

Strahlenschädigung in Ultraschall-exponiertem Quarzglas

Dissertation

zur

Erlangung des Doktorgrades (Dr. rer. nat.)

der

Mathematisch–Naturwissenschaftlichen Fakultät

der

Rheinischen Friedrich–Wilhelms–Universität Bonn

vorgelegt von

Christine Maria Negrini

aus Bonn

Bonn im März 2008

Angefertigt mit Genehmigung der Mathematisch–Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Rheinischen Friedrich–Wilhelms–Universität Bonn

Diese Dissertation ist auf dem Hochschulschriftenserver der ULB Bonn
[http : //hss.ulb.uni – bonn.de/diss_online](http://hss.ulb.uni-bonn.de/diss_online) elektronisch publiziert.

1. Gutachter: Prof. Dr. K. Maier

2. Gutachter: Prof. Dr. H. Hübel

Tag der Promotion: 19.05.2008

Erscheinungsjahr: 2008

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	4
2	Theoretische Grundlagen	6
2.1	Glas	6
2.1.1	Klassische Glasstrukturtheorien	6
2.1.2	Der Glasübergang	8
2.1.3	Unterschiede zwischen glasigen und kristallinen Festkörpern	10
2.1.4	Beschreibung der Glasstruktur von Quarz	10
2.1.5	Das freie Volumen	14
2.2	Strahlenschäden	17
2.2.1	Strahlenschäden	17
2.2.1.1	Energieverluste bei geringen Teilchenenergien	17
2.2.1.2	Bestrahlung mit energiereichen Ionen	19
2.2.1.3	Bestrahlung mit energiereichen Elektronen und Positronen	20
2.2.1.4	Defekterzeugung bei Bestrahlung	21
2.2.2	Strahlenschäden in Quarzglas	22
2.2.2.1	Optische Absorption	22
2.2.2.2	Variation des Brechungsindex mittels Verdichtung	25
2.2.2.3	Defekterzeugung in Abhängigkeit der Dosis	26
2.2.2.4	Positronenannihilationsspektroskopie	30
2.2.2.5	Diffusion von Wasserstoff	32
2.2.3	Theoretische Simulationen	32
2.3	Ultraschall	35
2.3.1	Eigenschaften von Ultraschall	35
2.3.2	Erzeugung von Ultraschallwellen	36
2.3.3	Ergebnisse des Ultraschall-Effekts auf Strahlenschädigung	38
3	Experimentelle Durchführung	40
3.1	Probenpräparation	40
3.2	Aufbau des Strahlplatzes	45
3.3	Durchführung der Strahlzeiten	49

4	Untersuchungsmethoden	52
4.1	Erste Kontrolle der Proben	52
4.2	Das Polarisationsmikroskop	52
4.2.1	Aufbau und Datenaufnahme	52
4.2.2	Auswertung	53
4.3	Das Interferometer	54
4.3.1	Theoretische Grundlagen	54
4.3.2	Aufbau und Datenaufnahme	55
4.3.3	Auswertung	56
4.4	Absorptionsspektroskopie	58
4.4.1	Aufbau und Datenaufnahme	58
4.4.2	Auswertung	59
4.5	Positronenannihilationsspektroskopie	61
4.5.1	Die Bonner Positronen-Mikrosonde: Aufbau	61
4.5.2	Datenaufnahme	61
4.5.3	Auswertung	63
5	Ergebnisse	65
5.1	Spannungsoptische Untersuchung	65
5.2	Interferometrische Untersuchung	68
5.3	Absorptionsspektroskopie	72
5.4	Positronenannihilationsspektroskopie	78
6	Diskussion	80
6.1	Spannungsoptische Untersuchung	81
6.2	Interferometrische Untersuchung	83
6.3	Absorptionsspektroskopie	86
6.4	Positronenannihilationsspektroskopie	89
6.5	Fehlstellenverteilung nach Bestrahlung mit leichten Ionen	90
7	Zusammenfassung	92
A	Anhang	96
A.1	Klebetchnik	96

Kapitel 1

Einleitung

Aufgrund der vielseitigen Anwendungsgebiete von Quarzglas ist dieses Material von großem wissenschaftlichen Interesse. Doch ebenso wie die Materialeigenschaften sich für bestimmte Anwendungen hervorragend eignen, so bestimmen die enthaltenen Defekte den Rahmen der Einsetzbarkeit. Diese Defekte können sowohl intrinsisch, als auch durch Anwendung hervorgerufen sein. Somit ist es von Interesse, den verursachenden Mechanismus der Defekte zu verstehen, um im nächsten Schritt herauszufinden, auf welche Weise das Material möglichst langlebig eingesetzt werden kann. Es soll untersucht werden, inwiefern Ultraschall das Verhalten der Quarzstruktur auf die Strahlenschädigung beeinflusst. Als einfaches Modellsystem wird Quarzglas gewählt.

Quarzglas bietet sich im Rahmen dieser Arbeit aus vielerlei Gründen als optimales Material an. Zum einen hat es aufgrund seiner amorphen Struktur nur jeweils eine Resonanzfrequenz für den eingestrahlten Ultraschall in transversaler und longitudinaler Richtung. Zum anderen bieten sich aufgrund seiner Transparenz lichtspektroskopische Untersuchungsmethoden an. Des Weiteren kann man sich die Positronenannihilation zu Nutze machen, die sensitiv auf freies Volumen aufgrund der Positroniumbildung ist. Quarzglas ist als einkomponentiges System ein geeignetes Modellsystem, welches aus Silizium-Sauerstoff-Tetraedern besteht. Dieser Grundbaustein liegt den meisten Gläsern zugrunde.

Durch Teilchenbeschuss am Bonner Isochron-Zyklotron werden Strahlenschäden in das Material eingebracht. Über den Energieverlust beim Durchgang durch Materie und den damit verknüpften unterschiedlichen elektronischen und nuklearen Wirkungsquerschnitten können die bestrahlten Proben untersucht werden und ein Rückschluss auf die entstandenen Defekte geschlossen werden. Ebenso wird bei einer anderen Position der Probe unter exakt gleichen Bedingungen bestrahlt, jedoch durch eine auf der Probenrückseite aufgeklebte Piezokeramik Ultraschall eingestrahlt. Aus einem Vergleich der Messdaten wird der Einfluss des eingestrahlten Ultraschalls auf die Strahlenschädigung abgeschätzt.

Bestrahlungen unter kontrollierten Bedingungen sind zur Vorhersage der Belastbarkeit des Materials unerlässlich. Die durch Bestrahlung eingebrachten Defekte sind dieselben, welche z. B. bei dem Herstellungsprozess von Glasfaserkabeln oder

bei Linsen in Laserexperimenten entstehen. Der Telstar Kommunikationssatellit hat aufgrund der Schäden durch Höhenstrahlung versagt, hier wurde SiO_2 als Isolator in den elektrischen Schaltkreisen verwendet. Allgemein ist die Höhenstrahlung bei Raumfahrzeugen und Teleskopen, die sich lange Zeit in der Umlaufbahn befinden, ein nicht gelöstes Problem.

Eine weitere mögliche Anwendung von Gläsern ist z. B. die sichere Umkapselung von Reaktormüll.

Die grundlegende Idee dieser Arbeit ist, durch Einbringen von Energie in das Modellsystem SiO_2 die Defektkonzentration in einem Rahmen zu halten, der die Einsetzbarkeit des Materials verlängert. Dies geschieht durch Einstrahlung von Ultraschall, wobei eine Druckwelle im Material alternierende Dichteschwankungen hervorruft. Die Amplitude des Ultraschalls wird so gering gewählt, dass die Einstrahlung der Ultraschallwelle keine Temperaturerhöhung verursacht.

Im nachfolgenden Kapitel dieser Arbeit wird der Glasübergang beschrieben, ein Vergleich zwischen kristallinem und amorphen Quarz dargestellt, ebenso wie die Struktur von Quarzglas mit den untersuchten Eigenschaften vorgestellt wird. Weiterhin wird auf die Vorgänge bei Bestrahlungen eingegangen und der aktuelle Stand der Forschung in Bezug auf bestrahltes Quarzglas dargestellt. Das Kapitel umfasst eine Übersicht mit den wichtigsten Kenngrößen des Ultraschalls und stellt auch hier den Bezug zu Forschungen über den Ultraschalleinfluss her.

Im 3. Kapitel wird ausführlich auf die Probenpräparation eingegangen, die maßgeblich die Reproduzierbarkeit der Messungen beeinflusst. Ein Grund für die zahlreichen unterschiedlichen Ergebnisse verschiedener Autoren liegt darin, dass die intrinsischen Defekte stark von der Vorgeschichte der Proben abhängen. Der experimentelle Aufbau wird beschrieben und die Durchführung der Strahlzeiten erklärt. Besonders wichtig hierbei ist die korrekte Synchronisation der eingesetzten Bauteile. Es muss empfindlich auf eine gezielte Ablenkung des Teilchenstrahls aus dem Zyklotron geachtet werden und die Ultraschallpulse entsprechend eingestellt werden.

Die einzelnen Messmethoden und Auswerteverfahren werden im 4. Kapitel vorgestellt in der Reihenfolge, in welcher die Proben untersucht wurden. Es wird über die Aufbauten jeweils ein kurzer Überblick gegeben, die Auswertung wird mit Berücksichtigung möglicher Fehler detailgenau nachvollzogen.

Nachfolgend werden die Ergebnisse gezeigt und im 6. Kapitel diskutiert. Die Arbeit schließt mit einer Zusammenfassung.

Kapitel 2

Theoretische Grundlagen

2.1 Glas

Das erste von Menschenhand erzeugte Glas wurde vor ca. 4000 Jahren im alten Ägypten hergestellt. Aufgrund seiner Lichtdurchlässigkeit wurde Glas im Laufe der Zeit immer vielfältiger eingesetzt, erst zur Schmuckgestaltung, dann als Linsen für Fernrohre, Trinkgefäße und Fensterglas. Doch obwohl das Herstellungsprinzip von Glas schon lange bekannt ist, gibt es noch viele offene Fragen zur Nahordnung in Gläsern. Es wird intensiv auf dem Gebiet der Glasforschung gearbeitet, um großtechnischen Ansprüchen gerecht zu werden. Quarzglas nimmt hier eine besondere Stellung als Modellsystem ein, da das SiO_2 -Tetraeder als grundlegender Baustein in den meisten Gläsern vorliegt.

Mittlerweile ist man in der Lage, die physikalischen Eigenschaften von Gläsern je nach Bedarf und Anwendung maßzuschneidern, z. B. durch hinreichende Reinheit der Rohstoffe, bzw. durch Beimengung von Zusatzstoffen.

2.1.1 Klassische Glasstrukturtheorien

Der erste Forscher, der sich mit der Glasstruktur beschäftigte, war G. Tammann im Jahre 1903. Seine Aussagen waren noch ziemlich allgemein gehalten. Er betrachtete Glas als stark unterkühlte Flüssigkeit, bei der während der Unterkühlung die Struktur erhalten bleibt.

1926 erklärte V.M. Goldschmidt, dass für die Glasbildung das Größenverhältnis der Ionen maßgeblich sei, dieses müsse zwischen 0,2 und 0,4 liegen. Im Falle von SiO_2 ist das Verhältnis $r_{\text{Si}} : r_{\text{O}} = 39 \text{ pm} : 140 \text{ pm} = 0,28$.

Einen Fortschritt brachte die Netzwerktheorie nach W.J. Zachariasen und B.E. Warren im Jahre 1932. Hier wurde erstmals das SiO_2 -Tetraeder als kleinster Baustein zugrunde gelegt. Je nach Temperatur-, bzw. Druckmodifikation bildet sich über die langreichweitige Verknüpfung Quarz, Cristobalit, Tridymit oder Coesit aus.

Weiterhin entstand 1921 die Kristallittheorie von A.A. Lebedew. Er erachtete die Struktur als Anhäufung mikrokristalliner Gebilde, welche in einem Netzwerk verteilt

sind und durch ungeordnete Bereiche verbunden sind. Dies setzt eine hohe Ordnung der Kationen im Glasnetzwerk voraus. Erklärt wurde mit dieser Theorie z. B. die unstete Änderung der Brechzahl eines Natriumsilicatglases bei Temperaturerhöhung. Hierbei führte man den Effekt auf die α - β -Umwandlung der SiO_2 -Kristallite zurück. Heute gibt es in Extrem- oder Grenzfällen tatsächlich Beweise für die Kristallitheorie, z.B. in einem binären Magnesiumphosphatglas. Den meisten Gläsern liegt jedoch eher eine Kombination zwischen Netzwerktheorie und Kristallitheorie zugrunde. Während der Forschung an der Kristallitheorie wurde Kieselglas verwendet. Dazu wurde Bergkristall gemahlen und die Körner in einer Knallgasflamme geschmolzen. Die Schmelztemperatur für Kieselglas liegt jedoch sehr hoch, so dass man davon ausgehen kann, dass die experimentell nachgewiesenen Kristallite Schmelzrelikte waren, d. h. das Bergkristallgitter ist im Zentrum der Körner nicht zusammengebrochen und somit war die Schmelze nicht homogen [VOG92].

Einen weiteren Ansatz bietet die kinetische Theorie von R.D. Uhlmann. Da eine glasartige Struktur stark von der Unterkühlung abhängt, formulierte Uhlmann die Abhängigkeit des glasigen Volumenanteils von der Zeit als

$$10^{-6} = \frac{\pi}{3} I u^3 t^4 \quad (2.1)$$

Hierbei ist 10^{-6} der glasartige Volumenanteil, I die Keimbildungshäufigkeit pro Sekunde, u die Wachstumsrate in cm s^{-1} und t die Zeit.

Die daraus erhaltene Kurve heißt T-T-T-Kurve (Time-Temperature-Transformation) oder Nasenkurve (s. Abbildung 2.1). Der Verlauf der Kurve ist mit einem Ansteigen der beiden Größen I und u mit fallender Temperatur zu erklären, bis bei weiterem Abkühlen die steigende Viskosität die Keimbildung und das Wachstum behindert. Aus diesem Diagramm kann man die notwendige Abkühlrate berechnen, die notwendig ist, Kristallisation in einem Volumenanteil von 10^{-6} zu verhindern. Dies geschieht über den Ansatz

$$\frac{dT}{dt} \approx \frac{\Delta T}{t_n} \quad (2.2)$$

Hierbei ist $\Delta T = T_{\text{Liquidus}} - T_n$ mit T_n die Temperatur für schnellstmögliche Kristallisation und t_n die kürzeste Zeit für Keimwachstum bei einer Temperatur.

Für Quarzglas liegt die kritische Abkühlrate bei homogener Keimbildung bei $9 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C s}^{-1}$ [VOG92].

Die Struktur der Schmelze wurde unter anderem von Bernal so formuliert, dass sie der Struktur des Kristalls entspricht. Durch kleine Verschiebungen der Atomlagen liegt eine ungeordnete Struktur vor. Die Bewegungsmöglichkeiten sind durch Kationen-Anionen-Platzwechsel möglich und die gegenseitige Verknüpfung der Bauteile ist relativ hoch. Am Schmelzpunkt weist die Flüssigkeit eine hohe Viskosität auf und erstarrt beim Abkühlen leicht glasig. Weyl fasste drei Modelle zu einem Dreistoffsystem zusammen, mit dem sich alle Glasschmelzen beschreiben lassen. Bei der Einteilung der Schmelzen teilte Weyl Quarzglas dem Bernal-Typ zu [SCH77].

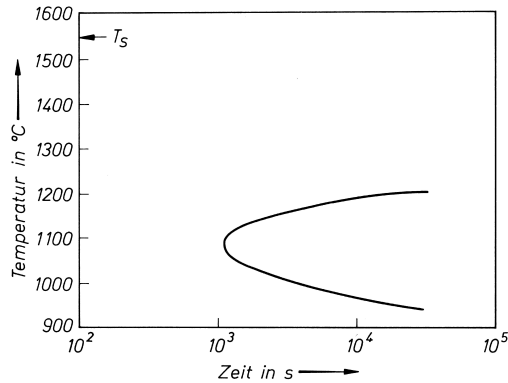


Abbildung 2.1 – *T-T-T-Kurve nach der kinetischen Theorie. Aus dieser Nasenkurve ist die notwendige Abkühlrate einer Schmelze zu berechnen, um einen Volumenanteil glasartig erstarren zu lassen. Hierbei lässt sich der Verlauf durch die Abhängigkeit der Keimbildungshäufigkeit und der Wachstumsrate von der Temperatur erklären. Beide Größen steigen erst bei fallender Temperatur an, bis die erhöhte Viskosität der Schmelze die Bewegung behindert [VOG92].*

2.1.2 Der Glasübergang

Quarz kann sowohl in kristalliner als auch in amorpher Struktur hergestellt werden. Hierbei wird die gebildete Struktur einzig durch die Bedingungen der Erstarrung aus der Schmelze bestimmt. Der thermodynamisch günstigste Zustand ist hierbei die kristalline Struktur. Somit finden strukturelle Veränderungen im Gefüge bei endlichen Temperaturen statt, jedoch auf einer sehr langen Zeitskala, so dass das Glasgefüge im Rahmen dieser Arbeit als stabil betrachtet wird [LAN96].

Bei dem Vorgang des Erstarrens konkurrieren zwei Prozesse miteinander: Zum einen tendiert die Schmelze aus energetischen Gründen dazu, kristallin zu erstarren. Zum anderen steigt die Viskosität der Schmelze beim Abkühlen an, was die Beweglichkeit der kleinsten Bauteile einschränkt.

Die ansteigende Viskosität bei fallender Temperatur lässt sich durch das Schließen von Bindungen erklären, die während des Schmelzvorgangs durch Einbringen thermischer Energie aufgebrochen worden sind [SCH77]. Der Temperaturverlauf der Viskosität η wird empirisch beschrieben als

$$\eta = K \exp\left(\frac{E_\eta}{T - T_0}\right) \quad (2.3)$$

und ergibt umgeformt die sogenannte Vogel-Fulcher-Tammann-Gleichung (VFT-Gleichung):

$$\log \eta = A + \frac{B}{T - T_0} \quad (2.4)$$

Für eine reine SiO_2 -Schmelze lässt sich die VFT-Gleichung ermitteln zu

$$\log \eta_{\text{SiO}_2} = -2,49 + \frac{15004}{T - 253} \quad (2.5)$$

E_η sei die Aktivierungsenergie der Viskosität, T die Temperatur in [°C], K , T_0 , A und B Konstanten, die experimentell zu ermitteln sind [SCH77]. Um glasige Erstarrung

zu ermöglichen, müssen Bildung und Wachstum von Kristallisationskeimen unterdrückt werden, da dort eine geordnete Anlagerung stattfinden würde. Dies wird in Abbildung 2.2 dargestellt. Hierbei ist „KZ“ die Anzahl der pro Volumeneinheit und Zeiteinheit entstehenden Kristallisationszentren und „KG“ deren lineare Kristallisationsgeschwindigkeit. Bei den meisten Glasschmelzen liegen die beiden Maxima für KZ und KG bei unterschiedlichen Unterkühlungstemperaturen, d. h. gebildete Keime können kaum weiter anwachsen. Liegen die beiden Maxima jedoch bei derselben Unterkühlungstemperatur, so wird sich eine kristalline Struktur bilden [VOG92]. Da auch in der Schmelze SiO₂-Tetraeder vorliegen, ist die Bildung von Kristallisationskeimen, bei denen sich die Tetraeder geordnet zusammenfügen, nur eine Frage der Unterkühlungstemperatur. Da sich jedoch in der Schmelze permanent Bindungen öffnen und wieder zusammenschließen, ohne dass eine geordnete gegenseitige Orientierung vorliegt, ist für SiO₂ bei nicht zu langer Abkühlung nicht mit Kristallisation zu rechnen [SCH77]. In Tabelle 2.1 sind die verschiedenen Arbeitsbereiche mit den zugehörigen Viskositäten aufgelistet.

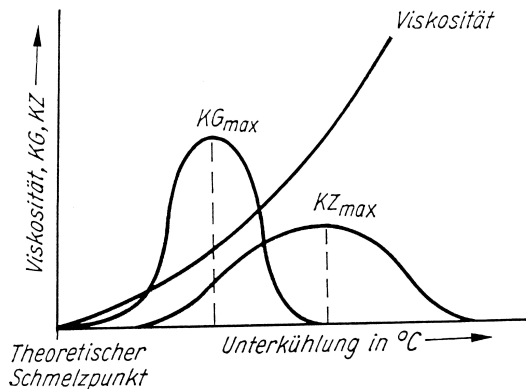


Abbildung 2.2 – Abhängigkeit der Keimbildung „KZ“, des Keimwachstums „KG“ und der Viskosität einer Schmelze bei Unterkühlung. Liegen beide Kurven bei unterschiedlichen Temperaturen, so bildet sich eine amorphe Struktur aus. Bei einem Zusammenfallen der Maxima wird die Schmelze kristallin erstarren [VOG92].

Tabelle 2.1 – Viskositäten η und Arbeitsbereiche für Gläser nach [VOG92].

Arbeitsbereich	Viskosität η [Pa s]
Raumtemperatur	10^{19}
Abkühlen	$10^{13,5} - 10^{19}$
Transformationsgebiet	$10^{12} - 10^{13,5}$
Verarbeitung	$10^3 - 10^9$
Schmelzen	10^3

Der Ausdehnungskoeffizient von Quarzglas ist mit $\alpha = 0,55 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ im Vergleich mit anderen Festkörpern gering. Dies lässt sich durch die starken Si-O-Bindungen erklären, ebenso wie durch das ungeordnete Netzwerk, welches Wechselwirkungen zwischen den einzelnen Tetraedern kaum ermöglicht [SCH77].

Weitere Eigenschaften von hochreinem Quarz sind in Tabelle 2.2 zusammengefasst.

Tabelle 2.2 – Zusammenfassung der Eigenschaften von Quarzglas

Eigenschaft	Wert	Quelle
Thermischer Expansionskoeffizient	$0,55 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ [20-300 $^\circ\text{C}$]	[MAC00]
Glasübergangstemperatur T_G	1480 K	[SCH77]
Schmelztemperatur T_S	1996 K	[SCH77]
Entspannungspunkt	1180 $^\circ\text{C}$	[QSI05]
Ausheilpunkt	1150 $^\circ\text{C}$	[MAC00]
Elastizitätsmodul	72,4 GPa	[MAC00]
Poissonzahl	0,17	[MAC00]
Brechungsindex	1,46	[HEL75]
Dichte	2,20 g cm^{-3}	[QSI05]
Wärmeleitfähigkeit	0,014 $\text{W cm}^{-1} \text{ K}^{-1}$	[RYS78]

2.1.3 Unterschiede zwischen glasigen und kristallinen Festkörpern

Wird die Änderung der spezifischen Wärme $c_p = \frac{\delta H}{\delta T}$ (s. Abbildung 2.3) über einen großen Temperaturbereich für jeweils eine amorphe und eine kristalline Probe gleicher Zusammensetzung betrachtet, so ist der Kurvenverlauf beider Proben oberhalb der Liquidustemperatur F_p gleich. Bei Abkühlung der kristallinen Probe beobachtet man einen Sprung bei F_p , darunter eine lineare Abnahme der spezifischen Wärme. Anders hingegen bei der amorphen Probe: der lineare Verlauf ist auch etwas unterhalb der Schmelztemperatur zu beobachten, im sogenannten Erweichungsintervall zwischen T_a und T_b liegt bei dem Transformationspunkt T_g ein Wendepunkt der Kurve. Darunter ist ein linearer Abfall zu sehen, jedoch liegt die Kurve der amorphen Probe über der der kristallinen Probe. Dies lässt erkennen, dass der amorphe Festkörper energiereicher ist als in seiner kristallinen Form [VOG92] und Glas einen metastabilen Zustand einnimmt.

Weiterhin lässt sich der Unterschied zwischen kristalliner und amorpher Struktur an der Dichte feststellen. Da Quarzglas aufgrund seiner amorphen Struktur mehr freies Volumen enthält als eine kristalline Probe, ist die Dichte der amorphen Struktur geringer.

2.1.4 Beschreibung der Glasstruktur von Quarz

Im Gegensatz zur kristallinen Struktur, die sich durch ihre Periodizität in allen drei Raumrichtungen auszeichnet, weist amorphes Quarz keine Fernordnung auf, sondern lediglich ein ungeordnetes dreidimensionales Netzwerk, in dem sich die kleinsten Bausteine wiederholen. Bei beiden Modifikationen ist die kleinste Baueinheit (s. Abbildung 2.4) das SiO_2 -Tetraeder. Die Nahordnung der kleinsten Bauteile wird durch Experimente, z. B. Röntgenabsorptionsspektroskopie, im direkten Vergleich kristalliner und amorpher Proben nachgewiesen, jedoch liegt die Vermutung nahe,

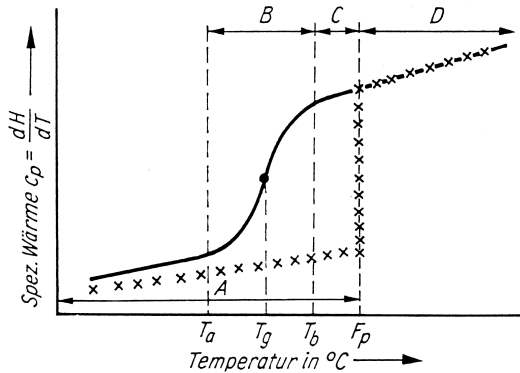


Abbildung 2.3 – Verlauf der spezifischen Wärme in Abhängigkeit der Temperatur für kristalline Festkörper (A) und glasige Festkörper (durchgezogene Linie). Bereich B heißt Erweichungsintervall, Bereich C zeigt eine unterkühlte Glasschmelze und Bereich D die flüssige Schmelze. Bei F_p liegt die Schmelztemperatur, T_g wird Transformationspunkt genannt [VOG92].

dass gerade die amorphe Struktur neben den auch in kristallinen Proben vorkommenden intrinsischen Defekten auch weitere Defekte stabilisiert [GUZ93].

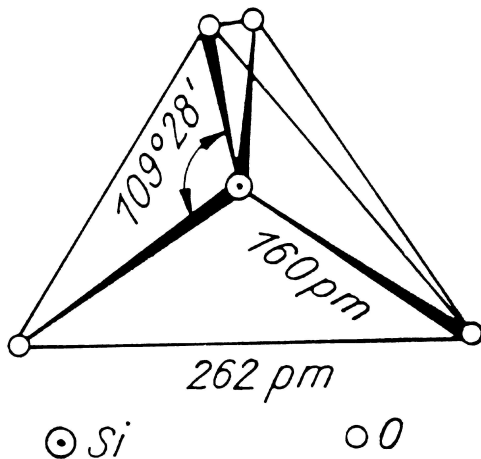


Abbildung 2.4 – Das SiO₂-Tetraeder als kleinste Baueinheit im Quarz. Zentral liegt das Siliziumatom, umgeben von vier Sauerstoffatomen. Angegeben sind Bindungswinkel und Atomabstände [VOG92].

Der Grundbaustein besteht aus einem zentral liegenden Siliziumatom, welches von vier Sauerstoffatomen umgeben ist. Dies ist in Abbildung 2.4 dargestellt. Im reinen SiO₂-Glas sind alle O²⁻-Ionen an zwei Si⁴⁺-Ionen gebunden, weshalb sie auch Brückensauerstoffe genannt werden [SCH77]. Der Si-O-Abstand beträgt 160 pm und die Kantenlänge des Tetraeders beträgt 262 pm ([VOG92], [ALT95]). Tetraedrische Struktur bildet sich bei einer Koordinationszahl von 4, wie in diesem Fall, aus. Für regelmäßige Tetraeder wird ein Bindungswinkel zwischen den Sauerstoffatomen (d. h. der O-Si-O-Bindung) von 109°28' erwartet, jedoch zeigen Messungen eine Bindungswinkelverteilung zwischen 108°74' und 110°54' [DOU96]. Dies wird erklärt durch eine Mischform der Bindungen (s. Abbildung 2.6) [VOG92]. Der Fall von komplett vernetzten Tetraedern kann nur über eine Ringstruktur erklärt werden. Dies wird durch Simulationen bestätigt, da durch einen minimalen Sauerstoff-Sauerstoff-Atomabstand Einschränkungen in der Orientierung benachbarter Tetraeder auftreten [THA85]. Dabei bilden die über ihre Ecken verbundenen Tetraeder lokale Ring-

cluster, wobei die Anzahl der Ringe pro Cluster mit einer höheren Dichte einhergeht, was ein höheres Maß an Ordnung bedeutet und somit weniger freies Volumen zulässt. Die Anzahl n der pro primitivem Ring enthaltenen Tetraeder wird mit $n < 6$ angegeben [HOB94]. Durch die eingeschränkte Orientierung der weiteren Tetraeder muss es zu einer Winkelverteilung der Si-O-Si-Bindungen kommen. Hierbei zeigen die Simulationen ein Maximum bei 145° [THA82], die geringe Variation der Bindungsenergie erlaubt dabei einen Winkelbereich zwischen 120° und 180° [DEV94]. Diese Variation zeigt aber keinen signifikanten Ladungstransfer in der Si-O-Bindung [IQG85]. Die Si-Si-Bindungslänge wird mit 306 pm angegeben [DOU96].

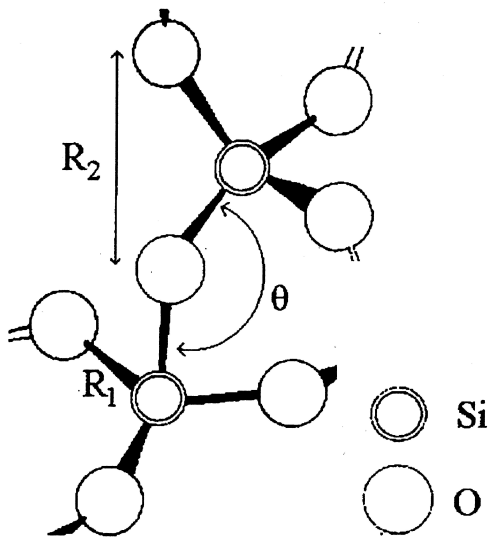


Abbildung 2.5 – Relative Orientierung zweier benachbarter SiO_2 -Tetraeder, die über ein gemeinsames Sauerstoffatom miteinander verbunden sind. Der Si – O-Bindungsabstand R_1 beträgt 160 pm, die Kantenlänge des Tetraeders R_2 262 pm. Der Winkel der O-Si-O-Bindung sei Θ [DOU96].

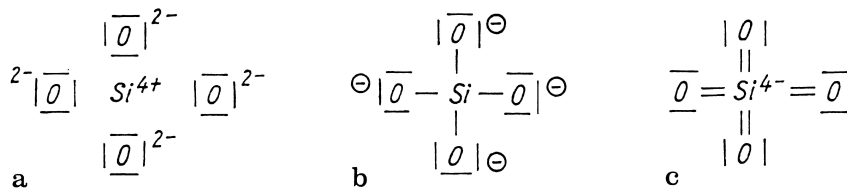


Abbildung 2.6 – Mögliche Bindungsformen im Quarz. a) Polare Form, b) kovalente Form und c) Doppelbindungsform. Unter der Annahme, dass alle Bindungsformen gleichberechtigt vorliegen, stimmen theoretische Rechnungen mit experimentellen Daten der Bindungswinkel und Abstände überein [VOG92].

Die Elektronenverteilung im Silizium (Grundzustand $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^2$) wird schon mit geringen Energien in den Valenzzustand $3s^1 3p^3$ überführt. Die Hybridorbitale der vier ungepaarten Elektronen zeigen in die Ecken des Tetraeders und mit Sauerstoffatomen als Koordinationspartner bildet sich eine stabile Einheit [VOG92]. Zum Vergleich zwischen kristalliner und amorpher Struktur ist in Abbildung 2.7 die

unterschiedliche Vernetzung dargestellt. Die amorphe Struktur zeichnet sich durch einen erhöhten Anteil an freiem Volumen im Vergleich zur kristallinen Struktur aus.

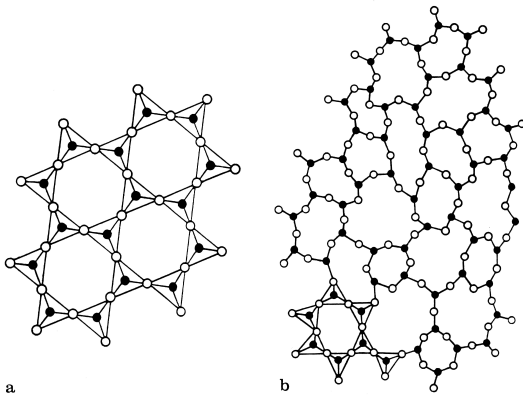


Abbildung 2.7 – Darstellung der Verknüpfungen in Quarz. Gezeigt in Abbildung a) ist die kristalline Form. Abbildung b) zeigt die amorphe Form mit intrinsischen Fehlstellen. Auch in der amorphen Ausbildung finden sich Bereiche mit kristalliner Struktur. Je nach Temperatur und Druck bildet sich unterschiedliche Kristallgitter, z. B. Quarz, Tridymit oder Cristobalit, aus. Abgebildet sind nur jeweils drei Sauerstoffatome, das vierte O-Atom liegt jeweils ober- und unterhalb der Zeichenebene [VOG92].

Amorphes Quarz kann verschiedene Defekte enthalten. Neben Verunreinigungen durch Fremdatome, die während des Schmelzprozesses in der Umgebung vorzufinden waren, sind primär intrinsische Defektzentren durch Leerstellen auf dem Sauerstoff- oder Siliziumgitter vorhanden. Der Einfluss von extrinsischen Defekten aufgrund von Verunreinigungen kann durch moderne Herstellungsverfahren vernachlässigt werden. Eine Substitution der Siliziumatome ist aufgrund des kleinen Ionenradius des Siliziums (42 pm) und seiner hohen Valenz nur für wenige Elemente möglich. Berichtet wurde für diesen Fall Aluminium (Ionenradius 51 pm), Gallium (62 pm), Eisen (64 pm), Germanium (53 pm), Titan (64 pm) und Phosphor (35 pm) [GÖT01].

Ein unvermeidbarer intrinsischer Defekttyp beinhaltet eine neutrale Sauerstoff-Leerstelle, welche energetisch am günstigsten ist [ANE99]. Das Tetraeder transformiert sich in eine planare Form mit drei Sauerstoffionen [GÖT01]. Ebenso wie durch Strahlenschäden hervorgerufen, existiert das sogenannte „Nonbridging Oxygen Hole Center“ als intrinsischer Defekt. Dieser beinhaltet ein an ein Sauerstoffatom gebundenes Loch. Bei einer Peroxy-Radikalen-Bindung handelt es sich hingegen um zwei aneinander gebundene Sauerstoffatome. Theoretische Arbeiten weisen nach, dass größere Si-Si-Abstände nötig sind zur bevorzugten Bildung der Peroxy-Bindung vor einer Einzel-Sauerstoffatom-Bindung. Der vergrößerte Si-Si-Abstand wird hingegen nicht benötigt, wenn benachbarte Tetraeder verdreht gegeneinander sind, s. Abbildung 2.5. In diesem Fall bilden sich bevorzugt Peroxy-Bindungen aus [EDW82].

Die Bildung und Ausheilung von Defekten wird stark durch molekularen Wasserstoff beeinflusst, der durch die Glasmatrix diffundiert und sich bindet, z.B. als Si-H oder Si-OH. Diese Defekt-Vorläufer (Precursor) wandeln sich unter Bestrahlung in die genannten Defekte um. Aufgrund der amorphen Struktur muss man eine mittlere Aktivierungsenergie Q^* annehmen, mit einer Gauss-Verteilung lässt sich die Tem-

peraturabhängigkeit des Diffusionskoeffizienten allgemein schreiben als Arrhenius-Gleichung mit einem Aktivierungsenergie-abhängigen Korrekturterm

$$D(T) = D_0 \exp\left(\frac{-Q^*}{kT}\right) \exp\left(\frac{b^2}{4k^2T^2}\right) \quad (2.6)$$

Hierbei ist k die Boltzmann-Konstante, T die Temperatur und b die Halbwertsbreite der Gauss-Verteilung für die Aktivierungsenergie [LAN96].

Weiterhin werden bei Bestrahlung unter Spannung stehende Bindungen aufgebrochen, die entstandenen Exzitonen kehren entweder in ihren ursprünglichen Zustand zurück oder bilden nach erfolgter Abregung einen Defekt. In Quarzglas kann in bestrahlten Regionen eine Kristallisation als Defekt beobachtet werden.

Eine beginnende Kristallisation amorpher Proben konnte erst bei einer Temperatur von 1673 K mittels Positronenlebensdauer-messungen nachgewiesen werden [HUG97b]. Hierbei sind die Positronen sensitiv auf das enthaltene freie Volumen, welches sich bei beginnender Kristallisation verringert. Auch über Beugungsexperimente ist ein Nachweis der Kristallisation amorpher Proben möglich.

