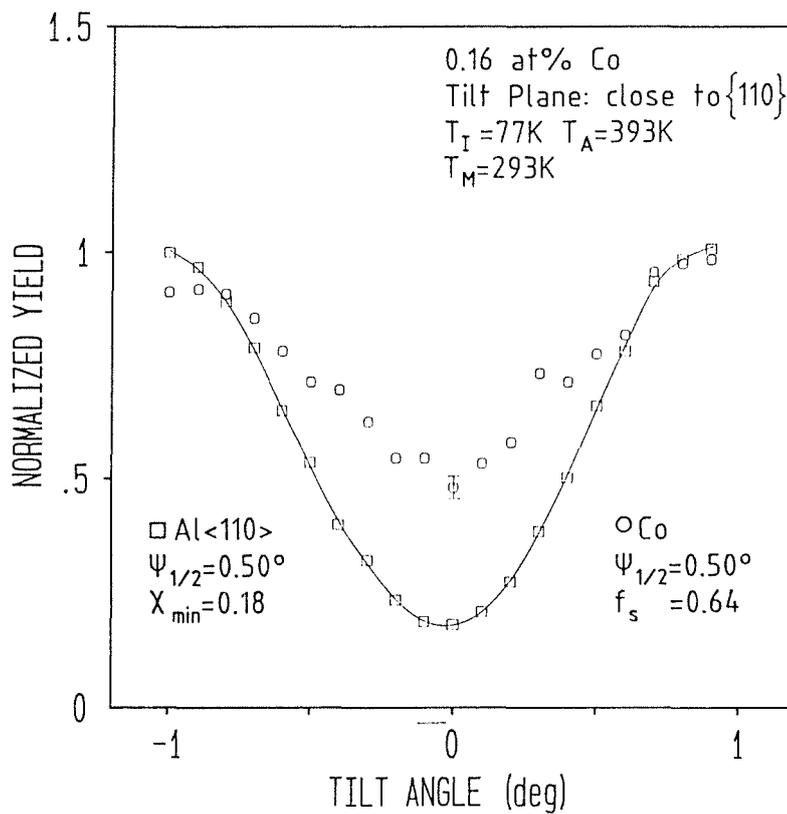


Abbildung 4.7: Winkelabhängige Ausbeutekurven eines mit Co implantierten Al-Einkristalls nach Analyse bei 293K. Die Probe wurde zuvor bei 77K implantiert und auf 393K getempert.

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

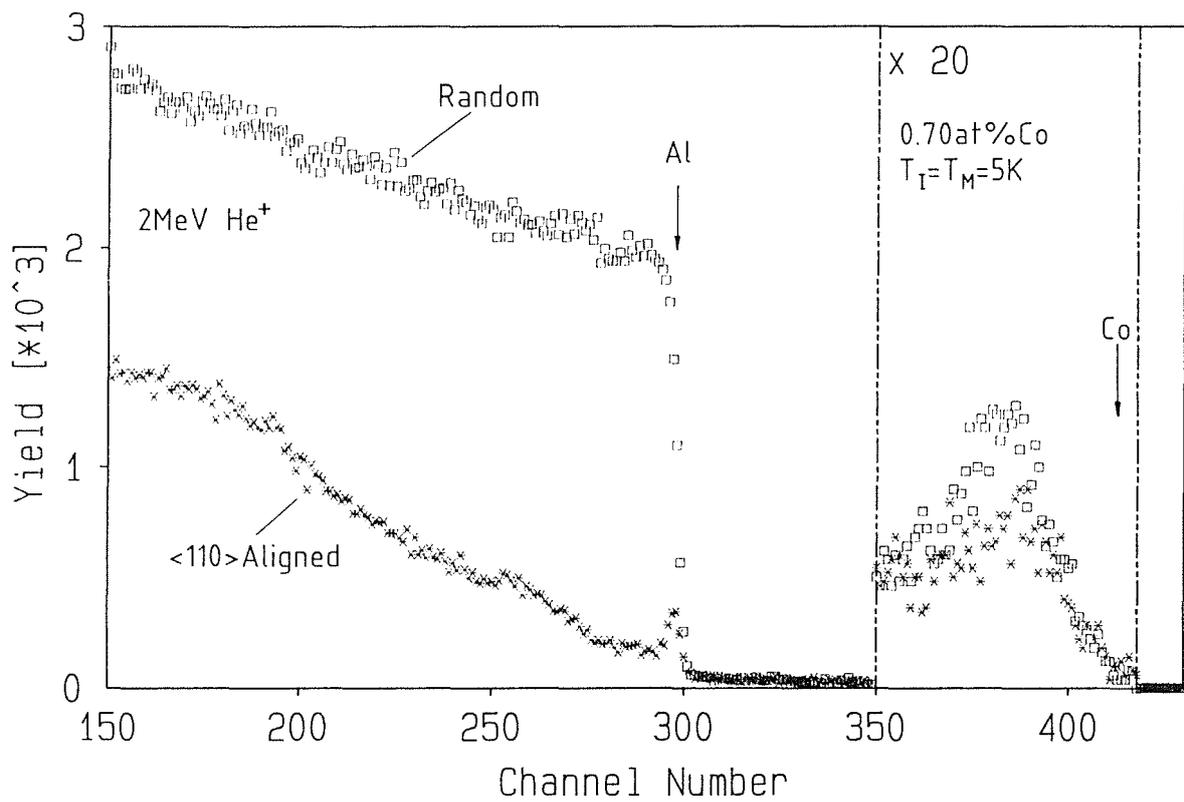


Abbildung 4.8: Rückstreuungsspektren einer AlCo-Probe nach Implantation mit 0.7 at% Co bei 5K.

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

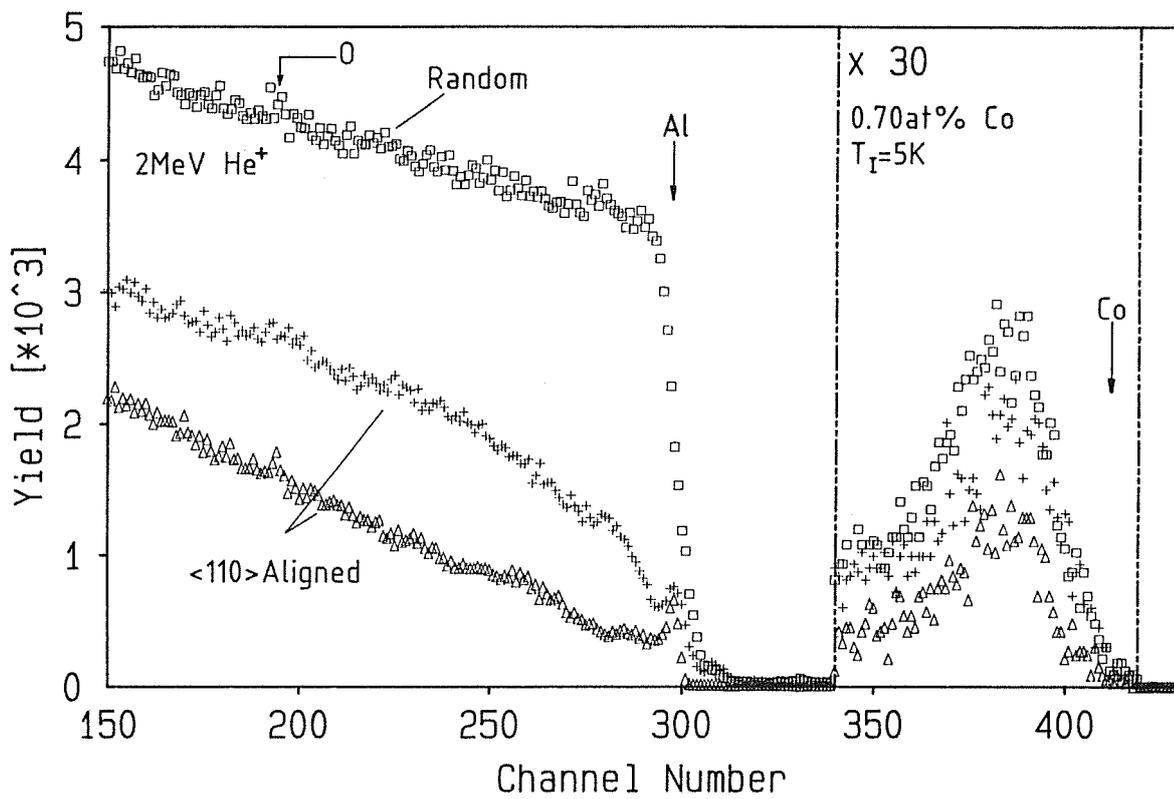


Abbildung 4.9: Rückstreuenspektren einer AlCo-Probe, die bei 5K implantiert und anschließend auf 77K (Δ) und auf 293K (+) aufgewärmt wurde.

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

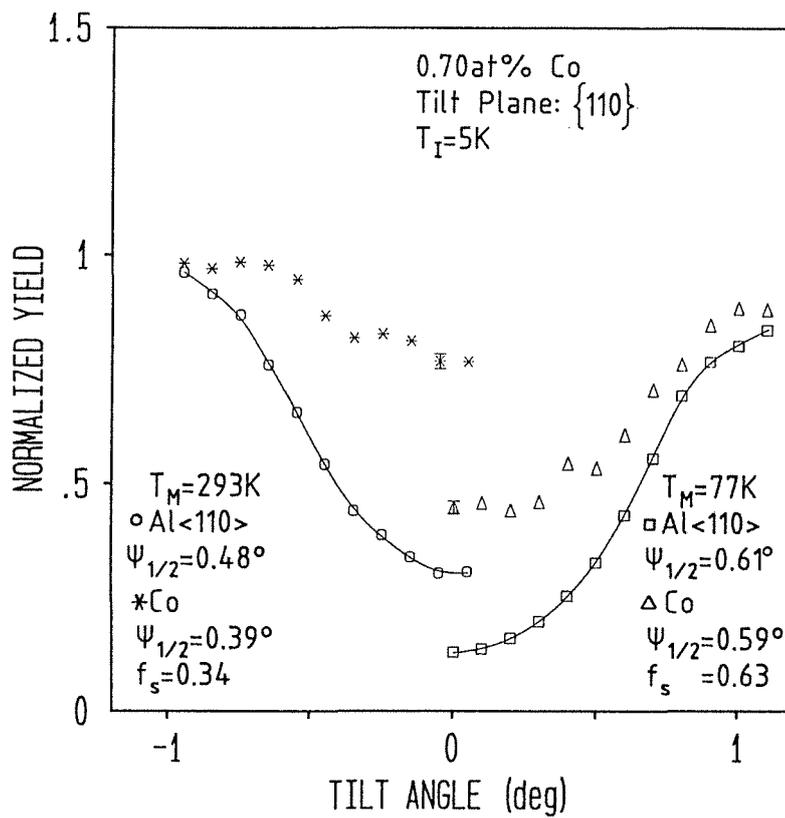


Abbildung 4.10: Winkelabhängige Ausbeutekurven eines bei 5K mit Co implantierten Al-Einkristalls nach Aufwärmen auf 77K (rechte Seite) und auf 293K (linke Seite).

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Implantiertes System	Fluenz (He ⁺ /cm ²)	T _A [K]	T _{irr.} [K]	T _M [K]	f _s (±0.03)
<110>	0	-	-	293	0.35
AlCo	0	-	-	77	0.30
	1 · 10 ¹⁵	-	77	77	0.24
	5 · 10 ¹⁵	-	77	77	0.14
	2 · 10 ¹⁶	-	77	77	0.10
	-	293	-	293	0.33
	-	423	-	293	0.35

Tabelle 4.2: f_s -Werte von Co in Abhängigkeit der Bestrahlungsdosis mit He-Ionen bei 77K und anschließendem Tempern auf 293K. Die Probe wurde zuvor bei Raumtemperatur implantiert.

In einem weiteren Experiment wurde eine bei 293K mit 0.27 at% Co implantierte Probe (s. Abb. 4.6b) einer anschließenden Nachbestrahlung mit He-Ionen (300 keV) bei 77K unterzogen. Mit anwachsender He-Fluenz wurde eine Zunahme des Dechanneling im Bereich des Al-Signals beobachtet. Parallel dazu erhöhte sich auch das Co-Signal. Daraus ergab sich eine Abnahme der substitutionellen Komponente von $f_s = 0.30 \pm 0.03$ (bei 77K vor Nachbestrahlung) auf $f_s = 0.10 \pm 0.03$ nach Bestrahlung mit $2 \cdot 10^{16}$ He⁺/cm² (s. Tabelle 4.2). Die entsprechenden Rückstreuungsspektren sind in Abb. 4.11 dargestellt. Die Verringerung der substitutionellen Komponente in Abhängigkeit der zunehmenden Bestrahlungsdosis bei 77K kann auch hier auf eine Wechselwirkung von Co-Atomen mit den in der Nachbestrahlung erzeugten Zwischengitteratomen und Zwischengitteratomkomplexen zurückgeführt werden. Eine mögliche Defektkonfiguration wäre die Bildung gemischter Hanteln. Um weitere Informationen über die Struktur solcher Defektkomplexe zu erhalten, wurden im Anschluß an die Nachbestrahlung winkelabhängige Ausbeutekurven bei 77K aufgenommen. Sie sind in Abb. 4.12 dargestellt. Für die Co-Ausbeutekurve deutet sich in der Kanalmitte ein kleiner Peak an. Dies könnte darauf hinweisen, daß ein geringer Anteil des Co in der Nähe des oktaedrischen Zwischengitterplatzes lokalisiert ist. Für stark verdünnte AlCo-Systeme, welche mit Hilfe der Mößbauer-Spektroskopie unter Verwendung des radioaktiven ⁵⁷Co untersucht wurden, existieren in der Literatur zahlreiche Arbeiten. So wurde nach Bestrahlung mit Neutronen [75,76] und Elektronen [77] bei 4.6K die Bildung von gemischten Hanteln beobachtet. Insbesondere deuten die Ergebnisse in [77] darauf hin, daß die Hantelbildung durch Co-Atome mit wechselnden flächenzentrierten Al-Atomen erfolgt, wobei solche Co-Atome die Eckpunkte eines zentrischen Oktaeders innerhalb der Al-Elementarzelle

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

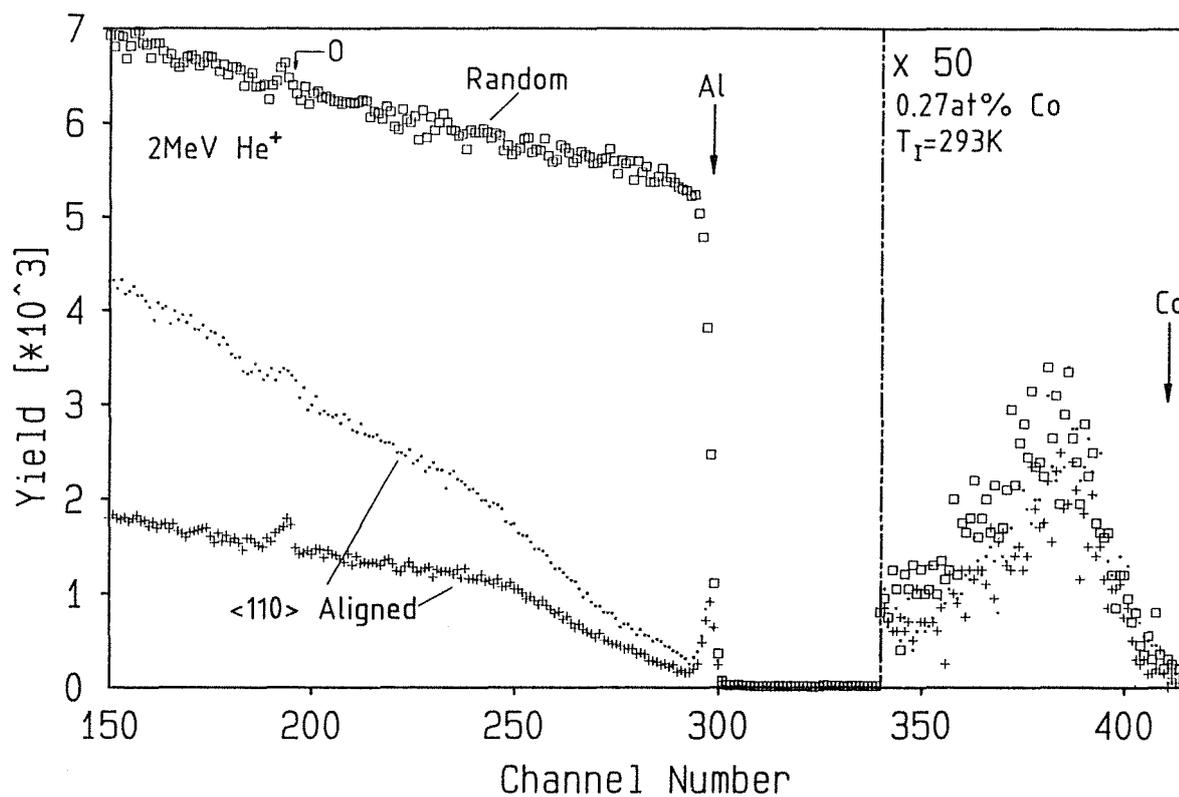


Abbildung 4.11: Rückstreuenspektren einer AlCo-Probe bei 77K. Die Aligned-Spektren sind vor Bestrahlung (+) und nach Bestrahlung mit $2 \cdot 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ (●) eingetragen. Die Probe wurde zuvor bei 293K implantiert.

