

## Bachelorarbeit

# Wachstum von Graphitsäulen im Diamant mittels Femtosekundenlaser

## Growth of Graphite Columns in Diamond via Femtosecond Laser

angefertigt von

**Jost Kollmeier**

aus Göttingen

am II. Physikalischen Institut

**Arbeitsnummer:** II.Physik-UniGö-BSc-2013/07

**Bearbeitungszeit:** 8. April 2013 bis 29. Juli 2013

**Erstgutachter/in:** Priv.Doz. Dr. Jörn Große-Knetter

**Zweitgutachter/in:** Prof. Dr. Arnulf Quadt



## Zusammenfassung

Für die Entwicklung eines 3D-Diamant-Detektors ist im Rahmen der vorliegenden Arbeit eine CVD-Diamantprobe mit laserinduzierten Graphit-Kanälen erstellt worden, welche per Aufdampfverfahren kontaktiert wurden. Für die Graphitisierung wurde ein Femtosekundenlaser mit einer Pulsbreite von 290 fs verwendet und dessen Intensität variiert. Einen zweiten Herstellungsparameter stellt die Geschwindigkeit dar, mit welcher die Diamantprobe durch den Laserfokus bewegt wird. Die Untersuchung der Parameter des Graphitisierungsprozesses zeigt den Einfluss auf die Struktur der erzeugten Graphitsäulen. Im Weiteren wird eine Apparatur vorgestellt und erprobt, die es erlaubt, jeden graphitisierten Kanal im Diamant über die aufgetragene Metallisierung zu kontaktieren und dessen jeweiligen elektrischen Widerstand zu messen. Da diese Messung erfolglos blieb, kann über die Eignung der Kanäle als Elektroden keine Aussage getroffen werden.

**Stichwörter:** Hochenergiephysik, 3D-Detektor, Diamantspurdetektor, CVD-Diamant, Femtosekundenlaser, Graphitisierung

## Abstract

For the development of a 3D diamond detector a CVD diamond with laser-induced graphite-channels has been created and each column contacted via an evaporation process. To initiate the graphitization a femtosecond laser with a pulse width of 290 fs was used, while varying laser power and the speed, at which the diamond sample was moved through the laser focus. The analyses of these production parameters shows the influence on the graphite column's structure. Furthermore an equipment for measuring the electrical resistance of each channel, by contacting their metallized ends, is presented and tested. Since this measurement was unsuccessful, it is not possible to evaluate, whether the induced graphite-columns are qualified for being used as electrodes.

**Keywords:** high energy physics, 3D detector, diamond tracking detector, CVD-diamond, femtosecond laser, graphitization



# Inhaltsverzeichnis

<b>1. Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2. 3D-Diamant-Detektoren</b>	<b>3</b>
2.1. Prinzip von Festkörperdetektoren . . . . .	3
2.1.1. Energieverlust von Teilchen in Materie . . . . .	3
2.1.2. Halbleiterdetektoren . . . . .	5
2.2. Diamant als Detektormaterial . . . . .	7
2.2.1. Vergleich der Sensoreigenschaften von Diamant und Silizium . . . . .	8
2.2.2. Charge Collection Distance . . . . .	10
2.3. 3D-Sensordesign . . . . .	11
<b>3. Laserinduzierte Graphitisierung von Diamant</b>	<b>13</b>
3.1. Theoretische Betrachtung . . . . .	13
3.1.1. Graphitisierungsmechanismus . . . . .	14
3.1.2. Schwellenenergie . . . . .	15
3.1.3. Kontinuierliches Graphitwachstum . . . . .	17
3.2. Experimentelle Vorgehensweise . . . . .	19
3.3. Ergebnisse der Graphitisierung . . . . .	23
<b>4. Widerstandsmessung der Graphitsäulen</b>	<b>29</b>
4.1. Metallisierung der Diamantprobe . . . . .	29
4.2. Experimenteller Aufbau . . . . .	31
4.3. Experimentelle Ergebnisse . . . . .	33
<b>5. Diskussion und Ausblick</b>	<b>35</b>
<b>A. Anhang</b>	<b>39</b>
A.1. Ergebnisse der Graphitisierung . . . . .	41
A.2. Widerstandsmessung . . . . .	47



# 1. Einleitung

Als innerste Detektorschicht eines gesamten Teilchendetektors, wie beispielsweise des ATLAS-Detektors am *Large Hadron Collider* (LHC) in Genf, sind Spurdetektoren hohen Strahlungsintensitäten ausgesetzt, wodurch eine große Strahlungsbeständigkeit für den langjährigen Betrieb eines entsprechenden Sensors notwendig ist. Mit der geplanten Zunahme der Luminosität an Teilchenbeschleunigern und der Verringerung des Abstandes zwischen innerster Spurdetektorlage und Kollisionspunkt geht eine Erhöhung der Strahlungsbelastung einher, weshalb die möglichst lange Lebenszeit der Detektormaterialien eine zunehmend wichtige Rolle spielt. Bei der Wahl des Sensormaterials für Festkörperspurdetektoren, wie sie zukünftig beispielsweise im *High Luminosity Large Hadron Collider* (HL-LHC) Anwendung finden könnten, stellt die Verwendung von Diamanten eine gute Alternative zum zur Zeit fast ausschließlich verwendeten Silizium dar. Denn einer der ausschlaggebenden Vorteile ist die im Vergleich größere Strahlungsbeständigkeit von Diamant.

Durch die vergleichsweise höhere Bandlücke erzeugen Diamantsensoren bei der Detektion ionisierender Teilchenstrahlung jedoch geringere Signalamplituden als Siliziumsensoren. Zudem spielt der Ladungseinfang durch Defekte im Diamantsensormaterial eine Effizienz mindernde Rolle. Um die Effizienz zu erhöhen, hat sich das Konzept von 3D-Diamant-Spurdetektoren als vielversprechend erwiesen. Zur Verringerung der Strecke zwischen den Ausleseelektroden werden, anstatt planare Elektroden an der Oberfläche des Diamantkristalls zu verwenden, Elektroden in Form von Graphitsäulen mittels eines Femtosekundenlasers in dem Diamanten erzeugt. Somit verringert sich bei gleicher Sensormaterialdicke die Strecke, welche durch Strahlung erzeugte Elektron-Loch-Paare im Diamant bis zur Ausleseelektrode zurücklegen müssen.

Ziel der in der vorliegenden Bachelorarbeit durchgeführten Experimente ist es daher, kontinuierliche Graphitsäulen innerhalb einer CVD-Diamantprobe mittels Femtosekundenlaser zu erzeugen und die Abhängigkeiten der Graphitisierungen von den Herstellungsparametern, Laserleistung und Geschwindigkeit, mit der die Diamantprobe durch den Laserfokus bewegt wird, zu untersuchen. Hinweise darauf, inwieweit sich die entstehenden Graphitsäulen als Elektroden eignen, soll die Messung des elektrischen Wider-

## *1. Einleitung*

standes liefern. Nach der näheren Beschreibung von 3D-Diamant-Detektoren und deren Funktionsprinzip in Kapitel 2, wird in Kapitel 3 auf die Herstellung der Graphit-Kanäle eingegangen und die Ergebnisse der Graphitisierungen dargestellt. Kapitel 4 behandelt die Widerstandsmessung und deren experimentelle Anordnung für die Vermessung der sich im Diamant befindenden Graphitsäulen.

## 2. 3D-Diamant-Detektoren

### 2.1. Prinzip von Festkörperdetektoren

Festkörperdetektoren arbeiten im Wesentlichen wie Ionisationskammern, jedoch handelt es sich bei dem Sensormaterial nicht um Gas, sondern um meist halbleitende Kristalle. Ionisierende Strahlung erzeugt im Festkörper Elektron-Loch-Paare, welche durch ein angelegtes elektrisches Feld an Elektroden eingesammelt werden und in einem elektrischen Signal resultieren. Einen Vorteil dieser Festkörperdetektoren liefert die bis zu zehnfach geringere Energie zur Erzeugung der Elektron-Loch-Paare im Vergleich zur Ionisation eines Gases [1]. Daraus resultieren bei gleicher deponierter Energie für Festkörperdetektoren entsprechend stärkere Signale als bei dem Auslesen von Gasdetektoren. Darüber hinaus erlauben Festkörperdetektoren sehr schnelle Auslesegeschwindigkeiten und eine feine Segmentierung [2].

#### 2.1.1. Energieverlust von Teilchen in Materie

Der Nachweis von Teilchen wird ermöglicht durch die jeweilige Wechselwirkung mit dem Detektormaterial und der daraus resultierenden Energieabgabe des einzelnen Teilchens. Hierbei dominiert für geladene Teilchen die elektromagnetische Wechselwirkung. Die drei zugrundeliegenden physikalischen Prozesse sind Anregung bzw. Ionisation, Cherenkov-Strahlung und Übergangsstrahlung in inhomogenen Materialien [3].