Quarzglas wurde bis vor wenigen Jahren aus Bergkristall hergestellt, der in Körner gemahlen wurde und in einer Knallgasflamme geschmolzen wurde [VOG92]. Ein Nachteil der mit dieser Methode hergestellten Gläser ist der hohe OH-Gehalt (ca. 1000 ppm), der durch den hohen OH-Gehalt der Flamme nicht zu verhindern ist. Ebenso wurde die Vakuum-Kompressions-Technik oder das Tief-Temperatur-Plasma-Schweißen verwendet [POL71]. Weiterhin kann man Quarzsand bei 2070 K aufschmelzen und die blasenhaltige Schmelze weiterverarbeiten. Moderner ist jedoch die Gasphasenabscheidung, wobei hochreines SiCl_4 mit O_2 auf ein Substrat abgeschieden wird und sich gemäß $\text{SiCl}_4 + \text{O}_2 \rightarrow \text{SiO}_2 + 2\text{Cl}_2$ Quarzglas gebildet wird. Neben der gewünschten Reinheit des Materials kann auch gezielt molekularer Wasserstoff durch eine Druckbehandlung unter Wasserstoffatmosphäre eingebracht werden. Dies geschieht zur Optimierung der Eigenschaften vor allem, um die Laserlichtresistenz zu erhöhen. Eine weitere Anwendung findet sich in Glasfaserkabeln. Diese haben gegenüber Kupfer-Leitungen den Vorteil, dass die Übertragungsrate von Daten wesentlich höher liegt und Glasfaser sind unempfindlich gegenüber elektromagnetischen Störfeldern. Der Aufbau der Glasfaserkabel basiert auf mehreren Schichten mit einem radialen Verlauf des Brechungsindex. Durch die Totalreflektion werden die Lichtpulse im optisch dichteren Kernstrang des Kabels geführt und Gangunterschiede durch verschiedene Wegstrecken des Lichts werden durch den kontinuierlichen radialen Verlauf des Glasfaserkabels kompensiert.

2.1.5 Das freie Volumen

Zur vollständigen Beschreibung der Quarzglas-Struktur ist neben der Beschreibung der Tetraeder und deren Verknüpfung noch das enthaltene freie Volumen zu berücksichtigen. Einen Ansatz hierfür bieten Simulationsrechnungen, da die Größen- und Häufigkeitsverteilungen der Hohlräume experimentell kaum zugänglich sind. Der

Vergleich der Simulationen wird mit experimentellen Daten zur Gaslöslichkeit verglichen. Hierbei ist die Grösse der verwendeten Gas-Atome, bzw. Gas-Moleküle zu berücksichtigen, da nur der Anteil der Hohlräume mit passendem Radius zur Löslichkeit in den Zwischenräumen beiträgt.

Als Vereinfachung werden sphärische Hohlräume angenommen, die stochastisch verteilt liegen [CHA91]. Ein Hohlraum ist definiert als ein sphärisches Volumen, welches von vier Sauerstoffatomen begrenzt ist und innerhalb dessen Volumen kein weiteres Atom liegt. Der Mittelpunkt des sphärischen Hohlräume Q genügt der Gleichung

$$\sum_{i=1}^4 \alpha_i \cdot \overline{QX_i} = 0 \quad (2.7)$$

Hierbei sind X_i die Koordinaten der 4 Sauerstoffatome und die Koeffizienten α_i weisen das gleiche Vorzeichen auf. Der Radius des Hohlräume r berechnet sich dann aus

$$r = |\overline{QX_i}| - R_0 \quad (2.8)$$

mit $R_0=151$ pm dem Radius der Sauerstoffatome [CHA91]. Da die Kantenlänge des SiO_2 -Tetraeders mit 262 pm angegeben wird und somit geringer ist als der doppelte Radius des Sauerstoffatom-Radius werden Hohlräume innerhalb eines Tetraeders nicht betrachtet. Das zugrunde liegende Potential umfasst eine 3-Körper-Wechselwirkung, in der aufgrund der kovalenten Bindungen im Quarz ein richtungsabhängiger Term enthalten ist (FG Modell) [CHA91], [FEU89].

Die erhaltenen Häufigkeitsverteilungen der Simulationen werden mit experimentellen Daten der Gaslöslichkeiten verglichen und mittels Lognormal-Funktionen angepasst. Im gezeigten Beispiel (s. Abbildung 2.8) lautet die angepasste Lognormal-Funktion

$$y = 2,68 \cdot \exp \left[- \left(\frac{\ln(x/0,405)}{0,917} \right)^2 \right] \quad (2.9)$$

Die Mindestgrösse der Hohlräume zur Positroniumbildung wird mit 97 pm angegeben [HUG97b].

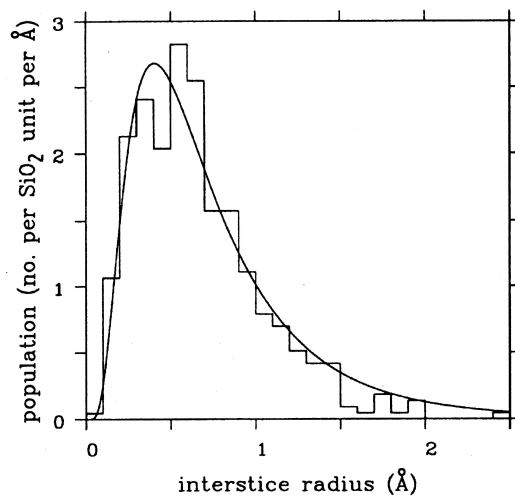


Abbildung 2.8 – *Simulierte Häufigkeitsverteilung der Hohlräume in Quarzglas, abhängig vom Hohlraumradius. Zugrunde liegt das FG-Modell, welches ein richtungsabhängiges Potential der Bindungen berücksichtigt. Der Sauerstoffatom-Radius wird auf 151 pm festgelegt. Die angepasste Kurve ist eine Lognormal-Funktion [CHA91].*

2.2 Strahlenschäden

Im Rahmen dieser Arbeit werden Quarzglasproben am Bonner Isochron-Zyklotron bestrahlt. Hierbei werden Defekte in das Probenmaterial eingebracht. Von grundlegendem Interesse ist neben der Defektkonzentration in Abhängigkeit der Teilcheneindringtiefe, inwiefern eine Einstrahlung von Ultraschallwellen das Tiefenprofil der Defektkonzentration beeinflusst.

Im folgenden wird auf die grundlegenden Prozesse bei Bestrahlung eingegangen. Bei der Diskussion der Energieabgabe von einfallenden Teilchen müssen die Energiebereiche und, bei Energien von einigen MeV, schwere von leichten Teilchen unterschieden werden. Weiterhin werden die Strahlenschäden in Quarzglas zusammengefasst. Obwohl dieses Probenmaterial seit langem intensiv erforscht wird, variieren die berichteten Messergebnisse zum Teil, da die Resultate stark von der Vorbehandlung der Proben abhängen. Dies muss bei einem Vergleich der Daten berücksichtigt werden. Schließlich wird noch auf die theoretisch vorhergesagte Reichweite der Teilchen eingegangen, die vor den durchgeführten Bestrahlungen als Richtwert herangezogen wurde.

2.2.1 Strahlenschäden

2.2.1.1 Energieverluste bei geringen Teilchenenergien

Treffen energetische Teilchen auf einen Festkörper, so verlieren sie beim Durchgang durch diesen ihre Energie. Dies geschieht primär durch

- inelastische Stöße mit Elektronen des Materials, d. h. elektronische Abbremsung durch Ionisation oder Anregung von Atomen,
- Kernreaktionen und Coulombanregung des Kerns, und
- elastische Kernstöße unter Verlagerung des Atoms.

Weiterhin kann ein Energieverlust durch

- Emission von Cherenkov-Strahlung und
- Bremsstrahlung, bzw. Paarerzeugung in elektromagnetischen Schauern

erfolgen [LEO87].

Die Bremsquerschnitte für die Prozesse der elektronischen und Kernabbremsung $S_{e,n}$ werden definiert als

$$S_{e,n} = -\frac{1}{N} \left(\frac{dE}{dx} \right)_{e,n} \quad (2.10)$$

Hierbei ist N die Anzahl der Atome pro Volumen des Targets, E die Energie und x die Wegstrecke des einfallenden Teilchens. Der prinzipielle Verlauf der Wirkungsquerschnitte ist in Abbildung 2.9 gezeigt. Die Energien E_1 , E_2 und E_3 werden beispielsweise für die Implantation von Bor in Silizium angegeben mit $E_1 = 3$ keV,

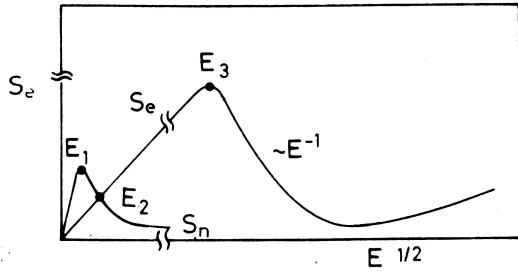


Abbildung 2.9 – Schematischer Verlauf des elektronischen Bremsquerschnitts S_e und des Bremsquerschnitts für Kernabbremmung S_n in Abhängigkeit der Energie [RYS78].

$E_2 = 17 \text{ keV}$ und $E_3 = 3 \text{ MeV}$ [RYS78].

Mit der Annahme, dass beide Prozesse unabhängig voneinander sind, erhält man für den Energieverlust pro Wegeinheit

$$-\frac{dE}{dx} = N [S_n(E) + S_e(E)] \quad (2.11)$$

Mittels Integration dieser Gleichung erhält man mit bekannten Bremsquerschnitten die mittlere Gesamtweglänge R eines Teilchens mit Anfangsenergie E im amorphen Material als

$$R = \frac{1}{N} \int_0^E \frac{dE}{S_n(E) + S_e(E)} \quad (2.12)$$

Im Falle des Energieverlusts durch elastische Kernwechselwirkung lässt sich der Energieverlust schreiben als

$$N \cdot S_n(E) = - \left(\frac{dE}{dx} \right)_n = N \int_0^\infty T_n(E, p) 2\pi p dp = N \int_0^{T_m} T_n d\sigma(E, T_n) \quad (2.13)$$

Die im Einzelstoß übertragene Energie sei T_n , T_m die beim zentralen Stoß maximal übertragbare Energie, $d\sigma = 2\pi p dp$ der differentielle Wirkungsquerschnitt und p der Stoßparameter (siehe Abbildung 2.10). Die Berechnung von T_n ergibt sich aus

$$T_n(E, p) = E \frac{2M_1 M_2}{(M_1 + M_2)^2} (1 - \cos \Phi) \quad (2.14)$$

mit einem einfallenden Teilchen der Masse M_1 und der Energie E und der Masse M_2 des Targetatoms. Der Ablenkwinkel im Schwerpunktsystem ist Φ .

Analog lässt sich der elektronische Bremsquerschnitt schreiben als

$$S_e = \int_0^\infty T_e(E, p) 2\pi p dp \quad (2.15)$$

Als Modell nimmt man an, dass Ion und Targetatom während des Stoßes ein Quasimolekül bilden. Dabei gibt das stoßende Teilchen über Impuls- und Energieaustausch seine gesamte Energie während der Bildung des Quasimoleküls an die Elektronen des Targetatoms ab. Die übertragene Energie T_e ist dann näherungsweise

$$T_e = \frac{4,3 \cdot 10^{-8} (Z_1 + Z_2)^{5/2}}{[1 + 3,1 \cdot 10^7 (Z_1 + Z_2)^{1/2} p]^5} \cdot v \quad (2.16)$$

v ist die Geschwindigkeit des Ions, p der Stoßparameter, Z_1 und Z_2 die Kernladungszahlen [RYS78]. Für den Bremsquerschnitt ergibt sich nach Integration

$$S_e(v) = 2,34 \cdot 10^{-23} (Z_1 + Z_2) \cdot v \quad (2.17)$$

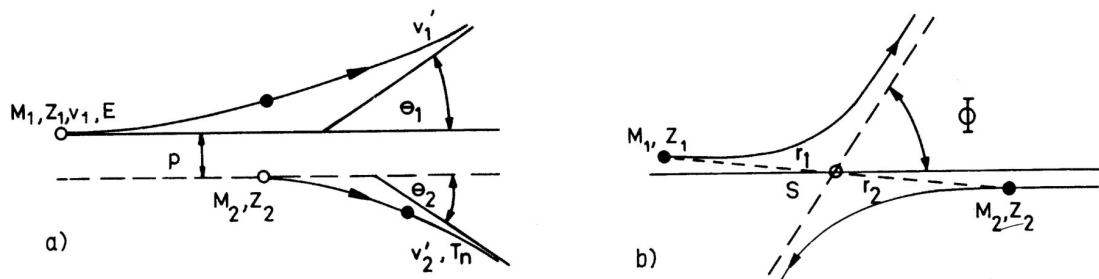


Abbildung 2.10 – Schematischer Verlauf der Zweikörperstreuung zwischen Teilchen der Massen M_1 und M_2 a) im Laborsystem mit dem Stoßparameter p und den Streuwinkeln Θ_1 , bzw. Θ_2 und b) im Schwerpunktsystem mit dem Streuwinkel Φ [RYS78].

2.2.1.2 Bestrahlung mit energiereichen Ionen

Bei Teilchenenergien einiger MeV ($E_{\text{Teilchen}} > E_3$) (s. Abbildung 2.9) wird der Energieverlust über die Bethe-Bloch-Formel betrachtet. Aufgrund ihrer unterschiedlichen Massen muss zwischen schweren Ionen auf der einen Seite und Elektronen und Positronen auf der anderen Seite unterschieden werden.

Der Energieverlust eines einfallenden schweren Teilchens pro Wegstreckeneinheit wird durch die Bethe-Bloch-Formel wie folgt beschrieben:

$$-\frac{dE}{dx} = 2\pi N_A r_e^2 m_e c^2 \rho \frac{Z}{A} \frac{z^2}{\beta^2} \left[\ln \left(\frac{2m_e \gamma^2 v^2 W_{\max}}{I^2} \right) - 2\beta^2 - \delta - 2\frac{C}{Z} \right] \quad (2.18)$$

$N_A = 6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$	Avogadro-Zahl
$r_e = 2,817 \cdot 10^{-13} \text{ cm}$	klassischer Elektronenradius
m_e	Elektronenmasse
ρ	Dichte des Absorbermaterials
Z	Kernladungszahl des Absorbermaterials
A	atomare Massenzahl des Absorbermaterials
z	Ladung des einfallenden Teilchens in Einheiten von e_0
$\beta = \frac{v}{c}$ und $\gamma = \frac{1}{\sqrt{1-\beta^2}}$	des einfallenden Teilchens
W_{\max}	maximaler Energieübertrag bei einer Kollision
I	mittlere Anregungsenergie des Absorbermaterials

In der obigen Formel sind zwei Korrekturen berücksichtigt: die Dichte-Korrektur δ und die Schalen-Korrektur C . Die Dichte-Korrektur muss besonders bei hohen Teilchen-Energien berücksichtigt werden. Das elektrische Feld der einfallenden Teilchen polarisiert die Atome entlang seines Weges, wodurch weiter entfernt befindende Elektronen abgeschirmt werden. Diese abgeschirmten Elektronen tragen weniger zum Energieverlust der Teilchen bei, als es die Bethe-Bloch-Formel ohne diesen Korrekturterm vorhersagen würde.

Die Schalen-Korrektur hat Einfluss, wenn die Geschwindigkeit der einfallenden Teilchen gleich groß oder geringer ist als die orbitale Geschwindigkeit der gebundenen Elektronen. Die Näherung eines stationären Elektrons im Vergleich zum Teilchen trifft in diesem Fall nicht mehr zu [LEO87]. Am Beispiel von Kupfer ist in Abbildung 2.11 der Energieverlust, berechnet mittels der Bethe-Bloch-Formel, ohne und mit berücksichtigten Korrekturen dargestellt.

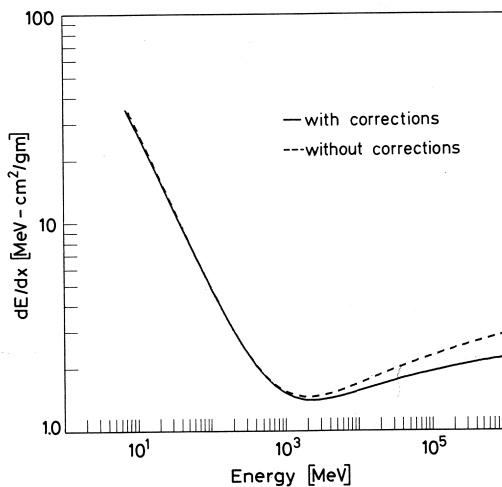


Abbildung 2.11 – Darstellung des Energieverlusts, berechnet mittels der Bethe-Bloch-Gleichung ohne und mit berücksichtigten Dichte-, bzw. Schalen-Korrekturen. Die berechneten Werte beziehen sich auf Kupfer [LEO87].

2.2.1.3 Bestrahlung mit energiereichen Elektronen und Positronen

Zusätzliche Mechanismen müssen bei der Bestrahlung mit leichten Teilchen aufgrund der sehr viel geringeren Masse berücksichtigt werden. Nach einem Stoß werden sich die Teilchen nicht mehr unabgelenkt fortbewegen. Auch für Teilchen wie Elektronen und Positronen gilt die Bethe-Bloch-Gleichung mit Modifikationen. Aufgrund der gleichen Masse der einfallenden Teilchen und deren Stoßpartnern wird der maximale Energieübertrag W_{\max} geschrieben als

$$W_{\max} = T_e \cdot \frac{1}{2} \quad (2.19)$$

mit T_e der kinetischen Energie des einfallenden Teilchens. Die Bethe-Bloch-Gleichung für leichte Teilchen der kinetischen Energie τ lautet:

$$-\frac{dE}{dx} = 2\pi N_A r_e^2 m_e c^2 \rho \frac{Z}{A} \frac{1}{\beta^2} \left[\ln \frac{\tau^2(\tau+2)}{2(I/m_e c^2)^2} + F(\tau) - \delta - 2\frac{C}{Z} \right] \quad (2.20)$$

mit

$$F(\tau) = 1 - \beta^2 + \frac{\tau^2}{8} - \frac{(2r+1) \ln 2}{(\tau+1)^2} \quad (2.21)$$

für Elektronen und

$$F(\tau) = 2 \ln 2 - \frac{\beta^2}{12} \left(23 + \frac{14}{\tau+2} + \frac{10}{(\tau+2)^2} + \frac{4}{(\tau+2)^3} \right) \quad (2.22)$$

für Positronen [LEO87].

Ein zusätzlicher Effekt trägt zum Energieverlust bei: die Abbremsung der leichten Teilchen im Feld des Kerns führt zu einer Abstrahlung von Energie als Bremsstrahlung. Die Abstrahlungswahrscheinlichkeit ist umgekehrt proportional zum Quadrat der Teilchenmasse, weshalb die Bremsstrahlung für schwere Teilchen nicht relevant ist. Bei leichten Teilchen einer Energie von einigen MeV wird diese Form der Energieabgabe jedoch zum dominierenden Prozess.

2.2.1.4 Defekterzeugung bei Bestrahlung

Bei Bestrahlung von Festkörpern kann über Stöße so viel Energie auf ein Targetatom übertragen werden, dass es von seinem Gitterplatz versetzt wird. Diese versetzten Atome können selbst weitere Atome versetzen, so dass es zu einer Kaskade von Stößen kommt. Somit hinterlässt das einfallende Teilchen auf seinem Weg durch das Material Defekte, so lange die übertragene Energie größer oder gleich der Verlagerungsenergie des Gitteratoms ist [RYS78]. Schwere Teilchen übertragen mehr Energie als leichte Projektile, weshalb in diesem Fall die Stoßkaskaden ausgeprägter sind. Dies ist in Abbildung 2.12 schematisch dargestellt. Die Anzahl der in einem primären Stoß versetzten Atome $N_{d,p}$ berechnet sich nach der Kinchin-Pease-Formel:

$$N_{d,p} = \frac{E}{2E_d} \quad (2.23)$$

Die eingehenden Größen sind E , die übertragene Energie des stoßenden Teilchens, und E_d , die Verlagerungsenergie eines Gitteratoms.

Die Gesamtanzahl der Atome, die von einem Teilchen versetzt wird, berechnet sich aus

$$N_d = \frac{E_n}{2E_d} \quad (2.24)$$

mit E_n der gesamten Energieabgabe des Teilchens in primäre und sekundäre Stöße. Bei Energien, die größer sind als E_2 (siehe Abbildung 2.9), verursacht nur ein Teil

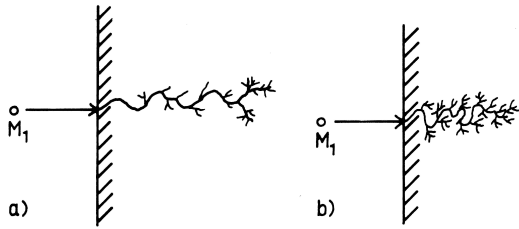


Abbildung 2.12 – Schematische Darstellung von Stoßkaskaden für a) leichte Ionen und b) schwere Ionen. Die Stoßkaskaden bei schweren Teilchen sind ausgeprägter, da bei einem Stoß mehr Energie übertragen wird [RYS78].

der Kernstöße Verrückung der Atome und der Energieverlust über elektronische Abbremsung dominiert.

Die Reichweite von einfallenden Teilchen entspricht nicht einer geometrischen Weite für identische Teilchen derselben Energie, sondern ist annähernd Gauss-verteilt. Dies beruht auf der statistischen Natur der Kollisionen und des direkt damit verknüpften Energieverlusts. Somit lässt sich zwar eine mittlere Reichweite für Teilchen einer bestimmten Energie angeben, die Streuung um diesen Mittelwert, das Straggling, muss jedoch berücksichtigt werden. Diese Streuung wird umso breiter, je grösser die Anfangsenergie des eindringenden Teilchens, also je grösser die Eindringtiefe in das Material ist. Die Energieabgabe findet über die gesamte Eindringtiefe statt und erreicht das Maximum kurz vor der mittleren Eindringtiefe des Teilchens [RYS78].

2.2.2 Strahlenschäden in Quarzglas

2.2.2.1 Optische Absorption

Das amorphe Netzwerk in Gläsern erlaubt keine Vorzugsrichtung von durchquerenden Lichtstrahlen. Technisch einwandfrei hergestellte Gläser sind frei von inneren Spannungen und demnach optisch isotrop. Unter bestimmten Bedingungen kann es jedoch zur Doppelbrechung kommen. Dazu muss es zu Ausbildung einer Vorzugsrichtung im Material kommen, z. B. durch mechanische oder thermische Beanspruchung. Der Effekt der Doppelbrechung wird verursacht durch die Annäherung der Ionen in Druckrichtung, woraus eine verstärkte Polarisation der Sauerstoff-Ionen resultiert. Dadurch wird die Elektronenhülle der Anionen durch die Kationen angezogen und in Druckrichtung langgezogen. Für senkrecht zur Druckrichtung schwingendes Licht ist die Brechzahl daher erhöht [VOG92]. Trifft einfallendes linear polarisiertes Licht auf das räumliche Gebiet der Vorzugsrichtung, so kann der Lichtstrahl in zwei senkrechte Komponenten zerlegt werden, die jeweils mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten durch das Glas propagieren. Beim Austritt aus dem Glas existiert ein Gangunterschied δ zwischen den beiden Komponenten des Lichtstrahls.

Der Zusammenhang des Brechungsindex n und des molaren Volumens V wird über die Lorentz-Lorenz-Relation beschrieben als

$$\frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} = \frac{4\pi R}{3V} \quad (2.25)$$

wobei R die molare Polarisierbarkeit bedeutet.

Die Spannungsoptik zur Sichtbarmachung von Strahlenschäden wurde bereits erfolgreich an α -bestrahltem Quarzglas in früheren Arbeiten eingesetzt [MÄN00].

Die Lichtdurchlässigkeit kann über das Lambert-Beersche Gesetz wie folgt geschrieben werden:

$$I = I_0 \cdot e^{-\alpha \cdot d} \quad (2.26)$$

Hierbei ist I_0 die Intensität des einfallenden Lichtstrahls, I die Intensität des transmittierten Lichtstrahls, d die durchleuchtete Probendicke und α der Absorptionskoeffizient.

Quarzglas ist im infraroten Bereich opak. Diese Undurchlässigkeit für Licht im IR-Bereich lässt sich mit der Wechselwirkung des Lichts mit den Schwingungen der Si-O-Gruppe erklären. Im ultravioletten Bereich hingegen zeigt SiO_2 eine gute Durchlässigkeit. Im Quarz sind die Brückensauerstoffatome stark gebunden. Dadurch wird eine Wechselwirkung unterdrückt, da Licht dieser Wellenlänge nur mit schwach gebundenen Sauerstoffionen wechselwirkt. Eine Absorptionsbande tritt bei 2730 nm auf. Diese wird den in der Struktur enthaltenen OH-Gruppen zugeordnet [SCH77]. Interferometrische Messungen der optischen Phasenverschiebung bei gleichzeitiger Einstrahlung von Ultraschallwellen zeigten, dass die Phasenverschiebung proportional zur Volumenänderung, hervorgerufen durch die akustischen Wellen, ist. Dies wird hervorgerufen durch eine lokale Brechungsindexänderung [JIA95].

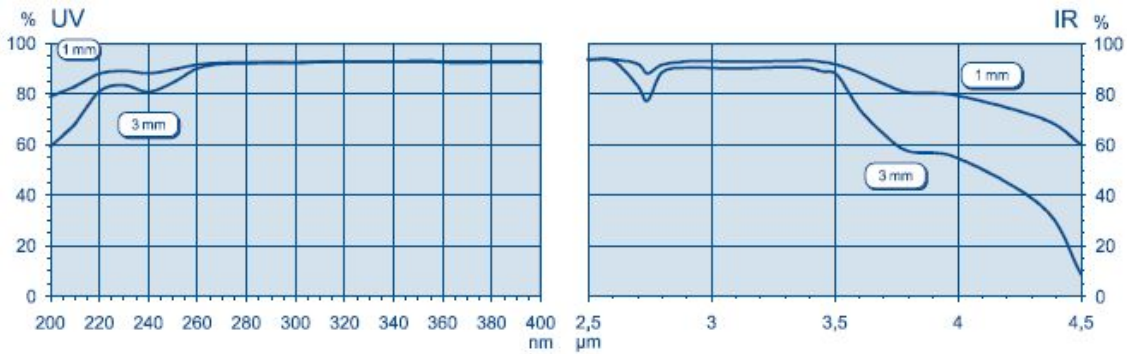


Abbildung 2.13 – Transmissionsspektrum der verwendeten Proben laut Hersteller [QSI05].

Absorptionsspektren werden üblicherweise als optische Dichte in Abhängigkeit der eingestrahlten Wellenlänge dargestellt. Sei d die durchstrahlte Dicke der Probe, OD die Abkürzung der optischen Dichte und α der Absorptionskoeffizient, so lautet der Zusammenhang zwischen den genannten Parametern:

$$\alpha = \frac{OD}{d} \ln(10) \quad (2.27)$$

Die Absorptionspeaks in den gemessenen Spektren werden allgemein mittels Gauss-Kurven angepasst [ANE99], [GUZ93]. Die Amplituden der angepassten Gauss-Kurven werden als Maß für die enthaltene Defektkonzentration ermittelt. Überlagern sich

mehrere Absorptionsbändern, so ist aufgrund der Superposition nötig, mehrere Kurven anzupassen [PRA78].

Unter Bestrahlung entstehen in der ungestörten Quarzstruktur $\equiv \text{Si} - \text{O} - \text{Si} \equiv$ Defekte. Hierbei sind „ \equiv “, bzw. „-“ die Elektronenbindungen. Ein ungepaartes Elektron, also ein paramagnetischer Defekt, wird mit „•“ gekennzeichnet. Die wichtigsten Defekte haben folgende Struktur:

- E'-Center: $\equiv \text{Si} \bullet \text{Si} \equiv$ mit einer Absorption bei 210 nm,
- ODC (Oxygen Deficient Center): $\equiv \text{Si} - \text{Si} \equiv$ mit einer Absorption bei 245 nm und
- NBOHC (Non Bridging Oxygen Hole Center): $\equiv \text{Si} - \text{O} \bullet \bullet \text{O} - \text{Si} \equiv$ mit einer Absorption bei 620 nm.

Bestrahlt man Quarzglasproben, so sind schon mit bloßem Auge Einfärbungen in der Probe sichtbar. Diese Einfärbung ist bei Lagerung der Proben bei Raumtemperatur stabil [PRA78].

Der ODC-Defekt ist der häufigste intrinsische Defekt, da er energetisch bevorzugt ist [ANE99].

Das E'-Center bildet sich wesentlich effizienter bei Beschuss mit schweren Teilchen aus als bei Protonenbeschuß [ANT98]. In Absorptionsspektren der mit Protonen bestrahlten Proben hingegen ist der Peak des E'-Defekts breiter als der Peak in Spektren, deren Proben mit schweren Ionen beschossen wurden. Hier liegt die Vermutung nahe, dass es sich um nichtaufgelöste Strukturen von weiteren Defekten handelt.

Über die Zuordnung der absorbierten Wellenlänge, und direkt damit verknüpft der optischen Dichte, konnte für 18 MeV-Protonen gezeigt werden, dass die Defektkonzentration der E'-Zentren sowohl mit steigender Implantationsdosis, als auch mit höherem Protonenfluß wächst [GUL97], s. Abbildung 2.16. Gerade bei Protonenbestrahlungen findet eine Absättigung offener Bindungen durch Wasserstoff statt, besonders in der Stop-Tiefe (Bragg-Peak) der Protonen. Die Reaktionen lauten hierbei $\equiv \text{Si} - \rightarrow \equiv \text{Si} - \text{H}$ bzw. $\equiv \text{Si} - \text{O} - \rightarrow \equiv \text{Si} - \text{OH}$.

Die Implantation von Wasserstoff und Deuterium zeigt Sättigungswerte bei $2,2 \cdot 10^{21} \text{ cm}^{-3}$. Bei höheren Implantationsdosen bewegen sich die d- und H-Atome an die Probenoberfläche [ARN98]. In Absorptionsspektren kann es zur einer Verschiebung der Absorptionsbanden durch den Einfluss von Wasserstoff kommen. Dies wurde bereits für eine Verschiebung des Absorptionspeaks von 220 nm bis 240 nm mit steigender Protonen-Dosis berichtet [WEI04].

Bei Laser-Bestrahlung gibt es Hinweise auf Bildung von Ozon-Molekülen O_3 . Hier kommt es wesentlich auf den OH-Gehalt der Proben an. Der Absorptionspeak ist jedoch überlagert von dem des NBOHC-Defekts, welcher wesentlich ausgeprägter ist und den Nachweis von O_3 schwierig macht [SKU00].

Es wurde nachgewiesen, dass ein E'-Center vom nächsten E'-Center oder NBOHC mindestens 30 Angström entfernt liegt. Kombiniert mit der Beobachtung, dass die Defektkonzentration für E'-Zentren korreliert mit der NBOHC-Konzentration, liegt

die Vermutung der Paar-Generation nahe [ARA92], [DEV94]. Dies wurde auch über Laserbestrahlung gezeigt, wo über einen 2-Photonen-Absorption ein gebundener Elektron-Loch-Zustand (Exziton) entsteht, welcher nach 0,25 ps in ein E'-NBOHC-Center zerfällt [SAE93]. Die transiente Defektkonzentration ist in Abbildung 2.17 gezeigt.

2.2.2.2 Variation des Brechungsindex mittels Verdichtung

Messungen des geänderten Brechungsindex Δn wurden unter anderem nach Bestrahlung der Proben mit Protonen der Energie 1,8 MeV in Abhängigkeit der Eindringtiefe für verschiedene Implantationsdosen durchgeführt. Die Bestrahlung der Proben führt zu einer Verdichtung des Materials und damit verbunden zu einer Erhöhung des Brechungsindex. Die Erhöhung von n ist über die gesamte Eindringtiefe der Teilchen messbar und zeigt das Maximum in der Stop-Tiefe der Teilchen, s. Abbildung 2.15. Dies führt zu dem Schluss, dass durch Atomverlagerungen Dichte-, bzw. Brechungsindexänderungen hervorgerufen werden in Eindringtiefen, in denen Ionisationseffekte dominieren, jedoch mit einem Faktor von 200 effektiver durch Kernstöße kurz vor der Stop-Tiefe der Teilchen [ARN98].

Die Abhängigkeit der Brechungsindexänderung, aufgeteilt in die Anteile verursacht durch Ionisation und durch Kernstöße, ist in Abbildung 2.14 dargestellt. Hier wurden Proben in Glasfaser-Geometrie mit 1,8 MeV-Protonen beschossen. Die Unterscheidung, welcher Prozess der Energieabgabe dominant ist, wurde über die untersuchten Regionen festgelegt [PRE74].

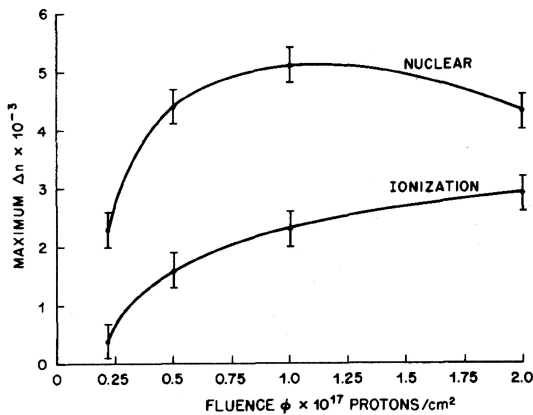


Abbildung 2.14 – Darstellung der Variation im Brechungsindex Δn in Abhängigkeit des Protonenflusses. Unterschieden wird hier zwischen Brechungsindexänderung verursacht durch Ionisation, bzw. durch Kernstöße [PRE74]. Während die Änderung des Brechungsindex durch Kernstöße ein Maximum durchläuft und bei höheren Protonenflüssen wieder abfällt, steigt Δn , verursacht durch Ionisationseffekte, weiter an.

Weiterhin wurden auch Bestrahlungen mit schweren Ionen (Argon, Bor, Stickstoff und Neon) und Energien zwischen 70 keV und 200 keV durchgeführt. Hierbei wurde gezeigt, dass sowohl Brechungsindex als auch Verdichtung schon bei geringen in Kernstößen übertragenen Energien steigen, jedoch bei ca. $4 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ in Sättigung gehen [KAT80].

Durch eine Variation der Probendicke bei festen Teilchenenergien ist es möglich,

den Einfluss von Ionisationseffekten und von Kernstößen auf die Verdichtung abzuschätzen. Da der Energieverlust von Teilchen durch atomare Kollisionen erst kurz vor deren Stop-Tiefe der dominante Prozess ist, wurden zur Abschätzung der Ionisationseffekte vergleichsweise dünne Proben bestrahlt, deren Dimensionen so gewählt waren, dass Verluste durch Kernstöße vernachlässigbar waren. Hierüber wurde herausgefunden, dass die Ionisationsschäden durch 250 keV-Protonen und 18 keV-Elektronen vergleichbar waren [EER74a].

Ein empirischer Ansatz für die Volumenänderung lautet

$$\left(\frac{\Delta V}{V}\right)_{\text{Total}} = \left(\frac{\Delta V}{V}\right)_{\text{Atomic}} + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)_{\text{Electronic}} \quad (2.28)$$

mit

$$\left(\frac{\Delta V}{V}\right)_{\text{Atomic}} = A \cdot \phi \cdot E_{\text{Ion}} \cdot \frac{dv}{dx} \quad (2.29)$$

$$\left(\frac{\Delta V}{V}\right)_{\text{Electronic}} = B \cdot \left[\phi \cdot E_{\text{Ion}} \cdot \left(\frac{de}{dx}\right) \right]^k \quad (2.30)$$

Die verwendeten Parameter sind E_{Ion} die Energie der einfallenden Ionen, ϕ der akkumulierte Ionenfluß in Ionen cm^{-2} , A und B Proportionalitätskonstanten, $\frac{dv}{dx}$, bzw. $\frac{de}{dx}$ der Energieübertrag in atomare/elektronische Prozesse und k beschreibt den sublinearen Einfluß der elektronischen Prozesse [EER74b].

Es wird angenommen, dass die Verdichtung durch das Aufbrechen von Bindungen, verknüpft mit einer Rotation der SiO_2 -Tetraeder in freies Volumen hervorgerufen wird [ARN98], was bedeuten könnte, dass die genannte Ringstruktur der Tetraeder sich reorganisiert unter Ausbildung kleinerer Ringstrukturen [DEV89]. Dabei kommt es zu einer Reduktion des mittleren Si-O-Si-Bindungswinkels um ca. 10° [DEV94]. Das Aufbrechen der Bindungen wird durch Kernstöße verursacht und die Verdichtung erreicht bei Beschuss mit schweren Ionen (Xe, Ne und Er) bis zu 3,5% [SNO95]. Die Verdichtung steht jedoch nicht in Zusammenhang mit der E' -Center-Produktion, da die Verdichtung fortschreitet, während die E' -Konzentration in Sättigung geht [SCH97].