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

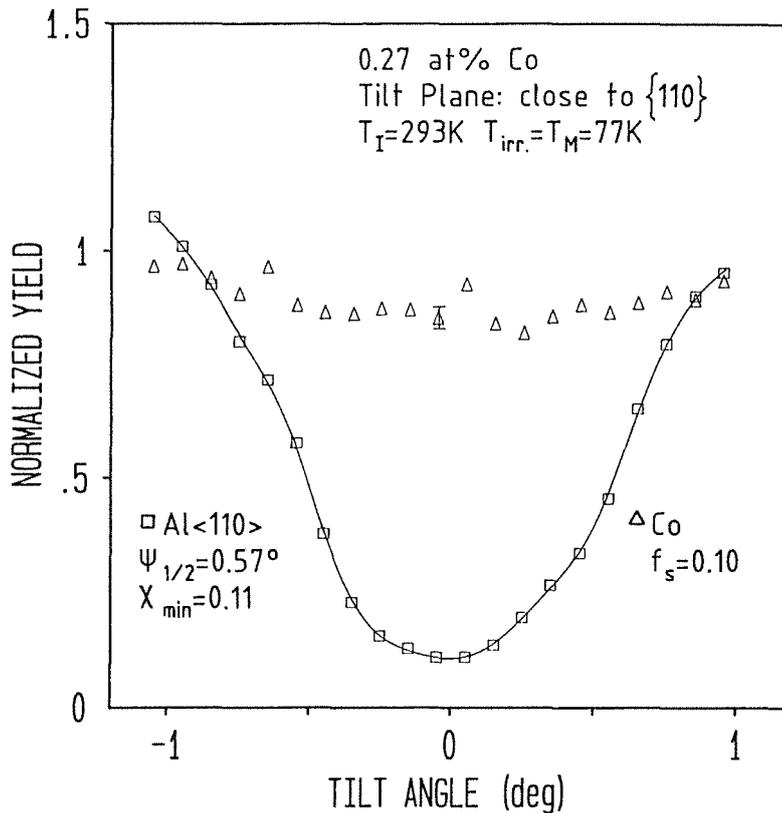


Abbildung 4.12: Winkelabhängige Ausbeutekurven von Al und Co nach Bestrahlung mit $2 \cdot 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ bei 77K. Die Probe wurde zuvor bei 293K implantiert.

bilden. Nach Aufwärmen der bestrahlten Probe auf 293K (s. Abb. 4.13) erkennt man nur eine geringe Zunahme des Dechanneling in dem Bereich des Al-Gitters, welcher dem Tiefenbereich des implantierten Co entspricht (etwa Kanal 270 bis 290). Gleichzeitig ist eine Abnahme im Co-Signal zu sehen, was einer Erhöhung der substitutionellen Komponente auf $f_s = 0.33$ entspricht. Dies ist ein Hinweis darauf, daß das praktisch unveränderte Dechanneling im implantierten Bereich des Al-Gitters nicht auf einer hohen Stabilität der nach Bestrahlung bei 77K erzeugten Co-Zwischengitteratomkomplexe beruht. Es wird im Gegenteil durch eine Umordnung der Co-Defektkomplexe aufgrund der Wechselwirkung von Co-Atomen mit Leerstellen bewirkt, welche beim Aufwärmen auf Raumtemperatur beweglich werden. Diese Ergebnisse zeigen, daß Co-Atome als Haftstellen sowohl für Zwischengitteratome und Zwischengitteratomkomplexe als auch für Leerstellen und Leerstellenkomplexe wirken. Für die nach Aufwärmen auf 293K gebildeten Co-Punktdefektkomplexe wird eine hohe Stabilität beobachtet. So ergibt sich auch nach Tempern auf 423K keine Änderung der substitutionellen Komponente (s. Tabelle 4.2). Ein Vergleich der winkelabhängigen Ausbeutekurve für Co nach Bestrahlung bei 77K (Abb. 4.12) mit der

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

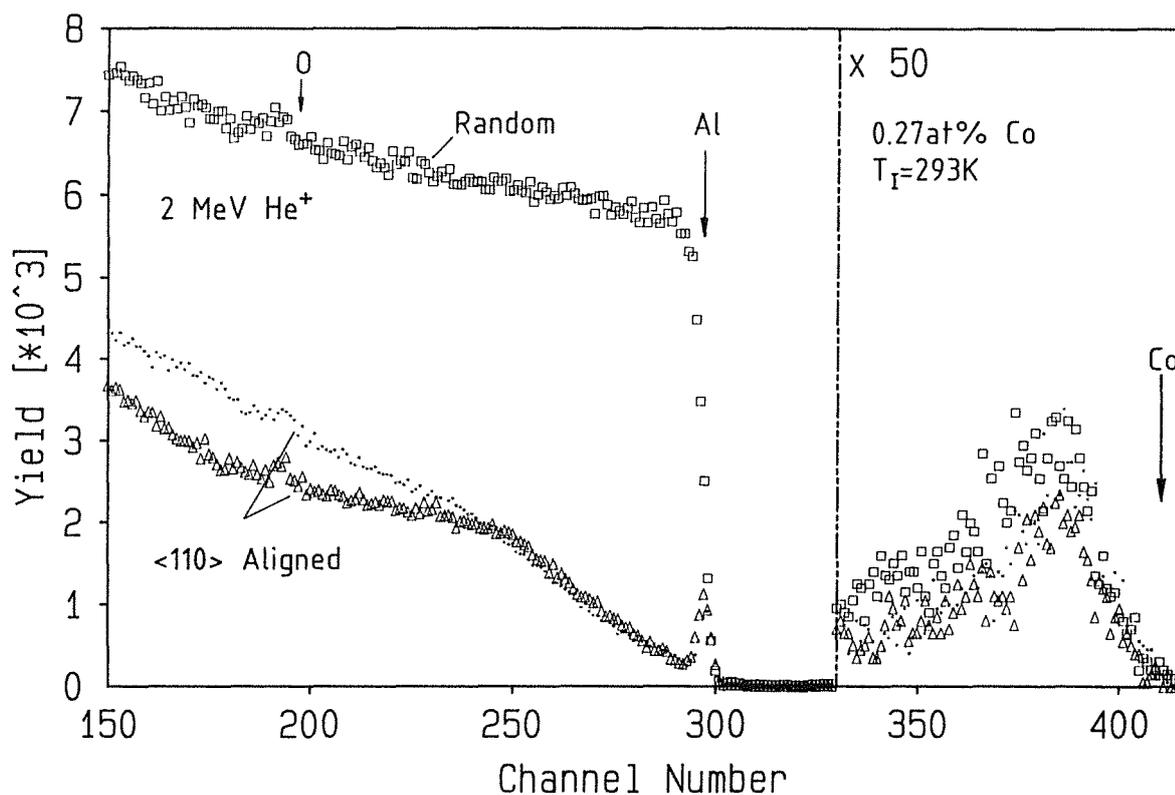


Abbildung 4.13: Rückstreuenspektren einer AlCo-Probe nach Bestrahlung mit $2 \cdot 10^{16}$ He⁺/cm² bei 77K (●) und nach Aufwärmen auf 293K (Δ). Die Probe wurde vor der Nachbestrahlung bei 293K implantiert.

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

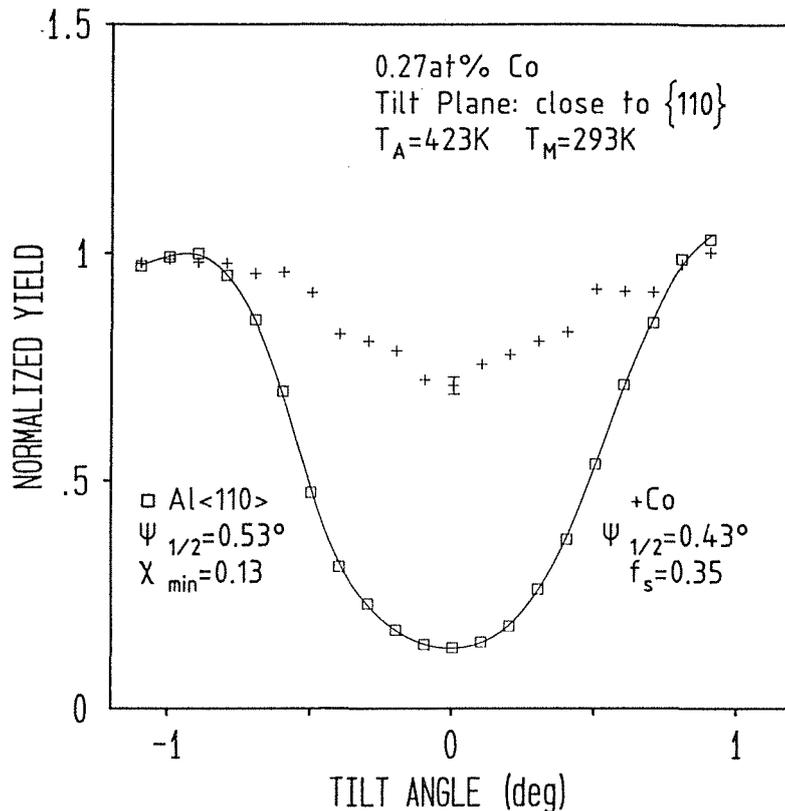


Abbildung 4.14: Winkelabhängige Ausbeutekurven von Al und Co nach Tempern auf 423K und anschließender Analyse bei 293K. Die Probe wurde zuvor mit $2 \cdot 10^{16}$ He^+/cm^2 bei 77K nachbestrahlt.

nach Tempern auf 423K (Abb. 4.14) zeigt, daß die bei Raumtemperatur bestehenden Co-Defektkomplexe von anderer Struktur als nach Bestrahlung bei 77K sind. Bei Raumtemperatur wird ein Anteil von Co-Atomen in der Nähe des oktaedrischen Zwischengitterplatzes nicht mehr beobachtet. Der kleinere kritische Winkel von Co in Abb. 4.14 weist jedoch wie bereits in Abb. 4.6b und Abb. 4.10 auf eine gestört substitutionelle Position des Co hin.

Eine Mößbauer-Studie zur detaillierteren Untersuchung der Wechselwirkung von Co mit Defekten wurde von Verbiest und Pattyn [78] durchgeführt. Nach Implantation von $2 \cdot 10^{14}$ $^{57}\text{Co}^+/\text{cm}^2$ (80 keV) bei 4.2K erhielten sie eine substitutionelle Komponente von 55%, die Anteile an Co-Zwischengitteratom- und Co-Leerstellendefekt komplexen betragen 35% beziehungsweise 10%. Dieser f_s -Wert ist in guter Übereinstimmung mit dem in einem oben erwähnten Experiment. An dieser Stelle sei bemerkt, daß eine Fluenz von $2 \cdot 10^{14}$ Co^+/cm^2 sehr gering ist im Vergleich zu den in diesem Kapitel vorgestellten eigenen Proben. Nach Aufwärmen auf 293K und auf 330K wurde eine Zunahme der substitutionellen Komponente

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

auf 60% und 92% beobachtet. Im Temperaturbereich zwischen 170K und 200K stieg die Konzentration der Co-Leerstellenkomplexe auf 30%, während sich der Anteil der Co-Zwischengitteratomkomplexe auf 10% verringerte und beim Tempern über Raumtemperatur etwa auf Null ging. Diese Probe wurde anschließend mit 85 keV Al-Ionen bei 4.2K nachbestrahlt. Mit anwachsender Al-Fluenz kam es zur Verringerung der substitutionellen Komponente auf einen minimalen Wert von $f_s = 0.50$ bei einer Fluenz von $8 \cdot 10^{13} \text{ Al}^+/\text{cm}^2$. Parallel dazu stieg der Anteil der Co-Zwischengitteratomkomplexe auf einen maximalen Wert von $\approx 40\%$, während sich der Anteil der Co-Leerstellenkomplexe mit $\approx 10\%$ ab einer Fluenz von $\approx 6 \cdot 10^{13} \text{ Al}^+/\text{cm}^2$ nur noch sehr langsam änderte. Erhöhung der Bestrahlungsdosis bis zum maximalen Wert von $1.3 \cdot 10^{15} \text{ Al}^+/\text{cm}^2$ führte zu einer Zunahme des substitutionellen Anteils auf 60%. Verbiest und Pattyn [78] entwickelten ein Modell, welches diese experimentellen Ergebnisse erklären konnte. So werden bei sehr geringen Bestrahlungsdosen vorwiegend einzelne Zwischengitteratome und Leerstellen erzeugt. Mit einem größeren Einfangradius des Co für Zwischengitteratome kommt es zur Bildung von einfachen Co-Zwischengitteratomkomplexen und zur Abnahme von f_s . Mit anwachsender Fluenz findet ein Kaskadenüberlapp statt. Es werden Punktdefektkomplexe gebildet, wobei der Anteil von ausgedehnten Zwischengitteratomkomplexen dominiert und auf Kosten von Co-Zwischengitteratomkomplexen weiterwächst. Gleichzeitig bieten sich die in der Kaskade erzeugten Co-Leerstellenkomplexe als Haftstellen für Zwischengitteratome an, so daß dieser Defekttyp nur langsam anwächst. Als Resultat nimmt der substitutionelle Anteil für höhere Fluenzen zu.

4.4 Kupfer implantiert in Aluminium

Für Cu wird nach [70] die Löslichkeitsgrenze im thermodynamischen Gleichgewicht zwischen 0.04 at% und 0.08 at% bei 250 °C angegeben. In [79] wurde eine feste Löslichkeit von 1.57 at% Cu für ein bei Raumtemperatur implantiertes System gemessen. In dieser Arbeit werden AlCu-Systeme mit Peakkonzentrationen zwischen 0.14 at% und 1.22 at% Cu bei verschiedenen Implantationstemperaturen für die Kristallrichtungen Al- $\langle 100 \rangle$ und Al- $\langle 110 \rangle$ vorgestellt [80].

Kupfer in Al- $\langle 100 \rangle$

Die Darstellung der Ergebnisse erfolgt in einer Aufteilung des Experiments nach 3 Abschnitten. Im ersten Teil wurde eine Probe mit 0.26 at% Cu bei 77K implantiert, der substitutionelle Anteil betrug $f_s = 0.94 \pm 0.03$. Die dazugehörigen Rückstreuenspektren zeigt Abb. 4.15. Nach Aufwärmen auf Raumtemperatur ist eine Zunahme im Cu-Signal und ein Anwachsen des Dechanneling im Bereich des Al-

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

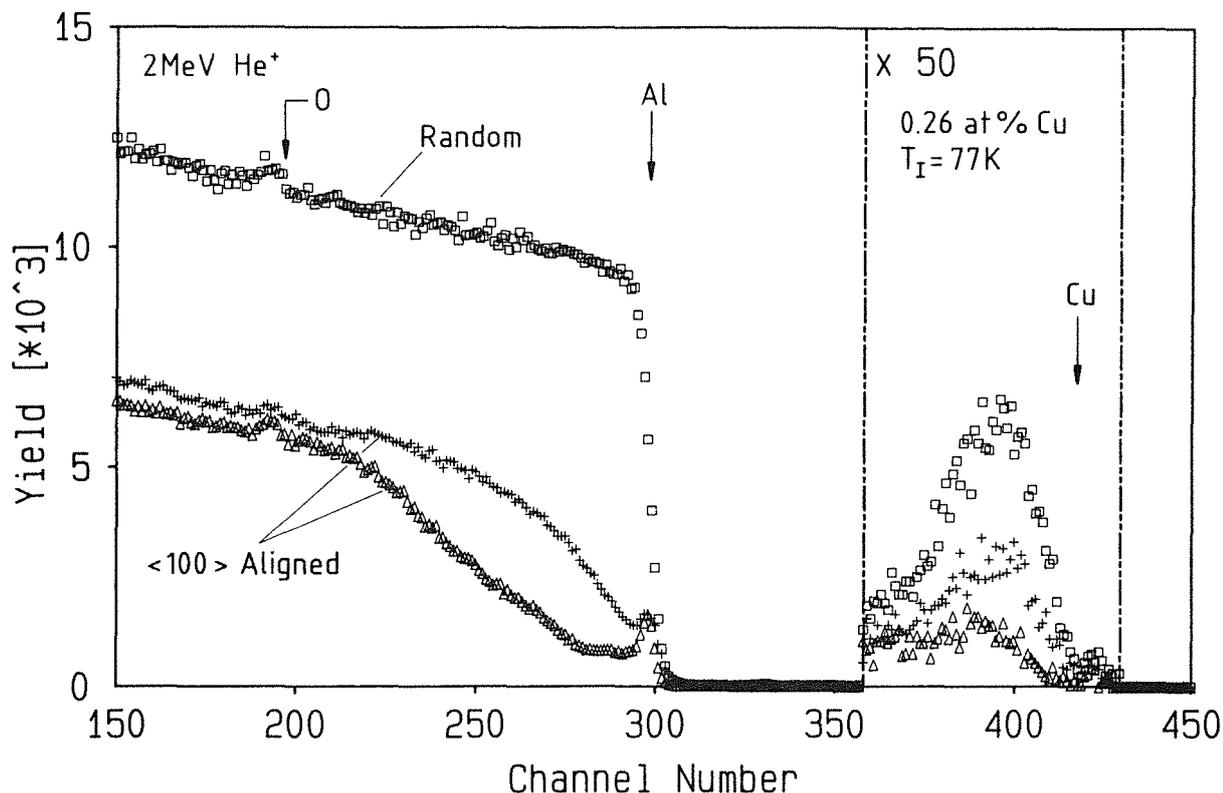


Abbildung 4.15: Rückstreuenspektren einer AlCu-Probe nach Implantation bei 77K (Δ) und nach Aufwärmen auf 293K (+).

Signale zu sehen. Daraus ergibt sich eine Verringerung der substitutionellen Komponente auf $f_s = 0.80$. Wie weiter unten erläutert wird, kann die Änderung der Rückstreusignale für Al und Cu bei 293K der Wechselwirkung des Cu mit Leerstellen zugeordnet werden, welche bei $T \geq 170\text{K}$ beweglich werden.

Im zweiten Abschnitt des Experiments wurde die Probe auf 460K getempert und anschließend bei 77K mit 300 keV He-Ionen nachbestrahlt. Der Ausheilprozeß führte zu einer starken Abnahme des Dechanneling und des Cu-Rückstreusignals. Die substitutionelle Komponente wuchs dabei von $f_s = 0.80$ auf $f_s = 0.90$. Eine erste Nachbestrahlung mit $1 \cdot 10^{15} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ (s. Abb. 4.16) bewirkte keine Änderung des f_s -Wertes. Nach Erhöhung der Bestrahlungsdosis auf $3 \cdot 10^{15} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ wird eine Zunahme des Dechanneling im Al-Signal und eine Abnahme des f_s -Wertes von 0.90 auf 0.76 beobachtet (Abb. 4.16). Diese Änderung kann auf die Wechselwirkung des Cu mit Zwischengitteratomen zurückgeführt werden, welche während der Nachbestrahlung erzeugt werden (s. unten).