Für die hier betrachteten Festkörperdetektoren ist das Phänomen der Ionisation entscheidend: Durchdringt ein geladenes Teilchen das Detektormaterial kommt es zur Elektron-Loch-Paarbildung. Die mittlere Anzahl dieser freigesetzten Elektronen bzw. Löcher ist proportional zum Energieverlust im Material  $\Delta E$ .

$$\langle n_{e/h} \rangle = \frac{\Delta E}{W} \quad (2.1)$$

Hierbei bezeichnet  $W$  die mittlere Energie zur Erzeugung eines Elektronen-Loch-Paares, welche von der Bandlücke und Bandstruktur des jeweiligen Detektormaterials abhängt. Diese gibt nach dem Bändermodell die Energiedifferenz zwischen dem vollbesetzten Valenz-

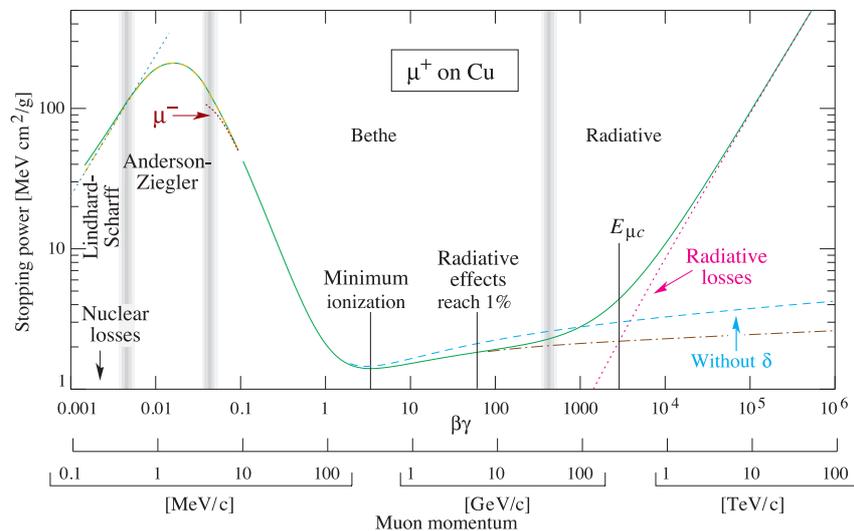
## 2. 3D-Diamant-Detektoren

und dem unbesetzten Leitungsband an. Sie entspricht jedoch nur für direkte Halbleiter der entsprechenden Anregungsenergie  $W$ , da für einen indirekten Halbleiter, wie beispielsweise Silizium, das Minimum des Leitungs- und das Maximum des Valenzbandes bei unterschiedlichen Elektronenimpulsen vorzufinden sind. Durch eine Impulsänderung erhöht sich die für die Elektron-Loch-Paarerzeugung notwendige Energie. Entsprechende Werte für Silizium und Diamant sind in Tabelle 2.1 zu finden.

Der mittlere Energieverlust durch Ionisation pro Weglänge  $x$  im Material kann für schwere geladene Teilchen ( $M \gg m_e$ ) durch die Bethe-Bloch-Formel beschrieben werden [4]:

$$-\left\langle \frac{dE}{dx} \right\rangle = K z^2 \frac{Z}{A} \frac{1}{\beta^2} \left[ \ln \left( \frac{2m_e c^2 \beta^2 \gamma^2}{I} \right) - \beta^2 - \frac{\delta(\beta\gamma)}{2} \right] \quad (2.2)$$

Die Bedeutungen der in der Formel vorkommenden Symbole sind der sich im Anhang befindlichen Tabelle A.1 zu entnehmen. Anhand des Energieverlustes von Myonen in Kupfer, welcher in Abbildung 2.1 dargestellt ist, zeigt sich, dass der Verlauf in Abhängigkeit des Parameters  $\beta\gamma$ , der proportional zum relativistischen Impuls ist, durch die Bethe-Bloch-Formel nur für einen gewissen Bereich gut beschrieben werden kann. Kleine Impulsbeträge ( $\beta\gamma < 0.1$ ) bewirken einen Energieverlust aufgrund von Kernwechselwirkungen, während für hohe Werte ( $\beta\gamma > 1000$ ) die Bremsstrahlung den dominierenden Prozess der Energieabnahme bildet [4].



**Abb. 2.1.:** Energieverlust von Myonen in Kupfer aufgetragen gegen den Myonenimpuls [4].

Für  $\beta\gamma \approx 3.5$  zeigt sich ein Minimum im Kurvenverlauf der Bethe-Bloch-Formel. Teilchen dieses oder eines leicht größeren Impulses erfahren demnach den niedrigsten Energiever-

lust durch Ionisation, weshalb sie als m.i.p.<sup>1</sup> bezeichnet werden und in Detektoren die niedrigsten Signale erzeugen. Dies macht jene besonders wichtig für die Detektorentwicklung, denn kann ein m.i.p. nachgewiesen werden, so können alle Teilchen dieser Art auch mit unterschiedlicher Energie detektiert werden.

Für andere schwere, geladene Teilchen wie Protonen, Pionen oder Kaonen ergeben sich aufgrund der unterschiedlichen Massen für den Energieverlust als Funktion des Impulses ähnliche, entsprechend verschobene Kurven.

Für leichtere, geladene Teilchen, wie Elektronen oder Positronen, sowie für hochenergetische Myonen verliert die obige Bethe-Bloch-Formel an Anwendbarkeit. Deutlich dominierend ist hier die Bremsstrahlung, für die der Energieverlust proportional zu der Energie  $E$  der eintreffenden Teilchen ist.

$$-\frac{dE}{dx} = \frac{E}{X_0} \quad (2.3)$$

Die materialspezifische Strahlungslänge  $X_0$  gibt die Eindringtiefe an, nach deren Zurücklegen die Energie des Teilchens sich um den Faktor  $1/e$  reduziert hat [3].

Bei der Wechselwirkung von Photonen mit Materie kommt es durch den Photoeffekt, den Compton-Effekt oder die Paarbildung zum Photonenergieverlust. Hierbei ist neben dem Material vor allem die Photonenenergie  $E_\gamma$  ausschlaggebend darüber, welcher dieser drei Prozesse dominiert. Für niederenergetische Photonen ( $E_\gamma < 100$  keV) überwiegt der Photoeffekt, bei  $E_\gamma \approx 1$  MeV der Comptoneffekt und bei hochenergetischen Photonen ab Energien von  $E_\gamma > 2$  MeV dominiert die Bildung von Teilchen-Antiteilchen-Paaren [3].

### 2.1.2. Halbleiterdetektoren

In Festkörperspurdetektoren, welche auf dem Funktionsprinzip der Ionisationskammer beruhen, wird auf den Detektordurchgang eines ionisierenden Teilchens durch die im Sensormaterial freigesetzte Ladung  $Q$  geschlossen. Anders als bei Kalorimetern finden hier Sensormaterialien mit vergleichsweise großen Strahlungslängen Anwendung, um den Durchgang durch mehrere Detektorlagen zu ermöglichen. So kann auf die entsprechende Bahn des geladenen Teilchens innerhalb eines angelegten Magnetfeldes zurückgeschlossen und über den Krümmungsradius der Trajektorie der entsprechende Transversalimpuls bestimmt werden. Die fast ausschließlich eingesetzten Festkörperspurdetektoren bilden die Halbleiterdetektoren.

Nach dem Bändermodell liegen für die streng periodisch angeordneten Atome in einem Festkörper keine klassisch diskreten Energieniveaus vor, wie es für isolierte Atome der

---

<sup>1</sup>engl: *minimum ionising particle*

## 2. 3D-Diamant-Detektoren

Fall ist. Stattdessen sind die gebundenen elektronischen Zustände im Festkörper auf bestimmten Intervallen der Energieskala erlaubt. Zwischen diesen Energiebändern können sich energetisch verbotene Bereiche befinden. Ein solcher Bereich ist die Bandlücke, welche die Energiedifferenz zwischen dem höchsten besetzten und dem tiefsten unbesetzten Niveau angibt. Deren Größe entscheidet darüber, ob es sich bei dem jeweiligen Festkörper um einen Isolator, Halbleiter oder Leiter handelt. Für Leiter, die keine Bandlücke besitzen, überschneiden sich Valenz- und Leitungsband. Halbleiter besitzen kleine Bandlücken, meist mit Werten kleiner als 3 eV, während Festkörper mit größeren Bandlücken Isolatoren bilden [5].

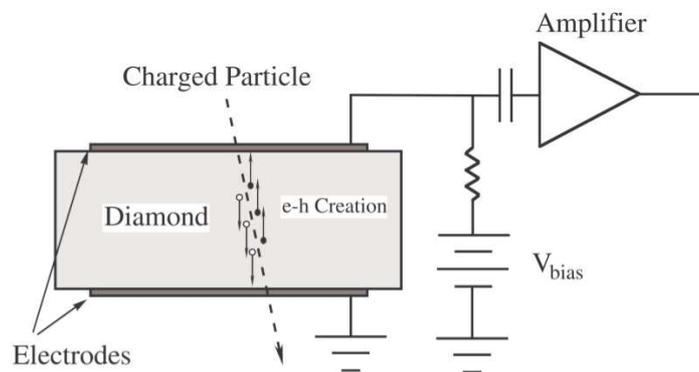
Für Silizium, das mit einer vergleichsweise kleinen Bandlücke von 1,12 eV zu den Halbleitern zählt, sind bei Raumtemperatur die thermischen Energien einzelner Elektronen bereits hoch genug, um die Bandlücke zu überwinden. Sowohl ein sich nun im Leitungsband befindendes Elektron als auch das im Valenzband entstandene Loch dienen als Ladungsträger, wodurch sich der recht niedrige spezifische Widerstand von  $2,3 \cdot 10^5 \Omega \cdot \text{cm}$  von Silizium erklären lässt [6]. Bei angelegtem elektrischen Potential bewirkt dieser einen nicht vernachlässigbaren Leckstrom, der sich für den Detektorbetrieb nicht nur in Erwärmung des Materials und somit noch größeren Strömen, sondern auch in Signalrauschen äußert. Um diesen Störeffekten entgegenzuwirken und die Anzahl an freien Ladungsträgern zu reduzieren, benutzt man unterschiedlich dotierte Halbleiter als Sensormaterial. Hierbei stellt der p-n-Übergang das grundlegende Prinzip dar.