Eine entstandene Verdichtung kann erst durch Tempern bei Temperaturen nahe dem Transformationspunkt wieder rückgängig gemacht werden [SCH77]. Eine Rekristallisation in bestrahlten Bereichen ist möglich.

2.2.2.3 Defekterzeugung in Abhängigkeit der Dosis

In diesem Abschnitt werden die drei erwähnten Defekte, das ODC, das E' -Center und das NBOHC, getrennt voneinander behandelt.

- ODC (Oxygen Deficient Center)

Aus Experimenten ist bekannt, dass eine Energie von 2,1 keV in Kernstößen übertragen werden muss, um eine stabile Sauerstoff-Leerstelle auszubilden. Theoretische

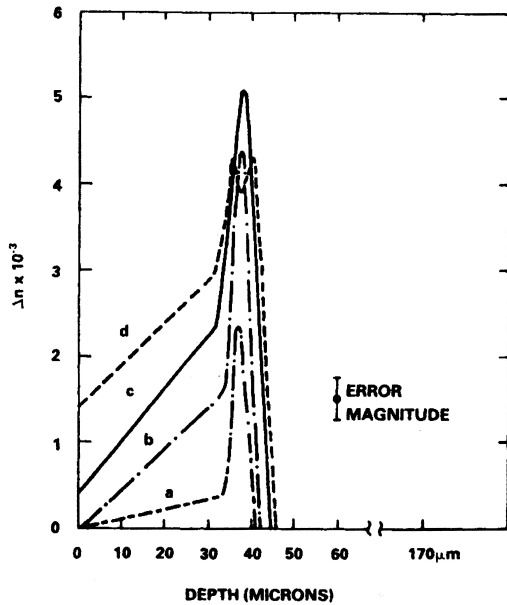


Abbildung 2.15 – Darstellung der Variation im Brechungsindex Δn in Abhängigkeit der Eindringtiefe für 1,8 MeV- Protonen. Mit steigender implantierter Dosis steigt auch der Brechungsindex für Quarzglas. Gezeigt ist dies hier für a) $2,3 \cdot 10^{16}$, b) $5 \cdot 10^{16}$, c) $1 \cdot 10^{17}$ und d) $2,03 \cdot 10^{17}$ Protonen cm^{-2} [ARN98].

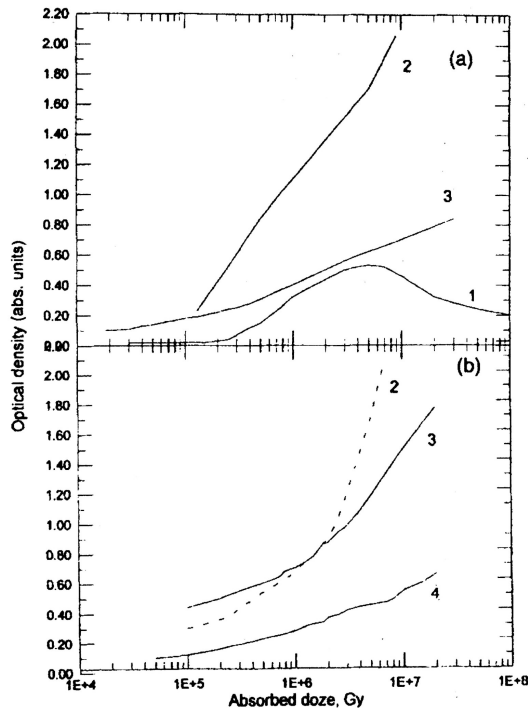


Abbildung 2.16 – Mit steigender Implantationsdosis wächst der Wert der optischen Dichte an, jedoch in unterschiedlicher Form. Die Kurven zeigen a) Proben mit 0,1% OH-Gehalt und b) Proben mit Na-Gehalt von 10^{-3} – $10^{-4}\%$ und einem OH-Gehalt von $10^{-2}\%$. Dabei sind die Proben bestrahlt worden mit 1) γ s, 2) Neutronen und γ s, 3) Protonen mit 18 MeV und 4) Protonen mit 14 MeV [GUL97].

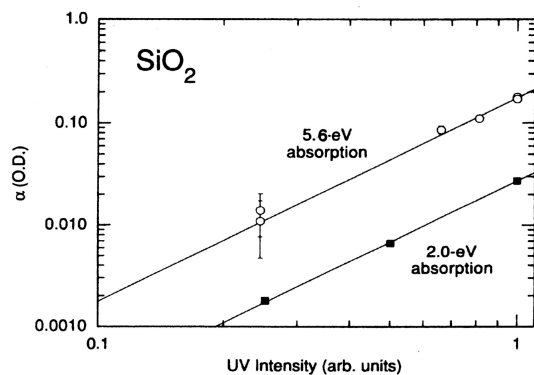


Abbildung 2.17 – Analog zur γ - und Teilchenbestrahlung wächst die transiente Defektkonzentration bei Laserbestrahlung mit steigender Intensität [SAE93].

Simulationen lassen darauf schließen, dass aus 37 Sauerstoff-Verlagerungen nur eine stabile Leerstelle entsteht, der Hauptteil der verlagerten Atome bindet sich wieder. In Abbildung 2.18 ist die stabile ODC-Dichte bei Beschuss mit 30 keV-Stickstoffionen gezeigt. Die Produktion der ODCs setzt schon bei geringen implantierten Dosen ein und geht ab ca. 10^{14} Ionen cm^{-2} in Sättigung.

Interessant ist jedoch der Verlauf bei Implantation von 30 keV-Sauerstoffionen. In etwa bei der gleichen Dosis wird das Maximum der Defektdichte erreicht, gefolgt von einem Abfall bei höheren Dosen. Dies lässt sich mit der Bildung von O_2 -Molekülen erklären, die durch die Glasmatrix driften und sich als Peroxy-Radikale binden, wodurch ODC-Defekte abgesättigt werden [DEV94].

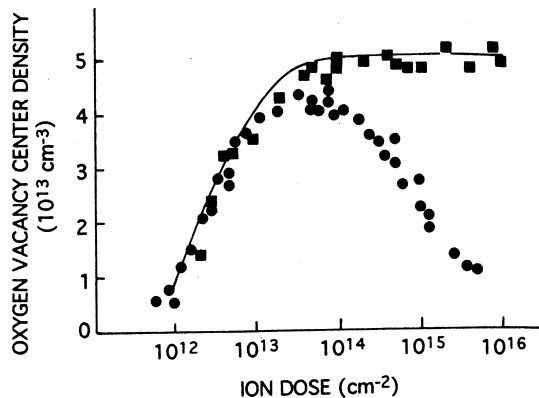


Abbildung 2.18 – Mit steigender Implantationsdosis wächst die Defektkonzentration der Sauerstoff-Leerstellen. Dies ist hier gezeigt für Implantation von Stickstoff-Ionen (Quadrate) und für Implantation von Sauerstoff-Ionen (Kreise). Der unterschiedliche Kurvenverlauf wird im Text diskutiert [DEV94].

- E'-Center

In Abbildung 2.19 ist die Bestrahlung zweier Proben mit γ -Quanten aus einer ^{60}Co -Quelle (γ -Energien 1,17 MeV und 1,33 MeV) gezeigt. Die beiden Proben unterscheiden sich in ihrem OH-Gehalt, die ausgefüllten Zeichen beschreiben 1200 ppm-OH-haltige Proben, die leeren Quadrate Proben mit einem OH-Gehalt von <5 ppm. Die low-OH-Proben zeigen eine größere Steigung in der E'-Konzentration mit wachsender Implantationsdosis als die Proben mit hohem OH-Gehalt. Die Defektdichte

nähert sich bei einer implantierten Dosis von 7,7 Mrad wieder einem gemeinsamen Wert an [DEV89].

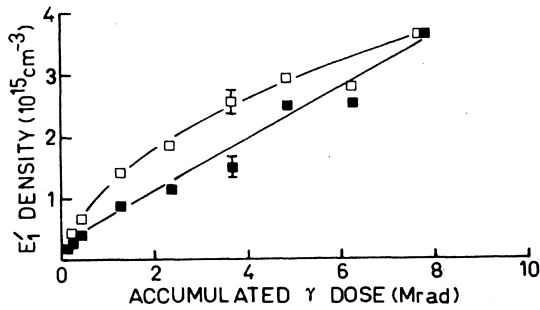


Abbildung 2.19 – Mit steigender Implantationsdosis wächst die Defektkonzentration der E' -Zentren an. Dies ist hier für Proben mit hohem OH-Gehalt (ausgefüllte Symbole) und Proben mit geringem OH-Gehalt gezeigt (leere Symbole). Bestrahlt wurde mit γ -Quanten aus einer ^{60}Co -Quelle [DEV89].

- NBOHC (Non Bridging Oxygen Hole Center)

Die gleichen Parameter wie in Abbildung 2.19 wurden für die Messung der NBOHC-Defektkonzentration verwendet, jedoch sind hier auch verdichtete Proben vermessen worden. Die Pfeile in Abbildung 2.20 zeigen die abzulesende logarithmische Skala an. Vergleicht man die Proben mit geringem OH-Gehalt mit denen, die einen hohen OH-Gehalt zeigen, so fällt sowohl in der Produktion der E' -Zentren als auch bei der Erzeugung der NBOHCs auf, dass Proben geringeren OH-Gehalts schon bei kleinen Implantationsdosen höhere Defektkonzentrationen aufweisen als die Proben mit hohem OH-Gehalt [DEV89].

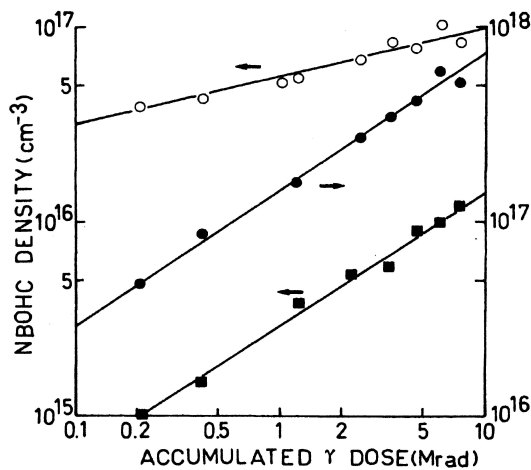


Abbildung 2.20 – Mit steigender Implantationsdosis wächst die Defektkonzentration der NBOHC-Defekte an. Die Pfeile markieren jeweils die abzulesende Skala. Die Defektkonzentrationen sind in diesem Diagramm gezeigt für verdichtetes Quarzglas mit hohem OH-Gehalt (ausgefüllte Kreise), verdichtetem Quarzglas mit geringem OH-Gehalt (leere Kreise) und unverdichtetes Quarzglas mit hohem OH-Gehalt (ausgefüllte Quadrate) [DEV89].

2.2.2.4 Positronenannihilationsspektroskopie

Die Positronenannihilationsspektroskopie (PAS) ist eine sensitive Methode zur zerstörungsfreien Materialprüfung. Aufgrund des freien Volumens in der amorphen Quarzstruktur ist die Positroniumbildung ausgeprägt. Durch Bestrahlungen wird das freie Volumen verändert, es entstehen paramagnetische Defekte und freie Elektronen. Dadurch wird die Positroniumbildung reduziert und dies kann mittels PAS nachgewiesen werden.

Dringt ein Positron in Materie ein, so verliert es innerhalb weniger Pikosekunden seine kinetische Energie und befindet sich im thermischen Gleichgewicht mit dem Gitter. Die thermische Energie beträgt somit $E_{\text{thermisch}} = \frac{3}{2}k_{\text{B}}T \approx \frac{1}{25}$ eV bei Raumtemperatur (k_{B} Boltzmann-Konstante). Oberhalb einiger MeV geschieht die Energieabgabe mittels Bremsstrahlung durch das Feld der Atomkerne. Zwischen einigen 100 keV und einigen eV dominiert die Energieabgabe durch inelastische Stöße an Elektronen unter Ionisation der Atome, bei nicht ausreichender Energie zur Ionisation kommt es zur Anregung der Valenzelektronen. Im niederenergetischen Bereich dominiert die Streuung an Phononen. Mit den freien Elektronen, die bei der Abbremsung der Positronen durch Ionisation entstanden sind, kann es dann zur Ausbildung von Positronium kommen [SUZ94], wenn das freie Volumen genügend gross ist. Die Dauer der Thermalisierung ist verglichen mit der Lebensdauer des Positrons gering, so dass die Zerstrahlung aus nichtthermischen Zuständen vernachlässigt werden kann.

Nach der Thermalisierung diffundiert das Positron durch den Festkörper, wobei die Diffusionslänge materialabhängig ist. Die Diffusionslänge wird berechnet aus

$$L_+ = \sqrt{6 \cdot D_+ \cdot \tau} \quad (2.31)$$

Hierbei sind D_+ der materialabhängige Diffusionskoeffizient und $\tau = 160$ ps die Lebensdauer des Positrons [HUG97a]. Während seiner Lebensdauer legt das Positron einige 100 nm zurück und kann in Defekten haften bleiben. Das freie Volumen in amorphen Quarzglas bildet ein attraktives Potential für diffundierende Positronen, da diese im Zwischengitter von dem Feld der Atomkerne abgestoßen werden.

Das Positron kann mit einem Elektron einen Bindungszustand bilden, welcher Positronium (Ps) genannt wird. Je nach Spin-Orientierung der beiden Teilchen bildet sich der Singulett-Zustand (Para-Positronium, $\uparrow\downarrow$, Vakuum-Lebensdauer 123 ps), mit einem anschließendem 2γ -Zerfall, oder der Triplett-Zustand (Ortho-Positronium, $\uparrow\uparrow$, Vakuum-Lebensdauer 140 ns), mit einem anschließendem 3γ -Zerfall. Angeregte Zustände können in Materie vernachlässigt werden, da sie durch thermische Stöße sehr schnell in den Grundzustand übergehen. Das Verhältnis der Bildungswahrscheinlichkeiten zwischen Para- und Ortho-Positronium beträgt 1:3 entsprechend der Zahl der Zustände.

Um Positronium bilden zu können, muss die kinetische Energie des Positrons mindestens der Ionisierungsenergie des Elektrons entsprechen. Andererseits darf die kinetische Energie des Positrons nicht so groß sein, dass eine elektronische Anregung der

Elektronen stattfindet. Positronen mit einer Energie zwischen 1 und 10 eV können Positronium bilden [SEE97].

Die Zerstrahlung eines Positrons mit einem Elektron erfolgt in überwiegendem Teil in zwei γ -Quanten, welche im Schwerpunktsystem unter 180° emittiert werden. Die Energie ist jeweils 511 keV. Die Annihilationswahrscheinlichkeit λ kann in diesem Fall geschrieben werden als

$$\lambda(n_e) = \pi \cdot r_0^2 \cdot c \cdot n_e \quad (2.32)$$

Hierbei sind r_0 der klassische Elektronenradius, n_e die Elektronendichte am Ort der Zerstrahlung und c die Lichtgeschwindigkeit [DLU86].

Es kann zu einer Umwandlung von Ortho-Ps in Para-Ps über den sogenannten Pick-off-Prozess kommen. Hierbei wechselwirkt der Positroniums-Zustand mit Elektronen in der unmittelbaren Umgebung. Dieser Prozess ist äußerst effizient in Materie, so dass die Zerstrahlung in 3 γ -Quanten stark unterdrückt ist.

Die Zerstrahlung des Ortho-Positroniums über den Pick-off-Prozess trägt über den mittleren Impuls der zerstrahlenden Elektronen zu einer grösseren Doppler-Verbreiterung der Annihilationslinie bei als direkt zerstrahlende thermalisierte Positronen. Im Vergleich dazu trägt das Para-Positronium nur zu einem äusserst geringen Teil zur Doppler-Verbreiterung bei, so dass in diesem Fall die Verbreiterung durch die Energieauflösung des Detektors gegeben ist.

Nimmt nun der Radius des als sphärisch angenommenen Hohlraum ab, so erhöht sich der Druck auf das Positronium. Mittels Lebensdauerspektren ([HUG97a], [HUG97b]) wurden bereits Messungen des freien Volumens in SiO_2 in Abhängigkeit des Drucks durchgeführt. Es wurde gezeigt, dass das mittlere freie Volumen und damit die Pick-off-Lebensdauer des Positroniums mit steigendem äusseren Druck kleiner wird.

Auch mit 3 MeV-Elektronen bestrahlte Proben wurden mittels Positronenlebensdauer untersucht. Durch Messung der Lebensdauer oder der Dopplerverbreiterten Annihilationslinie kann somit ein Rückschluss auf die Art der Zerstrahlung gezogen werden. Unbestrahlte Proben zeigen eine hohe Positroniumsbildung, diese sinkt nach Bestrahlung (Dosis $1 \cdot 10^{18} \text{ e}^- \text{ cm}^{-2}$) rapide ab. Es wird von den Autoren angenommen, dass sich Sauerstoff-Leerstellen bilden, die Fallen für die diffundierenden Positronen darstellten [UED94b]. Analoge Resultate erhielt man für Xenon-implantiertes SiO_2 (400 keV Einfallenergie, implantierte Dosen bis zu $5 \cdot 10^{15} \text{ Ionen cm}^{-2}$) [SUZ94].

In [MÄN00] wurde α -bestrahltes Quarzglas bereits in der Bonner Positronen-Mikrosonde vermessen. Der verwendete S-Parameter ist ein Maß für die Bildung von Positronium. Quarzglas ist ein Isolator mit viel freiem Volumen, in welchem die Positroniumsbildung in einem hohen Anteil stattfindet. Durch den geringen Impuls des Annihilationselektrons ist die Annihilationslinie schmal, woraus ein grosser S-Parameter resultiert. Da im bestrahlten Bereich das freie Volumen geringer ist, bildet sich weniger Positronium, wodurch der mittlere Impuls der Annihilationselektronen steigt [HUG97a]. Dies ist gleichbedeutend mit einem geringeren S-Parameter [FUJ93]. Weiterhin hat amorphes Quarzglas einen grösseren S-Parameter als kristallines Quarz, da in der kristallinen Struktur vergleichsweise wenig Positronium

gebildet wird. Auch dies wird über das freie Volumen in der amorphen Probe begründet [BRA78]. In [DAN93] wird die Positroniumbildung in Poren und kleinen Leerstellenclustern in Annealing-Experimenten untersucht und es wird gezeigt, dass bis zu Ausheiltemperaturen von 1100°C die Leerstellencluster erhalten bleiben.

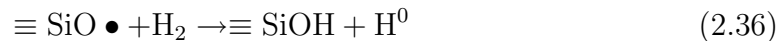
Es gibt jedoch auch Diskussionen über den Einfluß der Sauerstoff-Leerstellen auf den Einfang der Positronen. Diese Leerstellen bilden ein attraktives Potential für die Positronen. Somit ist zwar das freie Volumen ebenfalls wichtig aufgrund der Positroniumbildung, jedoch zerstrahlen die Positronen auch in diesen leerstellenartigen Defekten in Konkurrenz zum freien Volumen([UED94a], [UED94b]).

2.2.2.5 Diffusion von Wasserstoff

Da in einigen der Strahlzeiten auch mit Protonen bestrahlt wurde, kann es nicht ausgeschlossen werden, dass sich Wasserstoff in den Proben befindet, der auch unter Raumtemperatur mobil und reaktiv ist [MES05]. Ebenso kann Radiolyse in high-OH-Proben stattfinden und zu einer Ausbildung atomaren Wasserstoffs führen. Dieser kann dann z. B. mit dem NBOHC-Defekt reagieren. Über eine temperaturabhängige Untersuchung der NBOHCs können dann Rückschlüsse auf Reaktivität, bzw. Mobilität des Wasserstoffs gezogen werden. Mögliche Reaktionen unter 150 K können wie folgt aussehen:



Über 200 K reagiert der Wasserstoff mit dem NBOHC dann wie folgt [KAJ02]:



2.2.3 Theoretische Simulationen

Für die Simulation der Reichweite von Teilchen einer bestimmten Energie wurde das frei im Internet verfügbare *SRIM*-Programm (The **S**topping and **R**ange of **I**ons in **M**atter) verwendet. Diese Monte-Carlo-Simulation wurde von J.P. Biersack und J.F. Ziegler entwickelt. Es wird verbreitet zur Simulation bei Bestrahlungsexperimenten verwendet und ist in mehreren Versionen veröffentlicht worden. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Version *SRIM2003* benutzt.

Das Programm simuliert den Weg und die Streuung vieler Ionen (üblicherweise im Bereich von 100.000). Dazu wird als Eingabe die Teilchenart, dessen Energie und Einfallswinkel benötigt. Das Targetmaterial kann aus Listen ausgewählt (und ggf. Werte korrigiert) werden, neben dem Periodensystem steht noch ein „Compound Dictionary“ zur Verfügung. Weiterhin wird die Phase, die Dicke, die Stöchiometrie und die Dichte des Targetmaterials benötigt.

Im Falle von Simulationen mit SiO₂ verwendet das Programm als Verlagerungsenergien (übertragene Energie ausreichend, dass das Atom nicht zu seinem Gitterplatz

zurückkehrt) für das Sauerstoffatom 28 eV und für das Siliziumatom 15 eV. Analog verwendet es für die Bindungsenergien als minimale übertragene Energie, die notwendig ist, das Atom von seinem Gitterplatz zu entfernen, für Sauerstoff 3 eV und für Silizium 2 eV. Sekundärstöße sind möglich, wenn die Rückstoßenergie größer als die Verlagerungsenergie ist.

Die elektronischen und nuklearen Energieverluste werden unabhängig voneinander betrachtet, bei Stößen werden nur die Stöße zwischen zwei Partnern berücksichtigt (BCA, Binary Collision Approximation). Zwischen den Stößen haben die Teilchen eine energieabhängige freie Weglänge. Bis das Teilchen im Targetmaterial stoppt, produziert es auf seinem Weg Leerstellen und Stoßkaskaden. Channeling und Kernreaktionen werden von dem Programm nicht berücksichtigt. Ebenso wird der Effekt des Selbst-Annealings, also die Defektrekombination durch thermische Ausheilung, nicht berücksichtigt, es behandelt Implantationen bei Temperaturen 0 K [SRI08]. Ein Beispiel wird in Abbildung 2.21 für die Ionenreichweite und in Abbildung 2.22 für die produzierten Leerstellen gezeigt.

Frühere Versionen des Programms berechneten eine zu geringe Schädigungstiefe [ARN92], jedoch konnte bei der Version aus 2003 kein nennenswerter Unterschied zwischen experimenteller und theoretischer Schädigungstiefe festgestellt werden.

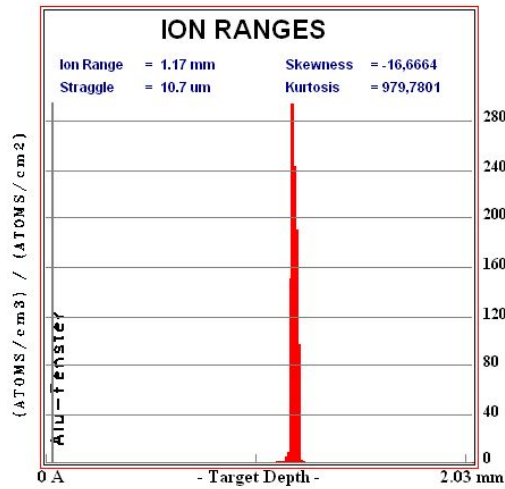


Abbildung 2.21 – Darstellung der Ionenreichweite mittels SRIM. Berechnet wurden hier einfallende 54 MeV α -Teilchen auf Quarzglas. Berücksichtigt wurde das im Aufbau verwendete Aluminium-Fenster.

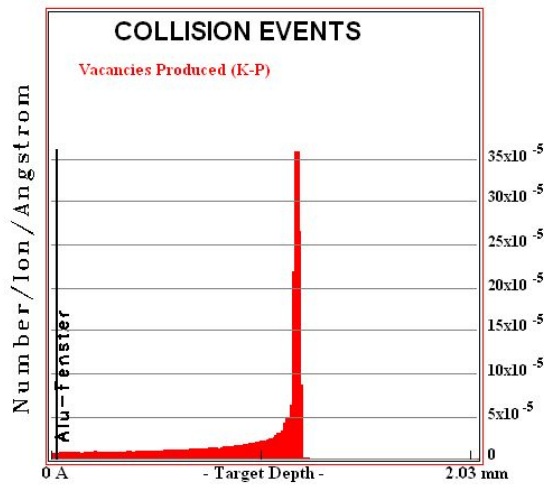


Abbildung 2.22 – Darstellung der produzierten Leerstellen mittels SRIM. Berechnet wurden hier einfallende 54 MeV α -Teilchen auf Quarzglas. Berücksichtigt wurde das im Aufbau verwendete Aluminium-Fenster.

2.3 Ultraschall

2.3.1 Eigenschaften von Ultraschall

Der Begriff „Ultraschall“ umfasst Schallwellen in einem Frequenzbereich zwischen 20 kHz und 1 GHz. Die Grenze des Hörbereichs liegt bei etwa 0,02 MHz. Schallwellen sind mechanische Wellen, weshalb sie als Träger Materie benötigen. Sie gehorchen der Wellenmechanik und können gebrochen, gestreut oder reflektiert werden.

Schallwellen breiten sich wellenförmig in einem Medium über Druck- und Dichteschwankungen aus. Dabei werden die Atome der Materie aus ihrer Ruhelage ausgelenkt und geben diese Auslenkung über die Bindungen an ihre direkten Nachbarn weiter. Dies kann sowohl in longitudinaler als auch in transversaler Richtung geschehen. Für transversale Ausbreitung ist Voraussetzung, dass der Schermodul des Mediums ungleich Null ist. Aufgrund der starken Richtcharakteristik des Ultraschallfeldes wird dieser Fall hier nicht weiter betrachtet.

Eine Longitudinalwelle der maximalen Druckamplitude p_0 lässt sich über den Schallwechseldruck $p(t)$ wie folgt beschreiben:

$$p(t) = p_0 \sin(\omega t) \quad (2.37)$$

Die Schallausbreitungsgeschwindigkeit in einem Medium wird mittels des Schermoduls G , des Elastizitätsmoduls E , der Dichte ρ und der Poissonkonstanten μ beschrieben als

$$c_{\text{Longitudinal}} = \sqrt{\frac{E}{\rho} \frac{1 - \mu}{(1 + \mu)(1 - 2\mu)}}; c_{\text{Transversal}} = \sqrt{\frac{G}{\rho}} \quad (2.38)$$

mit

$$G = \frac{E}{2 + 2\mu} \quad (2.39)$$

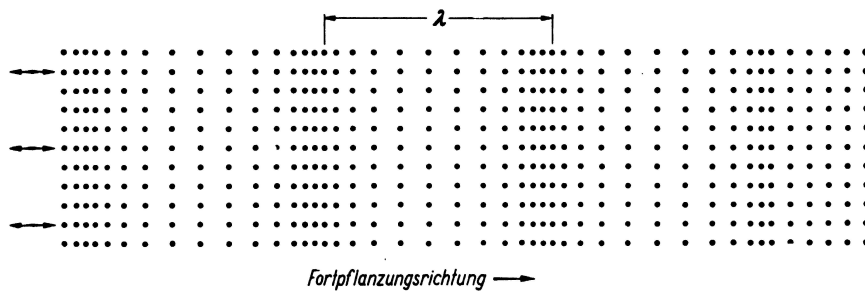


Abbildung 2.23 – Verdichtung der Teilchen, dargestellt durch Punkte, bei Ausbreitung einer Longitudinalwelle durch ein Material [KRA98].

Schallwellen können an Medien mit unterschiedlicher Schallimpedanz gebrochen und reflektiert werden. Hierbei ist die Schallimpedanz Z eines Materials definiert als

$$Z = \rho \cdot c_{\text{Schall}} \quad (2.40)$$

Bei einem Übergang zwischen zwei Medien gleicher Schallimpedanz wird sich die Schallwelle fortsetzen. Unterscheiden sich die Schallimpedanzen der Medien jedoch deutlich, so wird die Schallwelle nahezu vollständig reflektiert. Dies lässt sich mittels der Transmission T und der Reflexion R bei senkrechtem Einfall leicht über

$$T = 1 - R = \frac{1}{A} \frac{2Z_2}{Z_1 + Z_2} \quad (2.41)$$

verdeutlichen. Z_1 , bzw. Z_2 kennzeichnen die Schallimpedanzen der beiden Medien, die sich auf der einfallenden, bzw. transmittierten Seite der Grenzschicht befinden und A ist ein Normierungsfaktor. Analog zur Optik gilt hier das Snellius'sche Gesetz.

Bei Propagation durch ein Material wird die Schallwelle gedämpft. Dies geschieht durch die innere Reibung der Teilchen im Material und ist aufgrund der Viskosität materialabhängig. Weiterhin kann es an mikroskopischen Streuzentren zu Verlusten kommen. Dieser Effekt ist abhängig von der Frequenz der Schallwelle und wird maximal, wenn die Größenordnung der Streuzentren mit der Wellenlänge übereinstimmt. Die Dämpfung α entlang einer Distanz z ist verknüpft über

$$p(z) = p_0 \cdot e^{-2\alpha z}. \quad (2.42)$$

Durch diese material- und frequenzabhängige Dämpfung entsteht in Ausbreitungsrichtung der Schallwelle ein Druckgefälle, welche sich mit dem Schallwechseldruck $p(t)$ überlagert. Durch das Druckgefälle auf einer Wegstrecke x wird eine gleichmäßige Bewegung in Ausbreitungsrichtung erzeugt, was mittels des Schallstrahlungsdrucks P_{SSD} beschrieben wird:

$$P_{\text{SSD}}(x) = \frac{1}{2} \frac{p_0^2(x)}{\rho c_{\text{Schall}}^2} \quad (2.43)$$

Eine wichtige Kenngröße der Schallemitter ist die Schalleistungsdichte J in einem Material. Diese wird in $[\text{W}/\text{cm}^2]$ angegeben und kann berechnet werden über

$$J = \frac{1}{2} \frac{p_0^2}{\rho \cdot c_{\text{Schall}}}. \quad (2.44)$$

Zur Beschreibung der Größenverhältnisse wird in der Ultraschalltechnik allgemein das Dezibel (dB) genutzt. Dieses setzt Druckamplituden p_1 und p_2 in ein Verhältnis über

$$\text{dB} = 20 \cdot \lg \left(\frac{p_2}{p_1} \right). \quad (2.45)$$

2.3.2 Erzeugung von Ultraschallwellen

Zur Erzeugung von Ultraschallwellen nutzt man am einfachsten piezoelektrische Materialien. Diese nichtleitenden Materialien weisen mindestens eine polare Achse auf und verformen sich unter Anlegen einer äußeren Spannung. Umgekehrt führt ein

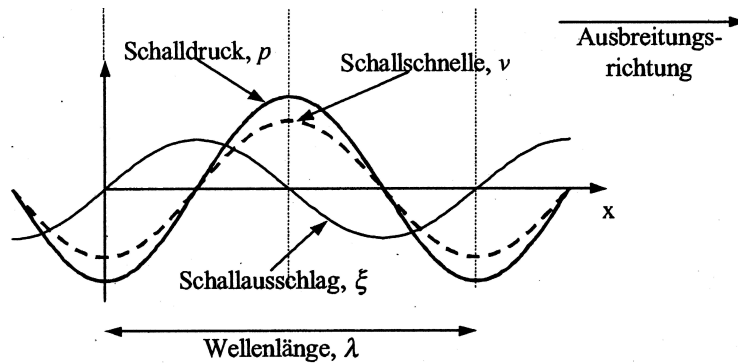


Abbildung 2.24 – Darstellung des Zusammenhangs von Schalldruck, Schallschnelle und Schallausschlag am Beispiel einer Sinuswelle [HES03].

äußerer Druck auf das Material zu einer messbaren Spannung. Dieses Phänomen heißt piezoelektrischer Effekt und erklärt sich aus der Verschiebung der Ladungsschwerpunkte.

Die bekanntesten Piezomaterialien sind Bariumtitanat- (BaTiO_3) oder Blei-Zirkonat-Titanat-Keramiken (PZT). Sie unterscheiden sich in der Anwendung im Wesentlichen durch ihre piezoelektrischen Konstanten.

Die Schallemitter weisen eine beidseitige metallische Beschichtung auf, an der eine Spannung angelegt wird. Dadurch entsteht ein elektrisches Feld im Emitter, welches zur Ausdehnung führt. Bei Anlegen einer sinusförmigen Spannung fängt die Keramik zu schwingen an. Maximale Auslenkung wird bei der Resonanzfrequenz beobachtet. Schallemitter werden mit einer Dicke von $\lambda/2$ gefertigt, wenn λ die Wellenlänge im Resonanzfall ist. Im Resonanzfall kommt es im Emitter zu einer stehenden Welle, die der Gleichung $c_{\text{Schall}} = \lambda \cdot \nu$ entspricht. c_{Schall} ist die Schallgeschwindigkeit in der Piezokeramik und ν entspricht der angelegten Frequenz.

Zur Beschreibung des Schallfeldes stellt man sich jeden Punkt auf der Piezokeramik als Ursprung einer Kugelwelle vor (Huygen'sches Prinzip) und die Überlagerung aller Kugelwellen ergibt das Schallfeld. Dieses ist somit durch den Durchmesser des Schallemiters beeinflusst. Aufgrund der hohen Frequenzen liegt eine ausgeprägte Richtcharakteristik vor. Grob muss man jedoch zwischen Nah- und Fernfeld unterscheiden. Im Nahfeld unterliegt das Material, auf den der Schallemitter aufgeklebt ist, großen Druckschwankungen. Die Nahfeldlänge N_0 lässt sich berechnen aus

$$N_0 = \frac{D^2 \nu}{4c_{\text{Schall}}} \quad (2.46)$$

mit D dem Durchmesser, bzw. ν der Frequenz der Piezokeramik und c_{Schall} der Schallgeschwindigkeit im Material. Im Fernfeld verlaufen die Druckschwankungen wesentlich konstanter und in guter Näherung nimmt die Schalldruckamplitude proportional zur Entfernung ab.

Der Literaturwert der Schallgeschwindigkeit in Quarzglas von 5880 m/s [JIA95] stimmt gut mit der experimentell bestimmten Schallgeschwindigkeit von 5997 m/s überein.

2.3.3 Ergebnisse des Ultraschall-Effekts auf Strahlenschädigung

Aufgrund der speziellen Fragestellung dieser Arbeit ist die Anzahl der Forschungen, die den Effekt von Ultraschall im Hinblick auf Strahlenschädigung bereits untersucht haben, sehr beschränkt. Zur Vollständigkeit soll hier ein Überblick gegeben werden. Im Gegensatz zu den hier vorgestellten Forschungen wurde im Rahmen dieser Arbeit der Ultraschall in gepulsten Zyklen eingesetzt, um den Effekt der Aufheizung durch den Dauerbetrieb zu vermeiden.

Silizium-Proben wurden während der Implantation von Bor Ultraschallwellen ausgesetzt und der Einfluss auf die Defektbildung untersucht [ROM00]. Die Implantation von Bor kann dem Channeling-Effekt unterliegen. Die durchgeführte Studie zielte auf den Nachweis der durch Ultraschall induzierten Amorphisation des Siliziums, gekoppelt damit der Diffusion von Punktdefekten aus dem Bulk-Material. Die Resonanzfrequenzen deckten einen Bereich von 600 kHz bis 7 MHz ab und die implantierte Dosis der 50 keV-Ionen betrug 10^{16} cm^{-2} . Die gering gewählte Amplitude des Ultraschalls überschritt 1 W/cm^2 nicht. Es wurde nachgewiesen, dass die Defektkonzentration der Proben, die dem Ultraschall ausgesetzt waren, im Vergleich zu den Proben ohne Ultraschall-Behandlung, geringer war. Dieses Ergebnis wird auf die begünstigte Diffusion von interstitiellen Silizium-Atomen im Probenmaterial zurückgeführt.

Der Einfluß von Ultraschall auf die Diffusion von Wasserstoff wurde in [OST96] untersucht. In polykristallinen Siliziumfilmen wurde Ultraschall verschiedener Frequenzen (25-650 kHz) mit geringer Amplitude in einem Temperaturbereich von 20 bis 100°C eingespeist. Die Proben wurden über die Messung des Flächenwiderstands untersucht. Hierbei zeigten die Messungen, dass die Proben ohne Wasserstoffbeladung keine Änderung des Flächenwiderstands nach der Ultraschallbehandlung zeigten. Die Wasserstoff-beladenen Proben wurden einer Temperatur von 100°C ausgesetzt und kein Annealing-Effekt wurde nachgewiesen. Die Temperaturerhöhung durch den Ultraschall lag unter 100°C . Der Einfluss des Ultraschalls auf zwei Wasserstoff-beladene Referenzflächen ist in Abbildung 2.25 gezeigt. Die Verringerung des Flächenwiderstands nach verschiedenen Einspeisungszeiten des Ultraschalls ist in beiden Regionen klar zu verfolgen. Die Ultraschallwelle begünstigt die Interaktion des Wasserstoffs mit Defekten in der Form, dass eine Passivierung der Defekte durch atomaren Wasserstoff stattfindet.