Abb. 4.17 zeigt das Resultat des dritten Abschnitts des Experiments nach Aufwärmen der He-bestrahlten Probe auf Raumtemperatur. Vergleicht man die bei-

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

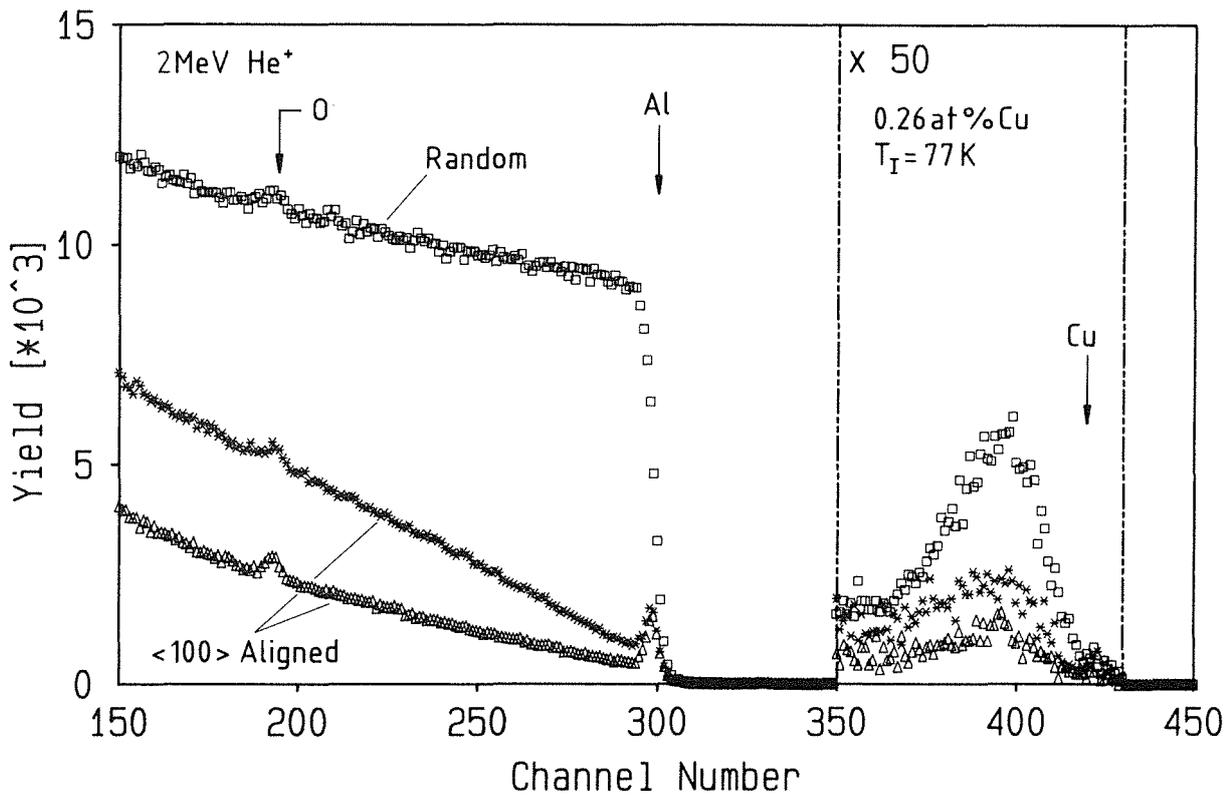


Abbildung 4.16: Rückstreuungsspektren einer AlCu-Probe, die bei 77K implantiert, bei 463K getempert und anschließend bei 77K mit He-Ionen nachbestrahlt wurde. Die Aligned-Spektren sind nach Bestrahlung mit $1 \cdot 10^{15}$ (Δ) und $3 \cdot 10^{15}$ He⁺/cm² (*) dargestellt.

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

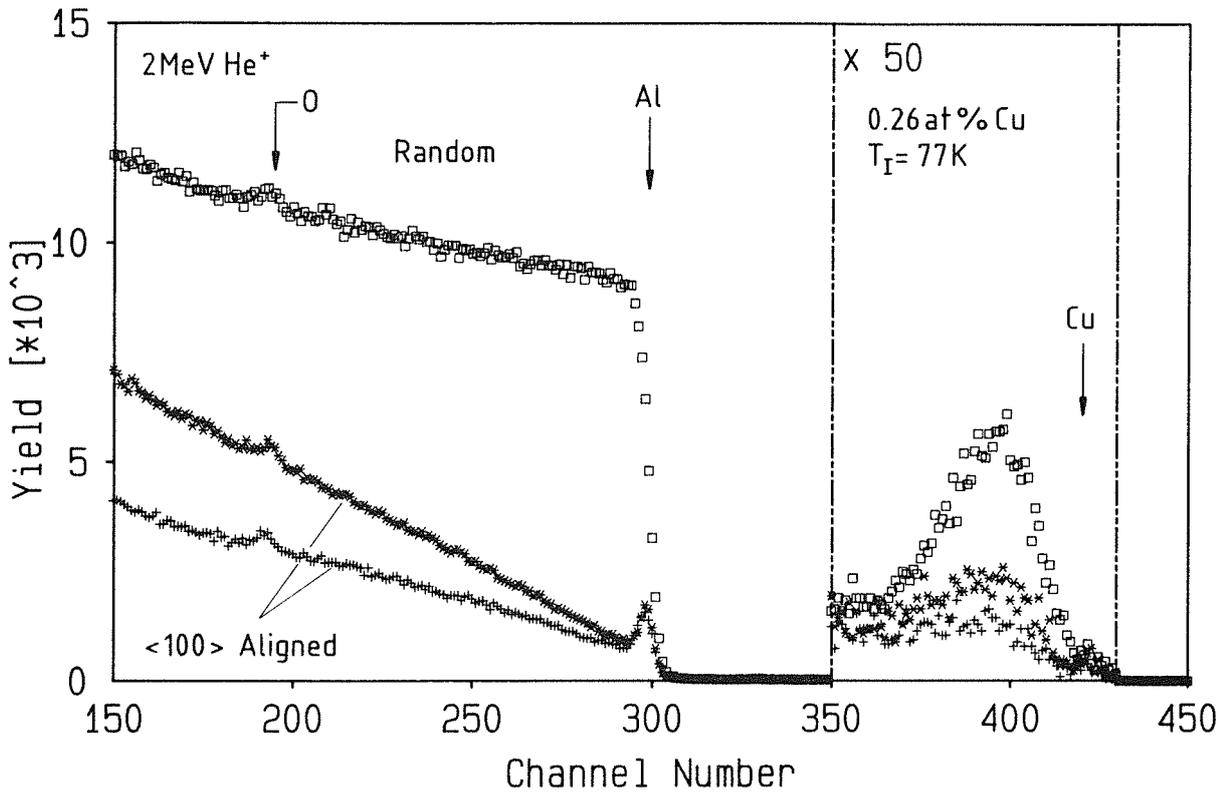


Abbildung 4.17: Rückstreuspektren einer AlCu-Probe, die bei 77K implantiert, bei 463K getempert und anschließend bei 77K mit $3 \cdot 10^{15}$ He⁺/cm² (*) nachbestrahlt wurde. Das Aligned-Spektrum (+) nach erneutem Aufwärmen auf 293K ist ebenfalls eingetragen.

den in Al-<100>-Richtung orientierten Spektren, so ist nach Tempern auf 293K eine Reduzierung des Dechanneling für das Al-Signal zu sehen. Aus der Verringerung des Cu-Signals ergibt sich eine Erhöhung der substitutionellen Komponente von $f_s = 0.76$ auf 0.90. Dieser Prozeß steht genau im Gegensatz zur ersten Phase des Experimentes. Er kann dadurch erklärt werden, daß die beim Aufwärmen beweglich werdenden Leerstellen die während der Nachbestrahlung bei 77K produzierten Zwischengitteratome und Cu-Zwischengitteratomkomplexe auflösen.

Parallel zu allen Abschnitten des Experimentes wurden winkelabhängige Ausbeutekurven aufgenommen, um weitere Informationen über die Struktur der Cu-Punktdefektkomplexe zu erhalten. Abb. 4.18a zeigt die Ausbeutekurven nach Implantation bei 77K mit einem resultierenden f_s -Wert von 0.95. Der kleinere kritische Winkel für Cu weist auf eine gestört substitutionelle Position des Cu hin. Eine solche Position wurde ebenfalls nach einer Raumtemperaturimplantation mit einem f_s -Wert von 0.73 in [81] beobachtet. Die Ausbeutekurven nach Tempern auf Raumtempera-

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

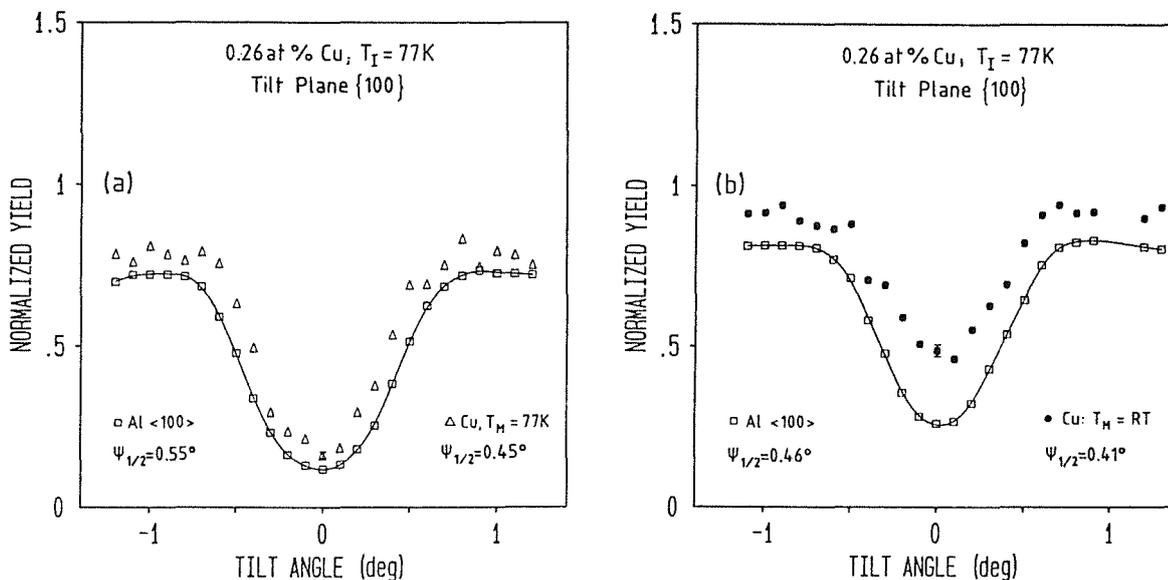


Abbildung 4.18: Winkelabhängige Ausbeutekurven eines bei 77K mit Cu implantierten Al-Einkristalls (Abb. 4.18a) und nach Aufwärmen auf 293K (Abb. 4.18b).

tur zeigt Abb. 4.18b. Wiederum besteht eine Differenz in den kritischen Winkeln von Al und Cu, sie ist jedoch deutlich geringer. Die substitutionelle Komponente ist mit $f_s = 0,74$ praktisch identisch mit dem in [81] angegebenen Wert.

In Abb. 4.19a sind die winkelabhängigen Ausbeutekurven nach Bestrahlung mit $3 \cdot 10^{15} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ dargestellt. Die kritischen Winkel für Al und Cu sind fast gleich groß, f_s beträgt 0,75. Nach Aufwärmen auf 293K (Abb. 4.19b) wächst f_s auf 0,91, der kritische Winkel für Cu ist jedoch erneut kleiner als der von Al.

Kupfer in Al- $\langle 110 \rangle$

Die Ergebnisse der Channeling-Experimente in Al- $\langle 110 \rangle$ -Richtung stimmen in wesentlichen Punkten mit den oben angeführten Resultaten in Al- $\langle 100 \rangle$ überein. In Abb. 4.20 sind die Rückstreuenspektren nach Implantation von 0,17 at% Cu bei 77K und nach Aufwärmen auf 293K zu sehen. Analog zu den Ergebnissen für die Al- $\langle 100 \rangle$ -Richtung zeigt sich auch hier ein starkes Anwachsen des Dechanneling und des Cu-Signals. Für die substitutionelle Komponente ergaben sich Werte von

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

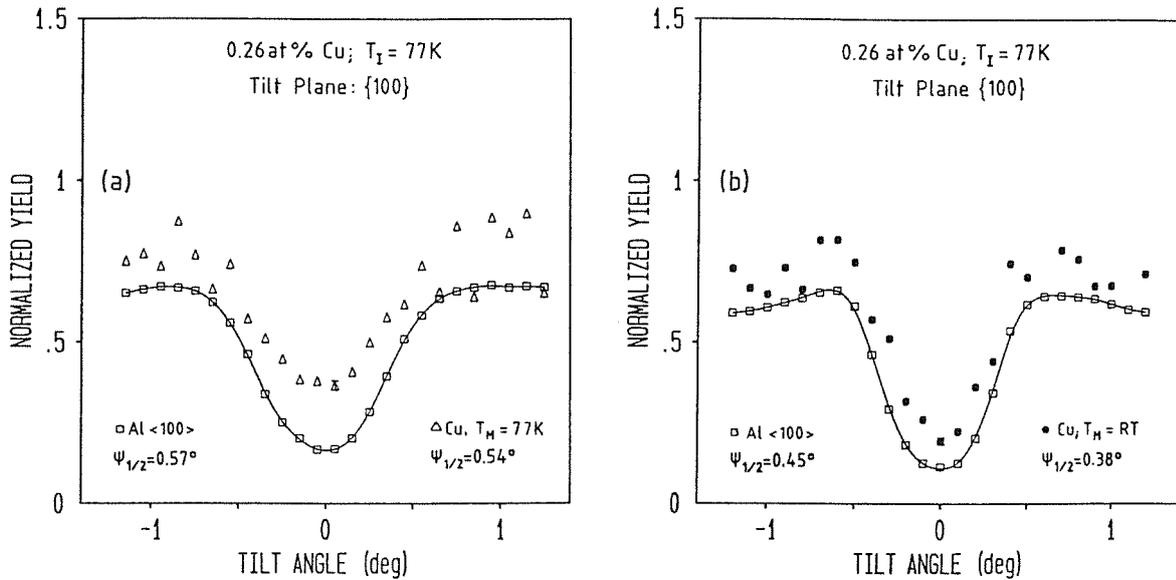


Abbildung 4.19: Winkelabhängige Ausbeutekurven eines bei 77K mit Cu implantierten Al-Einkristalls, der nach Tempern auf 463K bei 77K mit $3 \cdot 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ nachbestrahlt (Abb. 4.19a) und anschließend auf 293K getempert wurde (Abb. 4.19b).

$f_s = 0.80$ bei 77K und 0.64 nach Aufwärmen auf Raumtemperatur. Beide Werte sind kleiner als die entsprechenden für die Al- $\langle 100 \rangle$ -Richtung erhaltenen Werte. Dies ist ein Hinweis darauf, daß ein kleiner Teil des Cu (weniger als 20%) in Richtung der $\langle 100 \rangle$ -Kristallachse verlagert ist. Die Ergebnisse deuten ebenfalls darauf hin, daß sowohl während der Implantation in der Kollisionskaskade als auch beim Ausheilprozeß ähnliche Cu-Punktdefektkomplexe gebildet werden.

Abb. 4.21a zeigt die winkelabhängigen Ausbeutekurven nach Implantation von 0.21 at% Cu bei 77K und nach Aufwärmen auf 293K (Abb. 4.21b). Die substitutionelle Komponente verringerte sich von $f_s = 0.80$ bei 77K auf 0.67 für die getemperte Probe. Für die kritischen Winkel von Al und Cu ergeben sich in dieser Kristallrichtung für beide Meßtemperaturen praktisch gleiche Werte, was darauf hinweist, daß es sich hier um eine ungestörte substitutionelle Komponente handelt. Die getemperte Probe wurde anschließend bei 77K mit $2 \cdot 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ nachbestrahlt und für f_s eine Abnahme von 0.67 auf 0.58 beobachtet. Nach erneutem Tempern auf 293K und 413K erhöhte sich f_s auf 0.76 beziehungsweise 0.79. In einer zweiten Nachbestrahlung bei 77K mit $1 \cdot 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ sank f_s von 0.79 auf 0.55 und erreichte im nachfolgenden Temperprozeß auf 293K einen Wert von $f_s = 0.78$. Aus diesen Experimenten läßt sich schlußfolgern, daß ein Tempern auf Raumtemperatur genügt, um bestrahlungsinduzierte Cu-Punktdefektkomplexe aufzulösen. Eine Erhöhung der Ausheiltemperatur über die Stufe III bewirkt keine Verbesserung der substitutionellen Komponente, wie

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

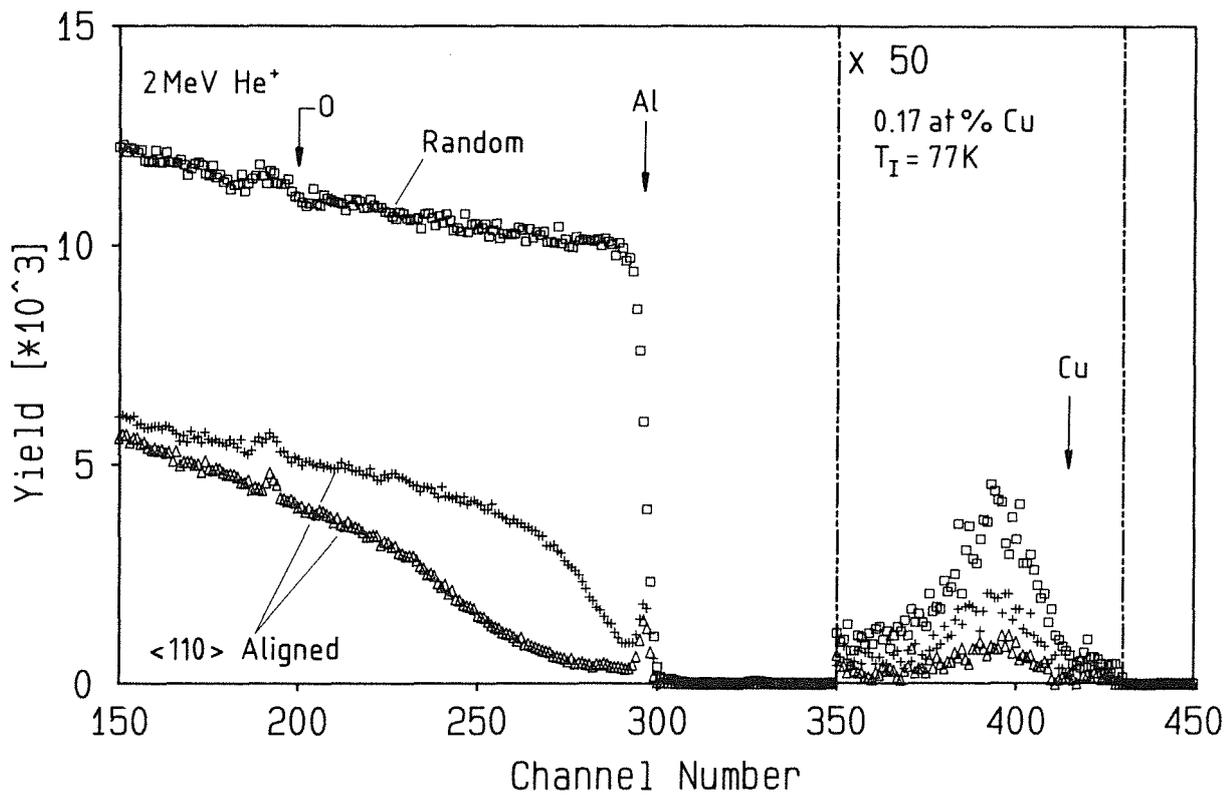


Abbildung 4.20: Rückstreuungsspektren einer AlCu-Probe nach Implantation bei 77K (Δ) und nach Aufwärmen auf 293K (+).