Die Dotierung bedeutet das Einbringen fremder Atome in das Kristallgitter des Halbleitermaterials, welche eine andere Valenzelektronenanzahl besitzen. Fremdatome mit einem Atom mehr werden als Donatoren bezeichnet und bewirken einen n-dotierten Halbleiter; während Akzeptoren, die dementsprechend ein Valenzelektron weniger besitzen, eine p-Dotierung verursachen. Da diese Störstellen bevorzugt Elektronen abgeben bzw. annehmen, werden neue, örtlich gebundene Energieniveaus auf der Energieskala für Donatoren leicht unterhalb des Leitungsbandes und für Akzeptoren leicht über dem Valenzband induziert. Als p-n-Übergang wird nun ein Halbleiter bezeichnet, der aus unterschiedlich dotierten Bereichen besteht. In dem Grenzgebiet zwischen p- und n-dotiertem Material kommt es durch einen Konzentrationsgradienten der jeweiligen Majoritätsladungsträger zur Diffusion und zu deren Rekombination. Durch die nun fehlenden Ladungsträger bildet sich in diesem vorher elektrostatisch neutralen Grenzgebiet ein elektrisches Feld aus, welches der Diffusion weiterer Ladungsträger entgegenwirkt. Diese Raumladungszone wird Sperrschicht oder auch Verarmungszone genannt. Durch Anlegen einer Spannung in Sperrrichtung dieser Diode (positives elektrisches Potential an n-dotierte Seite) kann die Dicke der Verarmungszone vergrößert werden. Die Spannung, die nötig ist, um den komplet-

ten Halbleitersensor zu verarmen, wird als Depletionsspannung bezeichnet. Die komplette Verarmung ist für den Detektorbetrieb insofern nötig, als damit weniger freie Ladungsträger vorliegen und sich ein elektrisches Feld über das komplette Sensormaterial erstreckt, wodurch zwei, durch Ionisation freigesetzte, Ladungsträger eines Elektron-Loch-Paares auseinander driften und nicht rekombinieren, sondern an den Ausselektroden registriert werden können.

## 2.2. Diamant als Detektormaterial

Anstatt einen Halbleiter wie Silizium als Sensormaterial zu verwenden und dabei zwei unterschiedlich dotierte Regionen, wie oben beschrieben, zu depletieren, kann ebenfalls Diamant benutzt werden, welcher als Isolator bereits ohne Depletierung eine geringe Ladungsträgerdichte aufweist und somit ohne Dotierung funktionsfähig ist. Die Abbildung 2.2 zeigt den schematischen Aufbau eines möglichen Diamantenspurdetektors mit gegenüberliegenden Elektroden. An diesen wird die Betriebsspannung  $V_{bias}$  angelegt, die ein elektrisches Feld zur Sammlung der deponierten Ladung erzeugt. Hinter einer Kapazität zur Spannungsentkopplung wird das im Sensor erzeugte Signal durch einen ladungsempfindlichen Vorverstärker an die Ausselektrode weitergegeben.



**Abb. 2.2.:** Schema eines Diamant-Teilchendetektors [6].

Für den Einsatz von Diamant als Detektormaterial sind natürliche Diamanten aufgrund ihres hohen Preises, aber auch wegen Form und geringen Gewichtes auszuschließen. Den geometrischen Anforderungen für Spurdetektoren werden nur synthetische Diamanten gerecht, welche in einer Richtung dünn und in den übrigen beiden Dimensionen entsprechend ausgedehnt sind, um ausreichend groß für die Verwendung als Pixeldetektor zu sein.

## 2. 3D-Diamant-Detektoren

Die heutzutage üblichste Herstellungsmethode großer Diamanten bildet die Beschichtung von Substraten nach dem Prinzip der chemischen Gasphasenabscheidung (*engl.*: chemical vapour deposition, CVD). In einem meist von Mikrowellen generierten Plasma kommt es zur Ionisation von kohlenstoffhaltigen Gasmolekülen, wie beispielsweise Methan, sowie von molekularem Wasserstoff. Durch Elektronenstöße entstehen chemisch aktive Ionen und Radikale. Freie Wasserstoffradikale unterstützen die Trennung der gewünschten Kohlenstoffatome von den restlichen Molekülbestandteilen. Die freien Kohlenstoffatome setzen sich am aufgeheizten Substrat ab, auf welchem sie sich bewegen und somit kristalline Phasen ausbilden können. Hierbei wird die gleichzeitige Bildung von  $sp^2$ -hybridisierten Kohlenstoffphasen wie Graphit durch die freien Wasserstoffatome unterdrückt, wodurch es nur zur Ausbildung von  $sp^3$ -hybridisiertem Diamant kommt [7].

Neben der genauen Zusammensetzung des Gasgemisches aus kohlenstoffhaltigem Gas und Wasserstoff hat die Wahl des Substrates entscheidenden Einfluss auf die Beschaffenheit der Industriediamanten. Zur Herstellung von einkristallinen Diamanten ist ein bereits einkristalliner Diamant, welcher in seiner Größe beschränkt ist, als Substrat notwendig. Polykristallines Wachstum hingegen kann in Wafer-Größe beispielsweise auf Silizium hervorgerufen werden. Die Oberflächen der so entstehenden CVD-Diamanten werden zur Optimierung geschliffen.

Da seit Ausreifung dieses Herstellungsverfahrens die Probenverfügbarkeit, die entsprechende Detektorgröße und eine reduzierte Variabilität des Materials erreicht werden können, bilden CVD-Diamanten eine realisierbare Option als Festkörperdetektormaterial [6].

### 2.2.1. Vergleich der Sensoreigenschaften von Diamant und Silizium

Da Silizium derzeit als das Standardmaterial für Festkörperdetektoren angesehen werden kann, sind die Sensoreigenschaften von CVD-Diamanten jeweils in Relation zu denen von Silizium zu betrachten, wodurch Vor- und Nachteile dieses neuerartigen Sensormaterials ersichtlich werden.

Wie bereits erwähnt, zeichnet sich der Diamant im Vergleich zum Silizium vor allem durch eine höhere Strahlungsbeständigkeit aus [8]. Diese lässt sich durch die vergleichsweise starke Bindungsenergie des Kristalls erklären. Aufschluss hierüber liefert der Vergleich der Dislokationsenergie in Tabelle 2.1, in welcher die für die Anwendung als Spurdetektor relevanten Eigenschaften von Silizium denen von Diamant gegenübergestellt sind.

Eigenschaft	Diamant	Silizium
Bandlücke [eV]	5.47	1.12
Durchschlagsfeldstärke [V/cm]	$10^7$	$3 \cdot 10^5$
spezifischer Widerstand [ $\Omega \cdot \text{cm}$ ]	$> 10^{15}$	$2.3 \cdot 10^5$
Intrinsische Ladungsträgerdichte [ $\text{cm}^{-3}$ ]	$< 10^3$	$1.5 \cdot 10^{10}$
Massendichte [ $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ]	3.52	2.33
Kernladungszahl	6	14
Dielektrizitätskonstante	5.7	11.9
Dislokalisationsenergie [eV/Atom]	43	13 - 20
Energie zur Elektron-Loch-Paarerzeugung [eV]	13	3.6
Strahlungslänge [cm]	12.2	9.4
Durchschn. erzeugtes Signal/ $\mu\text{m}$ [e]	36	89
Durchschn. erzeugtes Signal/0.1% Strahlungsl. $X_0$ [e]	4400	8400

**Tab. 2.1.:** Vergleich von Sensoreigenschaften für Diamant und Silizium [6].

Ein weiterer wichtiger Unterschied liegt in der rund fünffach höheren Bandlücke des Diamanten. Diese bedingt die deutlich geringere intrinsische Ladungsträgerdichte und klassifiziert den Diamanten als Isolator mit einem großen spezifischen Widerstand. Diamantdetektoren können somit mit geringen Leckströmen und geringen Verlustleistungen betrieben werden, was zusammen mit der hohen Wärmeleitfähigkeit dafür sorgt, dass eine deutlich geringere Detektorkühlung als bei Siliziumdetektoren notwendig ist. Die um rund sieben Größenordnungen kleinere intrinsische Ladungsträgerdichte äußert sich zudem in vermindertem thermischen Rauschen. Eine Depletierung für den Detektorbetrieb ist bei Diamant nicht notwendig.

Die größere Bandlücke mindert jedoch gleichzeitig den Betrag der durch ionisierende Strahlung im Material freigesetzten Ladung. Durch einen höheren Energiebetrag, der zur Erzeugung eines Elektron-Loch-Paares nötig ist, kommt es für Diamantdetektoren zu kleineren Signalamplituden als unter Verwendung von Silizium bei gleicher Energie-deposition.

Durch die hohe Sättigungsgeschwindigkeit der Ladungsträger sowie deren hoher Mobilität kann eine schnelle Signalantwort des Spurdetektors erreicht werden. Die hohe Durchschlagsfeldstärke des Diamanten erlaubt das Anlegen hoher elektrischer Spannungen an den Sensor, was sowohl eine schnellere Signalantwort unterstützt als auch den Betrag der Ladungssammlung optimieren kann [6].

### 2.2.2. Charge Collection Distance

Ein Effizienz-minderndes Problem von Festkörpersensoren allgemein stellt der Ladungseinfang im Sensormaterial dar. Durch ionisierende Strahlung freigesetzte Ladungsträger können im Material beispielsweise durch Rekombination abgefangen werden und somit nicht mehr die Ausleseelektroden erreichen. Hierdurch trägt nur ein Bruchteil  $Q_m$  der tatsächlich freigesetzten Ladung  $Q_0$  zum Signal bei. Da für Diamant im Vergleich zu Silizium der Betrag an freigesetzter Ladung bei gleicher deponierter Energie ohnehin geringer ist, bildet der Ladungseinfang bei Diamantdetektoren einen entsprechend großen Nachteil.