Ebenfalls in Silizium wurde die Modifikation der Strahlenschäden durch Ultraschall beobachtet [CRE03]. Die maximale Temperaturerhöhung in kristallinen Silizium unter Ultraschall-Einfluss betrug 30°C über Raumtemperatur. Die Resonanzfrequenz betrug 2,16 MHz bei kurzzeitiger Einstrahlung von 3 bis 5 Minuten in die zuvor mit Neutronen bestrahlten Proben. Massenspektroskopische Untersuchungen zeigen deutlich den Einfluss des Ultraschalls. Die zugeführte thermische Energie

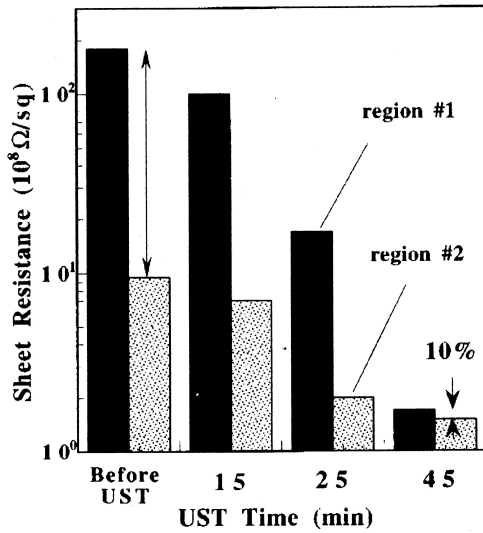


Abbildung 2.25 – Effekt der Ultraschallbehandlung auf den Flächenwiderstand in zwei Regionen (schwarz, bzw. schraffiert dargestellt) einer Wasserstoff-beladenen polykristallinen Silizium-Probe [OST96]. Beide Messungen zeigen Flächen, die zuvor mit Wasserstoff beladen wurden.

durch Einstrahlung von Ultraschall wird als Aktivierungsenergie der Wasserstoff- und Sauerstoff-Diffusion betrachtet. Dadurch werden die durch Bestrahlung induzierten Defekte abgesättigt und die Defektkonzentration reduziert.

Kapitel 3

Experimentelle Durchführung

In diesem Kapitel wird die Durchführung des Experiments beschrieben. Aufgrund der bereits erwähnten starken Abhängigkeit der Resultate von der Vorgeschichte der Proben wird daher ausführlich auf das Probenmaterial und die Probenpräparation eingegangen. Nach Aufkleben der Piezokeramik, die die Ultraschallwellen in das Probenmaterial einspeist, wird die Messung der Resonanzfrequenz dargestellt. Diese Resonanzfrequenz wird während den Strahlzeiten verwendet. Der Aufbau des Strahlplatzes wird detailliert erklärt. Weiterhin ist es wichtig, den Teilchenstrahl zeitlich korreliert mit der Einspeisung der Ultraschallwelle am Ort der Probe zu koordinieren, da nur unter diesen Umständen garantiert werden kann, dass die erzeugten Strahlenschäden unter Ultraschall-Einfluss in der Probe durch den Teilchenbeschuss erzeugt werden. Die zur Durchführung nötigen Bauteile werden erklärt und ihre jeweiligen Abhängigkeiten voneinander aufgezeigt.

3.1 Probenpräparation

Nach einigen Test-Bestrahlungen wurde festgestellt, dass die Dichte der zuerst verwendeten Quarzglas-Stäbe herstellungsbedingt einen radialen Verlauf hat und dass somit die Homogenität der Proben nicht gewährleistet war. Daher wurde beschlossen, auf jeweils einer quaderförmigen Probe die notwendigen Bestrahlungen, also eine Strahlposition mit Einfluss von Ultraschall und daneben der Referenzpunkt der alleinigen Bestrahlung ohne Ultraschall, durchzuführen.

Die hauptsächlich genutzten Proben werden von der Quarzschmelze Ilmenau geliefert und das Probenmaterial trägt die Bezeichnung „Ilmasil PN“. Die Dimension der Proben beträgt $20 \times 6 \times 4 \text{ mm}^3$. Die Flächen mit den Maßen $20 \times 6 \text{ mm}^2$ werden bereits bei dem Hersteller optisch poliert und sind planparallel. Die beiden Flächen mit den Maßen $20 \times 4 \text{ mm}^2$ werden in der Polierwerkstatt des Physikalischen Instituts optisch poliert und sind ebenfalls planparallel. Die enthaltenen Fremdelemente laut Hersteller sind in Tabelle 3.1 angegeben.

Um eine Vergleichbarkeit zwischen den einzelnen Proben zu gewährleisten, werden bei 5 aus 30 Proben die Dichte bestimmt. Dazu werden die Dimensionen mittels einer

Tabelle 3.1 – Fremdelemente und OH-Gehalt in den verwendeten Proben laut Herstellerangabe [QSI05].

Fremdelement	Typischer Gehalt [ppm]
Al	16
Fe	0,8
Ca	0,8
Ti	1,5
Na	0,9
K	0,9
Li	0,7
Mg	0,1
Cu	<0,05
Cr	<0,05
OH	15-45

Mikrometer-Schraube und das Gewicht mit einer Präzisions-Waage gemessen, siehe Tabelle 3.2. Die Fehler werden auf $\pm 0,0005$ mm der Dimensionen und $\pm 0,0001$ g bei der Bestimmung des Gewichts abgeschätzt. Die hieraus bestimmte Dichte beträgt $(2,191 \pm 0,002)$ g/cm³ und wird für die theoretischen Simulationen in SRIM eingesetzt.

Tabelle 3.2 – Gemessene Parameter zur Bestimmung der Dichte.

Dimension [mm ³]	Masse [g]	Dichte [g/cm ³]
19,973 x 5,970 x 4,141	1,0810	2,189
19,965 x 6,009 x 4,121	1,0839	2,192
19,989 x 5,977 x 4,139	1,0842	2,192
19,990 x 5,965 x 4,138	1,0819	2,193
19,993 x 5,990 x 4,148	1,0869	2,188

Die verwendeten Piezokeramiken wurden freundlicherweise von der Firma Ceramtec zur Verfügung gestellt und tragen die Bezeichnung „Sonox P 2“. Die Herstellerangabe des Durchmessers ist 4,94 mm, die der Dicke 0,18 mm. Die Keramiken sind für den 10 MHz-Betrieb ausgelegt.

Der Vorgang des Aufklebens der Piezokeramik auf die Probe ist im Detail im Anhang beschrieben. Der experimentelle Aufbau ist in Abbildung 3.1 dargestellt. Die Klebeschicht zwischen Piezokeramik und Probe ist geringer als $\frac{\lambda}{10}$ der eingestrahnten Ultraschallwelle.

Die aufgeklebte Piezokeramik wird kontaktiert (ebenfalls detailgenau beschrieben im Anhang) und in einem Aluminiumhalter fixiert. Dies ist in Abbildung 3.2 dargestellt. Vor den Bestrahlungen wird an den Proben ein Kupfer-Konstantan-Thermoelement angebracht. Der Durchmesser der Thermodrähte beträgt 0,1 mm.

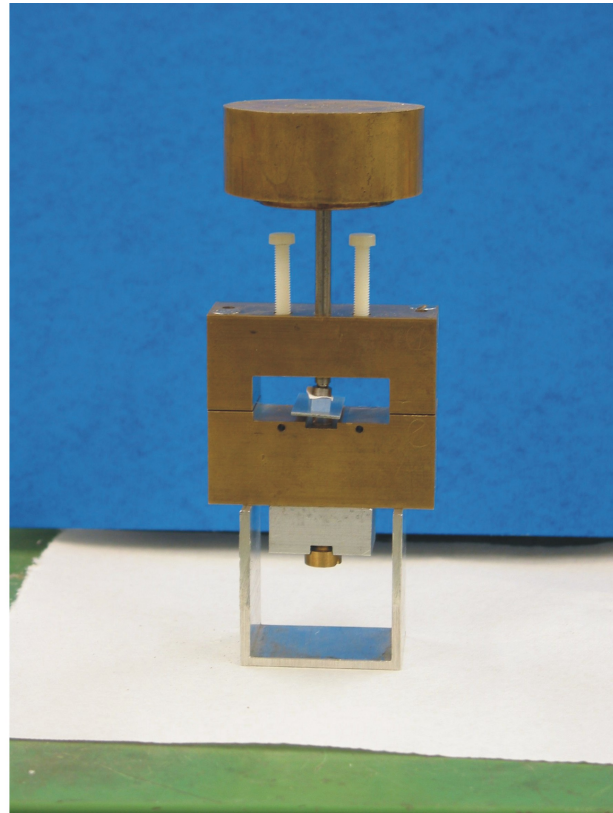
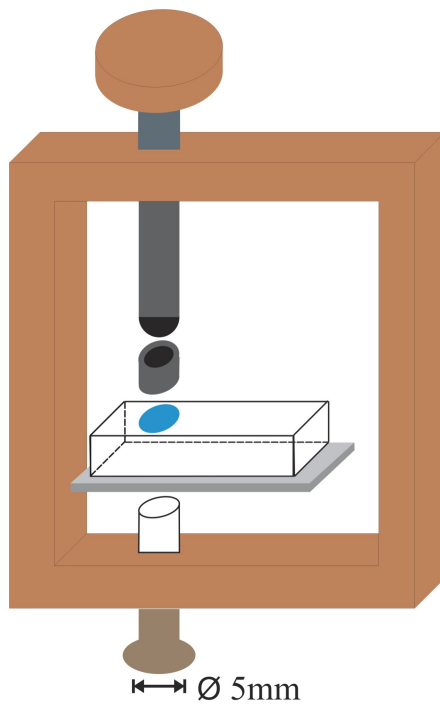


Abbildung 3.1 – Aufkleben der Piezokeramik auf die Proben. In der schematischen Darstellung ist die Piezokeramik in blau dargestellt. Zur besseren Übersicht werden nur die wesentlichen Details gezeigt. Das obere Kupferstück drückt die Piezokeramik über ein Kugelgelenk auf die Probe. Das Kugelgelenk ist magnetisch und haftet an der ebenfalls magnetischen Kugel in der oberen Stange. Die plane Seite des magnetischen Teilstücks liegt auf der Piezokeramik auf. Die Probe liegt auf einer Aluminiumplatte. Diese Platte wird durch Verstellen der unteren Schraube und über einen Quarzstab, dessen Stirnseiten planparallel gesägt wurden, von unten so weit hochgedrückt, dass sie den Messingrahmen nicht mehr berührte. Nach dem beschriebenen Vorgang wird der gesamte Aufbau für 3 Stunden bei 50° C in einen Ofen gebracht.

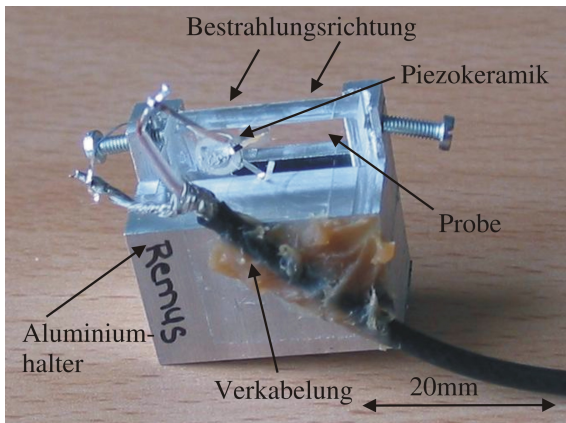


Abbildung 3.2 – Probe „Remus“ mit aufgeklebter Piezokeramik im Aluminiumhalter. Die Kontaktierung auf dem Ultraschallemitter wurde mittels Leitsilber hergestellt. Vor der Bestrahlung wurde noch oben mittig auf der Probe ein Kupfer-Konstantan-Thermoelement angeklebt, der Durchmesser der Thermodrähte beträgt 0,1 mm.

Zur Messung der Resonanzfrequenz wurde der in Abbildung 3.3 schematisch dargestellte Aufbau verwendet. Zur Ermittlung der Resonanzfrequenz wird das Verhältnis von Eingangs- zu Echosignal gegen die eingespeiste Frequenz aufgetragen. Der Ultraschallemitter funktioniert praktischerweise auch als Empfänger der rücklaufenden Schallwelle. Somit ist das Echo auch auf dem Oszilloskop zu sehen. Der Frequenzgenerator liefert eine Sinuswelle der einzustellenden Frequenz. Da die Piezokeramik nicht auf einen Dauerbetrieb ausgelegt ist, muss ein sogenannter Duty Cycle, also Betriebsdauer im Verhältnis zu dazwischenliegenden Pausen, festgelegt werden. Im Puls-Generator wird dazu das Eingangssignal derart verarbeitet, dass ein Ausgangssignal mit einer Zeitdauer von $1 \mu\text{s}$ alle $100 \mu\text{s}$ wiederholt wird. Die weiteren eingestellten Parameter des Puls-Generators waren eine Amplitude von 5 V, keine Verzögerung (Delay) und eine minimal mögliche Anstiegszeit von 6 ns. Dieses Signal wurde auf einem Oszilloskop kontrolliert und als Eingangssignal auf die Piezokeramik gegeben. Die eingestellte Amplitude war 25 dBm (maximal möglicher Wert). Die Verzögerung des Echos t in Relation zum Eingangssignal ist zu berechnen aus $t = 2d/c$ mit $c \approx 6000 \text{ m/s}$ der Schallgeschwindigkeit in Quarzglas und $2d$ die zurückzulegende Wegstrecke (doppelte Dicke der Probe). Das Echo liegt ca. $1,3 \mu\text{s}$ hinter dem Eingangssignal. Da eine Resonanzfrequenz von 10 MHz erwartet wurde, wird ein Frequenzbereich zwischen 8 und 12 MHz erst in 100 kHz-Schritten durchgemessen. Dabei wird die Amplitude des schwingenden Emitters A_{In} und die Amplitude des Echos A_{Out} auf dem Oszilloskop ermittelt und protokolliert. In einem Diagramm wird dann das Verhältnis der Amplituden $A_{\text{Out}}/A_{\text{In}}$ gegen die eingestellte Frequenz aufgetragen. Bei dem maximal abgelesenen Wert A_{Max} wird erneut ein Frequenzbereich mit $[A_{\text{Max}}-100 \text{ kHz}, A_{\text{Max}}+100 \text{ kHz}]$ ausgewählt und dieser in 10kHz-Schritten auf die gleiche Weise vermessen. Der bei diesem Feinrastr ermittelte maximale Wert wird bei den Strahlzeiten als Resonanzfrequenz eingestellt. Der jeweilige Fehler der Resonanzfrequenzen wird mit $\pm 5 \text{ kHz}$ abgeschätzt.

In Abbildung 3.4 ist exemplarisch eine gemessene Resonanzkurve dargestellt. Die Resonanzfrequenz der Probe „Julius“ liegt bei 10,62 MHz. Deutlich zu sehen sind die Nebenmaxima. Diese entstehen, wenn sich durch Verstellen der Frequenz die Wellenlänge ändert und eine stehende Welle sich in der Probe ausbildet. Dieses geschieht jeweils bei einem „Verschieben“ um $\lambda/2$.

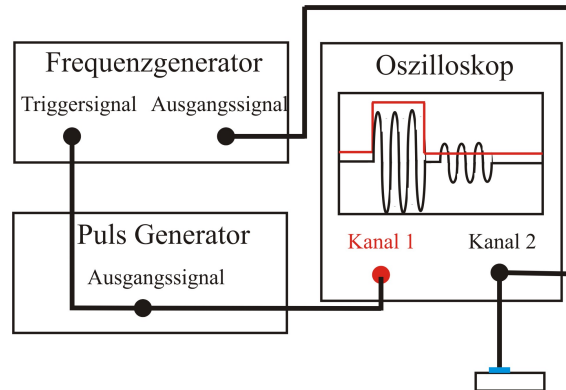


Abbildung 3.3 – Schematische Darstellung des Aufbaus zur Bestimmung der Resonanzfrequenz. Das Verhältnis der abgelesenen Amplituden (Eingangssignal und folgendes Echo) wird zur Ermittlung der Resonanzfrequenz gegen die eingespeiste Frequenz aufgetragen. Der Frequenzgenerator liefert nur bei entsprechendem Triggersignal (rot dargestellt im Oszilloskopbild) ein Ausgangssignal, welches dann zur Piezokeramik (blau dargestellt) übermittelt wird. Dem Ausgangssignal des Frequenzgenerators (schwarz dargestellt im Oszilloskopbild) folgt das Echo der Piezokeramik. Die Amplituden des Eingangs- und Ausgangssignals sind zur besseren Darstellung nicht im richtigen Verhältnis gezeichnet.

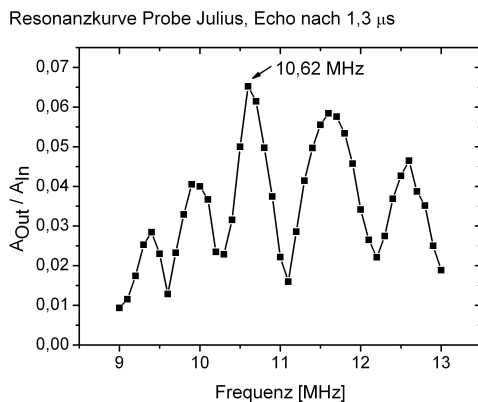


Abbildung 3.4 – Darstellung einer Resonanzkurve, hier am Beispiel von Probe „Julius“. Aufgetragen ist das Verhältnis der Amplituden von Ausgangs- zu Eingangssignal in Abhängigkeit der eingestellten Frequenz. Deutlich zu erkennen sind auch die Nebenmaxima. Der Fehler des Amplitudenverhältnisses wird auf $\pm 0,005$, der Fehler der Frequenz auf $\pm 0,005$ MHz abgeschätzt.

3.2 Aufbau des Strahlplatzes

Die Bestrahlungen wurden am Bonner Isochron-Zyklotron am Strahlplatz 8 durchgeführt. Die Bestrahlungen werden bei Raumtemperatur durchgeführt. Ebenso werden die Proben nach den Bestrahlungen bei Raumtemperatur gelagert und mit den später vorgestellten Messmethoden untersucht.

Aufgrund der sehr kleinen Dimensionen der Probe muss die Strahlposition am Ort der Probe sehr genau bekannt sein. In vorherigen Strahlzeiten wurde dazu ein Justier-Laser parallel zur Beamline ausgerichtet. Die schematische Übersicht in Abbildung 3.5 stellt die folgenden Zusammenhänge dar. Der Justier-Laser befindet sich in der rückwärtigen Wand fest installiert. Zur Justage werden zwei Raumpunkte an fest fixierten Positionen genutzt. Ein Stück des Strahlrohrs (Länge ca. 2 m) ist herausnehmbar und kann bei benötigter Strahlführung zum Strahlplatz 8 eingebaut werden. Die Kontaktstellen des Strahlrohrs innerhalb der Beamline sind stationär, die Mittelpunkte der Flansche werden als Referenzpunkte gewählt und der Laser parallel dazu ausgerichtet. Zum Probenort hin befindet sich ein Vakuumkopf, welcher einen drehbaren Fluoreszenzschirm enthält. Dieser Fluoreszenzschirm wurde in die Beamline gedreht und der nun darauf sichtbare Laserpunkt mit einem Folienstift markiert. Zwischen Fluoreszenzschirm und Probenort wird nun ein Flansch angebracht. Dieser besteht aus Aluminium und hat mittig eine Bohrung mit einem Durchmesser von 10 mm. Darüber ist eine 30 μm dicke Aluminiumfolie geklebt. Diese Folie stellt den Abschluss des Vakuums dar. Auf die 10 mm-Bohrung wird nun eine Doppelblende angebracht. Diese Doppelblende besteht ebenfalls aus Aluminium und hat eine Dicke von 2 mm, so dass nur Strahlstrom durch die Bohrungen in Richtung Probe gelangt. Die beiden Bohrungen haben jeweils einen Durchmesser von 4 mm, dazwischen liegt ein Abstand von 1 mm. Die Doppelblende muss nun derart angebracht werden, dass beide Bohrungen innerhalb der 10 mm-Bohrung des Flansches liegen, der nun auf der Blende sichtbare Laserpunkt innerhalb einer Bohrung der Doppelblende liegt und der Vakuumkopf auf keinen Fall bewegt wird, da sonst die Markierung auf dem Fluoreszenzschirm nicht mehr mit der Laserposition übereinstimmt. Diese Markierung wird zur Ausrichtung des Strahls über eine Kamera benötigt. Diese Kamera ist oberhalb des Vakuumkopfes montiert und die obere Seite des Vakuumkopfes ist aus Plexiglas gefertigt.

Nun wird zur Strahlstrom-Messung eine Ionisationskammer vor der Doppelblende angebracht. Eine schematische Darstellung der Ionisationskammer ist in Abbildung 3.7 gezeigt. Diese besteht aus drei 6 μm dicken Aluminiumfolien, die hintereinander in einer Plexiglas-Konstruktion gespannt sind. Aufgrund der Energieverluste der Strahlteilchen an Luft muss hier auf möglichst geringe Distanzen geachtet werden, weshalb zwischen den einzelnen Folien nur ca. 3 mm Abstand liegt und zwischen Blende und erster Folie der Ionisationskammer ein Abstand von ca. 5 mm liegt. Die mittlere Folie ist über den Aufbau mit der Masse verbunden, zwischen den beiden äußeren Folien wird eine Spannung von -200 V angelegt. Passiert der Strahlstrom nun die Ionisationskammer, so driften Elektronen aus dem Luftvolumen vor und hinter der Mittelelektrode auf die Mittelelektrode (Anode). Dadurch wird ein

Ionisationsstrom messbar. Der Verstärkungsfaktor zwischen Realstrom und Ionisationsstrom hängt von Teilchensorte und -energie ab und wird bei den Strahlzeiten bestimmt. Der Realstrom wird am letzten im Zyklotron befindenden Cup (ST1D) gemessen, es kann allerdings möglicherweise auf dem Weg von Cup zu Ionisationskammer zu Verlusten des Strahlstroms kommen.

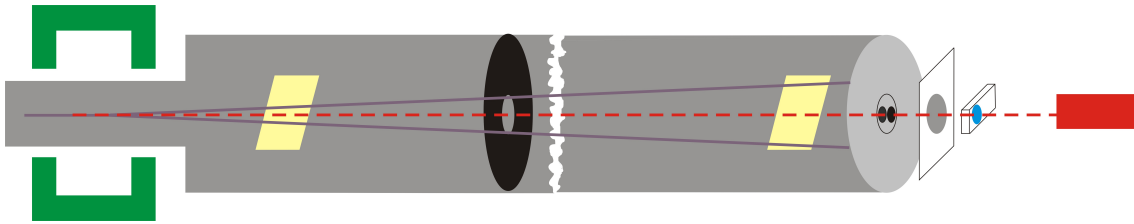


Abbildung 3.5 – Schematische Darstellung der Justage am Strahlplatz. Der Teilchenstrahl wird über zwei Fluoreszenzschirme auf eine Bohrung der verwendeten Doppelblende eingestellt. Zur Optimierung des Strahlstroms am Ort der Probe wird die Anzeige der Ionisationskammer benutzt. Dazu ist die zweite Bohrung der Doppelblende verschlossen. Die Doppelblende ist auf einem Aluminiumfenster, welches den Vakuumabschluss darstellt, angebracht. Die Probe wird so platziert, dass der Laserpunkt auf der Piezokeramik zu sehen ist. Nach Einschalten des Steerers und Öffnung der zweiten Bohrung gelangt der Strahlstrom durch beide Blenden und die Probe wird, entsprechend der Bohrungen in der Doppelblende, an zwei Positionen bestrahlt: an einer Position wird über die Piezokeramik Ultraschallwellen in das Probenmaterial eingekoppelt, auf der zweiten Position wird ohne Ultraschall-Einfluss bestrahlt.

Ein Teil der Bestrahlungen wird statt mit der dargestellten Doppelblende mit einer Einfachblende durchgeführt. Diese hat ebenfalls eine 4 mm-Bohrung. In diesem Fall wird die Probe mittels der sogenannten „Schubsmaschine“ auf einer 12 mm-Wegstrecke verfahren. Die Taktung der Probenverschiebung wird über einen Integrator in der Schubsmaschine vorgegeben, der über die Ionisationskammer die Ionendosis integriert und alle $10 \mu\text{C}$ die Probenposition über einen Servomotor verändert. Die Probenpositionen sind hierbei reproduzierbar, leider zeigte jedoch der Servomotor nach einigen Strahlzeiten Ausfallerscheinungen und wurde nicht mehr weiter benutzt. Der Unterschied zwischen dem Aufbau mit Doppelblende im Vergleich zu dem Aufbau mit Einzelblende und Schubsmaschine ist lediglich der Abstand zwischen den beiden Bragg-Peaks (Stop-Tiefe der Teilchen in der Probe). Bei Verwendung der Doppelblende liegt ca. 1 mm zwischen den beiden Bragg-Peaks, bei der Einzelblende und einer Verschiebung der Proben liegen 4 mm zwischen den Bragg-Peaks.

Die Probe wird mittels Heißkleber auf einem XY-Tisch fixiert und möglichst nah an der Ionisationskammer angebracht. Die Ausrichtung der Probe erfolgt mittels dem nun auf der Probe sichtbaren Laserpunkts. Die Distanz zwischen Ionisationskammer und Probe beträgt ca. 2 cm. Hinter die Probe wird zur Kontrolle eine weitere Ka-

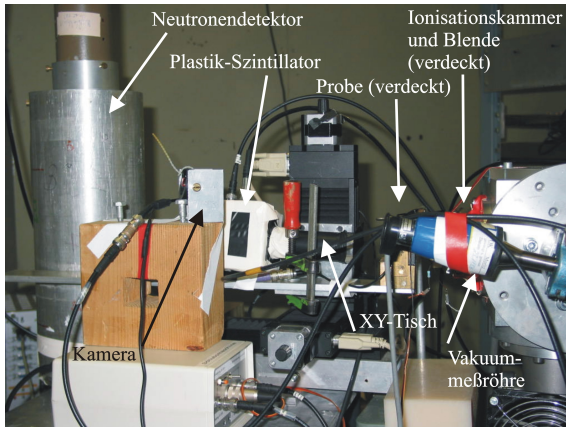


Abbildung 3.6 – Foto des Strahlplatzes mit den verwendeten Bauteilen. Das Bild dient lediglich zur besseren Vorstellung des realen Aufbaus. Zur besseren Übersicht wird auf die schematische Darstellung verwiesen.

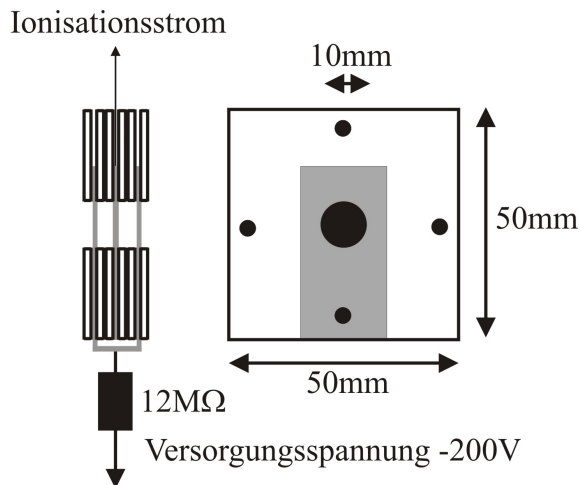


Abbildung 3.7 – Schematische Darstellung der Ionisationskammer. Sie wurde aus Plexiglas (Dicke je Platte 1,5 mm) gefertigt, jeweils zwischen zwei Platten ist eine 6 μm dicke Aluminiumfolie (grau eingefärbt) eingeklebt. Kunststoffschrauben in den vier Bohrlöchern fixieren die Konstruktion. Durch die mittig liegende 10 mm-Bohrung (schwarz dargestellt) gelangt der Strahl zu den Proben. Die beiden äußeren Folien sind miteinander kontaktiert und liegen auf -200 V. Von der mittleren Folie geht das Signal des Ionisationsstroms auf einen Integrator in der Warte.

mera aufgebaut und das Bild in die Zyklotron-Warte übermittelt.

Zur Kontrolle der Signale während der Strahlzeit werden noch ein Neutronendetektor und ein Plastik-Szintillator in Vorwärtsrichtung platziert. Zur Kühlung der Probe wird ein Kühlluftstrom von der Seite auf die Probe gerichtet.

Um zu gewährleisten, dass der Strahl nur auf die Probe trifft, während die Piezokeramik Schallwellen in die Probe übermittelt, ist es nötig, den Strahl gezielt abzulenken. Dies geschieht mittels eines Steerers (Foto in Abbildung 3.8), der ca. 6 m vom Probenort entfernt über einen Wellenschlauch der Beamline platziert wird. Hierbei wird darauf geachtet, dass die Mitte des \mathbf{B} -Feldes auch mit der Mitte des Wellenschlauchs, und somit der Beamline, übereinstimmt. Die Ansteuerung des Steerers wird in der Warte platziert. Ein regelbarer Transformator wird dazu mit der Netzfrequenz von 50 Hz betrieben, während die variabel wählbare Amplitude des Transformators die Ablenkungsamplitude des Strahls bestimmt. Der unabgelenkte Teilchenstrahl durchquert am Probenort die verwendeten Blenden, somit wird die Probe mit einer Frequenz von 100 Hz bestrahlt (Rechts-/Links-Ablenkung des Strahls).

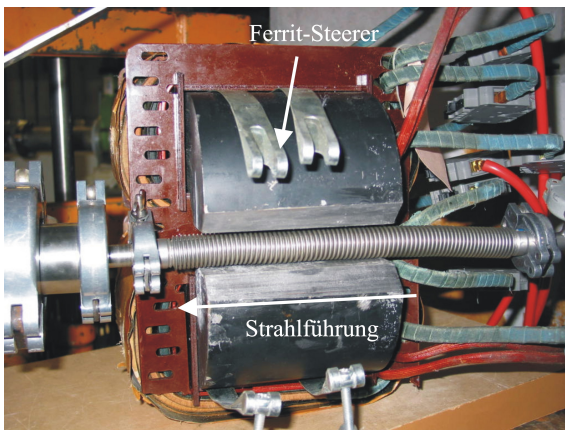


Abbildung 3.8 – Foto des zur Strahlablenkung genutzten Steerers. Ein dünner Wellenschlauch der Strahlführung durchquert das Magnetfeld. Die Ablenkung erfolgte mit der Netzfrequenz von 50 Hz aus der Nulllage, die Amplitude der Ablenkung wird bei der Synchronisation mit den Ultraschallpulsen vor Beginn der Strahlzeiten eingestellt. Der Trafokern befand sich ca. 6 m von der Probe entfernt.

In der Zyklotron-Warte wird der gesamte Aufbau zur Regelung des Ultraschalls platziert. Dies hat den Vorteil, dass man auch während der Bestrahlungen die Parameter bei Bedarf variieren kann.

Die schematische Darstellung der während der Strahlzeiten eingesetzten Bauteile ist in Abbildung 3.9 gezeigt. Der schon zur Bestimmung der Resonanzfrequenz benutzte Puls-Generator wird nun über eine Grätz-Schaltung extern mit der Netzfrequenz von 50 Hz getriggert. Die weiteren Parameter wie Verzögerung und Dauer des Ausgangssignals werden während der Einstellphase des Strahls eingestellt. Der Puls-Generator triggert seinerseits den Frequenzgenerator, welcher auf die Resonanzfrequenz eingestellt wird. Dieses Signal wird über einen Verstärker, der am Strahlplatz steht, auf die Piezokeramik gegeben. Auf einem Oszilloskop werden die Signale des Puls-Generators, des Neutronendetektors, des Plastik-Szintillators und des Frequenzgenerators beobachtet. Da die Piezokeramik, wie bereits erwähnt, auch

als Empfänger funktioniert, ist zeitlich nach Abschalten des Frequenzsignals auch das abfallende Echo-Signal sichtbar. Dies stellt sicher, dass die Piezokeramik dem gepulsten Dauerbetrieb von ca. einer Woche standhält. Die Verkabelung zwischen Strahlplatz 8 und Warte wird über 50m-RG58-Kabel hergestellt. Das Signal der Ionisationskammer geht auf einen Integrator zur Strahlstrom- und Dosis-Messung.

3.3 Durchführung der Strahlzeiten

Die eigentliche Bestrahlung beginnt erst, wenn das Vakuum in dem Teilstück des eingesetzten Strahlrohrs im Bereich von 10^{-6} mbar liegt und wenn der Strahlstrom stabil durch die Strahlführung bis zum oben erwähnten eingesetzten Welschlauch gelangt. Zwischen dem Steerer und Strahlplatz befindet sich ein Fluoreszenzschirm, auf welchem ein scharfes Abbild des Strahls zu sehen sein muss. Daraufhin wird der Strahl auf den Fluoreszenzschirm im Vakuumkopf geführt und dort durch Regelung der Strahlführung ein scharfes Bild am Ort der Markierung (vormals mit Laserpunkt ermittelt) erzeugt. Zu dieser Strahl-Justage gelangt kein Strahlstrom auf die Probe, da eine Aluminiumplatte zwischen Ionisationskammer und Probe den Strahl blockiert.

Nach Entfernen des Fluoreszenzschirms im Vakuumkopf wird durch vertikales Steeren des Strahls der Ionisationsstrom, gemessen mit der Ionisationskammer, optimiert. Übliche Werte liegen hier im Bereich einiger nA. Während dieser Prozedur ist eines der Löcher in der Doppelblende mit einem kleinen Aluminium-Deckel verschlossen. Der Verstärkungsfaktor zwischen Realstrom und Ionisationskammer wird durch einen Vergleich zwischen letztmöglicher Strahlstrom-Messung im Zyklotron und einem Integrator, welcher den Ionisationsstrom misst, berechnet. Dieser Verstärkungsfaktor liegt sowohl für 14 MeV-Protonen als auch für 54 MeV-Heliumkerne bei ca. 100.

Zur exakten Bestimmung der Strahlposition auf der Probe wird testweise ein Objektträgerglas für einige Sekunden bestrahlt und die Position des eingefärbten Bereichs mit der Laserposition verglichen. Meist liegen beide Punkte übereinander, es kann jedoch zu leichten Abweichungen durch den Einbau des Flansches kommen. Da der Flansch vakuumdicht montiert werden muss und der Vakuumkopf in Anschraubrichtung nicht fixiert ist, kommt eine mögliche Verschiebung durch Verkippung des Vakuumkopfes zustande.

Nun wird der Transformator des Steuerers auf maximale Amplitude eingestellt, was zur Ablenkung des Strahls führt. Dadurch wird der gemessene Ionisationsstrom wesentlich geringer, da mit der Ionisationskammer nur der Strahlstrom gemessen wird, welcher durch eine der 4 mm-Blende gelangt. Weiterhin wird nun der Aluminium-Deckel, der das zweite Loch der Doppelblende verdeckt hat, entfernt. Dadurch muss sich der gemessene Ionisationsstrom bei symmetrischer Ablenkung des Strahls verdoppeln. Typische Werte liegen hier bei ca. 150 nA.

Zur Einstellung des Ultraschallsignals wird zuerst die Amplitude des Frequenzgenerators derart eingestellt, dass das Eingangssignal auf die Piezokeramik bei 60 V_{SS} lag.