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

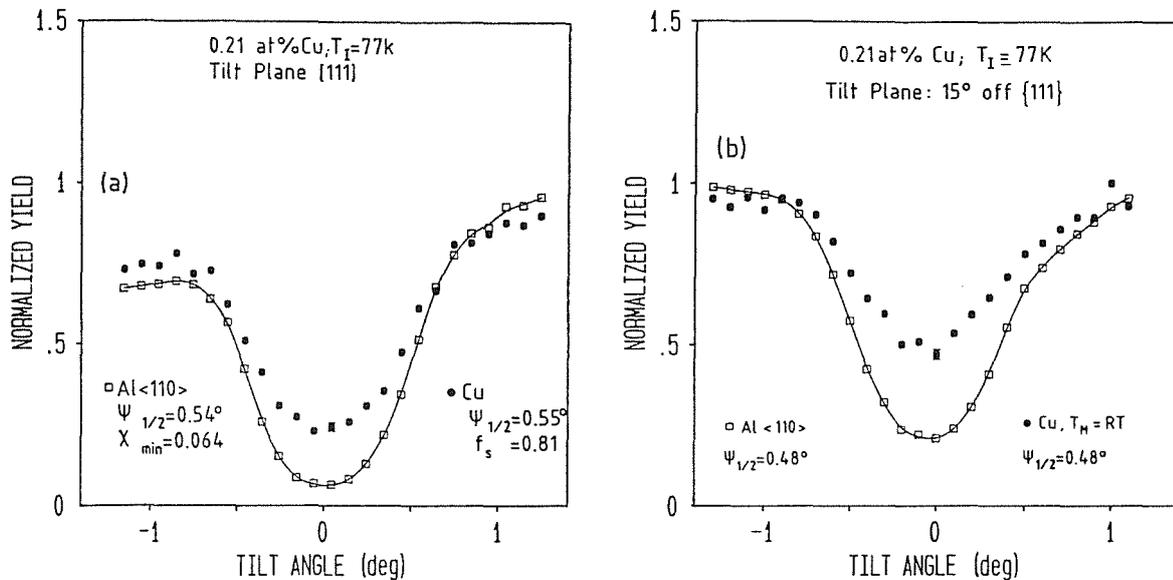


Abbildung 4.21: Winkelabhängige Ausbeutekurven eines bei 77K mit Cu implantierten Al-Einkristalls (Abb. 4.21a) und nach Aufwärmen auf 293K (Abb. 4.21b).

sie in den Tieftemperaturimplantationen erzielt wird. Die Ergebnisse für den letzten Abschnitt dieses Experimentes zeigen die winkelabhängigen Ausbeutekurven in Abb. 4.22. Zum Vergleich sind die Ausbeutekurven für Al und Cu nach Bestrahlung mit He-Ionen bei 77K im linken Teil ($f_s = 0,56$) und nach Aufwärmen auf 293K im rechten Teil ($f_s = 0,78$) der Abb. 4.22 dargestellt. Für die kritischen Winkel von Al und Cu ergeben sich im Rahmen der Meßgenauigkeit in beiden Fällen gleiche Werte.

Die Untersuchung des Strahlenschadens bei Beschuß mit schweren Ionen in Abhängigkeit von der Bestrahlungsdosis und der Ausheiltemperatur wird in der Literatur in zahlreichen Arbeiten dokumentiert (s. [78] und Zitate darin). Verbiest und Pattyn entwickelten ein mathematisches Modell, welches die Berechnung der Konzentration von sowohl Zwischengitteratomen und Zwischengitteratomdefektkomplexen als auch Leerstellen und Leerstellendefektkomplexen als Funktion der Bestrahlungsdosis bei 4,2K und der Ausheiltemperatur ermöglicht [78]. Als Testfall für dieses Modell diente das System AlCo. Zusätzlich wurden die berechneten Anteile von Co-Atomen, die Zwischengitteratome oder Leerstellen einfangen, mit den mittels Mößbauer-Spektroskopie erhaltenen Ergebnissen verglichen. Vergleicht man die Ergebnisse aus [78] mit den in Abschnitt 4.3 vorgestellten Resultaten, so ist insbesondere bei den Tieftemperaturexperimenten eine gute Übereinstimmung zu verzeichnen. Da weiterhin die Werte für die Lösungswärme und der Volumenfehlanspas-

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

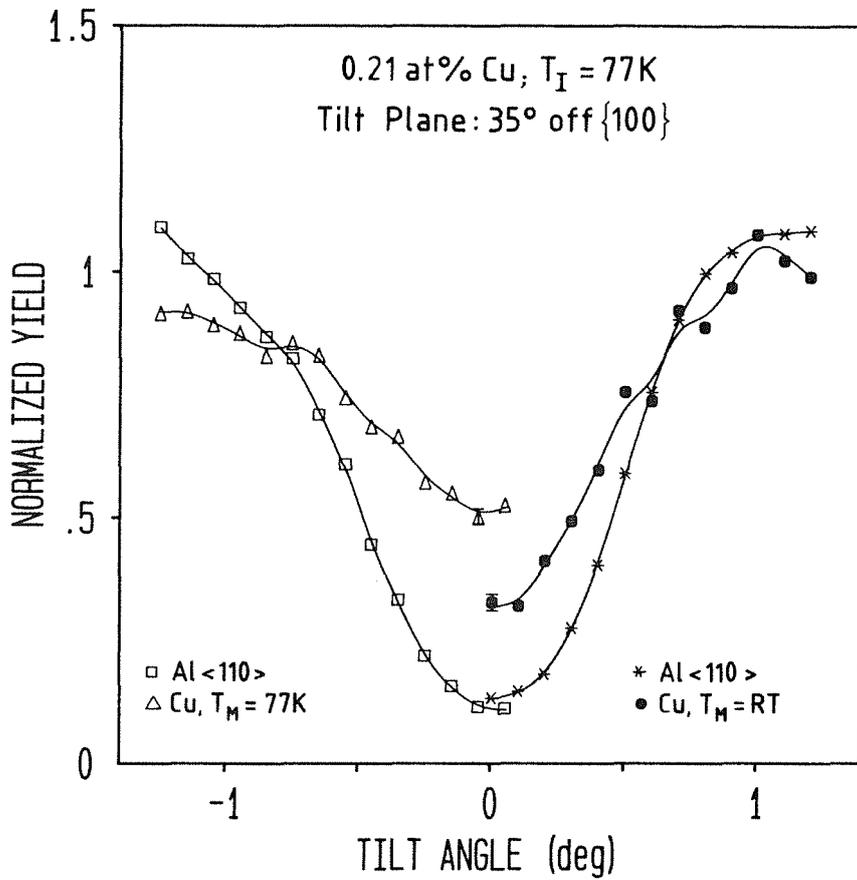


Abbildung 4.22: Winkelabhängige Ausbeutekurven eines bei 77K mit Cu implantierten Al-Einkristalls, der nach Tempern auf 413K bei 77K mit $1 \cdot 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ nachbestrahlt (linke Seite) und anschließend auf 293K getempert wurde (rechte Seite).

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Implantiertes Element	Peakkonz. [at%]	T _I [K]	T _A [K]	T _M [K]	f _s (±0.03)
Cu	0.26	77	-	77	0.94
Al-<100>	0.26	77	293	293	0.80
Cu	0.14	77	-	77	0.84
Al-<110>	0.17	77	-	77	0.80
	0.17	77	293	293	0.64
	0.21	77	-	77	0.82
	0.21	77	293	293	0.69
	1.22	5	-	5	0.78
	1.22	5	77	77	0.83
	1.22	5	293	293	0.72

Tabelle 4.3: f_s-Werte von Cu nach Implantation und Temperrn.

sungsenergie von Cu und Co in Al nicht allzu sehr voneinander abweichen ($\Delta H_{sol} = -32\text{KJ/mol}$ (Cu) bzw. -68KJ/mol (Co) und $\Delta H_{size} = 11\text{KJ/mol}$ (Cu) bzw. 17KJ/mol (Co)), ist es vertretbar, die Ergebnisse des AlCu-Systems auf der Basis des oben erwähnten Modells zu interpretieren.

Die aus den implantierten und getemperten Systemen erhaltenen f_s-Werte sind in Tabelle 4.3 zusammengefaßt. Für die bei 5K und 77K in der <110>-Richtung durchgeführten Experimente zeigt sich, daß f_s im Konzentrationsbereich zwischen 0.14 at% und 1.22 at% mit einem Wert von $f_s = 0.81 \pm 0.03$ praktisch unabhängig von der Peakkonzentration ist. Aus dem höheren f_s-Wert von 0.94 in der <100>-Richtung läßt sich eine Verlagerung von knapp 20% der Cu-Atome entlang der <100>-Richtung ableiten, da in <100>-Kettenrichtung verlagerte nicht substitutionelle Cu-Atome einen ähnlich hohen Teilchenfluß wie reguläre Al-Atome erfahren und sich so ein scheinbar hoher f_s-Wert ergibt. Der Anteil der verlagerten Cu-Atome kann im Prinzip Cu-Zwischengitteratomkomplexen zugeordnet werden, welche sich bei der Implantation in der Kollisionskaskade bilden. Im System AlCo wurde dieser Anteil bei den Tieftemperaturimplantationen zu 35% bestimmt, der Anteil von Co-Leerstellenkomplexen betrug 10%.

Nach Anlassen des bei 5K implantierten Systems (s. Tabelle 4.3) auf 77K wurde im Rahmen der Meßgenauigkeit keine Änderung in f_s beobachtet, was auf einen unveränderten Anteil verlagerten Cu-Atome hinweist. Dies kann auf der Basis des Modells von Verbiest und Pattyn dahingehend verstanden werden, daß für hohe Implantationsdosen ($\geq 10^{15} \text{ Cu}^+/\text{cm}^2$) einzelne Zwischengitteratome und einfachste

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Implantiertes System	Fluenz (He ⁺ /cm ²)	T _A [K]	T _{irr.} [K]	T _M [K]	f _s (±0.03)
<100> AlCu	0	460	-	293	0.89
	1 · 10 ¹⁵	-	77	77	0.87
	3 · 10 ¹⁵	-	77	77	0.76
	-	293	-	293	0.90
<110> AlCu	0	293	-	293	0.69
	2 · 10 ¹⁶	-	77	77	0.58
	0	413	-	293	0.79
	2 · 10 ¹⁶	-	77	77	0.58
	3 · 10 ¹⁶	-	77	77	0.56
	-	293	-	293	0.78

Tabelle 4.4: f_s-Werte von Cu in Abhängigkeit der Bestrahlungsdosis mit He-Ionen bei 77K und Tempern vor bzw. nach der Bestrahlung.

Zwischengitteratomkomplexe (z.B. aus 2 Atomen bestehend) nicht mehr vorhanden sind. Da diese oberhalb der Stufe $I_E \approx 45\text{K}$ beweglich sind, würde beim Anlassen auf 77K eine Änderung in f_s erwartet werden. Bei hohen Bestrahlungsdosen bilden sich dagegen ausgedehnte Versetzungsringe, die jedoch in diesem Temperaturbereich nicht beweglich sind.

Nach Aufwärmen der Proben auf 293K wurde für beide Kristallrichtungen eine Abnahme in f_s um $\approx 14\%$ beobachtet. Dies kann auf das Einfangen beweglicher Leerstellen durch Cu-Atome zurückgeführt werden. Im AlCo-System wuchs der Anteil von Co-Leerstellenkomplexen im Temperaturbereich zwischen 170K und 200K von 10% auf 30%. In Übereinstimmung mit dem obigen Modell kommt es in diesem Temperaturbereich zur Bildung von Leerstellenkomplexen durch Einzel- und Di-Leerstellen. Dies hat ein starkes Anwachsen des Dechanneling im Al-Gitter zur Folge (s. Abb. 4.15 und 4.20). Nach Tempern über die Stufe III (410K bis 460K) kommt es zur Auflösung größerer Defektkomplexe [82]. Dies zeigt sich deutlich in der starken Abnahme des Dechanneling in Abb. 4.16 und kann annähernd mit dem Rückstreupektrum eines nicht implantierten Al-Kristalls verglichen werden. Gleichzeitig wird ein Anwachsen der substitutionellen Komponente auf die nach den Tieftemperaturimplantationen erhaltenen Werte beobachtet. Dies weist ferner auf eine hohe Stabilität der in der Kollisionskaskade gebildeten Cu-Punktdefektkomplexe hin.

Im zweiten Abschnitt der Experimente wurden die getemperten AlCu-Proben bei 77K mit He-Ionen nachbestrahlt (s. Tabelle 4.4). Da bei 77K Zwischengitteratome beweglich sind, kann die Abnahme in f_s der Bildung von

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Cu-Zwischengitteratomkomplexen zugeordnet werden. Für stark verdünnte AlCu-Systeme wurde in [83] nach He-Bestrahlung die Bildung von gemischten Harteln beobachtet, was in einer winkelabhängigen Ausbeutekurve für Cu ein Maximum in der Nähe der Kanalmitte bedeutet (vergl. Abb. 3.4). Für die hier vorgestellten Ergebnisse zeigen die entsprechenden winkelabhängigen Ausbeutekurven für Cu in Abb. 4.19a und 4.22 kein derartiges Verhalten. In entsprechenden Experimenten in AlAg-Systemen [84] konnte dies ebenfalls nicht beobachtet werden. Eine Erklärung dafür wäre die Assoziation von Ag- und Cu-Atomen in implantierten Systemen mit mehr als einem Al-Zwischengitteratom.

Die Annahme, daß in zuvor getemperten AlCu-Proben Cu-Atome nach Bestrahlung mit He-Ionen bei 77K mit Zwischengitteratomen assoziiert sind, wird durch die Ergebnisse der Temperexperimente unterstützt (s. Tabelle 4.4). Die beim Aufwärmen beobachtete Zunahme in f_s kann mit der Auflösung von Cu-Zwischengitteratomkomplexen durch die Wechselwirkung mit beweglichen Leerstellen erklärt werden. Analoges gilt für Zwischengitteratomkomplexe, welche sich ebenfalls nach Bestrahlung mit He-Ionen bilden und für das Dechanneling im Al-Signal (s. Abb. 4.16) verantwortlich gemacht werden können. Die entsprechende Abnahme des Dechanneling zeigt Abb. 4.17.

Die Wechselwirkung von Cu-Atomen mit Zwischengitteratomen kann nur dann beobachtet werden, wenn die bei tiefer Temperatur implantierte Probe vor Nachbestrahlung bei 77K zuerst auf Raumtemperatur getempert wurde. Dies kann damit begründet werden, daß die im implantierten Bereich vorhandenen Leerstellen- und Zwischengitteratomkomplexe als konkurrierende Haftstellen für die in einer direkt anschließenden Nachbestrahlung erzeugten Zwischengitteratome auftreten würden. Die Auflösung dieser Haftstellen wird durch Tempern auf Raumtemperatur erreicht. Erst anschließend kann nach Bestrahlung bei 77K die Bildung von Cu-Zwischengitteratom- und Zwischengitteratomkomplexen beobachtet werden. Diese Defektkomplexe lösen sich in einem weiteren Temperprozeß durch Wechselwirkung mit Leerstellen auf. Die aus den verschiedenen Abschnitten des Experimentes erhaltenen Ergebnisse können im Rahmen des Modells von Verbiest und Pattyn [78] gut beschrieben werden.