Ein Maß für die Strecke, um welche die Elektronen und Löcher innerhalb des Kristalls im Mittel auseinander driften, ohne weggefangen zu werden, liefert die sogenannte *Charge Collection Distance* (CCD). Diese ist ein intrinsischer Parameter des jeweiligen Diamantsensormaterials und muss für die richtige Interpretation des Signals bekannt sein. Als Summe der beiden mittleren freien Weglängen eines Elektron-Loch-Paares ist die CCD abhängig von dem angelegten elektrischen Feld  $E$ , welches durch die Vorspannung  $V_{bias}$  erzeugt wird. Zudem gehen die Mobilität  $\mu$  und die Lebensdauer  $\tau$  von Elektronen und Löchern (*engl.*: holes) in die Bestimmung der CCD ein, von welcher die Effizienz eines Diamantsensors stark abhängt [6].

$$CCD = (\mu_e \tau_e + \mu_h \tau_h) E \quad (2.4)$$

Für die experimentelle Bestimmung der CCD bedient man sich folgender Definition aus dem Verhältnis von der im Kristall erzeugten Ladung  $Q_0$  und der an den Elektroden gemessenen Ladung  $Q_m$ .

$$CCD = d \frac{Q_m}{Q_0} \quad (2.5)$$

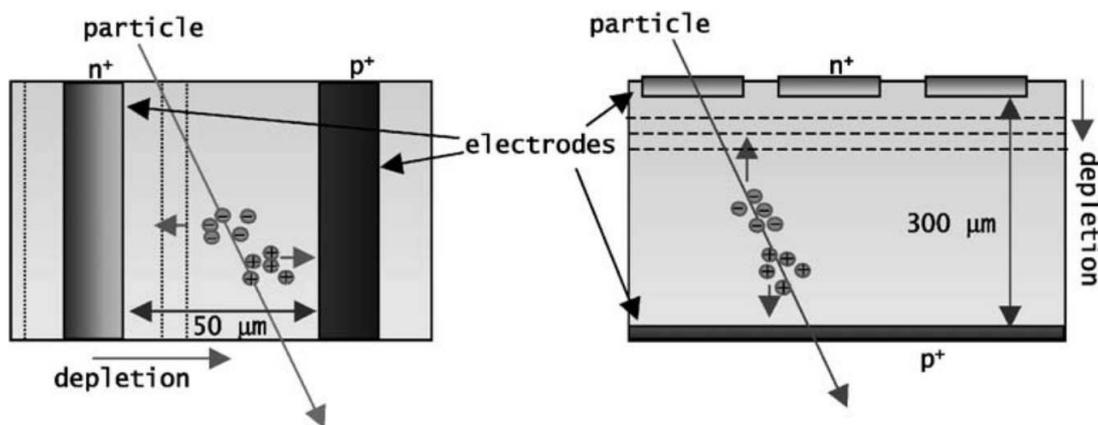
Dabei gilt Gl. 2.5 nur für CCDs, die kleiner als die Dicke  $d$  des Sensormaterials und somit kleiner als der Abstand der Elektroden sind.

Die kristalline Beschaffenheit eines Diamantdetektors spielt insofern eine wichtige Rolle, als einkristalline Diamanten durch Abwesenheit von Korngrenzen eine längere CCD besitzen und somit ebenfalls die Landungsausbeute  $\frac{Q_m}{Q_0}$  erhöhen. Für die Anwendung in Pixeldetektoren werden jedoch deutlich einfacher herstellbare polykristalline Diamanten bevorzugt, was sowohl auf Kostengründe zurückzuführen ist, als auch darauf, dass sich die CCD beider Diamantarten unter Bestrahlung verringert. Da diese Abnahme für beide gleich, exponentiell mit der bestrahlten Dosis, erfolgt, verringert sich der Vorteil von einkristallinen Diamanten. Denn die CCDs von poly- und einkristallinen Diamanten gleichen sich mit steigender Strahlendosis immer weiter an [9]. Um  $Q_m$  und somit die

Signalstärke des entsprechenden Detektors zu erhöhen, kann, wie durch Gleichsetzen der obigen Definitionen ersichtlich wird, entweder für einen konstanten Abstand  $d$  die Vorspannung und damit  $E$  erhöht werden, wobei dies zu höheren Leckströmen führt und jene durch die materialspezifische Durchschlagsspannung begrenzt ist, oder bei gegebenem  $E$  der Elektrodenabstand  $d$  verringert werden. Auf letzterem Konzept beruhen sogenannte 3D-Detektoren, auf welche im Folgenden eingegangen wird.

## 2.3. 3D-Sensordesign

Ein neueres Sensorkonzept, das sich von den meisten bisherigen Pixeldetektoren in einer veränderten Elektrodengeometrie unterscheidet, liegt bei den sogenannten 3D-Sensoren vor. Im Gegensatz zu planaren Elektroden an der Oberfläche des jeweiligen Sensormaterials befinden sich die hier säulenförmigen Elektroden innerhalb des Materials senkrecht zur Oberfläche wie in Abbildung 2.3 verdeutlicht ist.



**Abb. 2.3.:** Schema von planarem Pixeldetektor (rechts), verglichen mit 3D-Sensor (links) [10].

Bei diesem Konzept kann der Elektrodenabstand unabhängig von der Sensordicke gewählt werden. Letztere ist ausschlaggebend für die im Sensor deponierte Energiemenge und gibt für planare Elektroden deren Abstand vor. Insbesondere sind für 3D-Sensoren bei gleicher Sensordicke, welche typischerweise einige hundert Mikrometer beträgt, deutlich geringere Elektrodenabstände von rund  $50\ \mu\text{m}$  realisierbar [11]. Somit verringert sich die Strecke, welche die freigesetzten Elektronen und Löcher im Sensormaterial zurücklegen müssen, um an den Elektroden ausgelesen zu werden. Dies hat in erster Linie den entscheidenden Vorteil, dass der Einfluss des Ladungseinfangs reduziert werden kann, da

## 2. 3D-Diamant-Detektoren

die Wahrscheinlichkeit für Ladungsträger, beispielsweise an Defekten im Kristall eingefangen zu werden, sinkt, wenn die Ladungsträger kürzere Strecken zurücklegen. Insofern ist das 3D-Sensordesign besonders für Detektoren interessant, welche hohen Strahlungsbelastungen unterliegen, da die Bestrahlung Defekte hervorrufen kann und die mittlere freie Weglänge der deponierten Ladung reduziert [9].

Neben der Effizienzsteigerung durch den verringerten Elektrodenabstand liefert das 3D-Konzept zudem die Vorteile einer kleineren Depletionsspannung für Halbleiter sowie einer schnelleren Ladungssammlung [12]. Ein Nachteil ist die Tatsache, dass für die Erzeugung der 3D-Elektroden die Menge an sensitivem Detektormaterial reduziert werden muss, weshalb der Durchmesser der säulenförmigen Elektroden möglichst gering zu halten ist.

Siliziumdetektoren mit dieser dreidimensionalen Elektrodenanordnung sind bereits erfolgreich hergestellt worden [13] und sind für das derzeit stattfindende *Insertable B-layer*-Upgrade des ATLAS-Detektors am LHC vorgesehen [14].

Für die Herstellung eines 3D-Sensors aus Diamant kann ein Nutzen daraus gezogen werden, dass sowohl der Isolator Diamant als auch das elektrisch leitfähige Graphit aus Kohlenstoffatomen bestehen und lediglich zwei unterschiedliche Modifikationen eines Stoffes ausbilden. Durch eine laserinduzierte Graphitisierung ist es möglich, elektrisch leitende, säulenförmige Elektroden im polykristallinen CVD-Diamant herzustellen, wie im folgenden Kapitel beschrieben wird.

# 3. Laserinduzierte Graphitisierung von Diamant

Um wie in Abschnitt 2.3 erwähnt den Elektrodenabstand zu verringern, ohne die Schichtdicke des Sensormaterials zu reduzieren, beschreibt das Prinzip der 3D-Sensoren eine Anordnung der Elektroden senkrecht zur Sensoroberfläche. Für den Isolator Diamant wird dies realisiert, indem an entsprechenden Positionen mittels eines Femtosekundenlasers eine Graphitisierung hervorgerufen wird. Durch eine gezielte Steuerung des Laserfokus, an welchem die Phasenumwandlung stattfindet, können so elektrisch leitende Graphitsäulen innerhalb des Diamantsensors erzeugt werden, die für die spätere Anwendung als Elektroden dienen. Hierbei stellen Laserintensität und Geschwindigkeit des Fokuspunktes relativ zur Diamantprobe die wichtigsten Parameter zur Erzeugung möglichst homogener Säulen dar.

## 3.1. Theoretische Betrachtung

Das chemische Element Kohlenstoff kommt in elementarer Form in verschiedenen Modifikationen vor. Diese unterscheiden sich in erster Linie durch die Art der Hybridorbitale der entsprechenden Valenzelektronen. Für Graphit, dessen Kristallgitter aus Ebenen im Sechseck angeordneter Atome besteht, basieren die Bindungen eines Kohlenstoffatoms in einer solchen Ebene auf der  $sp^2$ -Hybridisierung. Die gleiche Hybridisierung und somit ebenfalls drei Bindungen zu Nachbaratomen pro Kohlenstoffatom liegen auch bei Fullerenen oder Kohlenstoff-Nanoröhren vor, welche kugelförmige beziehungsweise röhrenförmige Strukturen aufweisen. Im Diamant hingegen liegt durch die  $sp^3$ -Hybridisierung eine Tetraederstruktur vor, in welcher jedes Kohlenstoffatom vier kovalente Bindungen eingeht [5]. Wie Tabelle 2.1 zu entnehmen ist, handelt es sich bei Diamant um einen Isolator mit einer intrinsischen Ladungsträgerdichte unterhalb von  $n_e = n_h = 10^3 \text{ cm}^{-3}$ . Graphit ist mit einer deutlich höheren Ladungsträgerdichte von  $n_e = 3 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  elektrisch leitfähig [15].

#### 3.1.1. Graphitisierungsmechanismus

Die Transformation von Diamant zu Graphit findet ab einer bestimmten Temperatur von rund  $T_k \approx 700^\circ\text{C}$  (für atmosphärischen Druck) statt, wenn die Kohlenstoffatome im Diamantgitter genug Energie besitzen, ihren Bindungszustand zu wechseln und ein Graphitgitter mit geringerer Bindungsenergie auszubilden [16]. Um eine solche Strukturumwandlung in einer Diamantprobe herbeizuführen, kann die Graphitisierung durch die Absorption von Laserpulsen im Femtosekundenbereich erreicht werden [16–19].