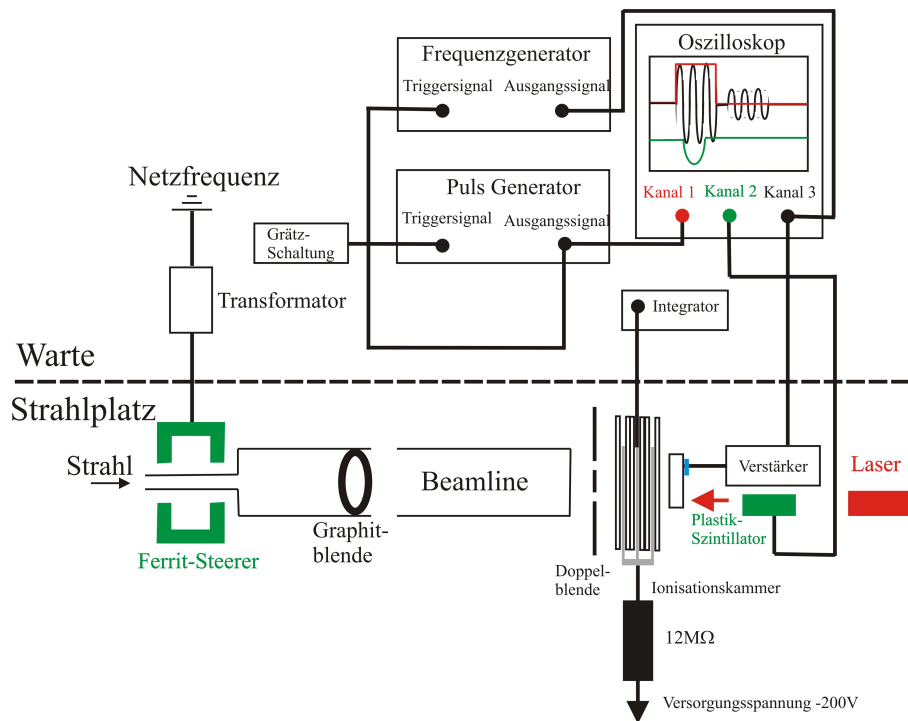


Abbildung 3.9 – Schematischer Aufbau am Strahlplatz. Die gestrichelte Linie deutet an, dass die verwendeten Bauteile teilweise in der Zyklotron-Warte, teilweise am Strahlplatz positioniert sind. Der Teilchenstrahl passiert das **B**-Feld des verwendeten Steerers, wobei die Ablenkung des Strahls durch die frei wählbare Amplitude des Transformators bestimmt werden kann. Die Taktungsfrequenz ist 50 Hz. Zur Vermeidung unnötiger Aktivierung werden üblicherweise Graphit-Blenden benutzt. Der Strahl trifft auf eine Doppel-Blende und durch die Bohrungen gelangende Teilchen werden mittels der Ionisationskammer als Ionisationsstrom ($\text{Realstrom} \cdot \text{Verstärkungsfaktor}$) gemessen. Die Dosis wird mit einem Integrator ermittelt. Schließlich treffen die Teilchen auf die Quarzglasproben und bleiben in den Proben stecken. Zur Signalkontrolle ist dicht neben der Probe ein Plastik-Szintillator platziert, welcher gestreute Strahlteilchen registriert. Mittels des Lasers werden die verwendeten Proben, Blenden und die Ionisationskammer in richtiger Position zum Strahl ausgerichtet. Der Frequenzgenerator ist auf die zuvor ermittelte Resonanzfrequenz eingestellt, wobei das Ausgangssignal durch den Puls-Generator in Dauer und Verzögerung eingestellt wird. Hier wird ebenfalls eine Taktungsfrequenz von 50 Hz, über eine Grätz-Schaltung, vorgegeben. Die Resonanzfrequenz wird über einen Verstärker an die Piezokeramik übermittelt. Während der Strahlzeit wird das Ultraschall-Signal über den Puls-Generator derart eingestellt, dass es zeitlich das Signal des Plastik-Szintillators, also wenn Strahlstrom auf die Probe trifft, überdeckt.

Dieser Wert wurde so gewählt, dass der Schallemitter durch den Dauerbetrieb von einer Woche nicht zerstört wird. Die eingestellte Frequenz war die jeweils vorher bestimmte Resonanzfrequenz. Da die Piezokeramik auf einen gepulsten Betrieb ausgelegt ist, musste noch der sogenannte Duty Cycle eingestellt werden. Der Duty Cycle beschreibt das relative Verhältnis zwischen Betriebsdauer und dazwischenliegenden Pausen. Die Wiederholungsrate wird durch die Netzfrequenz von 50 Hz vorgegeben und entspricht der Ablenkungsfrequenz des Steuerers. Es muss sorgfältig darauf geachtet werden, dass die Probe ohne Ultraschallwelle nicht bestrahlt wird, da ansonsten der Ultraschall-Einfluss auf die Strahlenschädigung nicht untersucht werden kann. Da Taktungsfrequenz der Strahlablenkung und der Ultraschall-Einstrahlung nun beide korreliert mit 50 Hz vorgegeben sind, muss noch die Pulsdauer der Ultraschall-Einstrahlung eingestellt werden. Dies geschieht mit Hilfe des Plastik-Szintillators, der sich in Probennähe befindet und ein scharfes Signal des ankommenden Strahlstroms liefert. Die Pulsdauer wird am Puls-Generator zwar möglichst kurz eingestellt, aber das Ausgangssignal des Puls-Generators muss auf dem Oszilloskop auf jeden Fall vor dem Signal des Plastik-Szintillators beginnen und nach Abfall des Plastik-Szintillator-Signals erst enden. Nur so kann garantiert werden, dass sich während der gesamten Bestrahlungsdauer auch eine stehende Ultraschallwelle im Probenmaterial befindet. Der Duty Cycle liegt üblicherweise bei einer Pulsdauer von ca. 500 μ s alle 10 ms.

Aufgrund mehrerer Strahlzeiten, in denen verschiedene Teilchen implantiert wurden, soll hier nur ein allgemeiner Überblick über Teilchensorte und -energien gegeben werden. Die genauen Parameter, insbesondere die implantierte Dosis, werden in den vorgestellten Ergebnissen genannt.

Während der Bestrahlung wird über ein angeklebtes Thermoelement die Temperaturerhöhung der Probe beobachtet. Es wird darauf geachtet, dass die maximale Temperaturerhöhung weniger als 10°C über Raumtemperatur beträgt, um zu vermeiden, dass sich die eingebrachten Defekte thermisch ausheilen.

Nach der Strahlzeit wird die Probe zunächst in Tetrahydrofuran (THF) für ca. eine Stunde gelegt, um den Kleber abzulösen, der benutzt wurde, um das Thermoelement an der Probe zu fixieren.

Tabelle 3.3 – *Teilchensorte, Energien und theoretische Reichweite in Quarzglas (nach SRIM) während der Strahlzeiten.*

Teilchensorte	Energien [MeV]	Reichweite [mm]
Protonen	14	1,25±0,02
Deuteronen	28	2,51±0,03
Heliumkerne	54	1,17±0,01

Kapitel 4

Untersuchungsmethoden

Da im Rahmen dieser Arbeit Untersuchungsgeräte und -methoden aus verschiedenen Bereichen der Physik verwendet wurden, wird hier ein kurzer Überblick der verwendeten Aufbauten vorgestellt: das Polarisationsmikroskop, optische Absorptionsspektroskopie, die Bonner Positronen-Mikrosonde und ein kombiniertes Interferometer, bei dem nur der Transmissionsmodus benutzt wird. Die Untersuchungsmethoden werden in der Reihenfolge vorgestellt, in der die Proben mit dem jeweiligen Aufbau untersucht werden.

4.1 Erste Kontrolle der Proben

Nach der Bestrahlung wird die Probe auf ihre Aktivität untersucht. Bei Protonen- und Deuteronenbestrahlung ist diese nicht vom Untergrund zu unterscheiden, woraufhin mit den Untersuchungsmethoden direkt begonnen werden kann. Nach einer Bestrahlung mit Heliumkernen zeigt sich jedoch, dass die Proben aktiviert sind. Aus diesem Grunde werden die Proben erst nach ca. einer Woche aus dem Strahlenschutzbereich entnommen und untersucht.

Die erste Kontrolle, ob die Probe vom Strahl getroffen wurde, zeigt sich in einer Einfärbung des Glasses. Dies wird hier beispielhaft an der Probe „Julius“ gezeigt, s. Abbildung 4.1. Das Foto wurde in einem Stereomikroskop (Auflicht-Modus) aufgenommen und dient nur zur Veranschaulichung, da eine Auswertung dieser Fotos nicht aussagekräftig ist.

4.2 Das Polarisationsmikroskop

4.2.1 Aufbau und Datenaufnahme

Das verwendete Polarisationsmikroskop (Zeiss AxioTech) wird im Durchlicht-Modus verwendet. Die Einstellung der Polarisationsfilter sowie der Lichtintensität ist variabel wählbar. Dies hat den Nachteil, dass Proben aus einer gemeinsamen Untersuchungsreihe miteinander vergleichbar sind, nicht jedoch Proben aus unterschied-

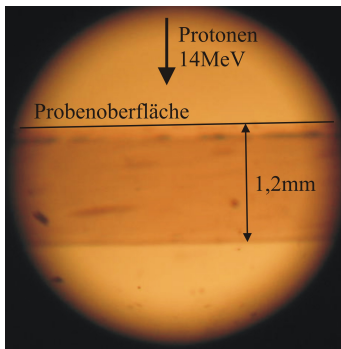


Abbildung 4.1 – Aufnahme von Probe „Julius“ (Ultraschall-Seite) im Stereomikroskop. Von oben im Bild wurde bestrahlt. Deutlich zu erkennen ist der eingefärbte Bereich im Glas, dessen Breite mit der theoretisch berechneten Eindringtiefe übereinstimmt.

lichen Untersuchungszyklen, da nicht ausgeschlossen werden kann, dass Intensität der Lampe oder Orientierung der Polarisationsfilter in der Zwischenzeit geändert wurden.

Die Lichtintensität der Lampe muss so gewählt werden, dass die mit einer Digitalkamera aufgenommenen Fotos nicht übersteuert sind. Der Bragg-Peak ist am deutlichsten zu sehen bei einer 45° -Verkipfung der Probe zum oberen Polarisationsfilter. Zur einfacheren Handhabung und zum besseren Vergleich der Proben wurde eine Schablone angefertigt. Diese besteht aus einem rechtwinkligen Aluminiumstück, welches im 45° -Winkel auf ein Objektträgerglas geklebt wurde. Die bestrahlte Seite der Proben wird zur Fotoaufnahme an der Schablone gerade angelegt. Die Vergrößerung des Mikroskops ist die kleinstmögliche (V5, 1,0 Skalenteile entsprechen 0,2 mm). Es wird im Helllichtmodus des Mikroskops scharf gestellt auf die obere Seite der Probe. Die Probe wird mittels des XY-Tisches, welcher fest am Mikroskop montiert ist, bewegt und der gesamte bestrahlte Bereich fotografiert. Hierbei muss darauf geachtet werden, dass die Längenskala (integriert in der Objektivlinse) nicht den zu untersuchenden Bereich überdeckt, zusätzlich soll der relevante Bereich aufgrund von Linsenfehlern nicht im Randbereich des Bildes liegen.

Alle Proben wurden vor der Bestrahlung mittels des Polarisationsmikroskops auf eventuell schon bestehende Spannungen im Probenmaterial untersucht.

4.2.2 Auswertung

Zur Datenauswertung werden je Probe zwei Bilder ausgewählt: Eines des bestrahlten Bereichs auf der Referenzseite der Probe und eines der Seite, welche zusätzlich zur Bestrahlung auch der Ultraschallwelle ausgesetzt war. Diese Bilder werden in ORIGIN 7.5 importiert und dabei die Lichtintensität in eine Grauskala umgewandelt. Zur Auswertung wird eine zur Stirnseite der Probe orthogonal liegende Linie eingezeichnet. Diese verläuft also über die Eindringtiefe der Teilchen, exemplarisch in Abbildung 4.3 gezeigt. Es wird darauf geachtet, dass diese Profillinie nicht über die Längenskala verläuft. Weiterhin wird der Intensitätsverlauf dieser Linie in Abhängigkeit der Pixel gezeichnet. Die Pixel werden über die Längenskala auf den Bildern in Abstände umgerechnet. Dies wird nun für beide Tiefenverläufe der bestrahlten Probe durchgeführt. Als Korrektur werden noch die jeweiligen Stirnseiten der Probe auf einen Punkt normiert.

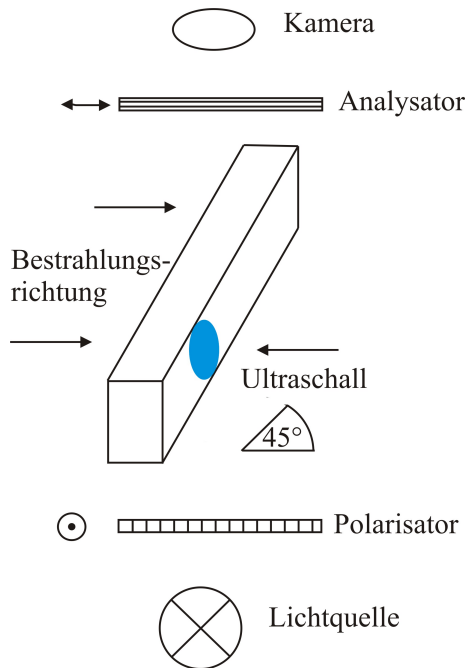


Abbildung 4.2 – Schematische Darstellung des Polarisationsmikroskops. Die Größenverhältnisse sind zur besseren Darstellung nicht in der richtigen Relation zueinander. Es wird der Durchlichtmodus verwendet, die Proben werden im 45° -Winkel zwischen den gekreuzten Polarisationsfiltern positioniert. Die Digitalkamera wird in einer Halterung oberhalb der Proben fixiert.

Wie bereits erwähnt sind die zu unterschiedlichen Zeiten aufgenommenen Bilder nur qualitativ miteinander vergleichbar. Neben veränderter Lichtintensität bzw. Orientierung der Polarisationsfilter kann es zu einer geringen Verkippung der Probe in der Schablone kommen. Auch wenn dies durch die frei wählbare Profillinie in der Auswertung kompensiert werden kann, so ist es nicht auszuschließen, dass der Verlauf der Profillinie nicht exakt orthogonal zur Stirnseite der Proben liegt, was eine Dehnung der Abstände bedeuten würde.

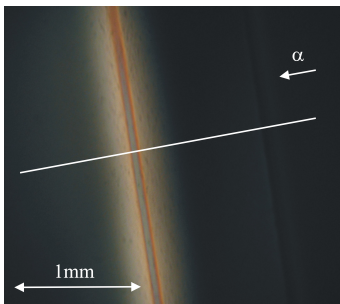


Abbildung 4.3 – Zur Auswertung der Polarisationsmikroskop-Fotos wird eine Linie orthogonal zur Stirnseite der Proben gezogen und deren Intensitätsverlauf (in einer Grauskala) in Abhängigkeit der Teilchen-Eindringtiefe aufgetragen. Hier exemplarisch gezeigt für Probe „Seth“.

4.3 Das Interferometer

4.3.1 Theoretische Grundlagen

Durch Bestrahlung der Quarzglasproben mit hochenergetischen Teilchen werden Brechungsindexänderungen in den Proben hervorgerufen. Diese können mit dem zur Verfügung stehenden Interferometer ([AND05a], [BRE04]) gemessen werden. Das Foto in Abbildung 4.4 zeigt den verwendeten Aufbau.

Fällt monochromatisches Licht einer Wellenlänge λ durch eine Probe, so ändert sich die Phase Φ des Lichts in Abhängigkeit der Dicke d der Probe mit dem Brechungsindex n wie folgt:

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

Die Phase der einfallenden Welle wird also bei Propagation durch die Probe verändert, hierzu tragen mehrere Faktoren bei. Die Brechungsindexänderung durch den Teilchenbeschuss ist zu berücksichtigen, jedoch auch eine mögliche Keiligkeit der Probe, da in diesem Fall das Licht unterschiedliche Wegstrecken in der Probe zurücklegt. Ebenso muss beachtet werden, dass aufgrund des Teilchenbeschusses die Oberfläche der Probe derart verändert werden kann, dass auch hierdurch eine Dickenänderung hervorgerufen werden kann. Dieser Effekt wurde jedoch überprüft und konnte nicht nachgewiesen werden.

Daher setzt sich zunächst eine Phasenänderung zusammen aus:

$$\Delta\Phi = \Delta\Phi_n + \Delta\Phi_L \quad (4.2)$$

Hierbei sind $\Delta\Phi_n$ die Variation der Phase durch Bestrahlungseffekte und $\Delta\Phi_L$ die variierte Phase, hervorgerufen durch eine Dickenänderung der Probe. Da dieser Effekt nicht nachzuweisen ist, wird nicht weiter darauf eingegangen.

Weiterhin lässt sich $\Delta\Phi_n$ wie folgt schreiben:

$$\Delta\Phi_n = \frac{2\pi}{\lambda}d_0\Delta n \quad (4.3)$$

Die ursprüngliche Dicke der Probe wird mit d_0 bezeichnet. Somit lässt sich die Brechungsindexänderung aus der gemessenen Phasenänderung berechnen.

4.3.2 Aufbau und Datenaufnahme

Abbildung 4.5 zeigt den schematischen Aufbau des Interferometers im Transmissionsmodus (Mach-Zehnder-Interferometer). Das aufgeweitete Licht des HeNe-Lasers mit einer Wellenlänge von 633 nm wird mittels eines Strahlteilers in einen Referenzstrahl und einen Messstrahl aufgeteilt. Der Messstrahl wird mit Hilfe von zwei Spiegeln auf die Probe, montiert auf einem Drehtisch, gelenkt, in einer Sammellinse gebündelt und über einen weiteren Spiegel in die CCD-Kamera geworfen. Der Referenzstrahl wird über weitere Spiegel auf einen beweglichen Spiegel gelenkt. Dort wird der Referenzstrahl reflektiert, durch den zweiten Strahlteilerwürfel und eine Sammellinse in die CCD-Kamera gebracht. Im Objektiv der CCD-Kamera interferieren dann Mess- und Referenzstrahl. Hierbei ist die Sammellinse so eingestellt, dass die Probenoberfläche, die näher zur Kamera hinliegt, scharf abgebildet wird. Die Kamera liefert ein Bild mit 1280×1024 Pixeln und einer 8-Bit Intensitätsauflösung und wird von einem Rechner ausgelesen.

Vor der Messung wird die Probe mittig auf dem Probenhalter angebracht und mittels der Lichtreflexe der justierbare Probenhalter so eingestellt, dass die Probe leicht

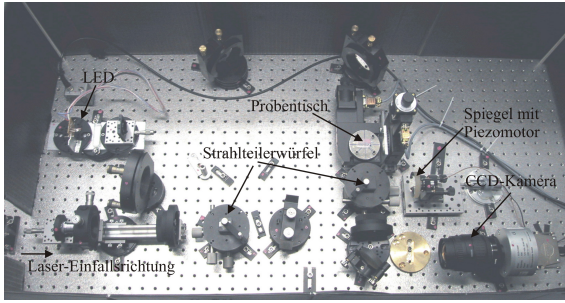


Abbildung 4.4 – Aufbau des Interferometers. Der Laserstrahl wird durch Strahlteilerwürfel aufgeteilt in Referenz- und Messstrahl. Der Messstrahl durchquert die Probe auf dem Proben-tisch und interferiert mit dem Referenzstrahl im Objektiv der CCD-Kamera. Die gezeigte LED wird für den Reflexionsmodus verwendet und wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht benutzt.

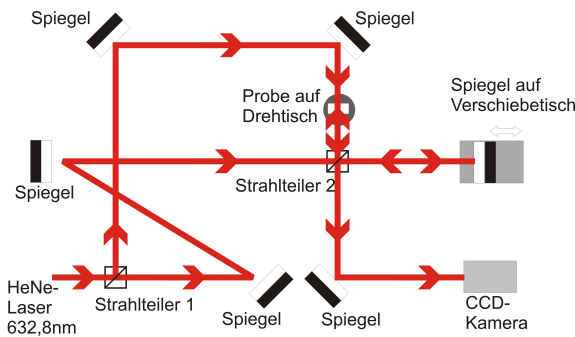


Abbildung 4.5 – Schematische Darstellung des Interferometers. Eingezeichnet sind die Verläufe von Mess- und Referenzstrahl im Transmissionsmodus.

verkippt im Strahlengang steht, um störende Fabry-Perot-Interferenzen (Mehrfachreflexionen in der Probe) zu unterdrücken. Für die Auswertung werden neben einer Nullmessung drei Interferogramme mit bekanntem Phasenabstand φ benötigt. Dazu wird der verstellbare Spiegel während einer Aufnahme mittels eines Piezomotors schrittweise verschoben und somit die Phase des Referenzstrahls künstlich verschoben. Es werden insgesamt 20 Interferogramme aufgenommen, aus denen drei ausgewählt werden. Für die Intensitäten der drei Bilder gilt

$$I_i = a + b \cos[\Delta\Phi + (i - 1)\varphi] \quad (4.4)$$

Dabei sind a die Hintergrundintensitäten und b die Amplituden der Interferenzstreifen für $i = 1, 2, 3$. Resultierend erhält man für die Phasenänderung [AND05b]:

$$\Delta\Phi = \arctan \left(\frac{(I_3 - I_1)[\cos(\varphi - 1)] - (I_2 - I_1)[\cos(2\varphi - 1)]}{\sin \varphi (I_3 - I_1) - \sin 2\varphi (I_2 - I_1)} \right) \quad (4.5)$$

Der Arkustangens nimmt nur Werte in $[-\frac{\pi}{2}; +\frac{\pi}{2}]$ an, wodurch es in den Bildern zu Unstetigkeiten kommt, die durch 2D-Verstetigungs-Algorithmen wieder verstetigt werden. Mithilfe des Programmes FRAN von T.R. Judge werden die Phasenbilder verstetigt [JUD94]. Dies ist exemplarisch in Abbildung 4.7 gezeigt.

4.3.3 Auswertung

Insgesamt werden zur Auswertung 6 Phasenbilder ermittelt: die drei Phasenbilder der Transmissionsmessung und 3 Bilder der Nullmessung. Eine Nullmessung oh-

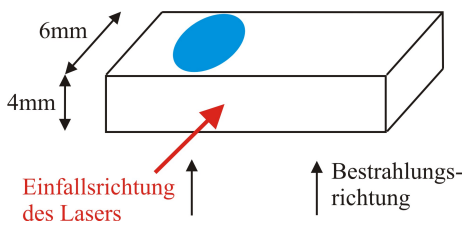


Abbildung 4.6 – Ausrichtung der Probe bei der Messung im Interferometer (schematische Darstellung). In blau ist die Piezokeramik dargestellt, der einfallende Laserstrahl ist in rot gezeichnet. Eine Messung mit dieser Orientierung der Probe zeigt den Tiefenverlauf der Strahlteilchen und in deren Stop-Tiefe den sogenannten Bragg-Peak.

ne Probe wird benötigt, um Grundjustagefehler aus den Resultaten zu eliminieren. Nach der Verstetigung wird das Phasenbild und die Nullmessung in MATLAB geladen. Von dem Gesamtergebnis wird die Nullmessung abgezogen. Durch Angabe der Dicke der durchleuchteten Probe und des Brechungsindex im unbestrahlten Zustand werden Dickenänderung und die Brechungsindexänderung orts aufgelöst berechnet. Änderungen des geänderten Brechungsindex Δn , welche mit dieser Methode ermittelt werden können, liegen bei ca. 10^{-4} mit einem Fehler von $\Delta(\Delta n) = \pm 2 \cdot 10^{-5}$. Die räumliche Abweichung von Δn auf den Darstellungen wird auf 2 Pixel abgeschätzt. Mögliche Fehlerquellen liegen in einer Abweichung des ursprünglichen Brechungsindex vom Literaturwert oder eine falsch ermittelte Dicke der Proben. Die durchleuchtete Dicke der Probe wurde mittels einer Mikrometerschraube gemessen und der Fehler wird auf $\Delta d = \pm 0,001$ mm abgeschätzt. Weiterhin kann eine Temperaturdrift des Interferometers sich fehlerhaft auf die Messung auswirken. Um dies weitestgehend zu unterdrücken, wird das Interferometer erst einige Stunden ohne Messung betrieben. Schließlich kann es noch durch Schmutz oder Kratzer auf der Probe zu Problemen bei der Verstetigung der Phasenbilder kommen. Dies kann weitgehend durch sorgsame Lagerung der Proben in Membrandosen und durch gründliche Reinigung mit Ethanol ausgeschlossen werden. Es sei an dieser Stelle noch einmal ausdrücklich darauf hingewiesen, dass nur Änderungen des Brechungsindex gemessen werden können, absolute Werte des Brechungsindex sind nicht bestimmbar.

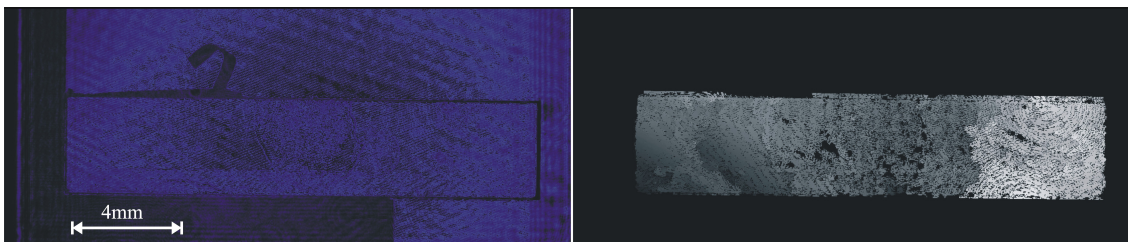


Abbildung 4.7 – Beispiel zur Verstetigung der Phasenbilder, hier mit Probe „Anubis“. Links ist eines der drei benötigten Phasenbilder zu sehen, rechts ist die durch FRAN durchgeführte Verstetigung der Phasenbilder dargestellt.

4.4 Absorptionsspektroskopie

4.4.1 Aufbau und Datenaufnahme

Das verwendete Gerät Varian CARY 500D ist ein UV-VIS-IR-Spektrometer, welches die optische Dichte der zu vermessenden Probe in Abhängigkeit der eingestrahlten Wellenlänge ermittelt. Hierzu wird über ein Gitter monochromatisches Licht erzeugt, welches über einen Spiegel in einen Referenz- und einen Messstrahl aufgeteilt wird. Schematisch ist dies in Abbildung 4.9 dargestellt. Gemessen wird wellenlängenabhängig I_0 und I (vgl. Abschnitt 2.2.2.1), angegeben als optische Dichte $OD(\lambda)$.

Da nur der bestrahlte Bereich von Interesse ist und die Proben zur besseren Positionierung im Messhalter eine kleinere Dimension haben müssen, wird die Probe mittig zersägt. Dazu muss der bestrahlte Quarzquader entlang der Eindringrichtung des Strahlstroms exakt zwischen den im Polarisationsmikroskop zu sehenden Bragg-Peaks durchgeschnitten werden. Dies geschieht in einer Diamant-Kreissäge. Die Orientierung des Sägeschnitts ist in Abbildung 4.8 gezeigt.

Der Probenhalter ist in Abbildung 4.10 gezeigt. Der Probenhalter wurde selbst gefertigt und ist so konzipiert, dass auf einer Bohrung (Durchmesser 2 cm) Abblendplatten geklebt wurden, so dass nur ein Schlitz lichtdurchlässig ist. Da die Abblendplatten von Hand aufgeklebt wurden, zeigen die Schlitze eine leichte Keilform. Die Höhe wird daher jeweils als Mittel der gemessenen Höhen der Seiten angegeben. Da die Halter für jede CARY-Messung benutzt worden sind, sind die Daten untereinander vergleichbar. Der Mess-Schlitz hat eine Breite von $(20 \pm 0,2)$ mm und eine Höhe von (170 ± 30) μm . Der Referenz-Schlitz hat eine Breite von $(20 \pm 0,2)$ mm und eine Höhe von (190 ± 10) μm . In einem Teilstück können die Proben vor dem Schlitz fixiert werden. Mittels einer M3-Gewindestange kann das die Probe enthaltene Teilstück vertikal verschoben werden. Ein identischer Schlitz ohne Probenhalterung wird zur Verwendung im Referenzstrahl gefertigt.

Vor Beginn der Messungen wird das CARY mindestens drei Stunden eingeschaltet und zusätzlich mit gasförmigem Stickstoff gekühlt. Dies soll im UV-Bereich die Absorption durch Luft unterdrücken. Vor dem Einsetzen der Proben wird die sogenannte Baseline-Messung zur Untergrundkorrektur durchgeführt. Die Schlitze werden in den Referenz- und Messstrahl der Apparatur eingesetzt und das Spektrum im gewählten Wellenlängenbereich gemessen. Danach wird der Messstrahl geblockt und die „Zero-Transmission“-Kurve vermessen. Abweichungen von dem Sollwert wurden von der Auswertesoftware des CARYs automatisch von nachfolgenden Messungen abgezogen. Die gewählten Parameter der Datenaufnahme sind eine fixierte Bandbreite des Lichtstrahls von 5 nm, ein Datenintervall von 5 nm, eine Messzeit von 0,5 Sekunden je Datenpunkt und üblicherweise pro Spektrum ein Wellenlängenbereich von 175 nm bis 750 nm.

Nun wird das Teilstück mit den enthaltenen Proben eingesetzt, wobei die durchleuchtete Strecke orthogonal zur Eindringtiefe der Teilchen gewählt wird. Dadurch kann ein Tiefenprofil der Schädigung aufgenommen werden. Die vertikale Ausrich-

tung des Teilstücks entspricht der Höhe, bei der die zu vermessende Probe gerade den Schlitz komplett bedeckt. Die Probe werden zusätzlich so positioniert, dass der Bragg-Peak mittig vor dem Messschlitz liegt. Durch eine kreissymmetrische Bauweise des Teilstücks kann es zu einer Verkippung der Probe in Relation zum Schlitz kommen. Dieser Effekt wird durch sorgsames Arbeiten jedoch als gering eingeschätzt. Nun werden durch Drehen der M3-Gewindestange alle $125\ \mu\text{m}$ die Spektren über die gesamte Eindringtiefe der Teilchen (abhängig von Teilchensorte) und zwei weitere Spektren des Bereichs hinter der Eindringtiefe, welcher unbestrahlt war, aufgenommen.

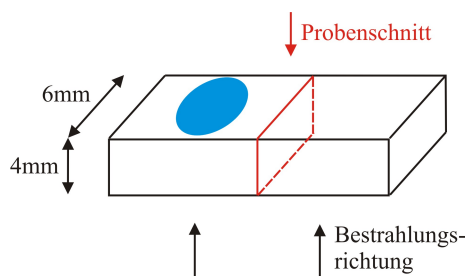


Abbildung 4.8 – Zur Untersuchung der Proben im CARY müssen die Proben mittig zersägt werden. Der Sägeschnitt ist in rot eingezeichnet.

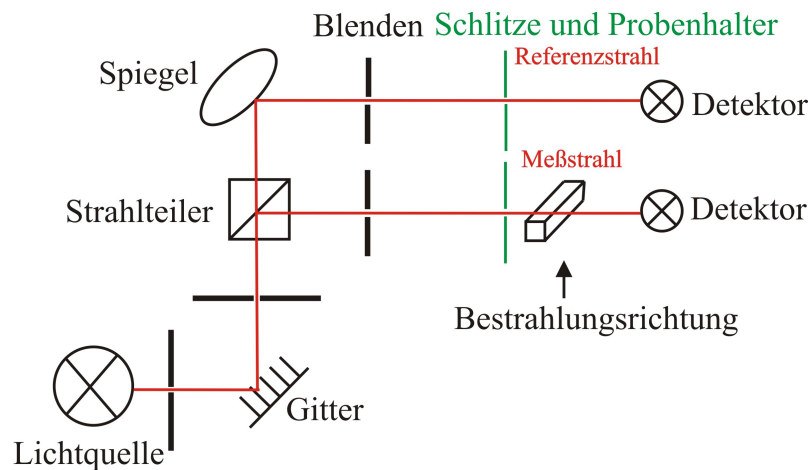


Abbildung 4.9 – Schematische Darstellung des CARY 500D und Orientierung der Probe während der Messungen. Das Licht der Lampe wird über ein Gitter in spektrale Anteile zerlegt, die mit einer eingestellten Bandbreite von $5\ \text{nm}$ über einen Strahlteiler in Referenz- und Messstrahl aufgeteilt werden. Beide Strahlen passieren jeweils einen selbstgebauten Schlitz. Die Orientierung der Probe im Messstrahl wird angedeutet. Der Detektor des Referenzstrahls misst die Intensität I_0 , der Messdetektor die transmittierte Intensität I .

4.4.2 Auswertung

Zur Auswertung wurden die gemessenen Spektren in ORIGIN importiert. Die Spektren wurden in Bereiche unterteilt ($175\text{-}300\ \text{nm}$, $300\text{-}500\ \text{nm}$, $500\text{-}750\ \text{nm}$) und bei

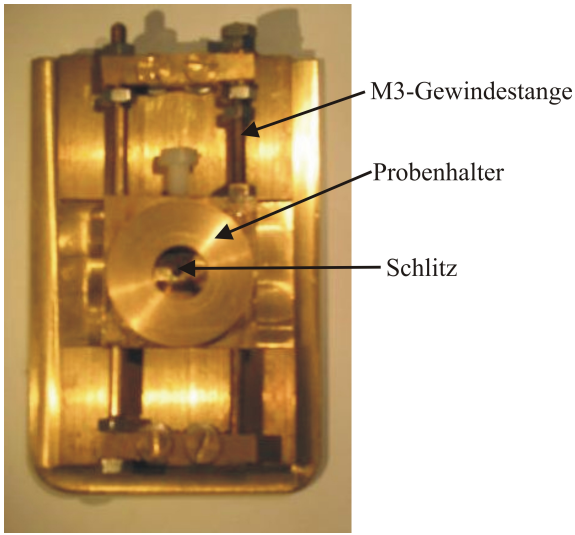


Abbildung 4.10 – Verwendeter Messhalter für die CARY-Messungen. In der rückwärtigen Platte befindet sich ein Schlitz, durch den das Licht gelangen kann. Im Probenhalter werden die Proben fixiert und mittels der M3-Gewindestange die Höhe der Proben variiert. Dadurch kann ein Tiefenprofil der Strahlenschädigung erstellt werden.

einer fest gewählten Wellenlänge (300 nm, 500 nm, 750 nm) auf Null normiert. Dies ist nötig, da es durch thermische Drift im CARY dennoch zu geringen Offsets zwischen den Einzelspektren kommt. Es werden an die Absorptionsbanden Gauss-Funktionen angepasst. Dies wird in Abbildung 4.11 veranschaulicht. Im Bereich zwischen 175 nm und 300 nm ist es nötig, mehrere Peaks anzupassen. Die Absorptionsbanden im höherwelligen Bereich (ab 300 nm) werden einzeln angepasst. Es werden maximale Amplituden und Schwerpunkte der Gauss-Peaks ermittelt. Die Schwerpunkte werden zur Zuordnung zu einzelnen Defekttypen genutzt, während die Amplituden als Maß für die im durchleuchteten Bereich der Probe enthaltene Defektkonzentration genommen werden. Die ermittelten Amplituden werden in Abhängigkeit der Eindringtiefe der Teilchen aufgetragen. Zur Berechnung der Eindringtiefe wird die Schrittweite von 125 μm je Spektrum herangezogen.

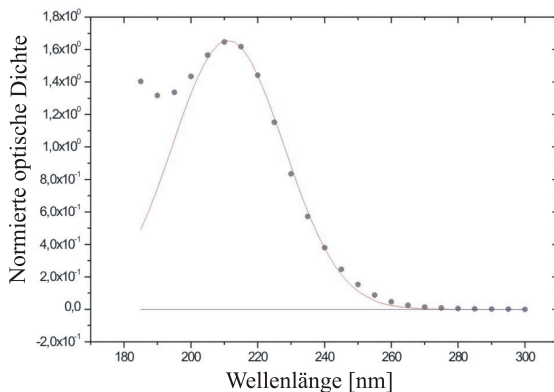


Abbildung 4.11 – Die gemessenen Spektren werden in ORIGIN importiert und bei fest gelegten Wellenlängen auf Null normiert. Aufgetragen sind die normierte optische Dichte gegen die Wellenlänge des transmittierten Lichts. Als Baseline wird Null festgelegt, die Punkte sind gemessene Werte, die durchgezogene Linie stellt den Fit des Gauss-Peaks dar.

4.5 Positronenannihilationsspektroskopie

4.5.1 Die Bonner Positronen-Mikrosonde: Aufbau

Hier wird kurz auf den prinzipiellen Aufbau der Bonner Positronen-Mikrosonde eingegangen. Abbildung 4.12 zeigt den Aufbau schematisch. Aus einer ^{22}Na -Quelle werden Positronen emittiert. Der Wolfram-Moderator emittiert die Positronen mit einer Energie von 2,6 eV. Durch eine angelegte Ziehspannung werden die moderierten Positronen aus dem Moderator-Bereich gezogen und mittels einer Beschleunigungselektrode auf 30 keV gebracht. Das Prinzip des Strahlengangs für Elektronen und Positronen ist in Abbildung 4.12 dargestellt, die jeweiligen Fokuspunkte sind als Kreuze markiert. Der Positronen-Kondensator erzeugt ein Bild vor dem Prisma und nach der 90°-Ablenkung der Positronen in die Säule, in der sich weitere Strahljustiersysteme befinden, die eine Strahlverkleinerung und Fokussierung des Strahls vornehmen. Die Probe befindet sich auf einem XY-Tisch, welcher rechnergesteuert die zu vermessenden Koordinaten ansteuert. Zur Bestimmung der Koordinaten wird das Rasterelektronenmikroskop verwendet. Der unter dem Proben Tisch liegende Germaniumdetektor detektiert die Annihilationsstrahlung der in der Probe zerstrahlenden Positronen. Ebenso wird zur Kontrolle eine ^7Be -Quelle ($E_\gamma=478$ keV, am Boden der Probenkammer fixiert) als Referenzlinie mitgemessen.

Weitere Details zur Positronen-Mikrosonde sind zu finden in [HAA03].

4.5.2 Datenaufnahme

Um ein Tiefenprofil der Strahlenschädigung in den Proben mittels Positronenannihilation zu erstellen, müssen die Proben ein weiteres Mal zersägt werden. Hierbei verläuft der Sägeschnitt parallel zur Strahlstromrichtung, gezeigt in Abbildung 4.13. Die Proben werden für die Messung in passende Halter eingeklebt, so dass die gesägte Seite mit der Halteroberfläche abschliesst. Zusätzlich darf der Halter nur so dimensioniert sein, dass zwar der zu messende Bereich durch den Positronenstrahl gefahren werden kann, bei einem Verfahren durch den Proben Tisch darf der Halter die in der Probenkammer befindenden Bauteile der Mikrosonde nicht berühren.