4.5 Cer implantiert in Aluminium

Nach [70] ist die maximale Löslichkeit von Ce in Al kleiner als 0.04 at%. Bei Implantation von 0.02 at% Ce bei 293K wird nur eine geringe substitutionelle Komponente von $f_s \approx 0.1$ beobachtet. Nach Implantation von 2 Proben mit 0.07 at% Ce bzw. 0.16 at% Ce bei 77K ergab sich ein f_s -Wert von 0.43 ± 0.03 . In Abb. 4.23 sind die winkelabhängigen Ausbeutekurven für die $\langle 110 \rangle$ - und $\langle 100 \rangle$ -Richtung aufgetragen. Die in den Ce-Kurven erkennbare Struktur deutet darauf hin, daß sich die nichtsubstitutionelle Komponente auf Zwischengitterplätzen mit höherer und niedriger Symmetrie befindet. Für die Ce-Kurven bei 77K zeigt sich ein schwacher Peak in der $\langle 110 \rangle$ - und eine kleine Senke in der $\langle 100 \rangle$ -Richtung. Dies kann mit einem geringen Anteil von Ce-Atomen auf dem oktaedrischen Zwischengitterplatz erklärt werden. Mit Monte-Carlo Simulationsrechnungen wurde dieser Anteil zu etwa 10% bestimmt, während ca. 40% der Atome auf Zwischengitterplätzen niedriger Symmetrie lokalisiert sind. Für die tatsächliche substitutionelle Komponente ergibt sich daher ein Wert von $f_s \approx 0.5$. Nach Aufwärmen auf 293K ist keine substitutionelle Komponente mehr vorhanden. Die Struktur der Ausbeutekurven läßt sich hier dadurch beschreiben, daß ein großer Teil der Ce-Atome auf Aluminium-Tetraederplätzen oder in Tetraederflächen lokalisiert ist. Diese Ergebnisse können erklärt werden, wenn man annimmt, daß sich während der Implantation bei 77K Ce-Defektkomplexe mit unterschiedlicher Anzahl von Leerstellen bilden, wobei es in einem Fall zur Lokalisierung von Ce-Atomen auf dem oktaedrischen Zwischengitterplatz kommt. Aufwärmen über die Stufe III führt zum Abbau dieses Defektkomplexes, die Konzentration der übrigen Ce-Leerstellenkomplexe wächst dagegen weiter an.

4.6 Barium implantiert in Aluminium

Nach Implantation von Ba bei 5K, 77K und 293K wird keine substitutionelle Komponente beobachtet. In allen Fällen weisen die winkelabhängigen Ausbeutekurven jedoch auf die Existenz verschiedener Defektstrukturen hin. In Abb. 4.24 sind die winkelabhängigen Ausbeutekurven nach Implantation von 0.12 at% Ba und 0.23 at% Ba bei 293K für die Al- $\langle 110 \rangle$ - beziehungsweise Al- $\langle 100 \rangle$ -Richtung dargestellt. Die Ba-Ausbeutekurve für die Al- $\langle 110 \rangle$ -Richtung zeigt einen Peak um die Kanalmitte, was auf einen Anteil von Ba-Atomen in der Nähe des oktaedrischen Zwischengitterplatzes hinweist. In der Ba-Ausbeutekurve für die Al- $\langle 100 \rangle$ -Richtung ist ein breiter Peak um die Kanalmitte zu sehen. Zusammen mit der hohen Intensität für größere Kippwinkel kann in diesem Fall auf die Lokalisierung von Ba-Atomen innerhalb von Al-Tetraedern geschlossen werden. Eine solche Defektstruktur liefert Beiträge für die Ba-Ausbeutekurve in Al- $\langle 110 \rangle$ -Richtung für alle Kippwinkel. Die Ba-Ausbeutekurven

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

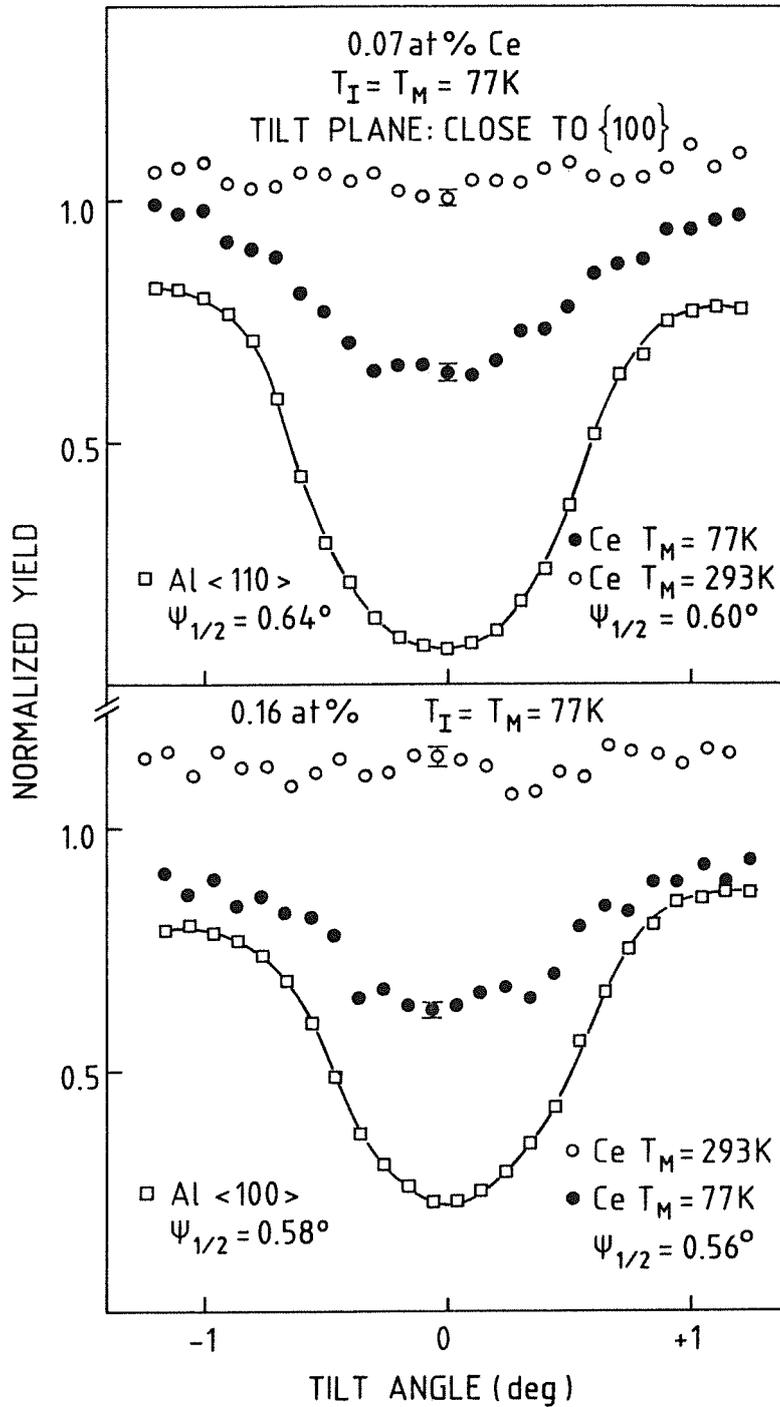


Abbildung 4.23: Winkelabhängige Ausbeutekurven von Al-<110> (oben) und Al-<100>-Einkristallen (unten) nach Implantation mit Ce bei 77K.

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

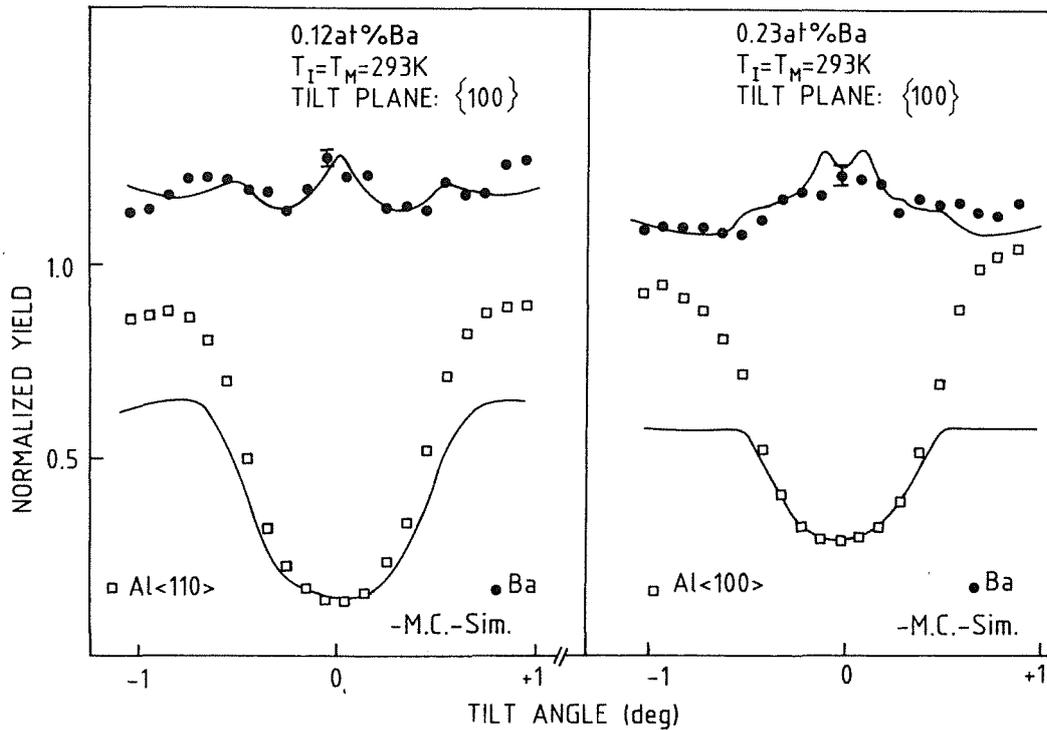


Abbildung 4.24: Winkelabhängige Ausbeutekurven von Al- $\langle 110 \rangle$ (linke Seite) und Al- $\langle 100 \rangle$ -Einkristallen (rechte Seite) nach Implantation mit Ba bei 293K. Die Monte-Carlo Simulationskurven sind ebenfalls eingetragen.

wurden mit Monte-Carlo Simulationsrechnungen verglichen. Dabei wurde angenommen, daß 80% der Ba-Atome an einem Tri-Leerstellen-Zwischengitterplatz auf Al-Tetraederflächen und 20% in Ba-Hexa-Leerstellenkomplexen lokalisiert sind, jedoch keine substitutionelle Komponente vorhanden ist.

4.7 Jod implantiert in Aluminium

Allen bisher in dieser Arbeit vorgestellten Al-Fremdatom-Systemen ist der metallische Charakter des implantierten Fremdatoms gemeinsam. Wie in der zusammenfassenden Diskussion in Kapitel 5 gezeigt werden wird, zeichnet sich die Volumen-Fehlanpassungsenergie als maßgeblicher Parameter zur Charakterisierung der substitutionellen Komponente implantierter Fremdatome in den einzelnen Al-Metall-Systemen aus. Das System AlJ dient als Testfall dazu, inwieweit ein Metall-Nichtmetall-System den für Metall-Metall-Systemen aufgestellten Regeln folgt.

Für das System AlJ ist ein Phasendiagramm bisher nicht bekannt. Eine Aussage über eine maximale feste Löslichkeit kann daher nicht getroffen werden. Für AlJ-Proben, die bei Raumtemperatur implantiert wurden, zeigen die winkelabhängigen Ausbeutekurven von Jod nicht nur eine starke Richtungsabhängigkeit von der verwendeten Kristallrichtung sondern auch von der Kippebene durch den Kanal [85]. Dies bedeutet, daß ein beträchtlicher Anteil von Jod-Atomen bei Raumtemperatur auf Zwischengitterplätzen lokalisiert ist. Um Informationen über die Struktur solcher Jod-Defektkonfigurationen und ihre Abhängigkeit von der Implantationstemperatur zu erhalten, wurden daher Al-Einkristalle in $\langle 110 \rangle$ - und $\langle 100 \rangle$ -Richtung auch bei 5K und 77K mit Jod implantiert.

Jod in Al- $\langle 110 \rangle$

Nach Implantation von 0.37 at% J bei 5K ergab sich eine substitutionelle Komponente von $f_s = 0.25 \pm 0.03$, die nach Anlassen auf 77K auf etwa 0.08 ± 0.02 absank. Ein ähnlich geringer f_s -Wert von 0.10 ± 0.03 wurde ebenfalls nach Implantation von 0.11 at% J bzw. 0.18 at% J bei 77K erhalten. Nach Aufwärmen der bei 5K implantierten Probe auf 293K (s. Abb. 4.25) erkennt man im Bereich des Al-Signals ein Anwachsen des Dechanneling. Für das Jodsignal wird eine signifikante Zunahme in orientierter Position gegenüber der Random-Position beobachtet. In kubisch-flächenzentrierten Kristallen wie Al befindet sich bei Blickrichtung parallel zur $\langle 110 \rangle$ -Achse der oktaedrische Zwischengitterplatz genau im Zentrum des $\langle 110 \rangle$ -Kanals. Daher ist diese Flußüberhöhung in Al- $\langle 110 \rangle$ -Richtung bei 293K ein deutlicher Hinweis auf die Lokalisierung eines großen Anteils von Jodatomen auf oder zumindest in unmittelbarer Nähe von oktaedrischen Zwischengitterplätzen. In Abb. 4.26 sind die winkelabhängigen Ausbeutekurven der bei 5K implantierten Probe für die Implantationstemperatur und die Anlaßtemperaturen bei 77K und 293K dargestellt. Aus der Form der Ausbeutekurve für Jod bei 5K läßt sich keine definierte einfache Jod-Punktdefektstruktur ableiten. Viel wahrscheinlicher ist es dagegen, daß während der Implantation bei 5K in der Kollisionskaskade verschiedene Jod-Punktdefektkomplexe

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

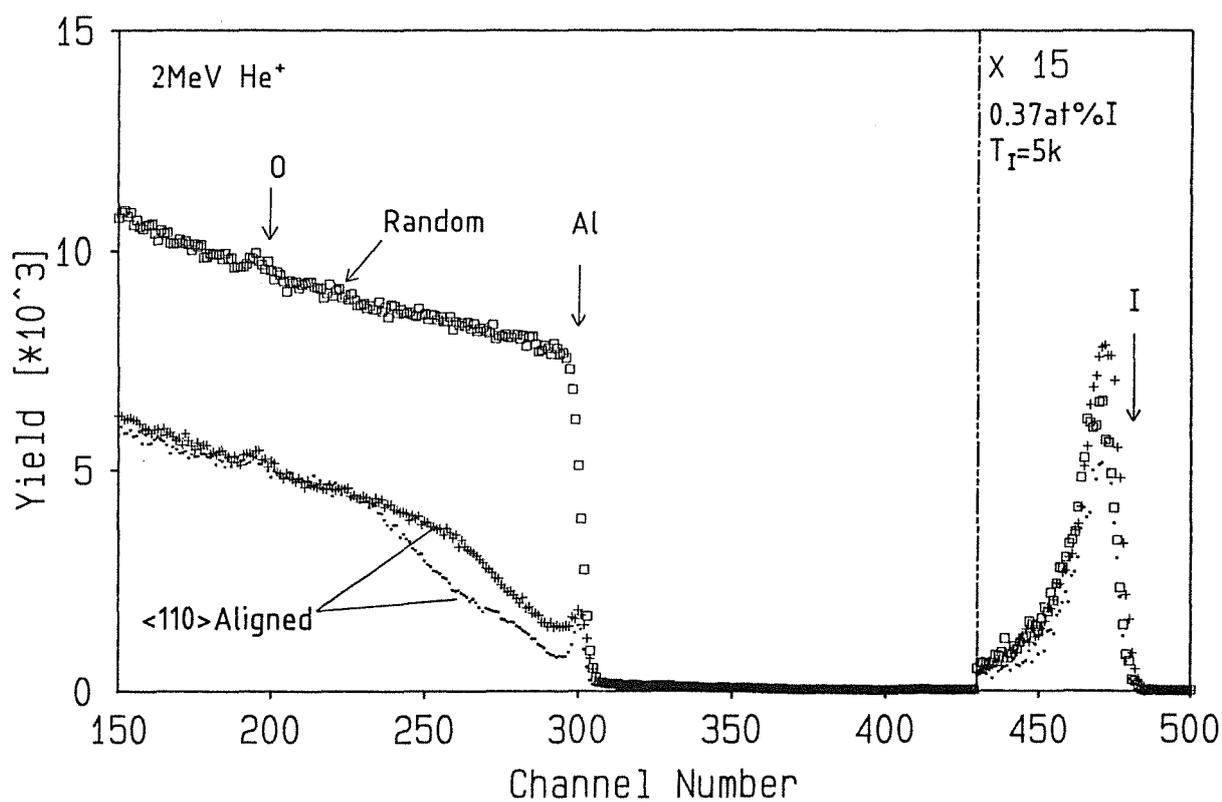


Abbildung 4.25: Rückstreuungsspektren einer AlJ-Probe nach Implantation von 0.37 at% J bei 5K (●) und nach Aufwärmen auf 293K (+).

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

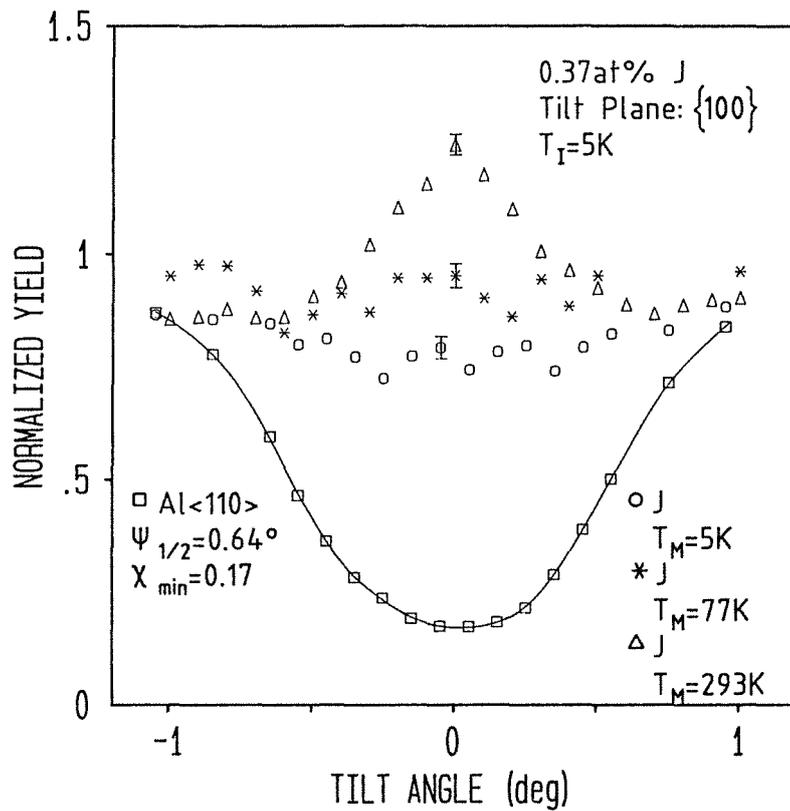


Abbildung 4.26: Winkelabhängige Ausbeutekurven eines bei 5K mit 0.37 at% J implantierten Al-<110>-Einkristalls (○). Die Ausbeutekurven für J nach Aufwärmen auf 77K (*) und und 293K (△) sind ebenfalls eingezeichnet.