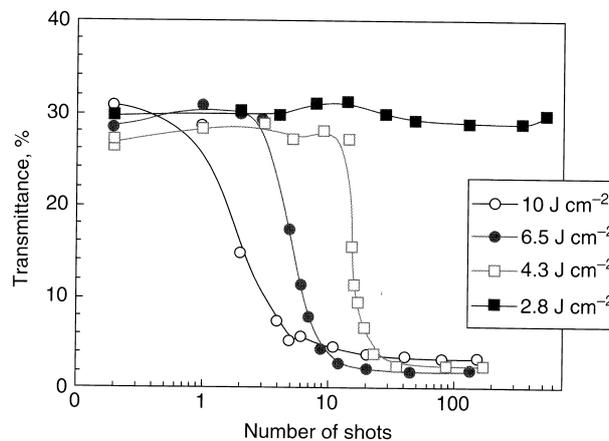
Mit der großen Bandlücke des Diamants von 5,47 eV sind einzelne Photonen des Lasers mit einer Wellenlänge von 800 nm bzw. 1043 nm zur Elektronenanregung nach dem Photoeffekt nicht ausreichend. Sichtbares und infrarotes Licht werden transmittiert, weshalb Diamant transparent erscheint. Bei der Verwendung eines Femtosekundenlasers jedoch kann bei hohen Intensitäten nichtlineare Photoionisation stattfinden, welche die Elektronenanregung durch Photonen mit Energien kleiner als die Bandlücke beschreibt. Abhängig von der Laserfrequenz und Intensität sind Tunnelionisation und Multiphotonenionisation die dominierenden Effekte [17]. Bei der Tunnelionisation kommt es durch das elektrische Feld des Lasers zu einer starken Deformation des Atompotentials, wodurch das Elektron die verbleibende Potentialbarriere durchtunneln kann. Die Multiphotonenionisation hingegen beschreibt den Effekt der Elektronenanregung durch die gleichzeitige Absorption mehrerer Photonen [20]. Ein weiterer Absorptionsmechanismus stellt die inverse Bremsstrahlung dar. Freie Elektronen absorbieren die Laserstrahlung in elastischen Stößen mit Atomen und Ionen des Kristallgitters [16].

Defekte und Verunreinigungen, wie sie natürlicherweise im Diamant vorliegen, begünstigen die Laserabsorption und Erzeugung freier Elektronen. Da sich der mittlere Atomabstand durch den Graphitisierungsprozess erhöht, tritt die Graphitbildung auch vereinfacht an der Diamantoberfläche auf, an welcher mehr freies Volumen zur Verfügung steht und ebenfalls keine perfekte Gitterstruktur herrscht.

Bei der Bestrahlung mit Laserlicht großer Pulslängen und geringen Intensitäten befinden sich die absorbierenden Elektronen im thermischen Gleichgewicht mit den Gitteratomen und sorgen für eine Temperaturerhöhung des ganzen Kristallgitters bis zur kritischen Temperatur  $T_k$ , deren Überschreiten die Graphitisierung hervorruft. Für kurze Pulsbreiten und hohe Intensitäten herrscht kein thermisches Gleichgewicht. Einzelne Elektronen können genug Energie besitzen, um durch direkte Stöße Kohlenstoffatome zu ionisieren und von deren Gitterplatz zu lösen. Abhängig von den Laserparametern kommt es so zur Ausbildung kleinerer Gebiete mit  $sp^2$ -hybridisierten Bindungen bis hin zur vollständigen Phasentransformation des Diamanten zu Graphit.

### 3.1.2. Schwellenenergie

Die laserinduzierte Graphitisierung von Diamant tritt erst auf, sobald die Energiedichte hoch genug ist, durch nichtlineare Photoionisation die Laserabsorption zu ermöglichen. Diese äußert sich wiederum in einer Abnahme der Transmission des Diamanten, welche in Abbildung 3.1 für unterschiedliche Laserfluenzen in Abhängigkeit der Laserpulsanzahl aufgetragen ist. Die entsprechenden Messwerte wurden für den Beschuss einer CVD-Diamantoberfläche mit einem 220 ps-Laser der Wellenlänge 539 nm gewonnen [16].

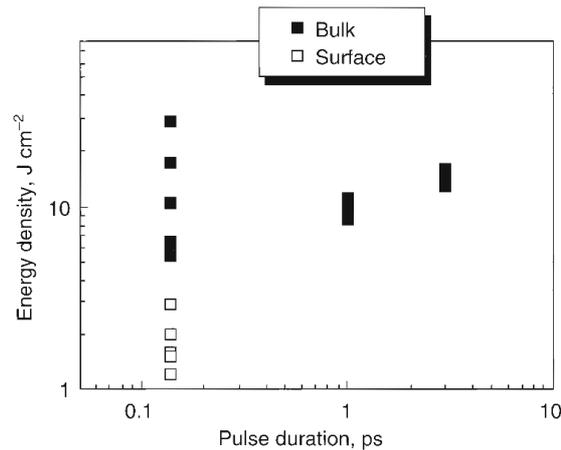


**Abb. 3.1.:** Messwerte der Transmission von Diamant in Abhängigkeit von Anzahl an Laserpulsen und der Laserenergiedichte. Eine Abnahme in der Transmission bedeutet eine Graphitisierung des CVD-Diamanten [16].

Für kleine Fluenzen zeigt sich keine Graphitisierung, während sich für Fluenzen, welche entsprechend oberhalb der Schwellenenergiedichte liegen, die Graphitbildung eine Abhängigkeit von der Pulsanzahl zeigt. Erst nach einigen Pulsen kommt es zur Abnahme der Transmission, was das Modell bekräftigt, dass stabile, nichtsichtbare Mikrodefekte, welche durch einzelne Pulse im Diamant hervorgerufen werden können, die Schwelle für eine Graphitisierung herabsetzen [16].

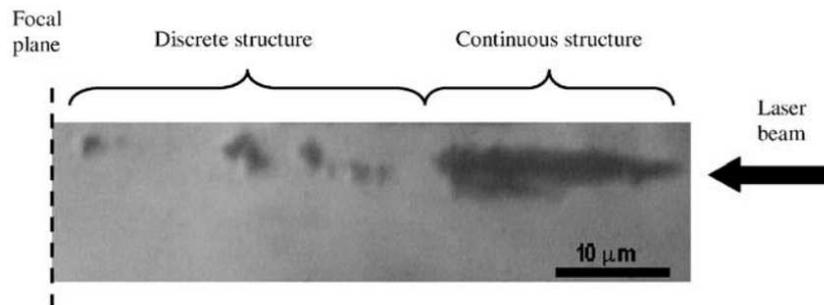
Eine solche Verminderung der Schwellenenergie liegt ebenfalls an der Oberfläche eines Diamanten vor, wie in Abbildung 3.2 deutlich wird. In Abhängigkeit von der jeweiligen Pulslänge des verwendeten Lasers sind die Fluenzen aufgetragen, welche nötig waren, um eine Graphitisierung hervorzurufen. Diese Grenzwerte liegen für die Graphitbildung im Material sieben bis zehnmal höher als für die Graphitisierung der Oberfläche. Für größere Pulslängen ergibt sich ein leichter Anstieg der besonders im Material statistisch stark schwankenden Grenzfluenzen.

### 3. Laserinduzierte Graphitisierung von Diamant



**Abb. 3.2.:** Schwellenenergiedichte der Graphitisierung für unterschiedliche Laserpulslängen [16].

Abbildung 3.3 zeigt die Graphitisierung innerhalb eines einkristallinen Diamanten, welche durch einen Laser der Wellenlänge 800 nm mit 120 fs Pulslänge induziert wurde. Die verdunkelten Bereiche der Graphitbildung teilen sich in die zwei Gebiete von diskreter und kontinuierlich stattfindender Graphitisierung. Die Abhängigkeit der Struktur der Graphitbildung vom Abstand zum Fokuspunkt beruht auf der Tatsache, dass mit zunehmendem Abstand die Intensität des Laserstrahls abnimmt. Für Fluenzen des Laserlichtes oberhalb eines Grenzwertes von  $F_{G_1} = 7 - 10 \frac{\text{J}}{\text{cm}^2}$ , wie sie nahe dem Fokuspunkt vorliegen, kann es zur spontanen Graphitisierung des Kristalls kommen.



**Abb. 3.3.:** Mikroskopaufnahme der vom Laser modifizierten Region im Diamant nach Bestrahlung mit mehreren 120 fs-Laserpulsen mit 320 nJ. Eingezeichnet sind die Position der Fokalebene sowie Richtung des Lasers [17].

Eine Vergrößerung des entstehenden Graphitgebietes wird jedoch sofort unterbrochen, sobald es spontan zur Graphitisierung an einer anderen Stelle strahlaufwärts kommt, da das neu entstehende Graphit das Laserlicht absorbiert und somit die weitere Graphitisierung des ersten Gebiets verhindert wird. Hierdurch resultiert die diskrete Graphitstruktur.

### 3.1.3. Kontinuierliches Graphitwachstum

Für kleinere Fluenzen findet keine spontane Graphitisierung isoliert im Kristall statt. Dennoch ist die Fluenz ausreichend für ein deutlich langsamer stattfindendes Wachstum von bereits vorhandenem Graphit in Laserrichtung. Die Graphitbildung an der Grenzschicht zwischen Graphit und Diamant ist auch für Energiedichten unterhalb der Grenzfluenz  $F_{G_1}$  möglich und somit energetisch günstiger als isoliert im Diamantmaterial.

Zur Erklärung dieses Phänomens tragen zwei Mechanismen bei, die beide auf dem Erhitzen des bereits vorhandenen Graphits beruhen. Mit einer Absorptionstiefe von rund 50 nm werden die Laserpulse hoher Intensität vom Graphit absorbiert und erhitzen dieses auf entsprechend hohe Temperaturen. Durch Abgabe der absorbierten Energie in Form von Wärme an das Diamantmaterial kann die kritische Temperatur  $T_k$  überschritten werden, wodurch es an der laserzugewandten Seite zur thermischen Graphitisierung kommt. Zudem bildet das heiße Graphit eine Quelle von UV- und Röntgenstrahlung, welche die Kohlenstoffphasentransformation initiieren können [16].