Bei hinreichend gutem Vakuum in der Probenkammer werden die Koordinaten ermittelt. Zur Ermittlung der Eckpunkte der Probe wird das Rasterelektronenmikroskop benutzt. Hierbei muss zügig und mit sehr kleinem Strahlstrom gearbeitet werden, da das Quarzglas sich elektrisch auflädt. Nach Bestimmung der Koordinaten wird mindestens 30 Minuten bis zum Start der Positronenmessung gewartet, um einen störenden Effekt durch die Aufladung zu minimieren. Die Entladung der Proben erfolgt über den Massekontakt zum Gehäuse des Aufbaus. Um dies zu begünstigen, wird auf der Rückseite der Proben, die nicht vermessen wird, ein Kontakt zum Aluminiumhalter über Leitsilber hergestellt [BAK03]. Nach Umstellung auf den Positronenmodus muss der zuvor bestimmte Fokus eingestellt werden. Dieser wird über die Schärfe des Elektronenbildes ermittelt.

Über das Programm POINTMAKER wird eine Punktematrix erstellt, die von der

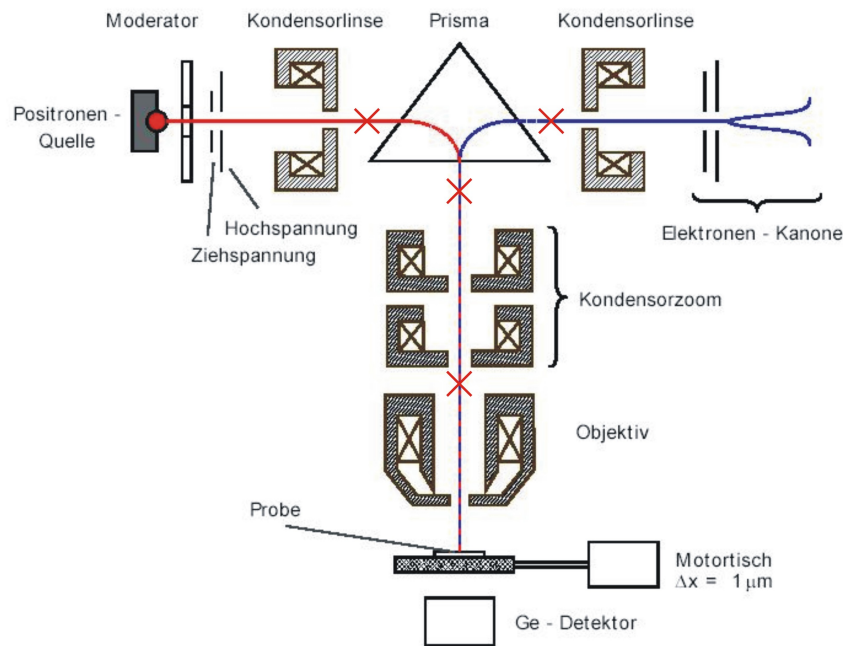


Abbildung 4.12 – Schematischer Aufbau der Positronen-Mikrosonde. Die Elektronen-Seite (rechts) wird zur Ermittlung der Koordinaten benutzt. Die Positronen-Seite (links) umfasst die Quelle, den Moderator und eine Kondensorlinse. Durch das Prisma werden sowohl Positronen, als auch Elektronen in die Strahljustier-Säule gelenkt, in der sich weitere Systeme zur Strahlfokussierung befinden. Die jeweiligen Fokuspunkte sind als Kreuze markiert. Die Probe befindet sich auf einem XY-Tisch. Die Annihilationsquanten werden in einem Germanium-Detektor nachgewiesen, welcher direkt unter dem Probenstisch angebracht ist [HAA03].

Steuerung des Schrittmotors ausgelesen wird und automatisch angefahren wird. Vor der eigentlichen Messung muss noch die Abweichung der Koordinaten zwischen Elektronen- und Positronenmodus ermittelt werden. Dazu wird eine flache Federbronze in Spitzenform zurecht geschnitten und auf den Halter geklebt. Über die Koordinaten der Spitze wird ein Matrix-Scan gelegt. Zusätzlich kann bei dieser Messung noch der Durchmesser des Positronenstrahls ermittelt werden. Der Fokus wird so gewählt, dass der Durchmesser des Positronenstrahls bei ca. $100 \mu\text{m}$ liegt, da der Abstand der Messpunkte bei $150 \mu\text{m}$ liegt. Je Messpunkt wird die Dauer so gewählt, dass 200.000 Zählereignisse im Photo-Peak enthalten sind. Testmessungen haben gezeigt, dass diese Zählrate bei der Auswertung über den S-Parameter ausreicht, damit der Fehler des S-Parameters geringer ist als der Effekt durch die Bestrahlung.

Der vermessene Bereich wird aufgrund sehr langer Messzeit pro Punkt auf den bestrahlten Bereich beschränkt.

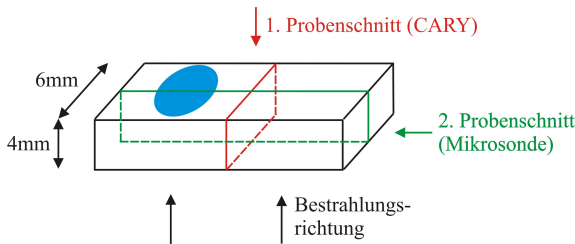


Abbildung 4.13 – Zur Aufnahme des Tiefenprofils der Strahlenschädigung müssen die Proben erneut zersägt werden, da die Diffusionslänge der Positronen viel geringer als die Dimension der Probe ist.

4.5.3 Auswertung

Die Auswertung der Spektren erfolgt im Programm MSpec über den S-Parameter. Im MSpec werden die Zählrate pro Kanal dargestellt und über eine Energieeichung werden die Kanäle in Energien umgerechnet. Um vergleichbare Daten zu erhalten, wird eine optisch polierte Quarzglasprobe als Referenz benutzt und die Definition der nötigen Parameter bei dieser Messung festgelegt. Alle weiteren Spektren werden mit diesem Parameter-File ausgewertet.

Der Doppler-verbreiterte Annihilationspeak bei 511keV enthält A Zählereignisse. In der Mitte des Annihilationspeaks wird ein Bereich A_S festgelegt, so dass $S_{\text{Referenz}} = A_S/A \approx 0,5$. Dies ist in Abbildung 4.14 für unverformtes und verformtes Eisen gezeigt. Im Gegensatz zu Metallen ist bei höherer Defektkonzentration in Quarzglas der S-Parameter kleiner. Um Messungen untereinander vergleichen zu können, wird der relative S-Parameter $S_{\text{Relativ}} = S_{\text{Messpunkt}}/S_{\text{Referenz}}$ angegeben.

Die Messpunkte der Proben werden ausgewertet und ihren Koordinaten entsprechend in eine ORIGIN-Matrix eingefügt. Über einen Kontur-Plot wird den Achsen des Diagramms die X- und Y-Richtung der Probe zugeordnet, farblich dargestellt sind die Werte des relativen S-Parameters. Alle Diagramme werden in einer 36-Level-Farbkodierung dargestellt. Es ist jedoch nicht möglich, einheitliche Maximal- und Minimalwerte der Farbskala festzulegen. Durch die geringen Unterschiede des relativen S-Parameters wäre in diesem Fall kein Effekt durch die Bestrahlung in den

Proben zu sehen.

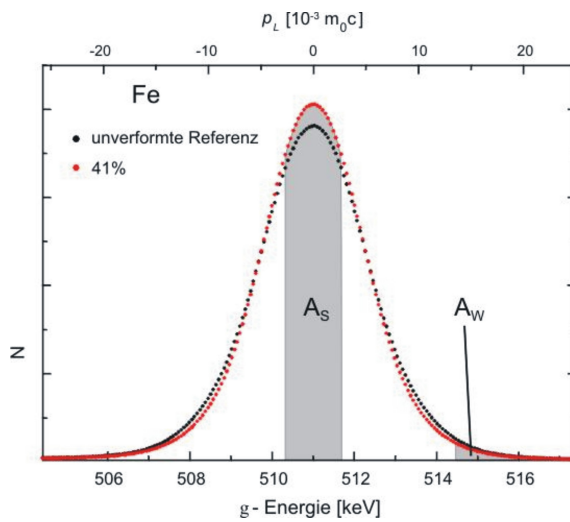


Abbildung 4.14 – In der Mikrosonde gemessenes Annihilationsspektrum, hier für Eisen. Zur Auswertung der Spektren wird der S-Parameter festgelegt (Definition im Text) [HAA03]. Anders als bei Eisen sinkt in Quarzglas der S-Parameter bei höherer Defektkonzentration.

Kapitel 5

Ergebnisse

5.1 Spannungsoptische Untersuchung

Im Polarisationsmikroskop aufgenommene Fotos werden zur Auswertung genutzt. Zugrunde liegt die durch Bestrahlungen induzierte mechanische Spannung in den Proben. Es sind nur Messungen, die gemeinsam in einer Messreihe aufgenommen werden, miteinander vergleichbar. In der jeweiligen theoretischen Stop-Tiefe ist eine rot gestrichelte Linie eingezeichnet. Die entsprechenden Wellenlängen der verwendeten Resonanzfrequenzen sind als schwarze gestrichelte Linien in den Diagrammen dargestellt und kennzeichnen somit die Bereiche minimaler Teilchenauslenkung.

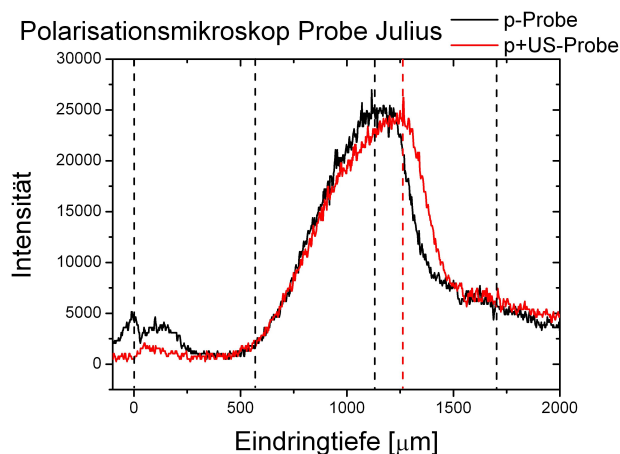


Abbildung 5.1 – Um das Tiefenprofil zu erhalten, wird eine Profillinie parallel zur Eindringtiefe der Teilchen im Foto eingezeichnet, die jeweiligen Pixel in Abstände umgerechnet und die Intensität in Abhängigkeit der Tiefe dargestellt. Die Stirnseite der Proben wird jeweils auf Null normiert. Gezeigt wird hier das Tiefenprofil von Probe „Julius“. Es wurde mit 14 MeV-Protonen bestrahlt. Die integrale Ionendosis beträgt 22,5 mC. Die verwendete Resonanzfrequenz beträgt 10,62 MHz.

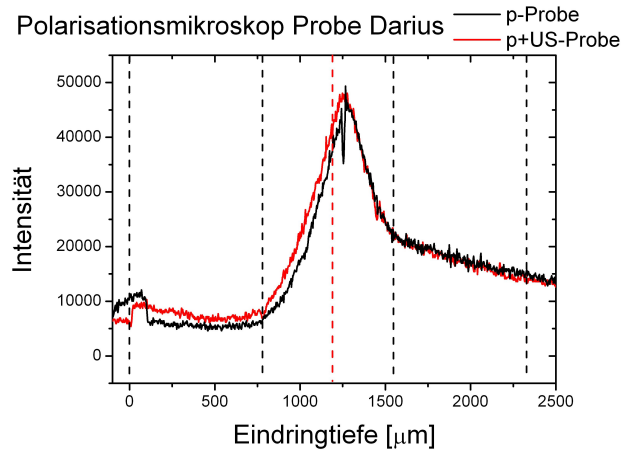


Abbildung 5.2 – Dargestellt ist das Tiefenprofil von Probe „Darius“. Die Probe wurde mit 14 MeV-Protonen bestrahlt. Die integrale Ionendosis beträgt 17,2 mC. Die verwendete Resonanzfrequenz beträgt 7,75 MHz.

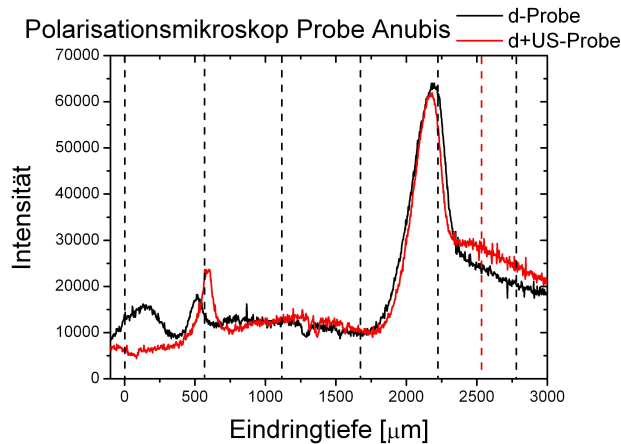


Abbildung 5.3 – Das Tiefenprofil von Probe „Anubis“, ermittelt aus den spannungsoptischen Aufnahmen, wird hier dargestellt. Die Probe wurde mit Deuteronen einer Energie von 28 MeV bestrahlt. Die integrale Ionendosis beträgt 33 mC. Die verwendete Resonanzfrequenz beträgt 10,78 MHz. Aufgrund der verwendeten Blende sind zwei Stop-Tiefen in der Probe. Die durch Bohrungen gelangenden Deuteronen gelangen in eine grössere Tiefe als die durch eine Aluminiumblende abgeschwächten Deuteronen.

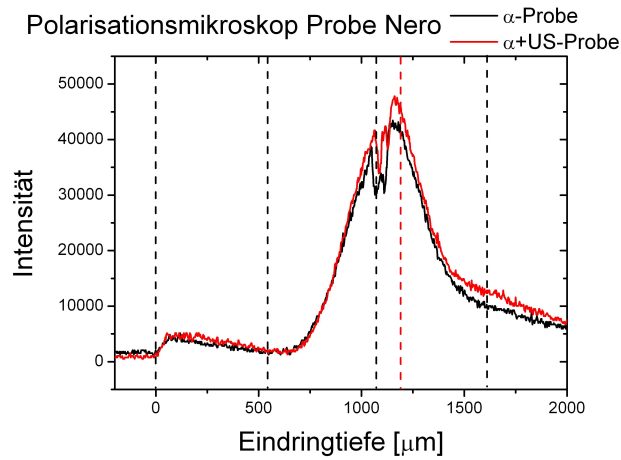


Abbildung 5.4 – Dargestellt ist das Tiefenprofil von Probe „Nero“. Die Probe wurde mit Helium-Kernen einer Energie von 54 MeV bestrahlt. Die integrale Ionendosis beträgt 13,5 mC. Die verwendete Resonanzfrequenz beträgt 11,24 MHz. Die theoretisch berechnete Stop-Tiefe ist als gestrichelte Linie eingezeichnet.

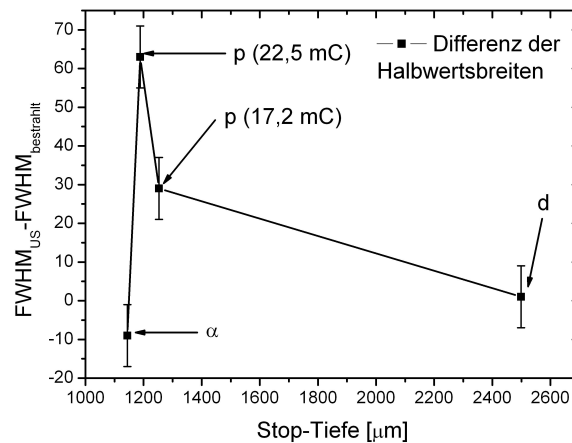


Abbildung 5.5 – Nach Bestimmung der Halbwertsbreiten der Kurven, die in vorherigen Diagrammen gezeigt wurden, wird jeweils die Differenz zwischen der Breite der Kurven mit und ohne Ultraschall-Einfluss während der Bestrahlung berechnet. Diese Differenz wird in Abhängigkeit der Stop-Tiefen der Teilchen dargestellt. Der Fehler der Halbwertsbreitenberechnung wird auf 12 µm abgeschätzt. Die verwendeten Strahlteilchen der jeweiligen Bestrahlungen sind vermerkt, bei Protonenbestrahlungen zusätzlich die implantierte Ionendosis.

5.2 Interferometrische Untersuchung

Bei den hier vorgestellten Interferogrammen wird der Fehler der Brechungsindexänderung mit $\Delta(\Delta n) = 2 \cdot 10^{-5}$ angegeben.

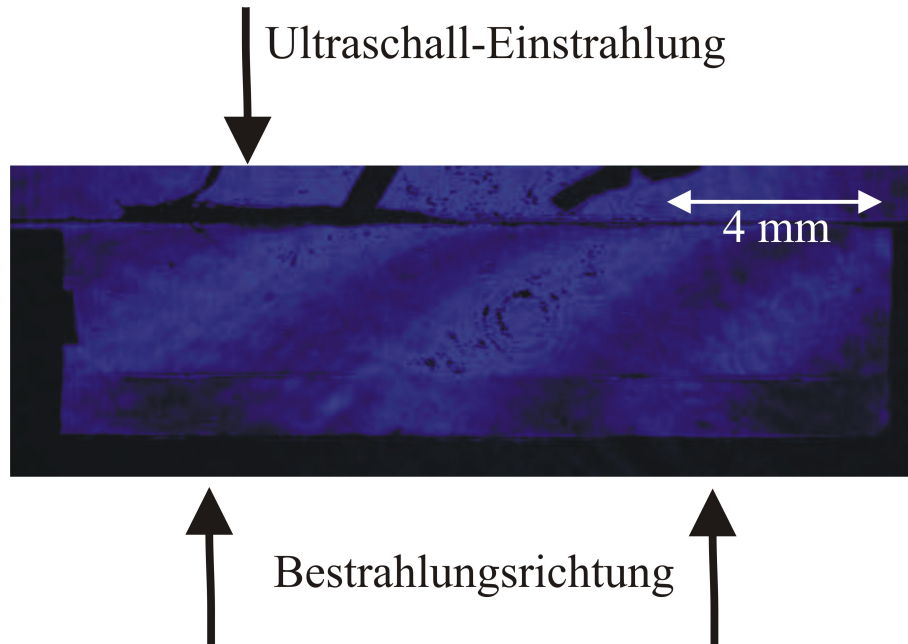


Abbildung 5.6 – Exemplarisch wird hier der Verlauf der Phasenänderung, gemessen mittels des Interferometers, an der Protonen-bestrahlten Probe „Julius“ gezeigt. Von unten im Bild wird die Probe bestrahlt. Die implantierte Ionen-Dosis beträgt integral 22,5 mC, aufgeteilt auf zwei Positionen. Deutlich zu erkennen ist der Phasensprung an den beiden Bragg-Peaks, welche in der theoretisch simulierten Stop-Tiefe der Teilchen liegen. Von oben im Bild wird auf der linken Position des bestrahlten Bereichs während der Bestrahlung die Ultraschallwelle eingestrahlt. Der rechts liegende bestrahlte Bereich ist ohne Ultraschall-Einfluss bestrahlt worden.

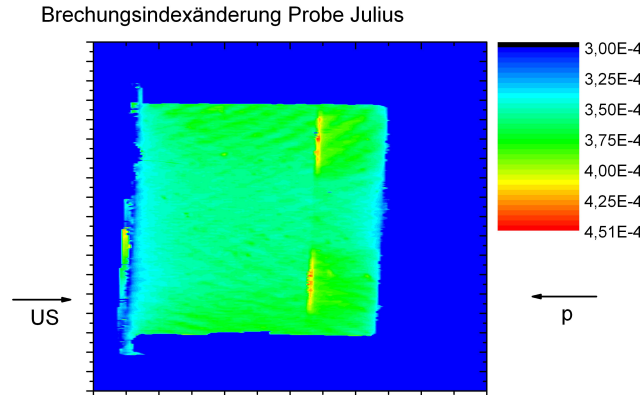


Abbildung 5.7 – Ortsaufgelöste Brechungsindexänderung Δn von der Protonenbestrahlten Probe „Julius“. Von rechts im Bild wird die Probe bestrahlt. Die implantierte Ionen-Dosis beträgt integral 22,5 mC, aufgeteilt auf zwei Positionen. Von links im Bild wird auf der unteren Position des bestrahlten Bereichs während der Bestrahlung die Ultraschallwelle eingestrahlt. Der obere bestrahlte Bereich ist ohne Ultraschall-Einfluss bestrahlt worden.

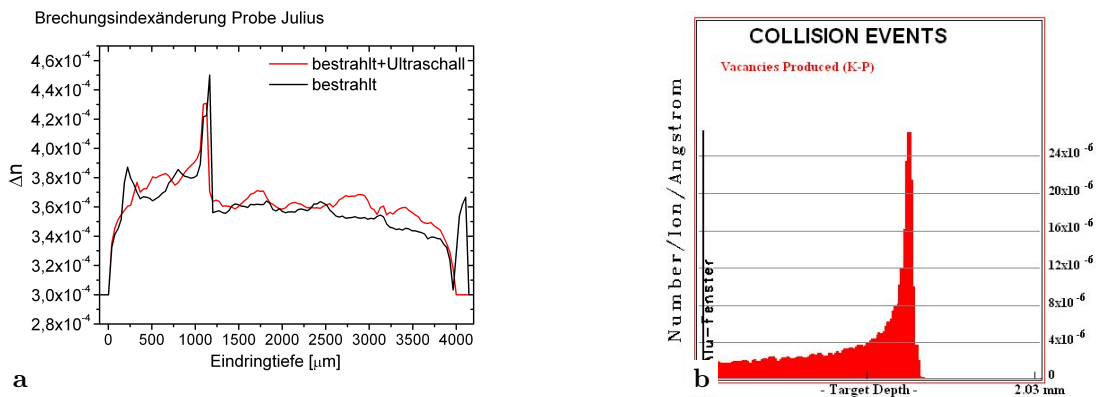


Abbildung 5.8 – Darstellung der gemessenen Brechungsindexänderung mittels eines Linienprofils, jeweils durch die bestrahlten Regionen mit und ohne Ultraschall-Einfluss. Aufgetragen ist Δn gegen die Eindringtiefe der Protonen, hier für Probe „Julius“. Zum Vergleich ist die mittels SRIM berechnete Leerstellenverteilung dargestellt.

(a) Gemessene Brechungsindexänderung, dargestellt als Linienprofil.

(b) Berechnete Leerstellenverteilung nach SRIM für Protonenbestrahlung.

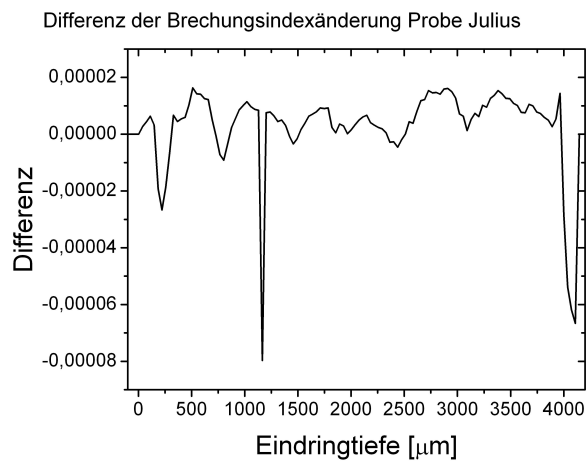


Abbildung 5.9 – Differenz der Brechungsindexänderung in den bestrahlten Regionen von Probe „Julius“. Die Differenz wird aus den vorher gezeigten Linienprofilen ermittelt. Deutlich zu erkennen ist die Verbreiterung des Bragg-Peaks in der Stop-Tiefe der Protonen bei ca. 1200 μm .

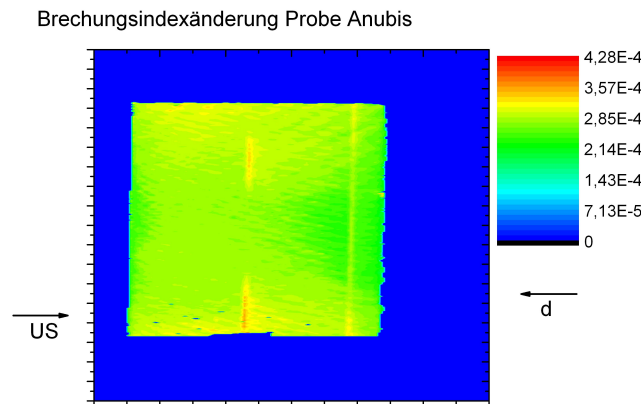


Abbildung 5.10 – Ortsaufgelöste Brechungsindexänderung Δn der Deuteronenbestrahlten Probe „Anubis“. Von rechts im Bild wird die Probe bestrahlt. Die implantierte Ionen-Dosis beträgt integral 33 mC, aufgeteilt auf zwei Positionen. Von links im Bild wird auf der unteren Position des bestrahlten Bereichs während der Bestrahlung die Ultraschallwelle eingestrahlt. Der obere bestrahlte Bereich ist ohne Ultraschall-Einfluss bestrahlt worden. Zu sehen sind zwei Stop-Tiefen der Deuteronen. Dies resultiert aus einer 1,5 mm dicken Abschirmblende, wodurch die gesamte Probe bestrahlt wurde. In grösserer Eindringtiefe stoppen die Deuteronen, die durch die Bohrungen unabgeschwächt in die Probe eindringen.

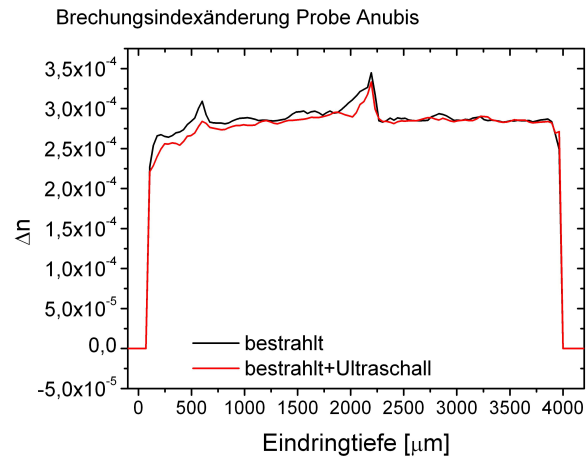


Abbildung 5.11 – Darstellung der gemessenen Brechungsindexänderung mittels eines Linienprofils, jeweils durch die bestrahlten Regionen mit und ohne Ultraschall-Einfluss. Aufgetragen ist Δn gegen die Eindringtiefe der Deuteronen, hier für Probe „Anubis“.

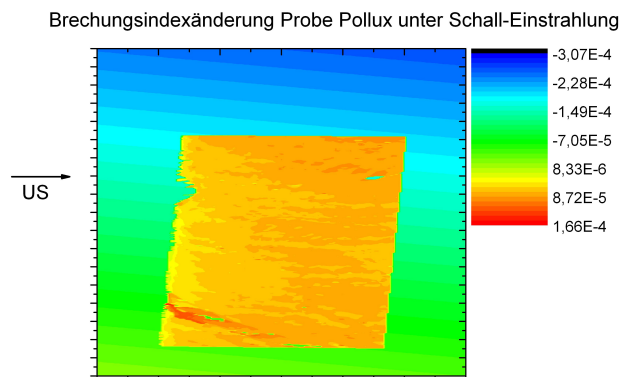


Abbildung 5.12 – Ortsaufgelöste Brechungsindexänderung Δn von Probe „Pollux“. Während der Aufnahme der Interferogramme befinden sich in der Probe Ultraschallwellen in der Resonanzfrequenz (12,28 MHz) mit gleicher Amplitude, die während der Strahlzeiten eingestellt wird (60 V_{SS}).

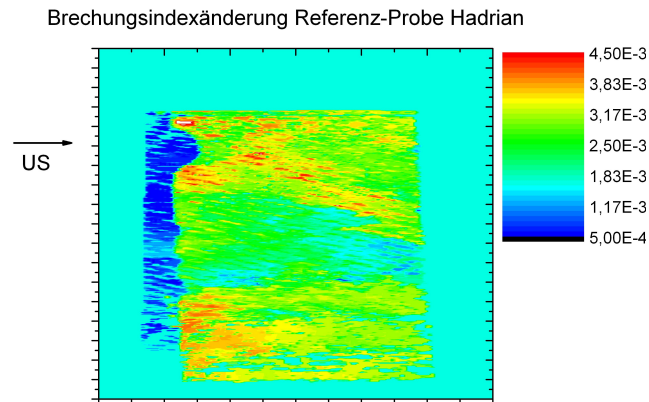


Abbildung 5.13 – Ortsaufgelöste Brechungsindexänderung Δn von Probe „Hadrian“. Diese Probe wurde nicht bestrahlt. Es wurde für mehrere Tage Ultraschallwellen in die Probe eingespeist, um zu testen, ob der Ultraschall auf die Quarzglas-Struktur Einfluss hat.

5.3 Absorptionsspektroskopie

Mittels der Absorptionsspektroskopie werden Absorptionsbanden in Abhängigkeit von Wellenlängen gemessen. An diese Absorptionsbanden werden Gauss-Kurven angepasst, deren Amplitude ein Maß für die enthaltene Defektkonzentration ist. Über den verwendeten Messschlitz und die Lage der Proben zu diesem Messschlitz ist eine Zuordnung der angepassten Amplituden an die Eindringtiefe der Strahlteilchen möglich. Die Zuordnung der Defekte zu den Absorptionsbanden ist aus der Literatur bekannt. In den Diagrammen ist die jeweilige theoretischen Stop-Tiefe der Teilchen als gestrichelte schwarze Linie eingezeichnet.

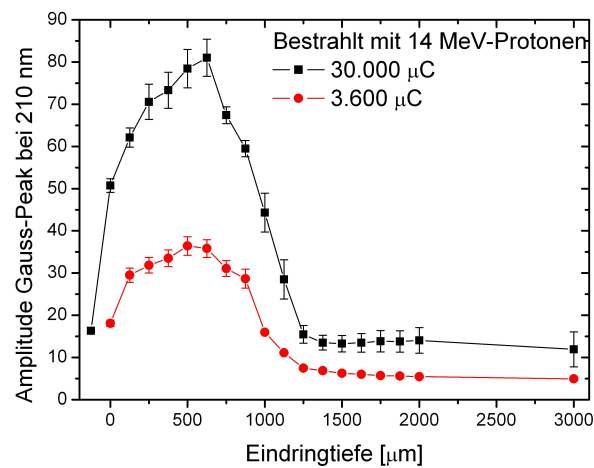


Abbildung 5.14 – Angepasste Amplitude bei 210 nm in Abhängigkeit der Eindringtiefe der Teilchen. Bestrahlt wurde mit 14 MeV-Protonen bis 3.600 μC , eine weitere Probe bis 30.000 μC .

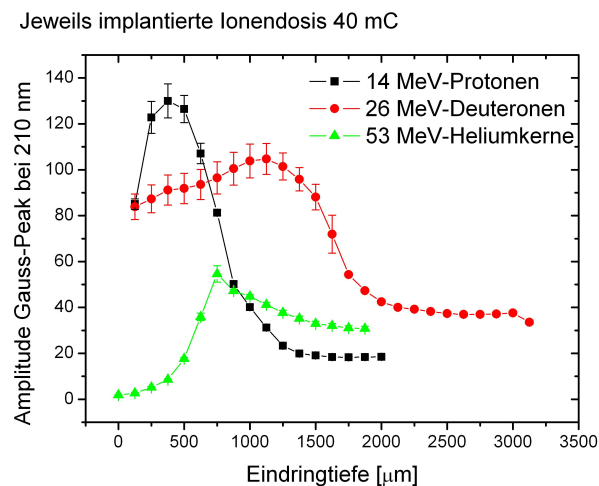


Abbildung 5.15 – Angepasste Amplitude bei 210 nm in Abhängigkeit der Eindringtiefe der Teilchen. Bestrahlt wurde mit 14 MeV-Protonen, 26 MeV-Deuteronen und 53 MeV-Heliumkernen jeweils bis zu einer Dosis von 40 mC.

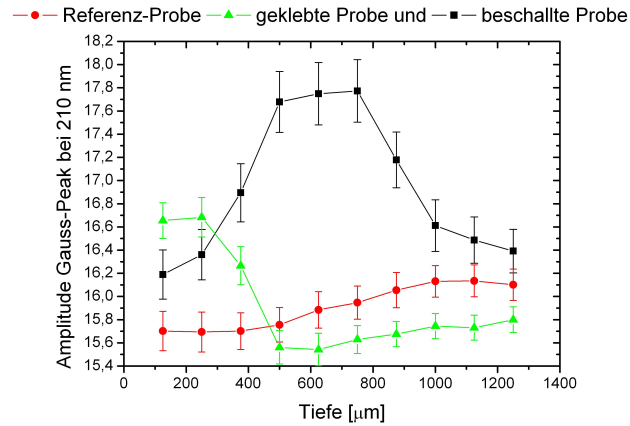


Abbildung 5.16 – *Angepasste Amplitude bei 210 nm in Abhängigkeit der Tiefe. Die Messungen werden an einer Probe „wie geliefert“ (Referenz), nach dem Aufbringen der Piezokeramik (geklebt) und nach Einstrahlung von Ultraschallwellen für mehrere Tage (beschallt) durchgeführt.*

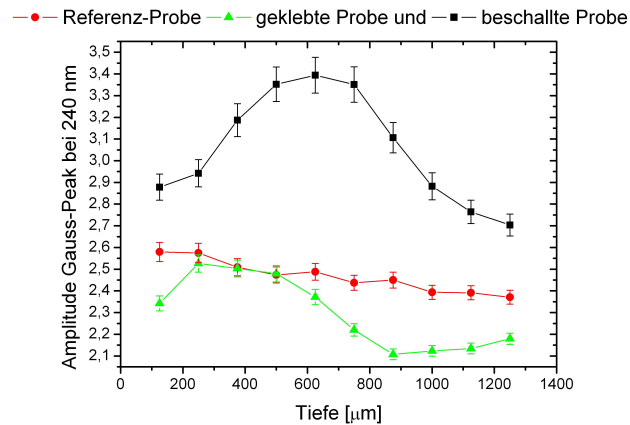
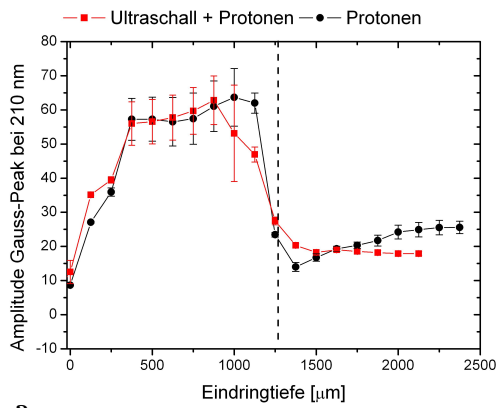
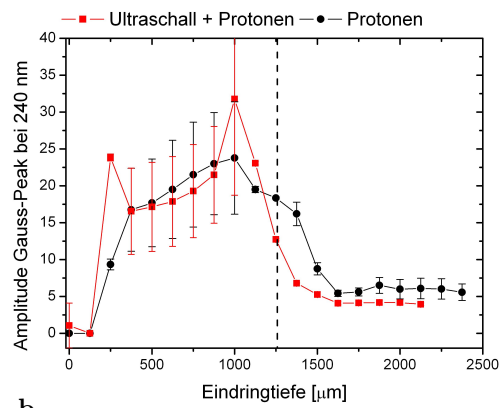


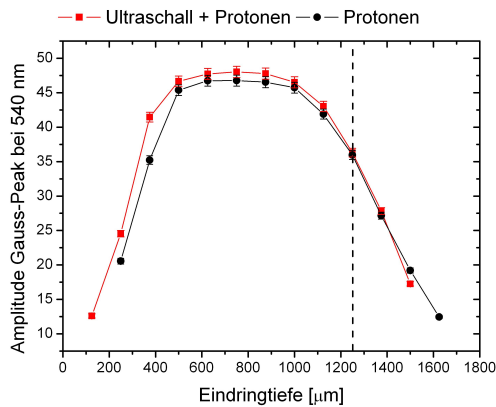
Abbildung 5.17 – *Angepasste Amplitude bei 240 nm in Abhängigkeit der Tiefe. Die Messungen werden an einer Probe „wie geliefert“ (Referenz), nach dem Aufbringen der Piezokeramik (geklebt) und nach Einstrahlung von Ultraschallwellen für mehrere Tage (beschallt) durchgeführt.*



a



b



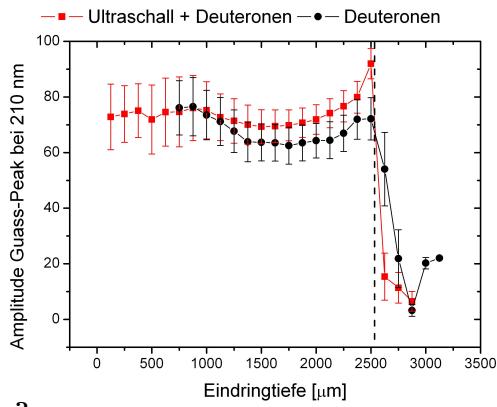
c

Abbildung 5.18 – *Angepasste Amplitude in Abhängigkeit der Eindringtiefe der Teilchen bei Probe „Julius“.* In schwarz dargestellt ist der Verlauf der bestrahlten Probe, die rot dargestellten Punkte entsprechen der Probe, die zusätzlich zur Bestrahlung Ultraschallwellen ausgesetzt ist. Die Probe wurde mit 14 MeV-Protonen bestrahlt. Die integrale Ionendosis beträgt 22,5 mC. Die verwendete Resonanzfrequenz beträgt 10,62 MHz.