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

gebildet werden. Die Struktur der Jod-Ausbeutekurve bei 5K könnte daher durch die Überlagerung mehrerer Jod-Defektkomplexe bewirkt werden. Nach Anlassen auf 77K zeigt die Ausbeutekurve für Jod einen breiten, flachen Peak für kleine Kippwinkel um die Kanalmitte. Dies könnte ein Hinweis darauf sein, daß ein Teil der Jodatome durch Relaxation von Jod-Punktdefektkomplexen in die Nähe des oktaedrischen Zwischengitterplatzes wandert. Da jedoch die Jod-Ausbeutekurve für größere Kippwinkel weitere Strukturen zeigt, kann auch in diesem Fall die Ausbeutekurve nur durch Überlagerung verschiedener Jod-Defektkomplexe erklärt werden. Nach Aufwärmen auf 293K ist die Jod-Ausbeutekurve durch ein großes Maximum in der Kanalmitte gekennzeichnet. Da weitere Strukturen in der Ausbeutekurve nicht zu sehen sind, kann die Form der Ausbeutekurve durch einen großen Anteil von Jodatomen am oktaedrischen Zwischengitterplatz erklärt werden.

Wie bereits oben erwähnt, zeigen die winkelabhängigen Ausbeutekurven im Falle des AlJ-Systems auch innerhalb einer Kristallrichtung eine von der Kippebene durch den Kanal abhängige unterschiedliche Struktur. Für fcc-Kristalle weist der Kanal beim Blick in die $\langle 110 \rangle$ -Richtung die Form einer Raute auf. Wenn die Kippebenen beispielsweise parallel zur niedrig indizierten $\{100\}$ - oder $\{110\}$ -Kristallebene sind, bedeutet dies für die Flußverteilung der im Kanal channelnden Teilchen bei gleichen Kippwinkeln einen höheren bzw. geringeren Wert. Falls sich Fremdatome (in diesem Fall Jod) auf dem oktaedrischen Zwischengitterplatz befinden, wird durch Wahl einer solchen Kippebene eine Abhängigkeit in der Breite der Ausbeutekurve erwartet. Dies ist in Abb. 4.27 verifiziert. In [85] wird auf solche Effekte näher eingegangen.

Die winkelabhängigen Jod-Ausbeutekurven der bei 77K implantierten Proben zeigen bei gleicher Wahl der Kippebenen (s. oben) sowohl qualitativ als auch quantitativ dieselben Strukturen wie die von 5K auf 77K getemperte Probe. Dies gilt insbesondere auch beim Vergleich der Jod-Ausbeutekurven dieser Proben nach Aufwärmen auf 293K mit den Kurven der von 5K auf 293K getemperten Probe. Weiterhin stimmen diese Ergebnisse mit denen überein, die nach Implantation bei Raumtemperatur direkt erhalten werden. Auf eine Darstellung dieser Resultate wird daher verzichtet. Für die bisher erwähnten Ergebnisse läßt dies den Schluß zu, daß die Struktur der Jod-Ausbeutekurven bei einer definierten Anlasstemperatur vermutlich unabhängig von der Implantationstemperatur ist.

Jod in Al- $\langle 100 \rangle$

Die Implantation von 0.44 at% J bei 5K resultierte in einem f_s -Wert von 0.34 ± 0.03 . Dieser Wert nahm nach Anlassen auf 77K nur geringfügig auf $f_s = 0.25 \pm 0.04$ ab. Nach Aufwärmen auf 293K wird eine deutliche Zunahme des Dechanneling im Bereich des Al-Signals beobachtet. Das Jodsignal bleibt dagegen nahezu

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

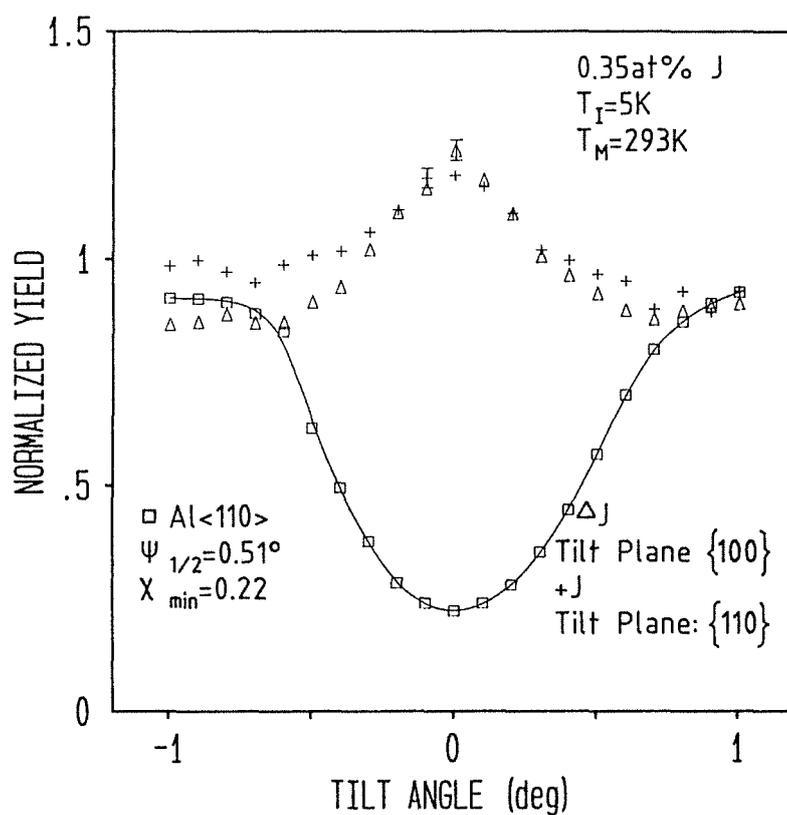


Abbildung 4.27: Winkelabhängige Ausbeutekurven eines bei 5K mit 0.37 at% J implantierten Al-⟨110⟩-Einkristalls nach Aufwärmen auf 293K. Eingetragen sind die Jod-Ausbeutekurven für Kippebenen parallel zur {100}- (Δ) und {110}-Kristallebene (+).

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

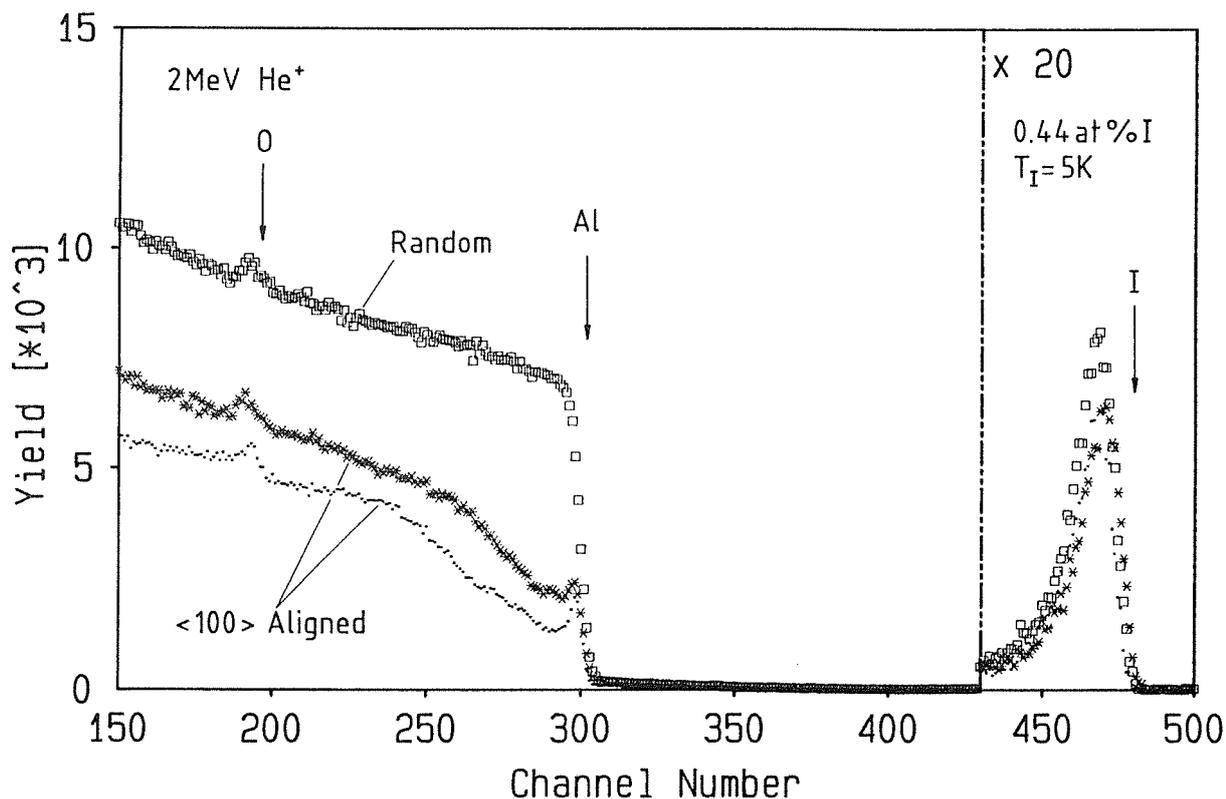


Abbildung 4.28: Rückstreuenspektren einer AlJ-Probe nach Implantation von 0.44 at% J bei 5K (●) und nach Aufwärmen auf 293K (*).

konstant. Für die scheinbare substitutionelle Komponente ergibt sich hieraus ein f_s -Wert von ≈ 0.27 . Die entsprechenden Rückstreuenspektren zeigt Abb. 4.28. Parallel dazu wurden bei 5K, 77K und 293K winkelabhängige Ausbeutekurven aufgenommen. Abb. 4.29 zeigt die Ausbeutekurven nach Implantation bei 5K und nach Aufwärmen auf 293K. Aus der Struktur der Jodausbeutekurve bei 5K kann ebenfalls wie in Abb. 4.26 nicht auf einfache Jod-Punktdefektkomplexe geschlossen werden. Auf die Eintragung der Jodausbeutekurve nach Tempern auf 77K wurde verzichtet, da sie sich nicht wesentlich von der Kurve bei 5K unterscheidet. Nach Aufwärmen auf 293K ist ein Anwachsen des normierten winkelabhängigen Ausbeutesignals für Jod mit einer Senke um die Kanalmitte erkennbar. Die Form der Jodausbeutekurve bei Raumtemperatur ist wie für die Al-<110>-Richtung von der Wahl der Kippebene durch den Kanal abhängig. Für eine Kippebene parallel zur {110}-Kristallebene weist die Jodausbeutekurve ein ausgeprägtes Minimum auf. Abb. 4.30 zeigt die Abhängigkeit der Ausbeutekurven für die {100}- und {110}-Ebene.

Ein Vergleich der Ergebnisse nach Implantation von Jod bei 5K und 77K für die

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

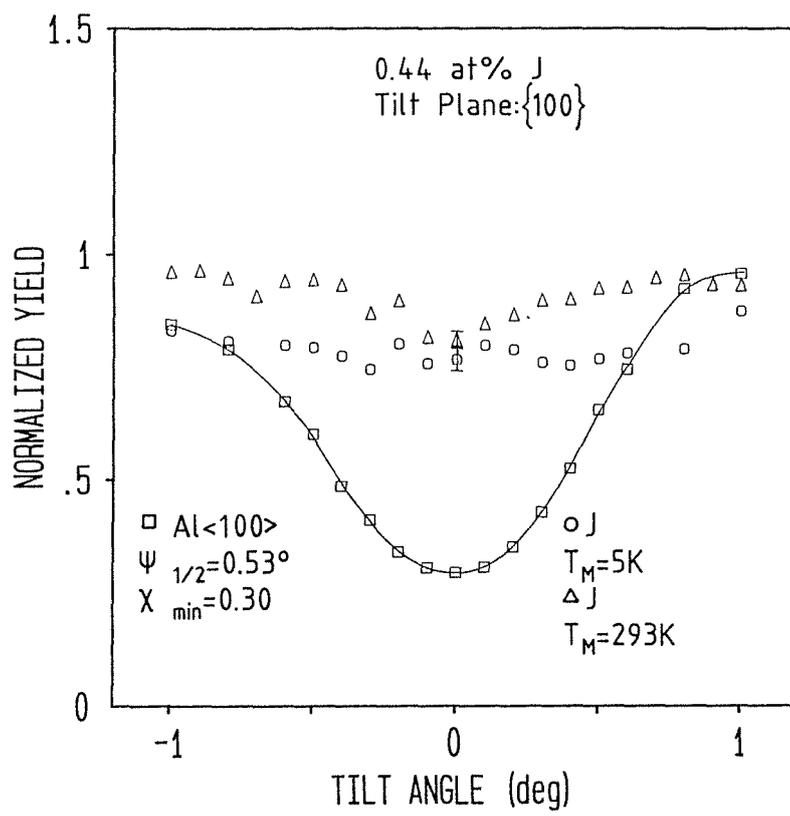


Abbildung 4.29: Winkelabhängige Ausbeutekurven eines bei 5K mit 0.44 at% J implantierten Al-<100>-Einkristalls und nach Aufwärmen auf 293K.

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

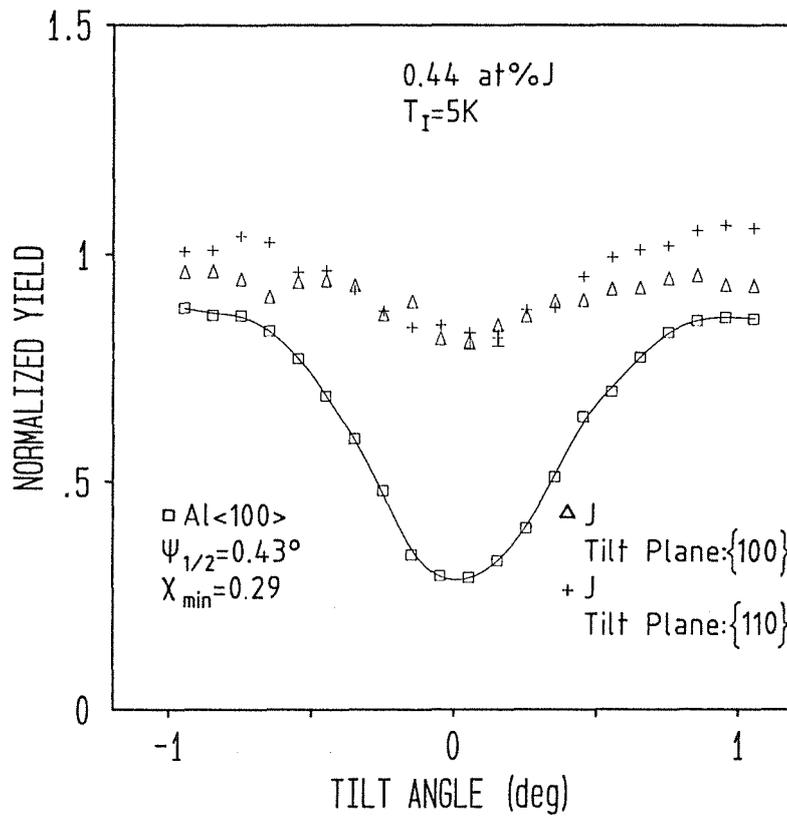


Abbildung 4.30: Winkelabhängige Ausbeutekurven eines bei 5K mit 0.44 at% J implantierten Al-<100>-Einkristalls nach Aufwärmen auf 293K. Eingetragen sind die Jod-Ausbeutekurven für Kippebenen parallel zur {100}- (Δ) und {110}-Kristallebene (+).

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Al- $\langle 110 \rangle$ - und Al- $\langle 100 \rangle$ -Richtung läßt nun folgenden Schluß zu. Nach Implantation bei tiefen Temperaturen werden in der Kollisionskaskade offensichtlich mehrere voneinander verschiedene Jod-Defektkomplexe gebildet. Dies wird durch die Struktur der Jodausbeutekurven bei 5K unterstützt. Die Kurven können nicht durch die Existenz einzelner Jod-Punktdefektkomplexe sondern eher durch die Überlagerung verschiedener Defektkonfigurationen erklärt werden. Die Defektkomplexe selbst sind relativ stabil. So wird nach Anlassen der bei 5K implantierten Proben auf 77K nur eine geringe Abnahme der substitutionellen Komponente beobachtet. Da bei 77K Zwischengitteratome beweglich sind, läßt die geringe Abnahme in f_s bei 77K darauf schließen, daß die bei 5K gebildeten Jod-Punktdefektkomplexe nur zu einem kleinen Teil aus einfachen Jod-Zwischengitteratomkomplexen bestehen. Dagegen kann die Existenz von Versetzungsringen nicht ausgeschlossen werden.