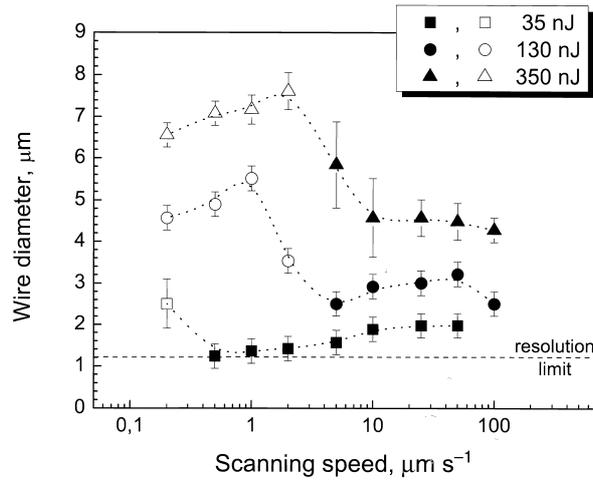
Ein zweiter Mechanismus beruht auf dem Ausstoß schneller Elektronen aus dem Graphit. Letzteres besitzt keine Bandlücke, weshalb Elektronen des bestrahlten Materials, durch Photonen der Wellenlänge 1043 nm angeregt, Geschwindigkeiten von  $v_e = \sqrt{2\hbar\omega/m_e} = 6,5 \cdot 10^5$  m/s erreichen können. Während eines 290 fs-Pulses dringen diese Elektronen bis zu 190 nm in das Diamantmaterial ein und aktivieren die Modifikation der durchdrungenen Diamantschicht. Die Konzentration an ausgestoßenen Elektronen, die mit zunehmendem Abstand zur Graphit-Diamant-Grenzschicht abnimmt, bestimmt die Dicke des neu graphitisierten Gebietes. Eine steigende Intensität der Laserpulse bedeutet demnach ebenfalls eine Zunahme der pro Puls graphitisierten Diamantschichtdicke.

Für anhaltende Bestrahlung mit gepulstem Laser findet die so verursachte kontinuierliche Graphitisierung solange statt, bis die Fluenz einen Grenzwert von  $F_{G_2} \approx 1 \frac{\text{J}}{\text{cm}^2}$  unterschreitet [16]. Durch die Verbreiterung des Laserstrahls ist so die kontinuierliche Graphitbildung, wie sie in Abbildung 3.3 dargestellt ist, auf einige zehn  $\mu\text{m}$  beschränkt [17].

Um längere Graphitsäulen von einigen hundert Mikrometern zu erzeugen, wie sie für einen 3D-Diamant-Sensor nötig sind, muss sich demnach die Fluenz  $F$  zwischen beiden Grenzwerten befinden ( $F_{G_1} < F < F_{G_2}$ ) und der Fokus mit konstanter Geschwindigkeit relativ zur Diamantprobe bewegt werden. Der Durchmesser der hierbei entstehenden Graphitkanäle wird durch die Fluenz, die Fokusgröße sowie die Fokusgeschwindigkeit beeinflusst. Eine höhere Laserintensität und somit entsprechend höhere Fluenz bewirkt eine Verbreiterung der Säulen. Beim Verschieben der Probe mit bestimmter Geschwindigkeit bei fester Pulsfolge erweist sich der Einfluss der Probengeschwindigkeit und damit des Abstandes zweier Laserpulse im Diamant als komplizierter. Untersuchungen mit einem Laser der

### 3. Laserinduzierte Graphitisierung von Diamant

Pulslänge 140 fs zeigen eine Verringerung des Säulendurchmessers für langsamere Probengeschwindigkeiten. Bei einer Pulsrate von 1 kHz ergeben sich für Probengeschwindigkeiten von 1 – 30  $\mu\text{m/s}$  Durchmesser von 1,5 – 3,5  $\mu\text{m}$  [18]. Die Abhängigkeit von der Probengeschwindigkeit ist insofern kontraintuitiv, als eigentlich zu erwarten wäre, dass für geringere Geschwindigkeiten pro Zeit mehr Energie deponiert wird und größere Regionen im Diamant graphitisiert werden. Die experimentellen Beobachtungen, die diesem Zusammenhang widersprechen, besitzen bisher keine treffende Erklärung [19].



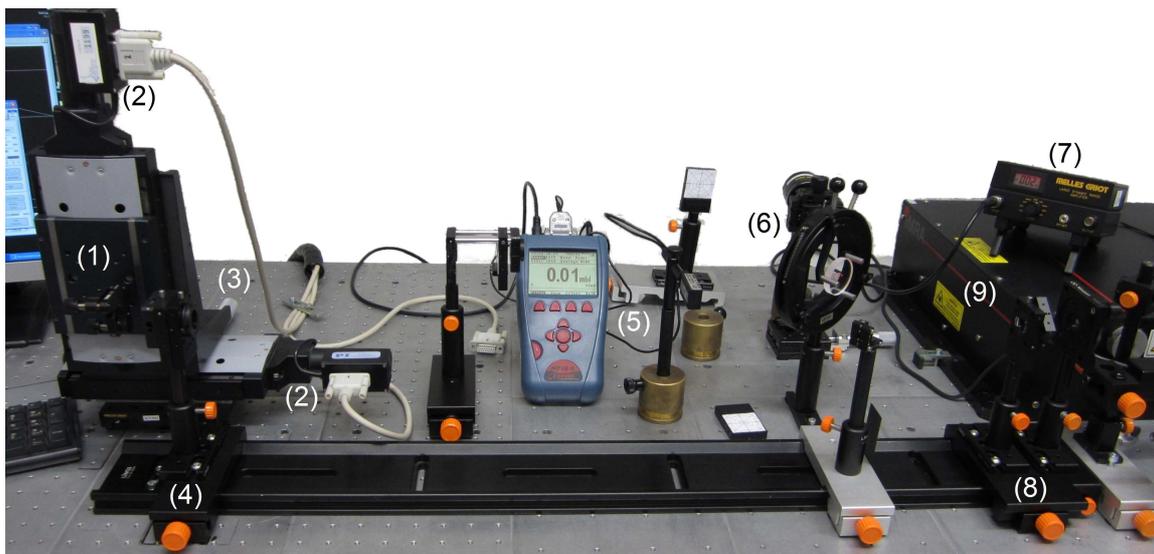
**Abb. 3.4.:** Graphitsäulendurchmesser in Abhängigkeit der Probengeschwindigkeit für unterschiedliche Pulsenergien. Die leeren Symbole bedeuten inhomogene Graphitkanäle aus einzelnen Fasern [19].

Abbildung 3.4 zeigt Messwerte für den Graphitsäulendurchmesser aufgetragen gegen die jeweilige Probengeschwindigkeit. Diese Graphitisierungen wurden durch 1 ps Laserpulse der Wellenlänge 800 nm mit einer Wiederholrate von 1 kHz induziert. Für langsame Probengeschwindigkeiten bilden sich Graphitsäulen aus mehreren dünnen Fasern aus (siehe Abb. A.1 im Anhang), deren Durchmesser größere Werte annehmen, als die homogener Säulen, welche mit schnelleren Geschwindigkeiten erzeugt wurden. Dieser Effekt der Säulenaufspaltung kann weder über Selbstfokussierung noch durch eine Aufspaltung des Laserstrahls erklärt werden [19].

Die Länge dieser Säulen jedoch ist bei bewegtem Laserfokus unbegrenzt und kann somit der kompletten Probendicke entsprechen. Dies zeichnet die kontinuierliche Graphitisierung für das Herstellungsverfahren für 3D-Elektroden im Diamanten aus. Jedoch ist zu beachten, dass Graphit mit  $\rho_{Gr}=1.8-2.25 \text{ g/cm}^3$  eine geringere Dichte als Diamant besitzt ( $\rho_{Di}=3.5 \text{ g/cm}^3$ ), weshalb die Graphitbildung zu mechanischen Spannungen im Kristall führen kann [17].

## 3.2. Experimentelle Vorgehensweise

Zur Herstellung von elektrisch-leitfähigen Elektroden innerhalb eines CVD-Diamanten wird eine entsprechende Diamantprobe durch den Fokus eines Femtosekundenlasers strahl-  
abwärts bewegt, sodass es durch die jeweils am Fokus stattfindenden Graphitisierungen zur Ausbildung von Graphitsäulen kommt. In Abbildung 3.5 ist der verwendete Versuchsaufbau dargestellt.

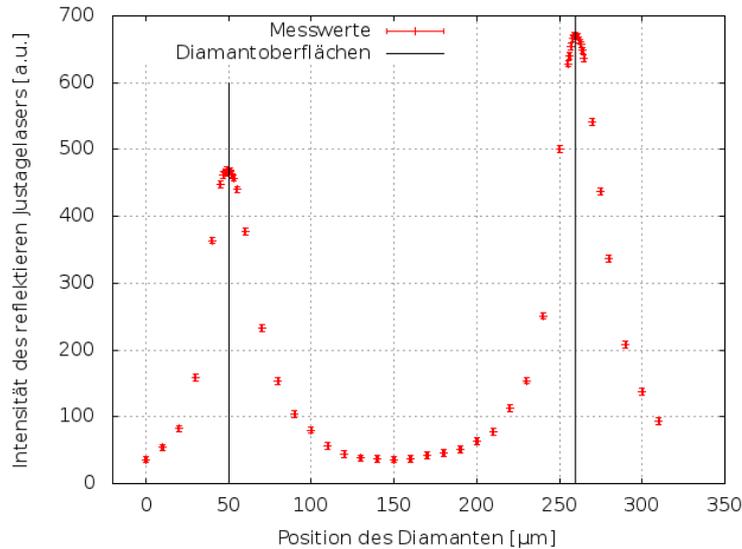


**Abb. 3.5.:** Versuchsaufbau für die Graphitisierung im *Laser-Laboratorium Göttingen e.V.*: 1)Diamantprobenhalter; 2)Schrittmotor; 3)Mikrometerschraube; 4)Linse; 5)Intensitätsmesser; 6)Justagelaser; 7)Intensitätsmesser für refl. Justagelaser; 8)Intensitätsdämpfer; 9)Femtosekundenlaser.