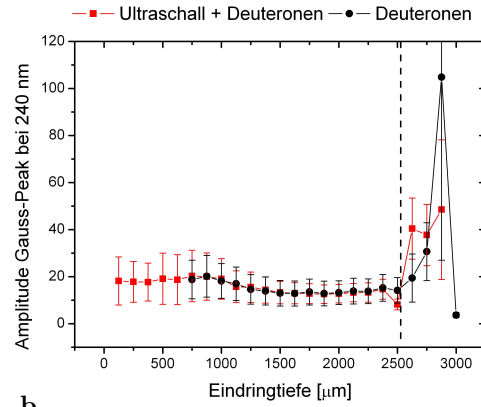
(a) *Angepasste Amplitude bei 210 nm.*

(b) *Angepasste Amplitude bei 240 nm.*

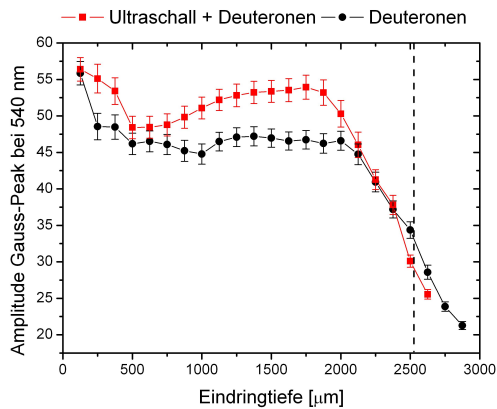
(c) *Angepasste Amplitude bei 540 nm.*



a



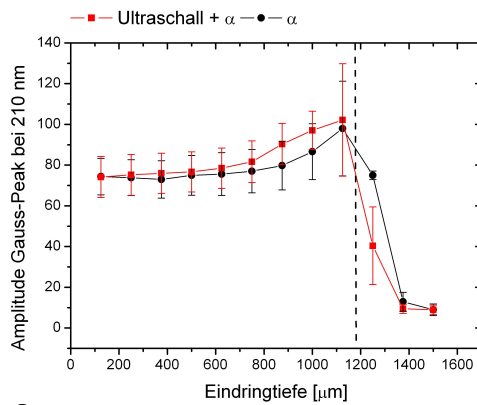
b



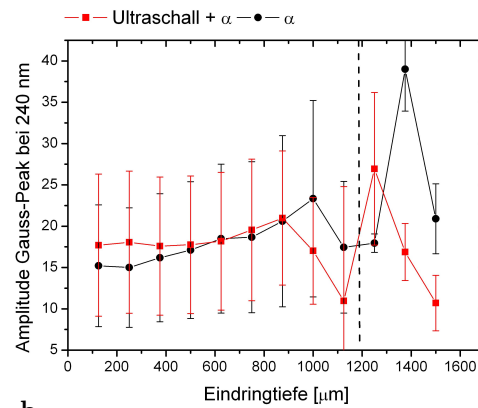
c

Abbildung 5.19 – *Angepasste Amplitude in Abhängigkeit der Eindringtiefe der Teilchen bei Probe „Anubis“. In schwarz dargestellt ist der Verlauf der bestrahlten Probe, die rot dargestellten Punkte entsprechen der Probe, die zusätzlich zur Bestrahlung Ultraschallwellen ausgesetzt ist. Die Probe wurde mit Deuteronen einer Energie von 28 MeV bestrahlt. Die integrale Ionen-dosis beträgt 33 mC. Die verwendete Resonanzfrequenz beträgt 10,78 MHz.*

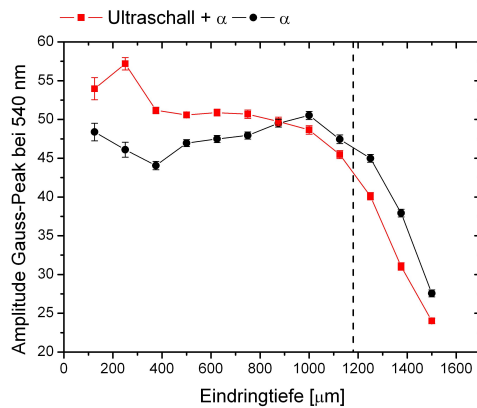
(a) *Angepasste Amplitude bei 210 nm.*
 (b) *Angepasste Amplitude bei 240 nm.*
 (c) *Angepasste Amplitude bei 540 nm.*



a



b



c

Abbildung 5.20 – *Angepasste Amplitude in Abhängigkeit der Eindringtiefe der Teilchen bei Probe „Nero“. In schwarz dargestellt ist der Verlauf der bestrahlten Probe, die rot dargestellten Punkte entsprechen der Probe, die zusätzlich zur Bestrahlung Ultraschallwellen ausgesetzt ist. Die Probe wurde mit Helium-Kernen einer Energie von 54 MeV bestrahlt. Die integrale Ionendosis beträgt 13,5 mC. Die verwendete Resonanzfrequenz beträgt 11,24 MHz.*

(a) *Angepasste Amplitude bei 210 nm.*
 (b) *Angepasste Amplitude bei 240 nm.*
 (c) *Angepasste Amplitude bei 540 nm.*

5.4 Positronenannihilationsspektroskopie

Über die Positronenannihilationsspektroskopie können Rückschlüsse auf das im Quarzglas enthaltene freie Volumen geschlossen werden. Dies ist möglich, da das vorhandene freie Volumen starken Einfluss auf die Positroniumsformation hat. In freiem Volumen ist der Positroniumsanteil erhöht. Durch den geringen Impuls des Elektrons, welches mit dem Positron zerstrahlt, kommt es zu einer schmalen Annihilationslinie. Hieraus wird ein grosser S-Parameter errechnet. Durch Bestrahlung werden Fehlstellen auf atomarer Skala in das Material eingebracht, wodurch sich der Anteil der Zerstrahlung aus Positroniumzuständen verringert. Daraus resultiert ein kleinerer S-Parameter, da durch den erhöhten mittleren Impuls der Zerstrahlungselektronen die Annihilationskurve verbreitert wird.

Um den Einfluss der Probenpräparation auf die Bestimmung des S-Parameters abschätzen zu können, wird eine optisch polierte Probe in der Mikrosonde gemessen. Eine Probe ist gesägt, dies ist nötig zur Messung, da die Diffusionslänge der Positronen viel geringer ist als die Wegstrecke von der Oberfläche der ungesägten Probe bis zum bestrahlten Gebiet. Die jeweils bestrahlten Proben müssen für diese Messung mittig durchgesägt werden. Eine Probe, auf die eine Piezokeramik aufgeklebt wurde, und eine Probe, die mehrere Tage Ultraschall-Einkopplung unterlag, werden vermessen. Es werden an verschiedenen Positionen der jeweiligen Probe Datenpunkte aufgenommen, die Spektren addiert und der S-Parameter ermittelt. Pro Spektrum sind ca. 200.000 Zählereignisse enthalten. Die Resultate werden in Tabelle 5.1 angegeben.

Bei der vorgestellten Messung ist der Abstand zwischen den einzelnen Messpunkten $150 \mu\text{m}$. Der Durchmesser des Positronenstrahls ist geringer als die Schrittweite zwischen den einzelnen Messpunkten. In dem Diagramm, welches zum Vergleich das Tiefenprofil des gemessenen S-Parameters der bestrahlten Probe und der Probe mit Ultraschall-Einfluss darstellt, ist die theoretische Stop-Tiefe der Teilchen als gestrichelte Linie eingezeichnet.

Tabelle 5.1 – *Ermittelter relativer S-Parameter in verschiedenen Stadien der Probenpräparation und nach Einkopplung von Ultraschall, sowie Anzahl der gemessenen Spektren.*

Probenzustand	Anzahl der Einzelspektren	relativer S-Parameter
Optisch poliert	100	$1,00000 \pm 2,04 \cdot 10^{-4}$
Gesägt	100	$1,00155 \pm 2,13 \cdot 10^{-4}$
Aufgeklebte Piezokeramik	170	$1,014374 \pm 2,18 \cdot 10^{-4}$
Beschallt	430	$1,013227 \pm 1,44 \cdot 10^{-4}$

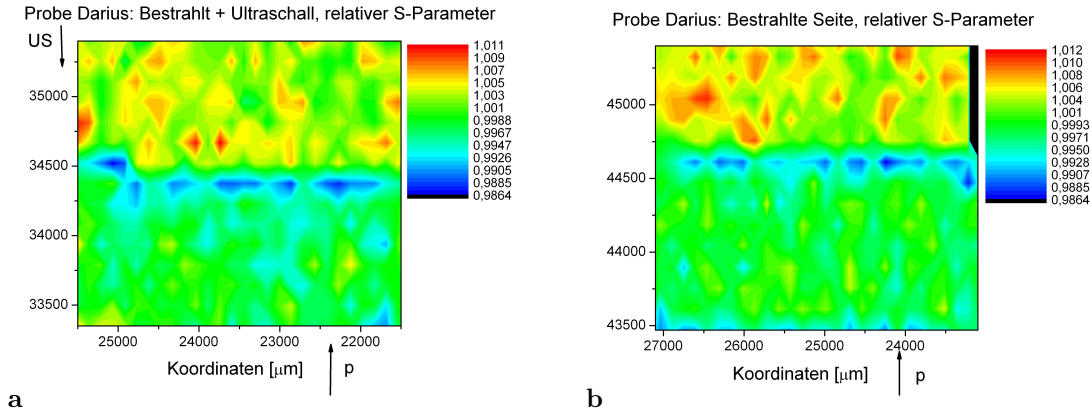


Abbildung 5.21 – Falschfarben-Darstellung des relativen S -Parameters der Messung von Probe „Darius“. Die Schrittweite zwischen den einzelnen Messpunkten beträgt $150 \mu\text{m}$. Die Probe wurde mit 14 MeV -Protonen bestrahlt. Die integrale Ionendosis beträgt $17,2 \text{ mC}$. Die verwendete Resonanzfrequenz beträgt $7,75 \text{ MHz}$.
 (a) Relativer S -Parameter der Probe „Darius“, bestrahlt unter Ultraschall-Einfluss.
 (b) Relativer S -Parameter der bestrahlten Seite von Probe „Darius“.

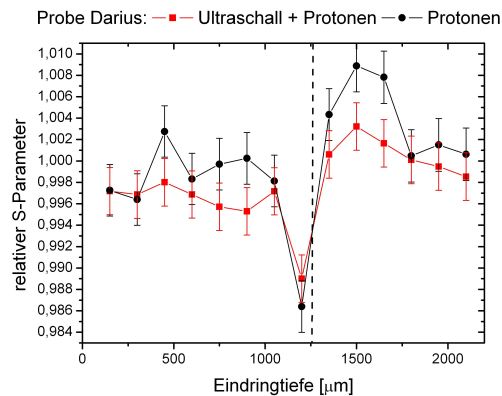


Abbildung 5.22 – Darstellung des relativen S -Parameters in Abhängigkeit der Eindringtiefe der Teilchen. In schwarz gezeichnet ist die bestrahlte Probe, der Verlauf in roter Farbe stellt die Probe dar, welche zusätzlich zur Bestrahlung noch dem Ultraschall-Einfluss ausgesetzt war. Die gestrichelte Linie markiert die theoretische Stop-Tiefe der Protonen.

Kapitel 6

Diskussion

Bei Bestrahlung entstehen entlang der Teilchenbahn Schädigungen in der Quarzglasstruktur. Diese entstehen in geringen Eindringtiefen durch Ionisationseffekte, kurz vor der Stop-Tiefe der Teilchen durch Kernstöße und im Stop-Gebiet verursachen die gestoppten Teilchen eine Dotierung.

Zur Untersuchung des Schädigungsprofils bietet sich Quarzglas als einfaches Modellsystem an. Die verwendeten Untersuchungsmethoden sind empfindlich auf unterschiedliche Parameter. Die Spannungsoptik weist makroskopische mechanische Spannungen nach, die durch die Bestrahlung in der Quarzglasstruktur induziert werden. Die interferometrische Methode weist Brechungsindexänderungen nach, die durch Variationen der Dichte hervorgerufen werden. Die Absorptionsspektroskopie weist elektronische Schäden in der Struktur nach, während die Positronenannihilationsspektroskopie empfindlich auf Atomverlagerungen und Änderungen des in der Glasstruktur enthaltenen freien Volumens reagiert.

Allgemein bei Bestrahlungen mit leichten Ionen ist der Energieübertrag von den Projektilen auf das Targetmaterial gross. Ein Teil der entstandenen Schäden recombiniert auf kurzer Zeitskala. Dies wird bei der Untersuchung der Proben nicht berücksichtigt, da die Zeitspanne zwischen Bestrahlung und Untersuchung der Proben im Bereich von Tagen lag und somit davon ausgegangen werden kann, dass nur langlebige Defekte beobachtet werden. Der während der Bestrahlung eingestrahlte Ultraschall bringt Energie in Form von Schwingungsenergie in das elastische Material ein. Diese eingebrachte Energie gibt dem Probenmaterial die Möglichkeit zur Selbsterholung über Diffusion. Der Duty Cycle des Ultraschalls ist während der Bestrahlungen möglichst gering eingestellt, was einen geringen Wärmeübertrag auf das Quarzglas bedeutet und die gemessene Temperaturerhöhung in der Probe gering ist. Dadurch wird verhindert, dass sich eingebrachte Defekte thermisch ausheilen. Die Amplitude des eingespeisten Ultraschallsignals ist ebenfalls gering gewählt. Es wurde überprüft, ob eine Einstrahlung von Ultraschall für mehrere Tage den Probenzustand ändert. Dies ist in den Abbildungen 5.16 und 5.17 dargestellt. Diese Änderung der Amplituden ist klein im Vergleich zum Effekt durch Bestrahlung und kann daher vernachlässigt werden.

6.1 Spannungsoptische Untersuchung

Die Proben werden jeweils wie vom Hersteller geliefert, nach Aufkleben der Piezokeramik und nach den Bestrahlungen im Polarisationsmikroskop untersucht. Es kann nach der Probenpräparation kein Effekt in der Spannungsoptik beobachtet werden. Daher werden die nach den Bestrahlungen beobachtbaren Verspannungen in den Proben allein der strukturellen Veränderung durch den Teilchenbeschuss zugeschrieben. Die aufgenommenen Fotos zeigen deutlich die Verspannungen in den Quarzglasproben nach den Bestrahlungen als helle Bereiche.

Um den Einfluss der Bestrahlung und des Ultraschalls zu untersuchen, werden in den bestrahlten Bereichen Profillinien entlang der Eindringtiefe der Teilchen erstellt und deren Intensitätsverlauf dargestellt. Da nicht ausgeschlossen werden kann, dass sowohl die Intensität der Lichtquelle, als auch die Orientierung der beiden Polarisationsfilter zwischen den verschiedenen Messreihen verändert wurden, sind Messungen aus einer Messreihe miteinander vergleichbar. Unterschiedliche Messreihen können jedoch nur qualitativ miteinander verglichen werden.

In Abbildung 5.1 sind die Profillinien der Probe „Julius“ dargestellt. Es wurde mit 14 MeV-Protonen bis zu einer Ionen-Dosis von 22,5 mC bestrahlt. Aufgetragen ist die Grauskala-Intensität der aufgenommenen Bilder gegen die Eindringtiefe der Teilchen, wobei die Eintrittsseite der Teilchen in die Probe jeweils auf Null normiert ist. Die schwarze Kurve zeigt den Verlauf der Intensität der Protonen-bestrahlten Probenseite, während die rote Kurve die Probenseite beschreibt, bei der während der Bestrahlung Ultraschallwellen das bestrahlte Gebiet durchliefen (Resonanzfrequenz 10,62 MHz). Der leichte Anstieg an der Strahleintrittsseite resultiert aus der Brechung an der Probenkante und wird daher nicht weiter beachtet. Sehr deutlich ist der Anstieg der Intensität mit grösserer Eindringtiefe. Die Kurve zeigt das Maximum in der theoretischen Stop-Tiefe der Teilchen (1,25 mm) und fällt im weiteren Verlauf wieder ab. Dieser Verlauf ist erwartet. In geringen Eindringtiefen der Teilchen dominiert die Energieabgabe durch Ionisationseffekte, während die Energieabgabe durch atomare Kernstöße erst kurz vor der Stop-Tiefe der dominierende Prozess ist. Daher kann direkt darauf zurückgeschlossen werden, dass die in der Probe nachweisbaren Spannungen über die gesamte Eindringtiefe der Teilchen, jedoch in höherem Maß in der Stop-Tiefe durch die atomaren Kollisionen verursacht werden.

Es ist zu beobachten, dass die Breite der Kurve, die die Probe mit Ultraschall-Einfluss während der Bestrahlung beschreibt, etwas grösser ist als die Breite der Kurve der bestrahlten Probe. Die maximalen Amplituden der beiden Kurven sind vergleichbar.

In Abbildung 5.2 ist die mit 14 MeV-Protonen bestrahlte Probe „Darius“ gezeigt. Die integrale Ionendosis beträgt 17,2 mC. Die verwendete Resonanzfrequenz beträgt 7,75 MHz. Die Eintrittsseiten der Teilchen in die Probe sind auf Null normiert. Die Kurve der Probe, die zusätzlich dem Ultraschall ausgesetzt war, ist verbreitert. Die maximalen Amplituden der beiden Kurven sind vergleichbar. Die Maxima stimmen

mit der theoretischen Stop-Tiefe der Teilchen (1,25 mm) überein, der Unterschied resultiert auch hier aus der Vernachlässigung der Wegstrecken durch Luft und durch verwendete Aluminiumfolien der Ionisationskammer.

In Abbildung 5.3 sind die Profillinien der Probe „Anubis“ dargestellt. Die Probe wurde mit Deuteronen einer Energie von 28 MeV bestrahlt. Die integrale Ionendosis beträgt 33 mC. Die Resonanzfrequenz beträgt 10,78 MHz. Aufgrund der verwendeten Blende sind zwei Stop-Tiefen in der Probe zu erkennen. Die durch Bohrungen gelangenden Deuteronen gelangen in eine grössere Tiefe als die durch eine Aluminiumblende abgeschwächten Deuteronen. Die abzulesenden Stop-Tiefen betragen $2500 \mu\text{m}$ für die ungebremsten Deuteronen, die Stop-Tiefe der abgeschwächten Deuteronen beträgt ca. $620 \mu\text{m}$. Die Maximalwerte beider Kurven sind vergleichbar gross. Nur bei dieser Messung zeigte sich, dass der Kurvenverlauf der Profillinie, die die Probe mit Ultraschall-Einfluss beschreibt, geringfügig schmaler ist in der Stop-Tiefe der Teilchen, im Vergleich zu der Kurve, die den Verlauf der bestrahlten Probe darstellt.

Abbildung 5.4 zeigt den Kurvenverlauf von Probe Nero. Die Probe wurde mit Helium-Kernen einer Energie von 54 MeV bestrahlt. Die integrale Ionendosis beträgt 13,5 mC. Die verwendete Resonanzfrequenz beträgt 11,24 MHz. Die Kurve der Probe mit Ultraschall-Einfluss zeigt eine etwas grössere Breite als die Kurve der bestrahlten Probe. Das Maximum der Kurven liegt in der theoretischen Stop-Tiefe (1,17 mm). Der Abfall der Ultraschall-behandelten Probe in grösseren Tiefen ist etwas flacher als bei der bestrahlten Probe. Die grössere Amplitude der Kurve, die das Tiefenprofil der Probe mit Ultraschall-Einfluss darstellt, kann mit einer leichten Verkippung der Probe im Mikroskop-Halter erklärt werden. Der Einbruch der Intensität auf der linken Seite des Maximums entspricht auf den Fotos, auch in der Breite von $400 \mu\text{m}$, der scharf definierten Linie, die der realen Stop-Tiefe entspricht. Die geringe Abweichung zwischen realer Stop-Tiefe ($1060 \mu\text{m}$) und theoretischer Stop-Tiefe (1,17 mm) kann mit den Energieverlusten der Strahlteilchen an Luft und den Aluminiumfolien des Flansches und der Ionisationskammer erklärt werden. Diese Energieverluste sind zwar gering, wurden aber in den durchgeführten Rechnungen vernachlässigt, da der berechnete Wert nur als Richtwert herangezogen wurde.

In Abbildung 5.5 sind die Differenzen der Halbwertsbreiten, berechnet aus dem Kurvenverlauf der bestrahlten und beschallten Probe abzüglich der Breite der Kurve, die die bestrahlte Kurve repräsentiert, in Abhängigkeit der Stop-Tiefe der Strahlungsteilchen aufgetragen. Der Fehler der Halbwertsbreitenberechnung wird auf $12 \mu\text{m}$ abgeschätzt. Bei den Protonen- und Deuteronen-bestrahlten Proben ist jeweils die Kurve der Probe, die während der Bestrahlung dem Ultraschall ausgesetzt war, breiter. Hierbei zeigen die Protonen-bestrahlten Proben eine Verbreiterung ausserhalb des Messfehlers. Die Deuteronen-bestrahlte Probe zeigt nur eine minimale Verbreiterung in der Halbwertsbreite. In diesem Fall muss auch berücksichtigt werden, dass das Spannungsfeld sich in ca. doppelter Eindringtiefe der Teilchen, im Vergleich zu

Bestrahlungen mit Protonen und Helium-Kernen, befindet. Aus diesem Grund ist das Spannungsfeld vergleichsweise klein. Die mit Helium-Kernen bestrahlte Probe zeigt keine Verbreiterung innerhalb des Messfehlers. Die Kurve des Spannungsfeldes ist jedoch vergleichbar breit wie in Proben, die mit Protonen bestrahlt wurden. Dies ist als Reaktion des elastischen Materials auf Störungen zu betrachten.

Die Interpretation der Kurvenverläufe des durch Bestrahlung verspannten Bereichs in den Proben lässt den Schluß zu, dass der Einfluss des Ultraschalls eine Verbreiterung verursacht. Erklärt werden kann dies durch eine Erhöhung der Diffusion von Wasserstoff und Deuteronen im Probenmaterial. Durch Einbringen einer Schwingungsenergie in die bestrahlten Regionen erhöht sich der Diffusionskoeffizient im Falle der Protonen- und Deuteronen-Bestrahlungen. Insgesamt ist der Einfluss klein, da die Breite des verspannten Bereichs örtlich viel grösser ist als die Stop-Verteilung der Teilchen.

6.2 Interferometrische Untersuchung

Alle Proben wurden vor den Bestrahlungen und nach der Probenpräparation auf eventuell bestehende Defekte untersucht. Es ist kein Effekt vor den Bestrahlungen nachweisbar, weshalb davon ausgegangen wird, dass alle nachgewiesenen Defekte aufgrund der Bestrahlungen entstanden sind. Die nachgewiesenen Brechungsindexänderungen korrelieren mit den induzierten Dichteänderungen im Probenmaterial. Die interferometrische Untersuchungsmethode liefert örtlich besser aufgelöste Änderungen in der Probe, verglichen mit den spannungsoptischen Untersuchungen, da nur Bereiche mit geänderter Dichte nachgewiesen werden. Diese Bereiche sind jedoch räumlich grösser als das theoretisch berechnete Stragglings der Strahlteilchen. Es wurde überprüft, ob eine Dickenänderung der Probe, hervorgerufen durch die Bestrahlung, feststellbar ist. Dies wird mittels des Reflexionsmodus des Interferometers gemessen. Es ist bei allen Proben keine Veränderung der Dicke durch Bestrahlung festzustellen. Deutlich zu erkennen in den Darstellungen ist der Bragg-Peak (Stop-Tiefe der Teilchen).

Der Phasenverlauf ist zur weiteren Auswertung nicht genutzt worden. Man sieht anhand der Phasenänderung (s. Abbildung 5.6) deutlich die beiden Bragg-Peaks in der Probe.

Es wurde überprüft, ob das Interferometer die Möglichkeit bietet, Auswirkungen der eingestrahlten Ultraschallwelle direkt in der Probe zu visualisieren. Die Brechungsindexänderung dieser Messung ist in Abbildung 5.12 dargestellt. Die Ultraschallwelle wird in Resonanz (12,28 MHz) eingestrahlt und es bildet sich eine stehende Welle in der Probe aus. Die Wirkung der Ultraschallwelle auf die Probe ist ein alternierender Verlauf der Dichte. Dies hat Auswirkung auf den Brechungsindex. In Abbildung 5.12 ist ein solcher Verlauf nicht zu erkennen. Die Druckwelle des Ultraschalls lenkt die Atome des Quarzglas im Hook'schen Bereich aus, wodurch sich lokal die Dichte und somit der Brechungsindex ändert. Die Deformation durch Ultraschall-Einstrahlung

ist vollständig im elastischen linearen Bereich. Über die Dauer der Messung ist der zeitliche Mittelwert der Dichtevariation nicht nachweisbar. Während der Aufnahme der Phasenbilder kann es durch thermische Drift zu einer Überlagerung der Phasenbilder kommen, die sich negativ auf das Ergebnis auswirkt. Um einen störenden Einfluss durch thermische Drift zu minimieren, wird das Interferometer üblicherweise mehrere Stunden vor der Messung betrieben. Auch durch Einstrahlung der Ultraschallwellen erwärmt sich die Probe geringfügig. Daher wurde vor der Datenaufnahme die Piezokeramik etwa 30 Minuten mit einer Amplitude von $60 V_{SS}$ in der Resonanzfrequenz (12,28 MHz) betrieben. Die Dauer der Messung konnte zu einer Vermeidung des Effekts nicht minimiert werden, da insgesamt 20 Interferogramme aufgenommen werden, von denen drei ausgewählt und zur Auswertung herangezogen werden.

In Abbildung 5.13 ist die Brechungsindexänderung der Referenzprobe dargestellt. In diese Probe wurde mehrere Tage Ultraschallwellen eingekoppelt. Die Einstrahlung der Resonanzfrequenz (10,92 MHz mit $60 V_{SS}$) dauerte über den gleichen Zeitraum an, den üblicherweise die Proben während der Strahlzeiten dem Ultraschall ausgesetzt sind. In der Abbildung wird von links die Ultraschallwelle in die Probe eingebracht. Die blaue Darstellung auf der linken Seite entspricht dem Silberbändchen, welches die Piezokeramik kontaktiert. Während dieser Messung ist die Intensität des Laserlichts etwas zu hoch eingestellt. Dies erkennt man daran, dass der CCD-Chip der Kamera an einigen Positionen innerhalb der Probe in Sättigung ist. Die Profillinien wurden jedoch seitlich des übersteuerten Bereichs gewählt. Anhand dieser Messung der Brechungsindexänderung lässt sich jedoch nicht nachweisen, dass die Einstrahlung von Ultraschall strukturell an den Quarzglasproben eine Änderung hervorruft.

In Abbildung 5.7 ist die Brechungsindexänderung von Probe „Julius“ dargestellt. Die Probe wird mit 14 MeV-Protonen bestrahlt. Die implantierte Ionen-Dosis beträgt integral 22,5 mC, aufgeteilt auf zwei Positionen. Auf der unteren Position wird während der Bestrahlung die Ultraschallwelle eingestrahlt. Der obere bestrahlte Bereich ist ohne Ultraschall-Einfluss bestrahlt worden. Deutlich zu sehen sind die beiden Bragg-Peaks in der Probe. Die Tiefe entspricht der simulierten Stop-Tiefe der Protonen.

Zur besseren Darstellung wird entlang der Eindringtiefe der Teilchen ein Linienprofil erstellt. Diese sind in Abbildung 5.8a gezeigt. Aufgetragen ist die relative Brechungsindexänderung Δn gegen die Eindringtiefe der Teilchen. Die Strahleintrittsseiten werden jeweils auf Null normiert. Die rote Linie stellt den Linienverlauf der Position dar, die während der Bestrahlung dem Ultraschall ausgesetzt war. Die schwarze Linie zeigt die Position, welche ohne Ultraschall-Einfluss bestrahlt wird. Deutlich am Anstieg der Linien zu erkennen ist die Stop-Tiefe der Teilchen bei ca. $1200 \mu\text{m}$. Die ermittelten Halbwertsbreiten der Erhöhung in der Stop-Tiefe liegen bei ca. $100 \mu\text{m}$. Das theoretisch berechnete Stragglings der Strahlteilchen liegt bei $20 \mu\text{m}$. Die Halbwertsbreite der Leerstellenverteilung, berechnet mittels SRIM, ergibt für

die Bestrahlung mit Protonen einen Wert von ca. $60 \mu\text{m}$. Dies ist ein Maß für die atomaren Verlagerungen im Bereich der Stop-Tiefe. Der Unterschied zwischen den Halbwertsbreiten der theoretischen Leerstellenverteilung, berechnet mittels *SRIM*, und der gemessenen Brechungsindexänderung liegt bei $40 \mu\text{m}$. Dies kann aus einer Verkippung der Probe während der Bestrahlung resultieren. Als Abschätzung der Verkippung ergibt sich eine Abweichung von $40 \mu\text{m}$ auf den Strahldurchmesser von 4 mm , was eine Verkippung von $\alpha = \tan^{-1} \frac{1}{100} \approx 0,6^\circ$ ergibt. Die Genauigkeit der Probenorientierung während der Bestrahlungen wird als ungenauer erachtet. Somit ist die Änderung des Brechungsindex direkt auf die atomaren Verlagerungen durch die Bestrahlung zurückzuführen.

In geringen Eindringtiefen der Teilchen ist der Energieverlust durch elektronische Abbremsung der dominierende Prozess. Durch den Verlauf des Linienprofils ist ersichtlich, dass dies auch zu einer leichten Erhöhung des Brechungsindex führt. Einen größeren Effekt auf die Erhöhung zeigt jedoch der Energieverlust der Teilchen durch Kernstöße. Dieser Prozess dominiert kurz vor der Stop-Tiefe der Teilchen und ist im Kurvenverlauf der Profillinie gut nachzuvollziehen. Dieses Resultat ist zu erwarten. Erwartungsgemäß sinkt die Erhöhung des Brechungsindex hinter der Stop-Tiefe der Teilchen rapide ab, da dieser Bereich nicht bestrahlt wird.

Um deutlicher den Einfluss des Ultraschalls zu erkennen, wird die Differenz der beiden Linienprofile gebildet und in Abbildung 5.9 gezeigt. Auch hier ist deutlich der Bragg-Peak in $1200 \mu\text{m}$ Tiefe zu erkennen, da jedoch die Differenz der Linienprofile dargestellt ist, zeigt sich hierbei deutlich die Verbreiterung des Bragg-Peaks der unter Ultraschall-Einfluss bestrahlten Probenseite.

In Abbildung 5.10 wird die Brechungsindexänderung von der Deuteronen-bestrahlten Probe „Anubis“ dargestellt. Die Teilchenenergie beträgt 28 MeV , die implantierte Ionen-Dosis beträgt integral 33 mC . Die Ultraschallfrequenz ist $10,78 \text{ MHz}$ mit einer eingestrahlten Amplitude von $60 V_{\text{SS}}$. Von rechts im Bild dringt der Teilchenstrahl in die Probe ein, auf der unteren Position der Probe werden während der Bestrahlung Ultraschallwellen eingekoppelt. Die verwendete Aluminiumblende hat eine Dicke von $1,5 \text{ mm}$, wodurch 28 MeV -Deuteronen abgeschwächt passieren können. Daher ist in ca. $800 \mu\text{m}$ der Bragg-Peak der abgeschwächten Deuteronen zu erkennen. Weiterhin gelangen die durch die Bohrung der Blende kommenden Teilchen bis zu einer Stop-Tiefe von $2,52 \text{ mm}$. In Abbildung 5.11 ist jeweils das Linienprofil der Brechungsindexänderung, entlang der Eindringtiefe der Deuteronen, für die zwei Strahlpositionen dargestellt. Man erkennt in beiden Verläufen erwartungsgemäß eine Erhöhung des Brechungsindex, in den Stop-Tiefen bei $800 \mu\text{m}$ (für die abgeschwächten Deuteronen) und bei $2,52 \text{ mm}$ (ungebremte Deuteronen) die Bragg-Peaks. Zu erkennen ist die schmalere Ausprägung des Bragg-Peaks in der Ultraschall-behandelten Probe in der Stop-Tiefe bei $2,52 \text{ mm}$. Analog zur Diskussion des Kurvenverlaufs von Probe Julius ist die Erhöhung des Brechungsindex in Tiefen, bei denen der Energieverlust der Teilchen durch elektronische Abbremsung dominiert, etwas geringer als in Tiefen, die Atomstößen entsprechen. Ab einer Tiefe von $2,52 \text{ mm}$ sind beide Kurven nahezu gleich.

Es wurde versucht, den Effekt der Brechungsindexänderung deutlicher darzustellen durch eine weitere Probenpräparation. Hierbei wird ein 2 mm dickes Stück der Probe entlang des Strahlprofils gesägt und anschließend optisch poliert. Dies soll garantieren, dass die gesamte vom Laserlicht durchleuchtete Dicke der Probe bestrahlt ist. Versuche dieser Art scheitern jedoch an den durch Bestrahlung induzierten Spannungen im Quarzglas, die eine Präparation der bestrahlten Probe trotz größter Vorsicht unmöglich macht. Selbst bei geringst möglichem Druck auf das Probenmaterial während der Sägeschnitte und der Politur entstehen makroskopische Risse im Quarzglas, die eine weitere Untersuchung im Interferometer sinnlos machen, da die gemessenen Interferogramme nur die Risse im Material darstellen und nicht den Effekt der Bestrahlung.

Im Vergleich der Proben „Julius“ und „Anubis“ in unbestrahlten Regionen fällt auf, dass der Brechungsindex in Probe „Julius“ geringer ist als im bestrahlten Bereich. Dies wird erwartet. Bei Betrachtung des Linienprofils von Probe „Anubis“ zeigt sich jedoch eine weitere Erhöhung im Vergleich zur bestrahlten Region. Zur Auswertung der Interferogramme wird eine mögliche Verkippung der Probe berücksichtigt und korrigiert. Da die berechneten Werte des Brechungsindex sehr gering sind, kann der Fehler der Verkippung mit anschließender Korrektur trotz grösster Sorgfalt nicht gänzlich vermieden werden.

6.3 Absorptionsspektroskopie

In Abbildung 5.14 soll veranschaulicht werden, dass höhere Strahlungsflüsse zu höheren nachweisbaren Defektkonzentrationen führen. Dies ist gezeigt für bestrahlte Quarzglasproben. Die implantierten 14 MeV-Protonen wurden bis $3.600 \mu\text{C}$ und $30.000 \mu\text{C}$ implantiert. Aufgetragen ist die angepasste Gauss-Amplitude des Absorptionsbandes bei 210 nm in Abhängigkeit der Eindringtiefe der Teilchen. Der Kurvenverlauf in beiden Proben zeigt einen Anstieg bis zu einer Tiefe von ca. $750 \mu\text{m}$ und im weiteren Verlauf einen Abfall der Defektkonzentration bis zu einer Tiefe von ca. $1200 \mu\text{m}$. Dies entspricht der theoretischen Stop-Tiefe der Teilchen. Die Amplitude der höher bestrahlten Probe hat erwartungsgemäß in den bestrahlten Regionen einen höheren Wert als die Probe mit $3.600 \mu\text{C}$ implantierten Protonen. Die aufgenommene Absorptionsbande entspricht dem E'-Center.

Weiterhin wird in Abbildung 5.15 der prinzipielle Verlauf der Defektkonzentration in Abhängigkeit der Strahlteilchen dargestellt, hier am Beispiel des E'-Centers mit einer Absorption bei 210 nm mittels der angepassten Gauss-Funktionen. Die Proben wurden jeweils mit Protonen, Deuteronen und Helium-Kernen bis zu einer Dosis von 40 mC bestrahlt. Abhängig von der Teilchensorte und somit der unterschiedlichen Wirkungsquerschnitte des elektronischen und nuklearen Energieverlusts bildet sich ein unterschiedliches Tiefenprofil der Defektkonzentration aus.