Nach Aufwärmen auf Raumtemperatur zeigt sich für die in Al- $\langle 110 \rangle$ -Richtung implantierten Proben eine deutliche Veränderung im Bereich des Jodsignals. Eine substitutionelle Komponente ist nicht mehr vorhanden. Dagegen wird für die Jodausbeutekurven eine starke Erhöhung um die Al- $\langle 110 \rangle$ -Kanalmitte beobachtet. Diese signifikanten Änderungen in den Defektstrukturen lassen sich eindeutig auf den Einfluß beweglicher Leerstellen zurückführen. Das ausgeprägte Maximum der Jodausbeutekurve bei 293K für die Al- $\langle 110 \rangle$ -Richtung legt die Lokalisierung eines großen Anteils von Jodatomen am oktaedrischen Zwischengitterplatz nahe. Falls alle Jodatome bei 293K eine exakte oktaedrische Position einnehmen würden, wären die winkelabhängigen Ausbeutekurven für Al und Jod in der Al- $\langle 100 \rangle$ -Richtung praktisch identisch, da in dieser Kristallrichtung die Oktaederposition durch die flächenzentrierten Al-Atome abgeschattet und daher nicht sichtbar ist. Die Ergebnisse der Jodausbeutekurven bei 293K für die Al- $\langle 100 \rangle$ -Richtung können diese Annahme allerdings nur zum Teil unterstützen. Aufgrund der in Abhängigkeit der Kippebene sichtbaren unterschiedlich stark ausgeprägten Minima der Jodausbeutekurven kann nur ein kleinerer Anteil von Jodatomen der Oktaederposition zugeordnet werden. Diese Deutung wird weiterhin dadurch bekräftigt, daß die Ausbeutekurven für größere Kippwinkel (speziell für die $\{100\}$ -Kippebene) eine hohe normierte Rückstreausbeute aufweisen. Dies deutet auf einen Anteil von Jodatomen auf Zwischengitterplätzen niedriger Symmetrie hin.

Die Resultate der winkelabhängigen Ausbeutekurven bei Raumtemperatur lassen sich sowohl für die getemperten als auch für die direkt bei 293K implantierten Proben am ehesten dadurch beschreiben, daß ein gewisser Anteil von Jodatomen auf einem gestört oktaedrischen Zwischengitterplatz lokalisiert ist. Die Ergebnisse für die Al- $\langle 100 \rangle$ -Richtung belegen außerdem, daß solche Jodatome in Richtung des $\langle 100 \rangle$ -Kanals verlagert sein müssen. Die Struktur der winkelabhängigen Jodausbeutekurven bei Raumtemperatur wurde mit Ergebnissen von Monte-Carlo Simula-

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

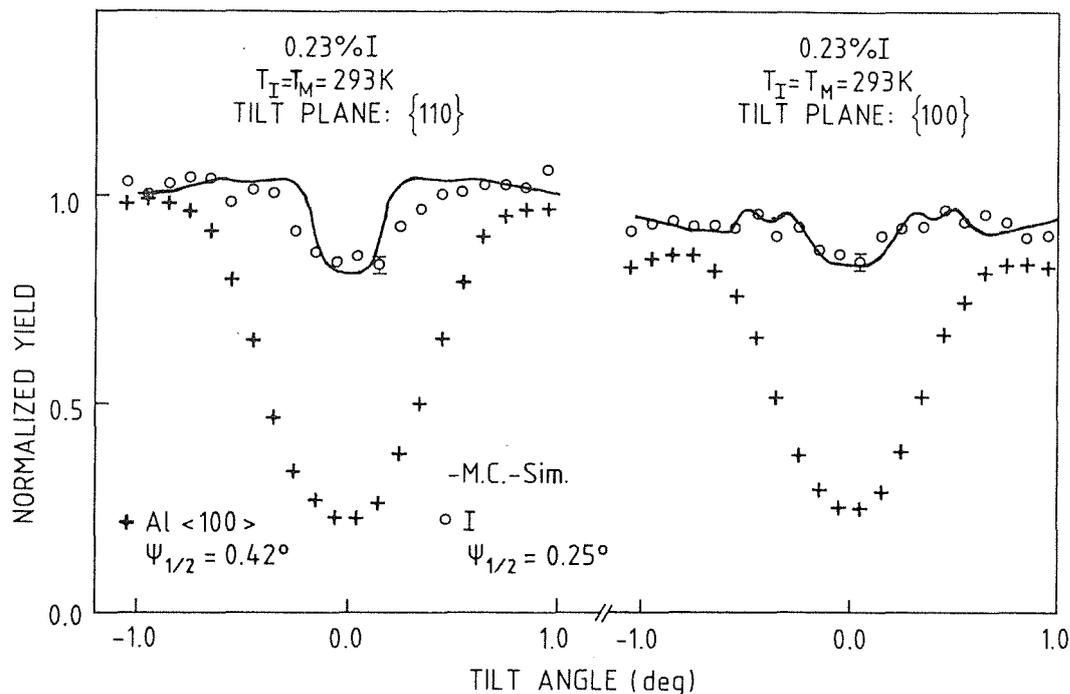


Abbildung 4.31: Winkelabhängige Ausbeutekurven nach Implantation von 0.23 at% J bei 293K in Al-<100>-Richtung [85]. Dargestellt sind sie kippwinkelabhängigen Jodausbeutekurven parallel zur {110}- (linke Seite) und {100}-Kristallebene (rechte Seite). Die entsprechenden Monte-Carlo Simulationskurven sind ebenfalls eingetragen.

tionsrechnungen verglichen. Die beste Übereinstimmung mit den Meßkurven ergab sich unter der Annahme, daß sich 30% der Jodatome in der Nähe des oktaedrischen und 70% auf zufallsverteilten Zwischengitterplätzen befinden. Für diesen Fit wurde dabei eine mittlere Auslenkung der in der Nähe des oktaedrischen Platzes lokalisierten Jodatome um etwa 0.03 nm in Richtung der <100>-Kristallachse zugrunde gelegt. In den Abbildungen 4.31 [85] und 4.32 sind die Resultate der Monte-Carlo Rechnungen im Vergleich mit den Jodausbeutekurven bei Raumtemperatur für beide Kristallrichtungen dargestellt.

Die bei Raumtemperatur vorhandenen Jod-Punktdefektstrukturen werden durch die in der Nähe des oktaedrischen Zwischengitterplatzes lokalisierten Jodatome maßgeblich charakterisiert. Ein Vergleich dieser Defektstruktur mit einfachen Defekt-konfigurationen läßt den Schluß zu, daß es sich hier um eine Jod-Hexa-Leerstellen Defektstruktur handelt (s. Abb. 3.5 und Abb. 3.6). Eine Assoziation des Jod bei 293K mit vier oder weniger Leerstellen ist unwahrscheinlich. Eine Defektstruktur mit 4 Leerstellen würde zu einer Überhöhung der Jodausbeutekurve in Al-<100>-

KAPITEL 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

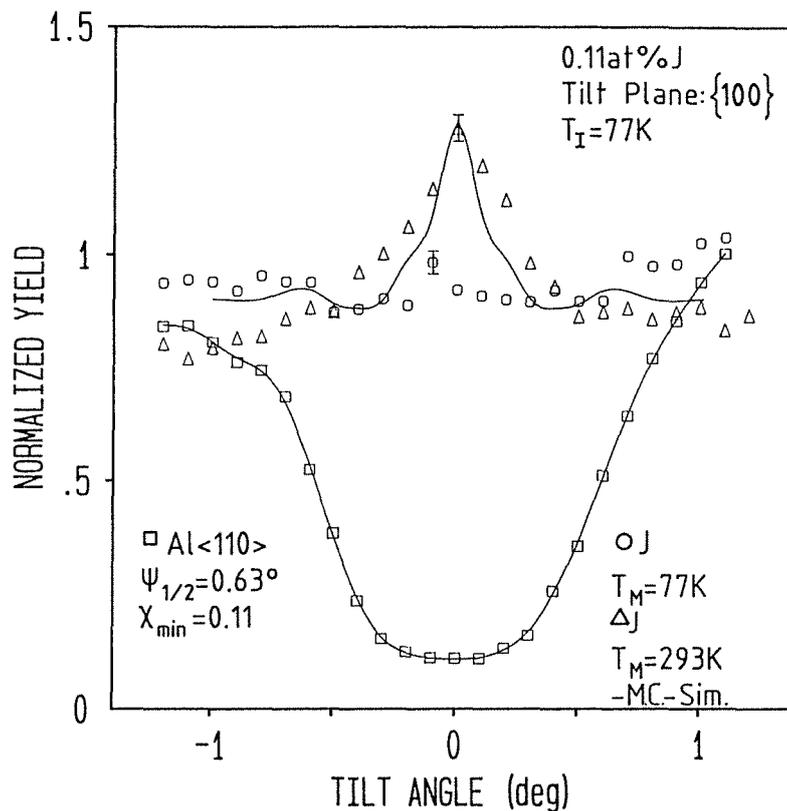


Abbildung 4.32: Winkelabhängige Ausbeutekurve einer auf 293K getemperten Probe nach Implantation von 0.11 at% J in Al-<110>-Richtung bei 77K. Dargestellt ist die Jodausbeutekurve mit einem Kippwinkel parallel zur {100}-Kristallebene. Die Monte-Carlo Simulationskurve für Jod bei 293K (Δ) ist ebenfalls eingetragen.

Richtung führen. Dies wird jedoch nicht beobachtet. Es bleibt die Frage, inwieweit die Annahme einer Jod-Hexa-Leerstellen Konfiguration gerechtfertigt ist. Da aufgrund der Ergebnisse solche Jodatome eine gestört oktaedrische Position einnehmen, kann auch eine Assoziation des Jod mit 5 Leerstellen nicht ausgeschlossen werden.

Kapitel 5

Zusammenfassende Diskussion

Die experimentell erhaltenen f_s -Werte sind in Tabelle 5.1 zusammengestellt. Sämtliche f_s -Werte beziehen sich auf Ergebnisse für die Al- $\langle 110 \rangle$ -Richtung, da in dieser Kristallrichtung Fremdatome, welche sich auf Zwischengitterplätzen höherer Symmetrie befinden, nicht durch reguläre Gitteratome abgeschattet werden. Ein Vergleich der beobachteten Trends von f_s in Bezug auf ΔH_{size} und ΔH_{sol} zeigt eine Abhängigkeit der substitutionellen Komponente von der Volumenfehlpassungsenergie, jedoch nicht von der Größe der negativen Lösungswärme. Eine graphische Darstellung der f_s -Werte als Funktion der Volumenfehlpassungsenergie (berechnet nach Gleichung 3.5) ist in Abb. 5.1 gegeben. In dieser Abbildung sind nur die f_s -Werte nach Implantation bei 5K und 77K eingetragen, da sie einen deutlicheren Hinweis auf die in der Kaskade ablaufenden Prozesse geben. Die Ergebnisse der Implantationen von Ir und Rh [86] sowie von Fe, Ni, Y, Te, La und Sr wurden in Kapitel 4 nicht explizit angeführt. Die daraus erhaltenen f_s -Werte sind jedoch in Tabelle 5.1 und Abb. 5.1 miteinbezogen. Die Resultate unterstützen die in diesem Kapitel gezogenen Schlüsse. Zusätzlich sind die Ergebnisse der Systeme mit positiver Lösungswärme in Aluminium [67] eingetragen.

Die Diskussion der Gitterplatzbesetzung legt eine Aufteilung der in Abb. 5.1 dargestellten f_s -Werte in drei Bereiche nahe. Für die Systeme AlAu, AlPd und AlCu mit geringen ΔH_{size} -Werten bis etwa 10kJ/mol werden sehr hohe f_s -Werte bei 5K beobachtet, und zwar unabhängig von ihren Werten der Lösungswärme (vergl. Tabelle 5.1). Die Bildung von gemischten Hanteln nach Bestrahlung der Systeme AlAu und AlPd wurde nicht beobachtet, kann aber für das System AlAu (Kapitel 4.1) nicht völlig ausgeschlossen werden. Die hohen f_s -Werte bei 5K weisen darauf hin, daß die Wahrscheinlichkeit einer Fremdatom-Punktdefekt-Wechselwirkung in der Abkühlphase der Kaskade sehr gering ist. Für die Systeme AlAu und AlPd ist die Bildung von übersättigten Lösungen möglich.

Für Systeme mit ΔH_{size} -Werten zwischen 10 und 100kJ/mol werden bei tiefen Temperaturen nur noch mittlere f_s -Werte beobachtet, die mit anwachsenden ΔH_{size} -Werten verstärkt abnehmen. In einem Mößbauer-Experiment am System AlCo wurde bei 5K ein f_s -Wert von 0.56 erhalten, der in sehr guter Übereinstimmung mit dem in der vorliegenden Arbeit ermittelten Wert ist (s. Kapitel 4.3). Die Er-

KAPITEL 5. ZUSAMMENFASSENDE DISKUSSION

Implantiertes Element	ΔH_{size} [KJ/mol]	ΔH_{sol} [KJ/mol]	f_s (5K)	f_s (77K)	f_s (293K)	ΔV [%]
Au	0.2	-92	0.93	0.78	0.68	3
Pd	1.3	-186	0.87	0.71	0.7	-10
Ir	2.5	-120	-	-	0.47	-13
Rh	3.8	-126	-	-	0.57	-16
Cu	11	-32	0.78	0.82	0.73	-28
Fe	11	-41	-	0.70	0.77	-28
Ni	16	-81	-	0.62	0.43	-34
Co	17	-68	0.56	0.65	0.3	-34
Ce	77	-44	-	0.45	-0.04	104
Y	88	-180	-	0.51	0.36	100
Te	100	-79	-	0.47	0.0	123
La	118	-160	0.44	0.18	-0.17	129
Sr	233	-103	-	0.1	0.05	230
Ba	318	-107	0.0	0.0	-0.17	285
J	107	-194	0.3	0.1	-0.3	160

Tabelle 5.1: Übersicht der f_s -Werte für verschiedene Elemente nach Implantation in Aluminium bei 5K, 77K und 293K. Die zur Berechnung von ΔH_{size} und ΔH_{sol} erforderlichen Daten wurden aus [12] entnommen. Zusätzlich ist der relative Größenunterschied ΔV der molaren Atomvolumina bezüglich Aluminium eingetragen [12].

KAPITEL 5. ZUSAMMENFASSENDE DISKUSSION

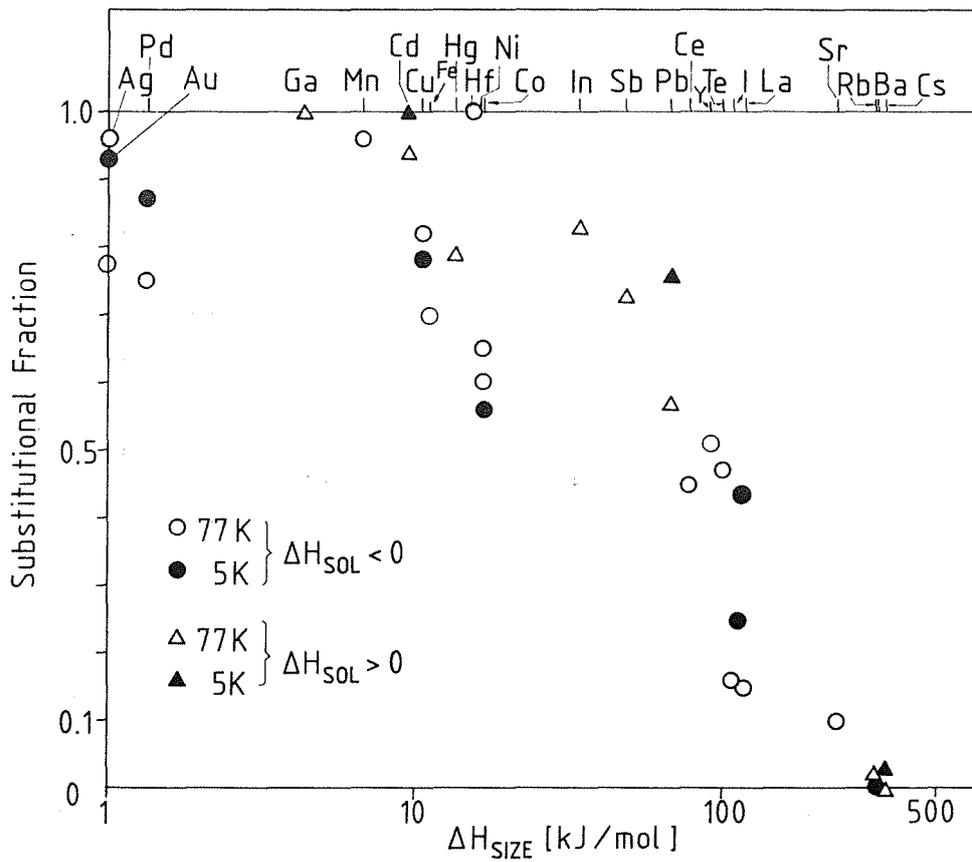


Abbildung 5.1: Abhängigkeit der substitutionellen Komponente f_s von der Volumenfehlpassungsenergie ΔH_{size} für verschiedene in Al-⟨110⟩ implantierte Elemente.

KAPITEL 5. ZUSAMMENFASSENDE DISKUSSION

gebnisse des Mößbauer-Experimentes zeigten weiterhin, daß die nicht substitutionelle Komponente bei 5K sowohl aus Co-Eigenzwischengitteratom- als auch aus Co-Leerstellenkomplexen besteht. Dies läßt den Schluß auf eine Wechselwirkung des Co mit beiden Punktdefektarten in der Abkühlphase der Kaskade zu. Diese Wechselwirkungen führen zu einer Verlagerung der Fremdatome von ihren substitutionellen Gitterplätzen und sind daher für die Abnahme von f_s verantwortlich. Keines der Systeme mit ΔH_{size} -Werten größer als 80kJ/mol wies nach Implantation bei Raumtemperatur höhere f_s -Werte auf. Weiterhin wurde für die Systeme AlCe, AlTe und AlLa nach Aufwärmen auf 293K eine Abnahme der substitutionellen Komponente auf praktisch Null beobachtet. Dies zeigt, daß die Wechselwirkung von Fremdatomen mit Leerstellen für Systeme mit anwachsenden ΔH_{size} -Werten ebenfalls an Bedeutung gewinnt.