Zum Induzieren der Graphitisierung im optisch hochwertigem Diamant wird ein Femtosekundenlaser mit einer Pulslänge von  $\tau = 290$  fs und einer Pulsfrequenz von  $f = 200$  kHz verwendet. Die Wellenlänge dieses Lasers beträgt 1043 nm. Über Polarisator und  $\lambda/2$ -Plättchen im Strahlengang kann die Lichtintensität des Lasers reduziert und mit einem Leistungsmesser die entsprechende Leistung  $P_{Laser}$  abgelesen werden. Die gewählten Werte der so regulierbaren Laserleistung sind in Tabelle 3.1 aufgelistet. Aus dieser zeitlich gemittelten Leistung und der Pulsfrequenz ergibt sich die Energie eines Laserpulses zu  $E_{Puls} = P_{Laser}/f$ . Das Laserlicht wird mittels einer Linse auf eine Strahltaile von rund  $4,4 \mu\text{m}$  im Diamant fokussiert, wodurch um den Fokuspunkt Fluenzen erreicht werden, die die Graphitisierung induzieren.

### 3. Laserinduzierte Graphitisierung von Diamant

Die verwendete polykristalline CVD-Diamantprobe des Herstellers *Diamond Materials GmbH* in Freiburg besitzt die Maße  $4.8 \times 4.8 \times 0.5$  mm und ist in einer entsprechend angefertigten Kunststoffhalterung, welche nur die Ecken des Diamantplättchens verdeckt, senkrecht zum Laserstrahl positioniert. Der Diamant kann in Richtung des Strahlenganges, sowie nach oben und unten mittels zweier Schrittmotoren gesteuert werden. In horizontaler Richtung senkrecht dazu wird der Kristall, und somit der Laserfokus relativ zu diesem, über eine Mikrometerschraube per Hand positioniert.



**Abb. 3.6.:** Messwerte der Intensität des reflektierten Justagelaserlichtes in Abhängigkeit der Diamantposition in Strahlrichtung. Die Messung wurde durchgeführt für eine Diamantprobe, die aus dem gleichen Wafer stammt wie der im Rahmen dieser Arbeit graphitisierte Diamant. Das linke Intensitätsmaximum beschreibt die Lichtreflexion an der laserabgewandten Diamantrückseite und ist aufgrund von leichter Lichtabsorption und Streuung im Diamant schwächer ausgeprägt.

Zur Kalibrierung des Aufbaus bei abgeschaltetem Femtosekundenlaser dient ein sichtbarer Helium-Neon-Laser. Neben der Justage aller optischen Instrumente im Strahlengang dient dieser insbesondere der genauen Positionierung der Diamantprobe entlang der Strahlrichtung. Durch die Intensitätsmessung des am Diamanten reflektierten Lichtes kann auf die Positionen der Diamantoberflächen geschlossen werden. Sobald der Justagelaser auf Vor- beziehungsweise Rückseite der Diamantprobe fokussiert ist, sind, wie in Abbildung 3.6 verdeutlicht, starke Lichtreflexe messbar.

Zu beachten ist, dass der so ermittelte optische Abstand der beiden Diamantoberflächen von  $d_{opt}=(218 \pm 1)$  µm der optischen Weglänge des Laserfokus und nicht der tatsächlichen Dicke der Diamantprobe von  $d=(518,2 \pm 1,8)$  µm entspricht. Letztere ist unter einem

Mikroskop bestimmt worden und mit einem Fehler behaftet, der sich aus der Standardabweichung von fünf Messungen ergibt. Beide Strecken unterscheiden sich um den Faktor  $n=2,38 \pm 0,02$ , welcher den Brechungsindex des Diamanten für die verwendete Wellenlänge angibt.

Für die Herstellung einer Graphitsäule durch die ganze Dicke der Diamantprobe muss der Diamant demnach nur um  $d_{opt}$  bewegt werden. Um den Einfluss einer möglichen Abweichung der Fokuspositionen beider Laser zu unterdrücken, wird die Laserbestrahlung mittels Femtosekundenlaser jeweils  $50 \mu\text{m}$  vor beziehungsweise hinter der Diamantprobe mittels Shutter gestartet beziehungsweise gestoppt. Dieser großzügig gewählte Sicherheitsabstand gewährleistet, dass der Fokus des Arbeitslasers die komplette Probendicke durchläuft. Der Unterschied der Brechungsindizes für die Wellenlängen beider Laser ( $n_{Di}=2,3914$  für  $\lambda=1064\text{nm}$  [16]) ist so ebenfalls vernachlässigbar, wie auch die leichte Verkippung der Diamantprobe. Die Abweichung von der komplett senkrechten Ausrichtung betrug für die Diamantprobe  $12 \mu\text{m}$  in Strahlenrichtung auf  $2,5\text{mm}$  Verschiebung. Mit einer maximalen Probenbreite von  $4,8\text{mm}$  und dem Sicherheitsabstand von  $50 \mu\text{m}$  ist die Verkippung um rund  $0,5\%$  demnach zu tolerieren.

Für die Bewegung des Diamanten durch den Laserfokus ist wichtig, dass diese strahlabwärts erfolgt und der Laserfokus demnach relativ gesehen von der Rückseite durch den Kristall zur laserzugewandten Oberfläche wandert. Andernfalls wäre die Erzeugung von Graphitsäulen nicht möglich, da bereits auftretendes Graphit das Laserlicht absorbiert. Über die digitale Ansteuerung der Schrittmotoren kann die Geschwindigkeit der Diamantprobe gewählt werden, aus welcher sich die Fokusgeschwindigkeit durch Multiplikation mit dem Brechungsindex des Diamanten ergibt. Da diese nur für eine Abschätzung des Laserpulsabstandes benötigt wird, kann der in der Literatur für  $\lambda = 1064\text{nm}$  genannte Brechungsindex verwendet werden, obwohl die tatsächlich verwendete Laserwellenlänge leicht abweicht. Für die Charakterisierung der entstehenden Graphitsäulen wird im Folgenden jeweils die Diamantprobengeschwindigkeit angegeben.

### 3. Laserinduzierte Graphitisierung von Diamant

---

Laserleistung [mW]	60	120	100	80	50	45	40
→ Energie pro Laserpuls [nJ]	300	600	500	400	250	225	200
Diamantprobengeschwindigkeit [ $\mu\text{m/s}$ ]	5	10	20	40	70		
→ Fokusgeschwindigkeit [ $\mu\text{m/s}$ ]	12	24	48	96	167		
→ Laserpulsabstand im Kristall [ $\text{\AA}$ ]	0,6	1,2	2,4	4,8	8,4		

---

**Tab. 3.1.:** Parameterraum der durchgeführten Graphitisierungen. Aufgelistet sind die nominellen Werte sowohl für die Laserleistung, aus welcher sich die Energie pro Laserpuls errechnen lässt, als auch für die Geschwindigkeit der Diamantprobe, welche die Fokusgeschwindigkeit innerhalb des Kristalls und somit den jeweiligen Laserpulsabstand vorgibt.

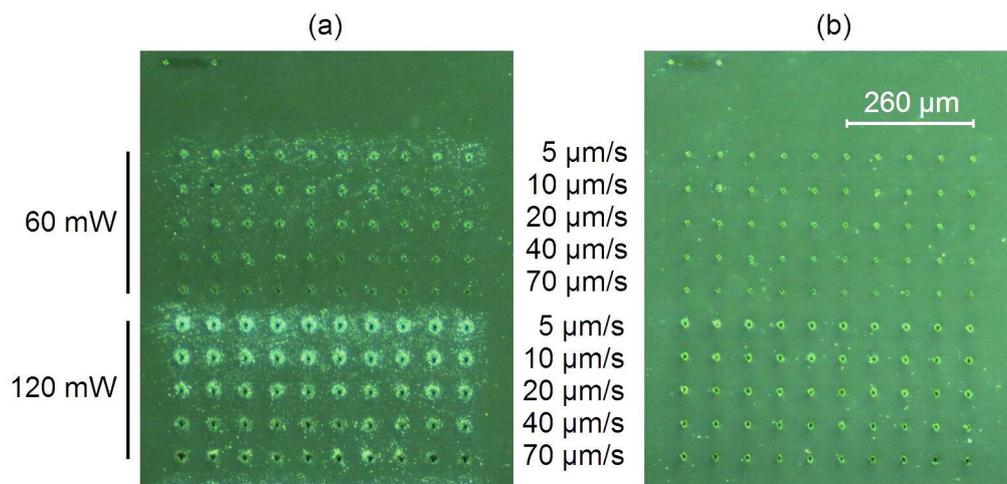
Im Voraus durchgeführte Testläufe mit dem beschriebenen Versuchsaufbau zeigten für eine Laserleistung von 60 mW erfolgreiche Graphitisierungen innerhalb des Kristalls [21]. Um die Abhängigkeit der Säuleneigenschaften von Fokusgeschwindigkeit und Laserleistung zu untersuchen, wurden diese beiden Parameter variiert. Die gewählten Werte sind in Tabelle 3.1 aufgelistet.

Für jede der 35 möglichen Kombinationen aus den sieben unterschiedlichen Laserleistungen und fünf Geschwindigkeiten sind jeweils zehn Graphitsäulen in einer Reihe im Kristall erzeugt worden. Der Säulenabstand in jeder Reihe wurde über den entsprechenden Schrittmotor auf  $65 \mu\text{m}$  eingestellt. Für die spätere Kontaktierung der Säulen ist eine runde Metallisierung mit einem Durchmesser von  $50 \mu\text{m}$  vorgesehen (vgl Kap. 4.1). Der gewählte Säulenabstand erlaubt somit einen ausreichenden Platz zwischen den leitenden Oberflächenbeschichtungen von  $15 \mu\text{m}$ . Zudem entspricht der so gewählte Säulenabstand der Größenordnung wie sie für zukünftige 3D-Detektoren vorgesehen ist [11].