In den Abbildungen 5.16 und 5.17 sind die angepassten Gauss-Amplituden in Abhängig-

keit der Eindringtiefe für unbestrahlte Proben gezeigt. Es soll der Einfluss der Probenpräparation (Aufkleben der Piezokeramik) und der Einfluss des Ultraschalls auf die Defektverteilung in der Quarzglas-Struktur untersucht werden. Es wurden die Defektkonzentrationen bei 210 nm (E' -Center) und bei 240 nm (ODC) untersucht. Die Referenz-Probe wird „wie geliefert“ untersucht und bei dieser Probe wurde anschließend eine Piezokeramik aufgeklebt. Um den Einfluss des Ultraschalls auf die Absorptionsbanden abzuschätzen, wurde in diese Probe schließlich für mehrere Tage Ultraschallwellen eingekoppelt und erneut untersucht. Unter Berücksichtigung der gewählten y -Skala in den Diagrammen ist der Kurvenverlauf der Referenz- und der geklebten Probe für die Absorption bei 210 nm und bei 240 nm gleich. Geringe Schwankungen können aufgrund der amorphen Struktur auftreten. Auch die Abweichung der Ultraschall-Probe kann vernachlässigt werden, da die Abweichungen von der Referenz-Probe nur sehr gering sind und im Vergleich mit dem Kurvenverlauf der bestrahlten Proben überdeckt werden.

Die Anpassung der Gauss-Amplituden der Protonen-bestrahlten Kurven sind in Abbildung 5.18 dargestellt. Aufgrund der Superposition der Absorptionsbänder im Wellenlängenbereich bis 300 nm werden zur Auswertung in diesem Bereich zwei Gauss-Kurven angepasst. Abbildung 5.18a zeigt im bestrahlten Bereich höhere Amplituden des Absorptionsbands bei 210 nm als in unbestrahlten Bereichen für beide Proben. Bis zu einer Eindringtiefe von ca. 750 μm zeigt sich ein konstanter Wert der Gauss-Amplitude, also eine annähernd konstante Produktion der E' -Zentren. In diesem Bereich dominiert die Energieabgabe der Strahlteilchen durch elektronische Wechselwirkung. Ein leichter Anstieg der Amplitude ist bis zur Stop-Tiefe zu beobachten, während hinter der Stop-Tiefe die angepasste Amplitude auf intrinsische Werte des Glases abfällt. Aus der Abbildung ist ersichtlich, dass die E' -Zentren über die gesamte Weglänge der Protonen produziert werden, also sowohl durch Ionisationseffekte, als auch durch Energieverlust über Kernstöße. In der theoretischen Stop-Tiefe, also in Regionen, in denen der Energieverlust über Kernstöße dominiert, steigt die Defektkonzentration der E' -Zentren an, um im unbestrahlten Bereich auf die intrinsische Defektkonzentration abzufallen. Der leichte Anstieg der Defektkonzentration entspricht etwa der Eindringtiefe, bei der die Protonen noch die Hälfte der ursprünglichen Energie aufweisen. Der Wirkungsquerschnitt zur Produktion des Defekts ist im Bereich der nuklearen Wechselwirkung geringfügig grösser als in Bereichen, in denen die Energieabgabe durch Ionisationsdefekte dominiert. Dadurch ist der Bragg-Peak weniger stark ausgeprägt als der Nachweis mittels der interferometrischen Messung oder über die Messung der Positronenannihilation. In Abbildung 5.18b ist das Tiefenprofil der Absorptionsbande bei 240 nm gezeigt. Durch die Superposition der Absorptionsbänder im Wellenlängenbereich bis 300 nm ist die Absorptionsbande bei 240 nm überlagert durch die dominante Absorption bei 210 nm und die angepasste Amplitude ist stark fehlerbehaftet. Ein Anstieg der Defektkonzentration der ODC-Defekte (Absorption bei 240 nm) ist zu erkennen und in grösseren Tiefen als der Stop-Tiefe der Teilchen wird die intrinsische Defektkonzentration der ODC-Defekte ermittelt. Ein Einfluss der Ultraschall-Behandlung auf

den Tiefenverlauf der produzierten elektronischen Defekte bei 210 nm und 240 nm kann nicht beobachtet werden.

Der Kurvenverlauf der jeweiligen Defektkonzentrationen für die Deuteronen-bestrahlte Probe „Anubis“ ist in Abbildung 5.19 gezeigt. Hier zeigt sich eine annähernd konstante Produktion der E'-Zentren (Absorption bei 210 nm, s. Abbildung 5.18a) bis zu einer Eindringtiefe von ca. 2125 μm , wo die Energieabgabe der Strahlteilchen durch Ionisationseffekte bestimmt ist. Darauf folgt ein leichter Anstieg der angepassten Amplitude bis zur theoretischen Stop-Tiefe, gefolgt von einem Absinken auf intrinsische Defektkonzentrationen hinter der theoretischen Stop-Tiefe. Der leichte Anstieg der Defektkonzentration entspricht etwa der Eindringtiefe, bei der die Deuteronen die Hälfte der ursprünglichen Energie aufweisen. Der Verlauf der Absorption bei 240 nm (s. Abbildung 5.19b) ist erklärbar durch die starke Überlagerung des Absorptionsbandes durch das Absorptionsband bei 210 nm. Dadurch kann die Gauss-Funktion des 240 nm-Absorptionsbandes erst in unbestrahlten Tiefen angepasst werden und zeigt somit die intrinsische Defektkonzentration der ODC-Defekte. Es ist kein Einfluss des Ultraschalls im direkten Vergleich der bestrahlten mit der zusätzlich beschallten Probe nachzuweisen.

In den Abbildungen 5.20a und 5.20b sind die angepassten Amplituden der Absorptionsbänder bei 210 nm und 240 nm der Alpha-bestrahlten Probe „Nero“ dargestellt. In Abbildung 5.20a ist in Eindringtiefen bis ca. 750 μm die konstante Defektproduktion der E'-Zentren zu erkennen. In diesem Bereich dominiert die elektronische Wechselwirkung die Energieabgabe der Strahlteilchen. Im weiteren Verlauf zeigt sich eine leichte Erhöhung der angepassten Amplitude, gefolgt von einem Absinken hinter der theoretischen Stop-Tiefe. Das Absorptionsband bei 240 nm kann nur stark fehlerbehaftet aufgelöst werden. Eine Modulation mit der eingestrahlten Ultraschall-Wellenlänge ist nicht zu beobachten.

Die angepassten Amplituden des Absorptionsbandes bei 540 nm sind gezeigt in Abbildung 5.18c für Protonen-bestrahlte Proben, in Abbildung 5.19c für Deuteronen-bestrahlte Proben und in Abbildung 5.20c für Alpha-bestrahlte Proben. Die Absorption bei 540 nm entspricht mit grosser Wahrscheinlichkeit den NBOHC-Defekten. Diese absorbieren laut Literaturangaben bei 640 nm, jedoch wurde bereits berichtet, dass es durch die amorphe Struktur des Quarzglas zu einer Verschiebung der Absorptionsbanden kommen kann. Ein Absorptionsband bei 640 nm kann in den Messungen nicht nachgewiesen werden. Da die ungebundenen Sauerstoff-Brücken-Atome (NBOHC) intrinsische Defekte sind und sich bei Bestrahlungen dieser Defekt bildet, wird dieses Absorptionsband den NBOHCs zugewiesen. In allen Bestrahlungen zeigt sich eine Erhöhung in den bestrahlten Regionen. Daraus kann geschlossen werden, dass dieser Defekt durch den Teilchenbeschuss gebildet wird. Auffällig ist jedoch, dass dieses Absorptionsband keine Erhöhung kurz vor den jeweiligen Stop-Tiefen aufweist und dass eine erhöhte Defektkonzentration auch hinter den Stop-Tiefen messbar ist. Dies deutet auf eine Diffusion des elektronischen Defekts hin. Die An-

zahl der Defekte, die eigentlich zu einer Erhöhung der angepassten Amplituden kurz vor der Stop-Tiefe geführt hätte, deutlich zu sehen in der Absorption bei 210 nm, ist in grössere Tiefen als der theoretischen Stop-Tiefe diffundiert. Eine Modulation der Amplituden mit den eingestrahlten Ultraschall-Wellenlängen ist nicht zu erkennen.

6.4 Positronenannihilationsspektroskopie

Die Positronenannihilationsspektroskopie ist sensitiv auf das in der Glasstruktur enthaltene freie Volumen. Aufgrund langer Messzeiten und technischer Schwierigkeiten wurde sich hier auf die Messung einer Probe konzentriert. Die x-/y-Achsen sind den Koordinaten der Probe während der Messung zugeordnet, der relative S-Parameter wird als Falschfarben-Diagramm dargestellt. In Abbildung 5.21 ist der S-Parameter der Protonen-bestrahlten Probe Darius dargestellt. Von unten in der Darstellung wird die Probe bestrahlt, in Abbildung 5.21a wird zusätzlich während der Bestrahlung von oben im Diagramm Ultraschall eingestrahlt. Für diese Messung musste die Probe mittig zersägt werden, da die Positronen aufgrund ihrer begrenzten Eindringtiefe nicht das bestrahlte Gebiet erreichen würden.

Klar zu erkennen ist die Stop-Tiefe der Teilchen als blau eingefärbter Bereich. Hier liegt ein geringer S-Parameter, also erhöhte Defektkonzentration, vor, weiterhin hat der bestrahlte Bereich vor der Stop-Tiefe einen kleineren S-Parameter als der unbestrahlte Bereich (oben in der Darstellung). Dies wird auch aus dem Linienprofil (Abbildung 5.22) ersichtlich. Die reale Stop-Tiefe stimmt mit der theoretisch simulierten Tiefe überein, die grösste Schädigung des Probenmaterials ist in der Stop-Tiefe zu bemerken. Der Kurvenverlauf der bestrahlten Probe weist leicht höhere Werte des relativen S-Parameters auf als die Probe unter Ultraschall-Einfluss. Die örtliche Auflösung des Bragg-Peaks wird begrenzt durch die gewählte Schrittweite zwischen den einzelnen Messpunkten ($150 \mu\text{m}$). Die ermittelte Halbwertsbreite des Bragg-Peaks liegt bei ca. $200 \mu\text{m}$, die natürliche Breite des Peaks kann aufgrund der Schrittweite nicht genauer bestimmt werden. Die theoretisch berechnete Halbwertsbreite der Leerstellenverteilung liegt bei $60 \mu\text{m}$.

Die Erniedrigung des relativen S-Parameters in bestrahlten Bereichen aufgrund des verminderten Positroniumanteils kann anhand der Messung bestätigt werden. Durch Bestrahlung wird das freie Volumen vermindert und somit die Positroniumsbildung unterdrückt. Durch den Beschuss des Probenmaterials werden Bindungen aufgebrochen, wobei die Bindungen sich anderweitig wieder schliessen und die Struktur des Quarzglas sich mit lokal höherer Dichte ausbildet. Dieser Effekt zeigt sich in der Änderung des relativen S-Parameters um ca. 2% in der vorgestellten Messung. Die Verteilung der nachweisbaren Defektschädigung ist durch die Schrittweite zwischen den einzelnen Messpunkten bestimmt. Hier zeigt sich, dass die Schrittweite von $150 \mu\text{m}$ optimiert werden kann. Aufgrund der langen Messzeit pro Punkt musste jedoch ein Kompromiss zwischen Anzahl der Messpunkte und ausreichender Statistik

pro Spektrum geschlossen werden.

Einen weiteren Einfluss auf die Messung in der Mikrosonde liegt in den während der Bestrahlung erzeugten geladenen Defekten. Neben positiv geladenen Defekten (z. B. ein dreifach koordiniertes Si-Atom), die Elektronen binden und somit die möglichen Annihilationspartner der Positronen verringern, entstehen auch negativ geladene Defekte (z. B. Sauerstoff-Leerstellen), in denen Positronen gebunden werden. Somit wird der Positroniumsanteil durch Entstehung von geladenen Defekten verringert, woraus ein geringerer S-Parameter resultiert.

6.5 Fehlstellenverteilung nach Bestrahlung mit leichten Ionen

Die durchgeführten Bestrahlungen bieten die Möglichkeit, Ionisationseffekte und atomare Verlagerungen räumlich getrennt zu untersuchen. Durch hohe Teilchenenergien werden grosse Reichweiten in den Proben erreicht, die ortsaufgelöst experimentell unterschieden werden können. Die verwendeten Untersuchungsmethoden sind Polarisationsmikroskopie, Interferometrie, optische Absorptionsspektroskopie und Positronenannihilationsspektroskopie.

Die Spannungsoptik weist in Quarzglas extrem empfindlich Spannungen aufgrund induzierter Dichteänderungen nach. Diese Dichteänderungen beruhen auf der Versetzung von Atomen durch Teilchenbeschuss und finden primär in der Stop-Tiefe der Teilchen statt. Wegen der ausgedehnten Spannungsfelder kann hier nur eine eingeschränkte Ortsauflösung erzielt werden. Weiterhin sind die Ergebnisse abhängig von dem Abstand des Bragg-Peaks zur Probenoberfläche, wodurch die Ausdehnung des Spannungsfeldes beeinflusst wird.

Mittels Interferometrie kann ortsaufgelöst die Änderung des Brechungsindex, verursacht durch eine Variation der Dichte, gemessen werden. Hier können Bereiche, in denen Ionisationseffekte oder Kernstösse dominieren, unterschieden werden. Die atomaren Verlagerungen durch Kernstösse sind deutlich messbar. Die experimentellen Daten stimmen gut mit theoretisch berechneten Leerstellenverteilungen (mittels *SRIM*) überein.

Im Gegensatz dazu weist die optische Absorptionsspektroskopie elektronische Schäden über die gesamte Eindringtiefe der Teilchen nach. Am Ende der Teilchenbahn zeigt sich eine leichte Erhöhung der Schädigungskonzentrationen der E'-Defekte (Absorption bei 210 nm) und der ODC-Defekte (Absorption bei 240 nm). Der Einfluss der Kernstösse auf die elektronische Schädigung des Materials ist gering. Dies wird in Niedrig-Energie-Bestrahlungen überschätzt, da die Gebiete räumlich nicht trennbar sind. Die Absorption bei 540 nm wird dem NBOHC-Defekt zugeordnet. Im Bereich der Stop-Tiefe der Teilchen sinkt die Defektkonzentration bereits, der Defekt ist jedoch auch hinter der Stop-Tiefe der Teilchen nachzuweisen. Dies wird auf Diffusion zurückgeführt.

Die Positronenannihilationsspektroskopie weist Atomverlagerungen am Anfang der Teilchenbahn und in der Stop-Tiefe sensitiv nach.

Bei der unterschweligen Einstrahlung von Ultraschall können thermische Effekte als Ursache für die erhöhte Diffusion der Fehlstellen ausgeschlossen werden. Die Diffusion der Defekte durch Einstrahlung von unterschweligen Ultraschall kann jedoch erhöht werden.

Die erhaltenen Ergebnisse der verschiedenen Untersuchungsmethoden können möglicherweise in Tumorbestrahlungen berücksichtigt werden. Der offensichtliche Vorteil der Kohlenstoff-Bestrahlungen (Heidelberg) gegenüber Bestrahlungen mit Protonen ist hier ersichtlich. Der Bragg-Peak am Ende der Teilchenbahn bei leichten Projektilen resultiert offensichtlich aus atomaren Verlagerungen und ein signifikanter Einfluss von Ionisationseffekten in diesem Bereich, z. B. die biologische Schädigung durch δ -Elektronen, ist nicht nachweisbar.

Kapitel 7

Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wird untersucht, inwiefern die Einstrahlung von Ultraschall während Bestrahlungen das Defektprofil beeinflusst. Hierzu werden Quarzglasproben mit Protonen, Deuteronen und Helium-Kernen am Bonner Isochron-Zyklotron mit unterschiedlichen Implantationsdosen bestrahlt. Pro Proben werden zwei Positionen bestrahlt. Beide Positionen werden exakt unter gleichen Bedingungen bestrahlt, auf einer Position wird jedoch während der Bestrahlungsdauer mittels einer aufgeklebten Piezokeramik Ultraschall mit starker Richtcharakteristik eingestrahlt, so dass die eingebrachten Strahlenschäden sich unter Ultraschall-Einfluss bilden.

Die Proben werden mittels Interferometrie, Absorptionsspektroskopie, spannungsoptischen Methoden und der Bonner Positronen-Mikrosonde untersucht. Die Spannungsoptik nutzt den Effekt der Doppelbrechung aus. Zwischen gekreuzten Polarisationsfiltern ist deutlich die Stop-Tiefe der Teilchen (Bragg-Peak) als heller Streifen zu sehen. Über einen Vergleich der beiden bestrahlten Positionen jeder Probe, wobei eine Position unter Ultraschall-Einfluss bestrahlt wurde, ist zu bemerken, dass eine Verbreiterung des induzierten Spannungsfeldes durch die Einstrahlung von Ultraschall hervorgerufen wird. Dieser Effekt ist prägnant bei Protonen-Bestrahlungen.

Mittels interferometrischen Methoden kann eine Variation des Brechungsindex in der Stop-Tiefe der Teilchen nachgewiesen werden. Die Änderung des Brechungsindex wird zurückgeführt auf die durch Bestrahlung verursachte Verdichtung. Hierbei bestätigt sich das Ergebnis der spannungsoptischen Untersuchung. Der verbreiterte Bragg-Peak ist deutlich in einer Protonen-bestrahlten Probe nachzuweisen, mit etwas geringerer Amplitude auch in einer Deuteronen-bestrahlten Probe.

Über die Absorptionsspektroskopie werden Absorptionsbanden ermittelt, deren angepasste Amplitude ein Maß für die enthaltenen Defekte in Abhängigkeit der Eindringtiefe der Teilchen sind. Die Zuordnung der Wellenlänge zu den Defekten ist aus der Literatur bekannt. Es kann gezeigt werden, dass für Protonen-, Deuteronen- und Alpha-Bestrahlungen E' -Zentren (Absorption bei 210 nm) als Defekte eingebracht

werden. Durch die Überlagerung der Absorptionsbanden im Wellenlängenbereich bis 300 nm ist das Absorptionsband bei 240 nm stark überlagert und erst in unbestrahlten Bereichen der Deuteronen- und Alpha-bestrahlten Proben nachzuweisen. Einzig die Protonen-bestrahlte Probe zeigt im bestrahlten Bereich einen Anstieg der Defektkonzentration mit einer Absorption bei 240 nm. Weiterhin ist in allen genannten Proben ein Anstieg der Absorption bei 540 nm im bestrahlten Bereich nachzuweisen. Eine Korrelation mit der eingestrahnten Ultraschall-Wellenlänge ist nicht nachzuweisen.

Mittels der Positronenannihilationsspektroskopie kann die Positroniumsbildung in freiem Volumen nachgewiesen werden. Durch Bestrahlungen vermindert sich das freie Volumen und damit korreliert ist die Positroniumsbildung unterdrückt. Dies äussert sich in einem geringeren S-Parameter. Diese Verminderung ist in der Stop-Tiefe der Teilchen nachzuweisen. Eine Modulation mit der Ultraschall-Wellenlänge ist nicht nachzuweisen.

Bei der unterschwelligem Einstrahlung von Ultraschall können thermische Effekte als Ursache für die erhöhte Diffusion der Fehlstellen ausgeschlossen werden.

Durch die hohen Teilchenenergien können Bereiche, in denen die Energieabgabe primär durch Ionisationseffekte, von Bereichen, in denen atomare Verlagerungen die Energieabgabe dominieren, ortsaufgelöst voneinander getrennt werden. Der Bragg-Peak am Ende der Teilchenbahn bei leichten Projektilen resultiert offensichtlich aus atomaren Verlagerungen und ein signifikanter Einfluss von Ionisationseffekten in diesem Bereich ist nicht nachweisbar.

Danksagung

Der grösste Dank gilt meinem Doktorvater Herrn Professor Karl Maier. Neben der interessanten Fragestellung dieser Arbeit möchte ich ihm für die hervorragende Betreuung danken. Seine Art und Weise, an Probleme heranzugehen, sie zu verstehen und zu lösen, ist äusserst lehrreich. Die Diskussionen mit ihm sind stets aufschlussreich und eröffnen neue Blickwinkel. Herr Maier sorgt für ein angenehmes und somit produktives Arbeitsklima.

Direkt anschließend möchte ich mich bei Frau Gerlinde Maier herzlich bedanken. Zu vielen Gelegenheiten sorgt sie mit Unterbringung und Verpflegung für den Gruppenzusammenhalt. Für viele schöne Momente und interessante Gespräche danke ich der Chefin.

Herrn Professor Herbert Hübel danke ich herzlich für die Übernahme der Begutachtung und seine unterstützende Art.

Herr Professor Herbert Petry und Herr Professor Stephen Miller erfüllten ohne Zögern meine Bitte, das nötige Team zu vervollständigen. Auch Ihnen vielen Dank.

Besonderer Dank gilt dem Zyklotron-Team: Bert Kann, Achim Henny, Stefan Birkenbach, Siggie Lehmann und Oliver Rast. Jeder einzelne hat viele Stunden damit verbracht, Schichten während meiner Strahlzeiten zu absolvieren und das Zyklotron dazu zu bringen, den von mir gewünschten Strom zu liefern. Geduldig haben sie meine Nervosität ertragen, wenn Teile meines Aufbaus versagten. Für jedes Problem wussten sie eine Lösung und unterstützten mich mit vielen hilfreichen Tips und Tricks. Ohne die kompetenten Köpfe am Zyklotron hätte ich keine Bestrahlungen durchführen können. Danke!

Meiner Gruppe, Derzeitige und Ehemalige, danke ich für eine glückliche Umgebung während der Doktorzeit. Stellvertretend für alle, die hier gemeint sind, danke ich der aktuellen Besetzung: Torsten Staab, Jessica Mende, Lena Jentjens, Thorsten Löwenhoff, Christian Lenk, Sven-Martin Hühne, Marius Wirtz, Judith Fingerhuth, Benedikt Klobes, Patrick Eich, Poornnima Anbalagan, Ole Oehms, Christian Höhl, Marcus Radicke, Nouri El-Miladi, Björn Korff, Christiane Riecke und Iris Kohlbach. Gesonderter Dank geht an Matz Haaks, der mir mit Rat und Tat stets zur Seite stand.

Viele gute Seelen haben dazu beigetragen, dass ich nicht nur eine glückliche Zeit

hatte, sondern auch das Ziel dieser Arbeit realisieren konnte. Herr Dr. Konrad Peitmann brachte mir alle Feinheiten des Interferometers bei, fachliche Fragestellungen wurden bei Diskussionen schnell geklärt. Er hatte auch stets für alle grossen und kleinen Sorgen ein offenes Ohr. Herr Bernd Habenstein als unser Fachmann in Ultraschall-Technik teilte hilfsbereit sein Wissen mit mir. Michael Kösters aus der Gruppe Buse danke ich für Hilfestellung bei der Benutzung des CARYs und bei der Politur von Proben.

Die Mitarbeiter der Feinmechanischen Werkstatt, des E-Labors, der Polier-Werkstatt, Herr Dr. Gunnar Mertler und unsere Sekretärinnen Frau Balci, Frau Paus, Frau Schwenk und Barbara Mosblech haben, jeder auf seine Weise, dazu beigetragen, dass die Arbeit Fortschritte zeigte.

Ich danke Herrn Thomas Uhl von der Firma Ceramtec für die freundliche Gabe einiger Schallemitter, die zu den finalen Resultaten maßgeblich beigetragen haben. Herr Dr. Frank Peter Ludwig von der Quarzschmelze Ilmenau hat mir bei der Literaturrecherche freundlich geholfen.

MERCI an Mathieu Gentile, der Meister im Tex!

Udo Hartmann hat mir als Freund und Helfer stets zur Seite gestanden. Lieben Dank!

Meinen Eltern danke ich herzlichst für jahrelange Unterstützung. Stephan, Teresa, Carsten und Kerstin durchlebten stressige und glückliche Phasen mit mir. Danke für alles!

Anhang A

Anhang

A.1 Klebetechnik

Das Aufkleben der Piezokeramiken erfolgt mit Hilfe einer eigens dafür gebauten Anpress-Vorrichtung, s. Abbildung 3.1. Hierzu wird zunächst die Probe mit Ethanol gereinigt und mit einer $20 \times 6 \text{ mm}^2$ -Fläche auf eine Aluminiumplatte gelegt. Danach wird auf einer Seite der Piezokeramik mittels eines Skalpells leicht an der Oberfläche gekratzt. Dies soll eine mögliche Oxidschicht, die die weitere Kontaktierung verhindert, entfernen. Mit etwas Leitsilber wird die angekratzte Fläche dann mit einem Silberbändchen kontaktiert, welches später die Masse-Leitung ist. Mit Hilfe eines dünnen Drahts wird etwas UHU Endfest auf die Oberfläche der Probe gebracht und die Piezokeramik mit der kontaktierten Seite Richtung Probe auf den Klebetropfen gelegt. Die Aluminiumplatte wird nun in den Rahmen der Vorrichtung derart gelegt, dass man durch das 5 mm-Loch im oberen Rahmen aus ca. 1 m Abstand die Piezokeramik mit einem Durchmesser von 5 mm vollständig sehen kann. Nun kommt es darauf an, alle weiteren Arbeitsschritte so durchzuführen, dass die Probe mit der aufgelegten Piezokeramik sich relativ zu dem Rahmen nicht mehr bewegt. Über die Piezokeramik wird ein Stück Teflonband gelegt, um zu verhindern, dass weitere Bauteile mit der Probe verklebt werden. Auf dieses Teflonband wird ein magnetisches Teilstück gelegt, welches eine exakt plane Oberfläche in Richtung Probe hat. Die obere Seite stellt eine Halbsphäre dar, so dass eine magnetische Kugel, die an dem oberen Stab befestigt ist, als Kugelgelenk wirken kann. Das Gewicht, welches auf den Stab gelegt wird, hat eine 5 mm-Bohrung zur Stabilität des Aufbaus. Nun wird eine am unteren Rahmen befindliche Schraube gedreht, die einen Quarzglasstab nach oben drückt. Dieser Stab hat ebenfalls einen Durchmesser von 5 mm und die Bohrungen im oberen und unteren Teil des Rahmens liegen auf einer Linie. Die Schraube wird so lange im Gewinde gedreht, dass die auf dem Quarzstab liegende Aluminiumplatte nicht mehr den unteren Rahmen berührt. Dadurch wird das obere Gewicht hochgedrückt und durch das Kugelgelenk ist gewährleistet, dass Aluminiumplatte und die Oberflächen der Proben parallel zueinander sind. Das obere Gewicht ist 630 g schwer, die Andrückfläche entspricht dem Piezokeramik-Durchmesser mit 5 mm. Nun wird der gesamte Aufbau in einen vorgeheizten Ofen gebracht, die Tem-

peratur beträgt 50°C . Dadurch wird eine Endfestigkeit des Klebers in drei Stunden erreicht. Als zusätzlichen positiven Effekt durchläuft der Kleber einen Phasenübergang und wird sehr dünnflüssig. Sollten sich Blasen in dem Klebetropfen befunden haben, besteht dadurch eine erhöhte Wahrscheinlichkeit, dass diese durch den Anpreßvorgang zwischen Piezokeramik und Quarzglasprobe seitlich entweichen und die Schallimpedanz auf der Klebefläche keinen Sprung durch Luftpinschlüsse hat. Ebenso wird durch den Phasenübergang eine sehr dünne Klebeschicht produziert. Die Klebeschicht ist geringer als $\frac{\lambda}{10}$ der eingestrahnten Ultraschallwellenlänge. Nach Entnahme der Probe aus dem Ofen und einer Kontrolle der richtigen Platzierung der Keramik wird die endgültige Kontaktierung des Schallemiters vorgenommen. Dazu wird ein weiteres Silberbändchen mit Leitsilber auf der oberen Seite der Piezokeramik kontaktiert. Die Wahl fiel auf Leitsilber, da möglichst wenig zusätzliche Masse auf die Keramik aufgebracht werden soll. Die Verkabelung stellt ein RG58-Kabel mit einer BNC-Buchse dar. Letztlich wird die kontaktierte Probe in den dafür gebauten Probenhalter eingesetzt. Da dieser Halter, dargestellt in Abbildung 3.2, während der Strahlzeiten eingesetzt wurde, eignet sich Aluminium als Baumaterial, um eine möglichst geringe Aktivierung zu erreichen. Der Halter wurde so konzipiert, dass die kontaktierte Seite der Probe keinen Kontakt mit dem Halter hatte. Weiterhin muss die zu bestrahlende Seite möglichst wenig verdeckt sein, aber trotzdem muss die Probe stabil im Halter sitzen. Seitlich wurden die Proben mit wenig Druck über Schrauben fixiert. Zur Messung der Temperaturerhöhung während den Strahlzeiten wurde auf die Proben jeweils noch ein Kupfer-Konstantan-Thermoelement aufgeklebt.

Literaturverzeichnis

- [ALT95] Altaba and Tanelli, Mineralogie, Kaiser Verlag (1995)
- [AND05a] B. Andreas, Dissertation Universität Bonn (2005)
- [AND05b] B. Andreas, I. Breunig and K. Buse, Chem. Phys. Chem. 6 (2005) 1544-1553
- [ANE99] A. Anedda, C.M. Carbonaro, R. Corpino and A. Serpi, J. Non-Cryst. Solids 245 (1999) 183-189
- [ANT98] M. Antonini, P. Camagni, P.N. Gibson and A. Manara, Radiat. Eff. 65 (1998) 41-48
- [ARA92] K. Arai, H. Imai, J. Isoya, H. Hosono, Y. Abe and H. Imagawa, Phys. Rev. B 45 (1992) 10818-10821
- [ARN92] G.W. Arnold, G. Battaglin, A. Boscolo-Boscoletto, F. Caccavalle, G. De Marchi, P. Mazzoldi and A. Miotello, Nucl. Instrum. Methods B 65 (1992) 387-391
- [ARN98] G.W. Arnold, Radiat. Eff. 65 (1998) 17-30
- [BAK03] T. Bakos, S.N. Rashkeev and S.T. Pantelides, Phys. Rev. Lett. 91 (2003) 226402
- [BRA78] G. Brauer, G. Boden, A. Balog and A. Andreeff, Appl. Phys. 16 (1978) 231-233
- [BRE04] I. Breunig, Diplomarbeit Universität Bonn (2004)
- [CHA91] S.L. Chan and S.R. Elliott, Phys. Rev. B 43 (1991) 4423-4432
- [CRE03] L. Cremaldi and I. Ostrovskii (2003), 23.12.2007, <http://arxiv.org/ftp/cond-mat/papers/0310/0310675.pdf>
- [DAN93] S. Dannefaer, T. Bretagnon and D. Kerr, J. Appl. Phys. 74 (1993) 884-890
- [DEV94] R.A.B. Devine, Nucl. Instrum. Methods B 91 (1994) 378-390

- [DEV89] R.A.B. Devine and J. Arndt, Phys. Rev. B 39 (1989) 5132-5138
- [DLU86] G. Dlubek, Proc. of the 4th Conf. on Age-hardenable Aluminium Alloys, trans Tech Publications Ltd (1986)
- [DOU96] L. Douillard and J.P. Duraud, J. Phys. III France 6 (1996) 1677-1687
- [EDW82] A.H. Edwards and W. Beall Fowler, Phys. Rev. B 26 (1982), 6649-6660
- [EER74a] E.P. EerNisse and C.B. Norris, J. Appl. Phys. 45 (1974), 5196-5205
- [EER74b] E.P. EerNisse, J. Appl. Phys. 45 (1974), 167-174
- [FEU89] B.P. Feuston and S.H. Garofalini, J. Chem. Phys. 89 (1989) 5818-5824
- [FUJ93] M. Fujinami and N.B. Chilton, Appl. Phys. Lett. 62 (1993), 1131-1133
- [GÖT01] J. Götze, M. Plötze and D. Habermann, Mineralogy and Petrology 71 (2001) 225-250
- [GUL97] R.R. Gulamova, E.M. Gasanov and R. Alimov, Nucl. Instrum. Methods B 127/128 (1997) 497-502
- [GUZ93] M. Guzzi, M. Martini, A. Paleari, F. Pio, A. Vedda and C.B. Azzoni, J. Phys.: Condens. Matter 5 (1993) 8105-8116
- [HAA03] M. Haaks, Dissertation Universität Bonn (2003)
- [HEL75] R. Hellwarth, J. Cherlow and T.-T. Yang, Phys. Rev. B 11 (1975) 964-967
- [HES03] R. Heß (2003), 23.12.2007, <http://www.rrhess.de/pdf/PhysikII.pdf>
- [HOB94] L.W. Hobbs, Nucl. Instrum. Methods B 91 (1994) 30-42
- [HUG97a] C. Hugenschmidt, U. Holzwarth, M. Jansen, S. Kohn and K. Maier, J. Non-Cryst. Solids 217 (1997) 72-78
- [HUG97b] C. Hugenschmidt, Dissertation Universität Bonn (1997)
- [IQG85] A. Iqbal, C.W. Bates Jr. and J.W. Allen, Appl. Phys. Lett. 47 (1985) 1064-1066
- [JIA95] X. Jia, C. Mattei and G. Quentin, J. Appl. Phys. 77 (1995) 5528-5537

- [JUD94] T.R. Judge and P.J. Bryanston-Cross, *Opt. Lasers Eng.* 21 (1994) 199-239
- [KAJ02] K. Kajihara, L. Skuja, M. Hirano and H. Hosono, *Phys. Rev. Lett.* 89 (2002) 135507
- [KAT80] U. Katenkamp, H. Karge and R. Prager, *Radiat. Eff.* 48 (1980) 31-34
- [KRA98] Krautkrämer GmbH, *Das Krautkrämer Ultraschall-Taschenbuch* (1998)
- [LAN96] H. Jain and C.H. Hsieh in *Landolt-Börnstein New Series III/33B1* (1996) 7
- [LEO87] W.R. Leo, *Techniques for Nuclear and Particle Physics Experiments*, Springer Verlag (1987)
- [MAC00] R.G. Mace (2000), 23.12.2007,
<http://www.gequartz.com/en/pdfs/annealing.pdf>
- [MÄN00] U. Männig, *Dissertation Universität Bonn* (2000)
- [MES05] F. Messina and M. Cannas, *J. Phys.: Condens. Matter* 17 (2005) 3837-3842
- [OST96] S. Ostapenko, L. Jastrzebski, J. Lagowski and R.K. Smeltzer, *Appl. Phys. Lett.* 68 (1996) 2873-2875
- [POL71] Y.A. Polonskii, G.A. Pavlova, V.N. Savel'ev, T.V. Milovidova and V.B. Vinogradov, *Glass and Ceramics* 28 (1971) 182-184
- [PRA78] N.A. Pravdin, V.V. Soroka and Y.N. Tsarev, *J. Appl. Spectrosc. (USSR)* (1978) 835-837
- [PRE74] H.M. Presby and W.L. Brown, *Appl. Phys. Lett.* 24 (1974) 511-513
- [QSI05] www.qsil.de, 27.07.2005
- [ROM00] B. Romanjuk, D. Krüger, V. Melnik, V. Popov, Y. Olikh, V. Soroka and O. Oberemok, *Semiconductor Physics: Quantum, Electronics and Optoelectronics* 3 (2000) 15-18
- [RYS78] H. Ryssel and I. Ruge, *Ionenimplantation*, Springer Verlag (1978)
- [SAE93] P.N. Saeta and B.I. Greene, *Phys. Rev. Lett.* 70 (1993) 3588-3591
- [SCH77] H. Scholze, *Glas*, Springer Verlag (1977)

- [SCH97] R.E. Schenker and W.G. Oldham, *J. Appl. Phys.* 82 (1997) 1065-1071
- [SEE97] A. Seeger, *Mat. Sci. Forum* 255-257 (1997) 1-34
- [SKU00] L. Skuja, M. Hirano and H. Hosono, *Phys. Rev. Lett.* 84 (2000) 302-305
- [SNO95] E. Snoeks, T. Weber, A. Cacciato and A. Polman, *J. Appl. Phys.* 78 (1995) 4723-4732
- [SRI08] www.srim.org, 09.01.2008
- [SUZ94] R. Suzuki, Y. Kobayashi, K. Awazu, T. Mikado, M. Chiwaki, H. Ohgaki and T. Yamazaki, *Nucl. Instrum. Methods B* 91 (1994) 410-412
- [THA85] Y.T. Thathachari and W.A. Tiller, *J. Appl. Phys.* 57 (1985) 1805-1811
- [THA82] Y.T. Thathachari and W.A. Tiller, *J. Appl. Phys.* 53 (1982) 8615-8619
- [UED94a] A. Uedono, T. Kawano, S. Tanigawa and H. Itoh, *J. Phys.: Condens. Matter* 6 (1994) 8669-8677
- [UED94b] A. Uedono, S. Watauchi, Y. Ujihira and O. Yoda, *Hyperfine Interactions* 84 (1994) 225-230
- [VOG92] W. Vogel, *Glaschemie*, Springer Verlag (1992)
- [WEI04] Q. Wei, H. Liu and S.Y. He, *Radiat. Eff.* 159 (2004) 195-201