Für Systeme mit ΔH_{size} -Werten von mehr als 100kJ/mol ist f_s nahezu Null und zwar unabhängig von der Substrattemperatur während der Implantation. Die nichtsubstitutionelle Komponente wird nicht durch Präzipitatsbildung, sondern durch die Bildung verschiedener Fremdatom-Leerstellenkomplexe verursacht, wobei die Fremdatome auf Zwischengitterplätze höherer und niedrigerer Symmetrie relaxieren. Dies bedeutet, daß die Wahrscheinlichkeit von Fremdatom-Punktdefekt-Wechselwirkungen in der Abkühlphase der Kaskade nahe bei 1 liegt.

Betrachtet man die Daten in Abb. 5.1 im Hinblick auf das Vorzeichen ihrer Lösungswärme, so fällt auf, daß die Punkte mit positiver Lösungswärme überwiegend am oberen Rand der Punktemenge liegen. Dies läßt sich folgendermaßen verstehen: Fremdatome mit positiver Lösungswärme in Al sind im allgemeinen mit einem im Vergleich zu Al größeren Atomradius ausgezeichnet. Solche Atome wechselwirken in der Abkühlphase der Kaskade hauptsächlich mit Leerstellen, um Gitterverspannungen abzubauen. Der Einfluß von Zwischengitteratomen auf substitutionell sitzende Fremdatome ist in diesem Fall gering [67]. Die Wahrscheinlichkeit einer Wechselwirkung von Fremdatomen mit Leerstellen nimmt mit wachsender Volumenfehlpassungsenergie zu. Dies resultiert in einer Abnahme von f_s mit steigenden ΔH_{size} -Werten.

Fremdatome mit negativer Lösungswärme können im Vergleich zu Al sowohl größere als auch kleinere Atomradien aufweisen. Im Falle übergroßer Fremdatome dominiert ebenfalls die Wechselwirkung dieser Fremdatome mit Leerstellen. Dies führt zu f_s -Werten, die nicht mehr vom Vorzeichen der Lösungswärme abhängen. Etwa die Hälfte der in dieser Arbeit untersuchten Systeme mit negativer Lösungswärme zeichnen sich im Vergleich zu Al durch kleinere Fremdatome aus. Die entsprechenden Meßpunkte liegen tiefer als Meßpunkte von Systemen mit positiver Lösungswärme bei vergleichbarer Volumenfehlpassungsenergie. Dies läßt sich darauf zurückführen, daß für solche Systeme mit negativer Lösungswärme die

KAPITEL 5. ZUSAMMENFASSENDE DISKUSSION

kleineren Fremdatome zusätzlich mit Zwischengitteratomen in der Abkühlphase der Kaskade wechselwirken. Dies wurde z.B. bei AlCo mit Hilfe von Mößbauer-Experimenten bestätigt (s. oben und Kapitel 4.3). So werden zusätzlich Fremdatome an Al-Zwischengitteratomkomplexe angelagert, was mit einer verstärkten Abnahme von f_s verbunden ist.

Betrachtet man die f_s -Werte in Tabelle 5.1, so lassen sich zwei Grundtendenzen feststellen. Mit zunehmender ΔH_{size} nimmt f_s für alle bei 5K implantierten Systeme ab. Dies gilt eingeschränkt auch für eine Implantationstemperatur bei 77K. Bei Raumtemperatur ist dieser Trend nicht mehr so deutlich zu erkennen. Vergleicht man aber die f_s -Werte der drei Bereiche untereinander, so ist diese Tendenz auch hier gegeben. Betrachtet man die Elemente einzeln, zeigt sich für die meisten Elemente eine Abnahme in f_s mit wachsender Implantationstemperatur. Weiterhin sieht man, daß diese Abnahme in f_s ebenfalls von der Größe der Volumenfehlpassungsenergie abhängt. Die bisherigen Ergebnisse beziehen sich auf Systeme mit ausschließlich metallischem Charakter. Es zeigt sich jedoch, daß die aus diesen Ergebnissen abgeleiteten Regeln auch auf das Metall-Nichtmetall-System AlJ übertragen werden können. Wie aus Abb. 5.1 zu sehen ist, unterliegen Systeme mit positiver Lösungswärme praktisch denselben Regeln. Dies läßt den Schluß zu, daß die Korrelation von f_s mit ΔH_{size} bei 5K und 77K zumindest für Systeme mit Aluminium als Matrix unabhängig vom Vorzeichen der Lösungswärme ist. Abb. 5.1 bietet sich offensichtlich als universelle Beschreibung der substitutionellen Komponente für implantierte Systeme auf Aluminiumbasis an. Es muß dennoch ausdrücklich betont werden, daß der entscheidende Prozeß für die Gitterplatzbesetzung implantierter Fremdatome die Fremdatom-Punktdefekt-Wechselwirkung in der Abkühlphase der Kaskade ist.

Die experimentell gewonnenen f_s -Werte wurden mit den Vorhersagen von empirischen Modellen [9,10,14,15,16] verglichen. Diese Modelle sind in [19] ausführlicher erläutert, so daß an dieser Stelle nicht näher darauf eingegangen wird. Es zeigt sich, daß die Gitterplatzbesetzung im Rahmen dieser Modelle nur zufriedenstellend beschrieben wird. Praktisch keine Gültigkeit besitzt die Ersetzungsstoßtheorie von Brice [2], da in dieser Theorie von einer ungestörten Umgebung während des Ersetzungsstoßes ausgegangen und die Punktdefektbeweglichkeit in der Kaskade nicht berücksichtigt wird. Im Modell der Schnellabschreckung aus der Kaskade wird als Resultat ein hoher Anteil substitutioneller Fremdatome erwartet. Wäre dieser Mechanismus allein wirksam, würde f_s für die meisten Elemente ≈ 1 sein.

Schädigungsprofil im Aluminiumgitter nach Ionenimplantation

Aus der Literatur ist bekannt, daß das Schädigungsprofil bei einigen Metallen, wie beispielsweise Cu, nach Implantation viel tiefer in den Festkörper hineinreicht, als es

KAPITEL 5. ZUSAMMENFASSENDE DISKUSSION

der Eindringtiefe der implantierten Ionen entspricht [87]. Betrachtet man die in dieser Arbeit nach Implantation erhaltenen Rückstreuenspektren, so ist dieser Trend auch hier zu erkennen. In [87] wurde vermutet, daß dies auf die Wirkung von fokussierenden Stoßfolgen bei Bildung von Kaskaden zurückzuführen ist, in deren Verlauf Zwischengitteratome weiter in das Material eindringen können. In einer anderen Erklärung wird davon ausgegangen, daß Atome am Ende einer Kaskade aus dieser heraus und ebenfalls tiefer in den Festkörper hineinwandern können [88]. Andererseits ist der Anteil solcher Atome jedoch begrenzt und damit das tiefe Schädigungsprofil auch nicht zufriedenstellend erklärbar. In einer kürzlich erschienenen Arbeit [89] wird vorgeschlagen, daß die am Ende einer Kaskade vorherrschende größere Atomdichte am Rand der Kaskade die Bildung von Schockwellen initiiert. Diese könnten Versetzungsringe erzeugen, welche tief in den Festkörper hineinreichen. Die Bildung solcher Versetzungsringe und ihre Reichweite im Material ist jedoch von der Struktur des Festkörpers abhängig. Es wird vermutet, daß die Peierls-Kraft, eine der Bewegung von Versetzungsringen entgegengerichtete Widerstandskraft, die Reichweite von Versetzungsringen maßgeblich beeinflusst [89].

Bibliographie

- [1] J.K. Hirvonen : *Treatise on Materials Science and Technology*, Vol 18. Ion Implantation (Academic Press, New York, 1980)
- [2] D.K Brice : *Applications of Ion Beams to Materials*, Inst. Phys. Conf. Ser. No. 28, Eds. G. Carter, J.S. Colligon und W.A. Grant (Institute of Physics, Bristol), (1976), 334
- [3] J.M. Poate, J.A. Borders, A.G. Cullis und J.K. Hirvonen : *Appl. Phys. Lett.* 30, (1977), 365
- [4] J.M. Poate und A.G. Cullis : *Treatise on Materials Science and Technology*, Vol 18. Ion Implantation (Academic Press, New York, 1980)
- [5] M.K. Kloska und O. Meyer : *Phys. Rev. Lett.* 57, (1986), 2540
- [6] M. Doyama : *J. Nucl. Mater.* 69/70, (1978), 350
- [7] P.H. Dederichs, C. Lehmann, H.R. Schober, A. Scholz und R. Zeller : *J. Nucl. Mater.* 69/70, (1978), 176
- [8] W. Hume-Rothery, R.E. Smallman und C.W. Haworth : *Structure of Metals and Alloys* (Institute of Metals, London, 1969)
- [9] L.S. Darken und R.W. Gurry : *Physical Chemistry of Metals* (McGraw-Hill, New York, 1953)
- [10] D.K. Sood : *Phys. Lett.* 68A, (1978), 469
- [11] A.R. Miedema, P.F. de Châtel und F.R. de Boer : *J. Phys* F3, (1973), 1558
- [12] A.R. Miedema, P.F. de Châtel und F.R. de Boer : *Physica* 100B, (1980), 1
- [13] A.K. Niessen, F.R. de Boer, R. Boom, P.F. de Châtel, W.C.M. Mattens und A.R. Miedema : *CALPHAD* 7, (1983), 51
- [14] J.R. Chelikowsky : *Phys. Rev.* B19, (1979), 686
- [15] J.A. Alonso und J.M. Lopez : *Phil. Mag.* 45, (1982), 713
- [16] V.A. Singh und A. Zunger : *Phys. Rev.* B25, (1982), 907

BIBLIOGRAPHIE

- [17] A. Azzam und O. Meyer : Phys. Rev. **B33**, (1986), 3499
- [18] A. Turos, A. Azzam, M.K. Kloska und O. Meyer : Nucl. Instr. Meth. **B19/20**, (1987), 123 und 136
- [19] M.K. Kloska : Dissertation, KfK - Bericht **4206**, (1987)
- [20] R. Kaufmann : Dissertation, KfK - Bericht **3205** (1981)
- [21] K.G. Langguth : KfK - Bericht **2476** (1977)
- [22] P. Ziemann : Dissertation, KfK - Bericht **2562** (1978)
- [23] R. Kaufmann, J. Geerk und F. Ratzel : Nucl. Instr. Meth. **205**, (1983), 293
- [24] G. Carter und J.S. Colligon : *Ion Bombardment of Solids* (Heinemann Educational Books Ltd., London 1968)
- [25] P. Sigmund : Rev. Roum. Phys. **17**, (1972), 823
- [26] G. Dearnaley, J.H. Freeman, R.S. Nelson und J. Stephen : *Ion Implantation* (North-Holland, Amsterdam 1973) (Defects in Crystalline Solids; Vol. 8)
- [27] J. Lindhard, M. Scharff und H.E. Schiott : Mat. Fys. Medd. **33**, (1963), No. 14
- [28] J. Lindhard, V. Nielsen und M. Scharff : Mat. Fys. Medd. **36**, (1968), No. 10
- [29] M.W. Thompson : *Defects and Radiation Damage in Metals*, (Cambridge University Press 1969)
- [30] J.P. Biersack und L.G. Haggmark : Nucl. Instr. Meth. **174**, (1980), 257
- [31] G.H. Kinchin, R.S. Pease : Rep. Progr. Phys. **18** , (1955), 1
- [32] H.H. Neely und W. Bauer : Phys. Rev **149**, (1966), 535
- [33] M.J. Norgett, M.T. Robinson und I.M. Torrens : Nucl. Eng. Des. **33**, (1975), 50
- [34] M.W. Guinan und H.J. Kinney : J. Nucl. Mater. **103/104**, (1981), 1319
- [35] *Ion Beam Handbook for Material Analysis*, Eds. J.W. Mayer und E. Rimini (Academic Press, New York 1977)
- [36] W.K. Chu, J.W. Mayer und M.A. Nicolet : *Backscattering Spectrometry* (Academic Press, New York 1978)
- [37] W. Brandt : Sci. Am. **218**, (1968), 90

BIBLIOGRAPHIE

- [38] J. Stark : Z. Phys. **13**, (1912), 973
- [39] M.T. Robinson und O.S. Oen : Appl. Phys. Lett. **2**, (1963), 30
- [40] G.R. Piercy, F. Brown, J.A. Davies und M. McCargo : Phys. Rev. Lett. **10**, (1963), 399
- [41] H. Lutz und R. Sizmann : Phys. Lett. **5**, (1963), 113
- [42] R.S. Nelson und M.W. Thompson : Phil. Mag. **8**, (1963), 1677
- [43] G. Dearnaley : IEEE Trans. Nucl. Sci. NS-11 **3**, (1964), 249
- [44] C. Erginsoy, H. Wegener und W.M. Gibson : Phys. Rev. Lett. **13**, (1964), 530
- [45] D.V. Morgan (Ed.) : *Channeling : Theory, Observations and Applications* (Wiley, New York 1973)
- [46] D.E. Gemmel : Rev. Mod. Phys. **45**, (1974), 129
- [47] L.C. Feldman, J.W. Mayer und S.T. Picraux : *Material Analysis by Ion Channeling* (Academic Press, New York 1982)
- [48] M.L. Swanson und L.M. Howe : Nucl. Instr. Meth. **218**, (1983), 613
- [49] J.A. Davies : Phys. Script. **28**, (1983), 294
- [50] O. Meyer : KfK - Bericht **3794** (1984)
- [51] J. Ruan, J. Townsend und W.J. Choyke : Nucl. Instr. Meth. **B28**, (1987), 580
- [52] J. Lindhard : Mat. Fys. Medd. **34**, (1965), No. 14
- [53] J.H. Barrett : Phys. Rev. **B33**, (1971), 1527
- [54] O. Meyer : private Mitteilung
- [55] J. Geerk, G. Linker und O. Meyer : Mater. Sci. Rept. **4**, (1989), 193
- [56] F. Weschenfelder : Diplomarbeit (Universität Karlsruhe, 1989)
- [57] O. Meyer, B. Egner, J. Geerk, R. Gerber, G. Linker, F. Weschenfelder, X.X. Xi und G.C. Xiong : Nucl. Instr. Meth. **B37/38**, (1989), 917
- [58] D.G. Pettifor : Solid State Physics **40**, (1987), 43
- [59] D.J. Eshelby : Solid State Physics **3**, (1956), 79

BIBLIOGRAPHIE

- [60] P. Ehrhart : J. Nucl. Mater. **69**/(70, (1978), 200
- [61] M.L. Swanson : *Advanced Techniques for Characterizing Microstructures*, Eds. F.W. Wiffen und J.A. Spitznagel (Metallurgical Society of AIME, Warrendale, New York, 1982)
- [62] F. Pleiter und K.G. Prasad : Hyp. Int. **20**, (1984), 221
- [63] E.N. Kaufman, R. Vianden, J.R. Chelikowsky und J.C. Phillips : Phys. Rev. Lett. **39**, (1977), 167
- [64] O. Meyer und A. Turos : Nucl. Instr. Meth. **B19/20**, (1987), 136
- [65] O. Meyer, A. Azzam, M.K. Kloska und A. Turos : Mat. Sci. Forum **15-18**, (1987), 757
- [66] A. Azzam und O. Meyer : J. Phys. **F17**, (1987), 1617
- [67] M.K. Kloska und O. Meyer : Nucl. Instr. Meth. **B19/20**, (1987), 140
- [68] O. Meyer und A. Turos : Mater. Sci. Rept. **2**, (1987), 371
- [69] G. Burger, K. Isebeck, J. Völkl, W. Schilling und H. Wenzl : Z. angew. Phys. **22**, (1967), 452
- [70] M. Hansen und K. Anderko : *Constitution of Binary Alloys* (McGraw Hill, New York 1958), R.P. Elliot (First Supplement 1965), F.A. Shunk (Second Supplement 1968)
- [71] G.C. Xiong, A. Azzam, R. Gerber und O. Meyer : Nucl. Instr. Meth. **B29**, (1988), 643
- [72] I. Khubeis und O. Meyer : Radiation Effects and Defects in Solids (1991), zur Veröffentlichung angenommen
- [73] R. Gerber, O. Meyer und G.C. Xiong : Nucl. Instr. Meth. **B31**, (1988), 402
- [74] I. Khubeis, R. Gerber und O. Meyer : Radiation Effects and Defects in Solids (1991), zur Veröffentlichung eingereicht
- [75] W. Mansel, G. Vogel und W. Koch : Phys. Rev. Letters **31**, (1973), 359
- [76] G. Vogel, W. Mansel und W. Vogel : J. Phys. **F4**, (1974), 2321
- [77] G. Vogel, W. Mansel und P.H. Dederichs : Phys. Rev. Letters **36**, (1976), 1497
- [78] E. Verbiest und H. Pattyn : Phys. Rev. **B25**, (1982), 5097

BIBLIOGRAPHIE

- [79] D.K. Sood und G. Dearnaley : *Applications of Ion Beams to Materials*, Inst. Phys. Conf. Ser. No. **28**, Eds. G. Carter, J.S. Colligon und W.A. Grant (Institute of Physics, Bristol), (1976), 196
- [80] R. Gerber, I. Khubeis und O. Meyer : Nucl. Instr. Meth. **B51**, (1990), 17
- [81] T. Hussain und G. Linker : Radiation Effects **51**, (1980), 103
- [82] W.R. Wampler und W.B. Gauster : J. Phys. **F8**, (1978), L1
- [83] N. Matsunami, M.L. Swanson und L.M. Howe : Can. J. Phys. **56**, (1978), 1057
- [84] I. Khubeis und O. Meyer : Nucl. Instr. Meth. **B36**, (1989), 340
- [85] O. Meyer, G.C. Xiong und R. Gerber : zur Veröffentlichung vorgesehen
- [86] I. Khubeis, R. Gerber und O. Meyer : Radiation Effects and Defects in Solids **115**, (1990), 193
- [87] B. Hertel : Phil. Mag. A **40**, (1979), 331
- [88] R.S. Averback und T. Diaz de la Rubia : Nucl. Instr. Meth. **B33**, (1988), 693
- [89] E. Friedland und H.W. Alberts : Nucl. Instr. Meth. **B33**, (1988), 710