Entsprechend der Parameterreihenfolge in Tabelle 3.1 wird ein Feld aus 35 Reihen mit je 10 Säulen erzeugt, wobei der Abstand der Zehnerreihen per Mikrometerschraube auf jeweils  $70 \mu\text{m}$  eingestellt wird (vgl. Abb. 3.8). Die zusätzlichen  $5 \mu\text{m}$  wurden gewählt, da die Mikrometerschraube auf  $10 \mu\text{m}$  skaliert ist und durch das manuelle Einstellen ein größerer Fehler zu erwarten ist.

### 3.3. Ergebnisse der Graphitisierung

Durch Betrachtung der Diamantprobe unter einem optischen Mikroskop kann festgestellt werden, dass für alle gewählten Parameter erfolgreich Graphitisierungen hervorgerufen werden konnten. An allen bestrahlten Stellen sowohl an der Vorder- als auch an der Rückseite des Diamanten sind an der Oberfläche punktförmige Verdunkelungen sichtbar, was auf die Graphitbildung schließen lässt.



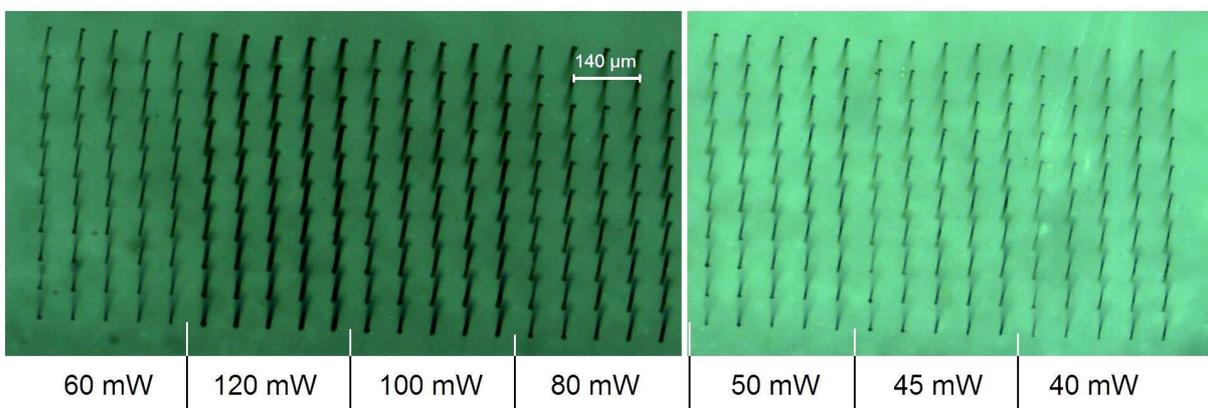
**Abb. 3.7.:** Mikroskopaufnahmen der Laseraustrittsseite des Diamanten nach Graphitisierung mit Laserleistungen von 60 mW und 120 mW für alle fünf Probengeschwindigkeiten (a). Aufnahme (b) zeigt den gleichen Ausschnitt nach Reinigung der Oberfläche mit Aceton. Der Grünton der tatsächlich transparenten Diamantprobe beruht auf einer Farbverfremdung durch das Aufnahmeprogramm.

Abbildung 3.7 zeigt Mikroskopaufnahmen der laserzugewandten Diamantoberfläche nach der Graphitisierung. Deutlich erkennbar sind hier um die dunklen Graphitpunkte herum heller scheinende Ringe, welche für höhere Laserleistungen deutlich stärker ausgeprägt sind. Zusätzlich zeigt sich eine Abhängigkeit von der Geschwindigkeit, mit der die Diamantprobe durch den Laserfokus bewegt worden ist. Für höhere Geschwindigkeiten zeichnen sich die Ringe weniger stark ab als für langsame. Dies und die Tatsache, dass eine einfache Entfernung mittels Aceton und Wischtuch möglich ist, lassen vermuten, dass es sich um Verschmutzungen in Form von Graphitablagerungen handelt. Da der Laserfokus über die Diamantoberfläche hinaus bewegt wird, könnte es an der Luft direkt an der neu erzeugten Graphitoberfläche zur Ausbildung eines Plasmas kommen, welches einen Graphitwurf und Kraterbildung erklären kann. Je höher die Laserleistung und je länger die

### 3. Laserinduzierte Graphitisierung von Diamant

Bestrahlung direkt an der Oberfläche durch eine langsamere Fokusgeschwindigkeit, umso stärker ist die Zerstäubung und Ausbildung des durch Lichtstreuung weiß erscheinenden Ringes. An der laserabgewandten Diamantrückseite ist ein solches Phänomen nicht beobachtbar, da der Laserfokus nach der ersten Graphitisierung direkt weiter in das Diamantmaterial bewegt wird.

Durch Verkippen des transparenten Diamanten unter dem Mikroskop sind Aufnahmen der ganzen Graphitsäulen möglich, wie die Abbildungen 3.8 und 3.11 zeigen. Für alle gewählten Parameter scheinen kontinuierliche Graphitisierungen durch die komplette Diamantdicke erzeugt worden zu sein.



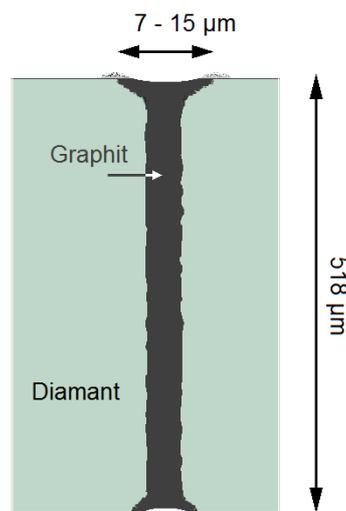
**Abb. 3.8.:** Aufnahmen aller erzeugten Graphitsäulen in der unter dem Mikroskop um  $40^\circ$  nach hinten verkippten Diamantprobe. Die Verschmierungen an den Enden der Säulen sind auf eine begrenzte Schärfentiefe zurückzuführen.

Nach anfänglichen Tests in Form von Laserbestrahlung mit unbewegtem Fokus in einer anderen Diamantprobe zeigte sich für die Laserleistung von 40 mW keine Graphitbildung [21]. Auch für die am geringsten gewählte Laserleistung sind für alle Geschwindigkeiten kontinuierliche Graphitsäulen entstanden, was darauf zurückzuführen ist, dass der Graphitisierungsprozess mit einer Obeflächengraphitisierung an der Diamantrückseite begonnen wurde. Diese dort unter einer geringen Schwellenenergie stattfindende Phasenumwandlung initiiert die weitere Graphitbildung auch innerhalb des Kristalls, da die Schwellenenergie an der Grenzschicht zwischen Diamant und Graphit geringer ist als isoliert im Diamantmaterial.

Für die Säulendurchmesser zeigt sich wie erwartet eine Abhängigkeit von der Laserleistung. Die Säulenblöcke à 50 Säulen, welche bei jeweils gleicher Laserleistung erzeugt wurden, unterscheiden sich gegenüber den benachbarten Blöcken in Säulendicke umso stärker, je weiter die jeweiligen Werte der Laserleistung auseinander liegen (vgl. Abb. 3.8). Unter

Bestrahlung mit höheren Laserintensitäten entstehen dickere, in der Aufnahme dunkler erscheinende, Graphitsäulen.

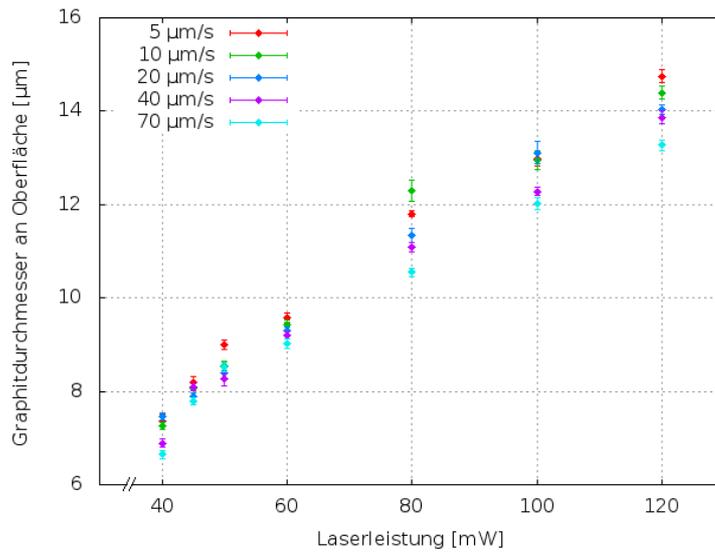
Da die Phasenumwandlung an der Oberfläche begünstigt ist, zeigen sich an beiden Diamantoberflächen Verbreiterungen des entstandenen Graphits, welche an der laserzugewandten Seite (in den Abbildungen oberes Säulenende) stärker ausgeprägt sind. Abbildung 3.9 verdeutlicht die Beobachtungen in einer angefertigten Skizze.



**Abb. 3.9.:** Skizze der Graphitsäulenstruktur. Verdeutlicht sind die Verbreiterungen an der Diamantoberfläche und Graphitablagerungen an der Laseraustrittsseite.

Aufgrund des begrenzten Auflösungsvermögens des verwendeten Mikroskops war eine genaue Messung der Säulendurchmesser, welche sich in der Größenordnung von  $10\ \mu\text{m}$  befinden, nicht möglich. Unter einem anderen verfügbaren Mikroskop, welches Teil einer *Probe-Station* ist, kann unter stärkerer Vergrößerung auch ein besseres Auflösungsvermögen erreicht werden. Jedoch war hier aufgrund einer deutlich geringeren Schärfentiefe die dreidimensionale Darstellung der Säulen nicht möglich. Stattdessen wurden die Graphitisierungen an der laserzugewandten Diamantoberfläche aufgenommen und deren Durchmesser mit Hilfe des Aufnahmeprogrammes *PixelFox* ermittelt, indem Kreise um die entsprechenden Stellen gefittet wurden. Die jeweiligen Aufnahmen mit eingetragenen Durchmessern befinden sich im Anhang.

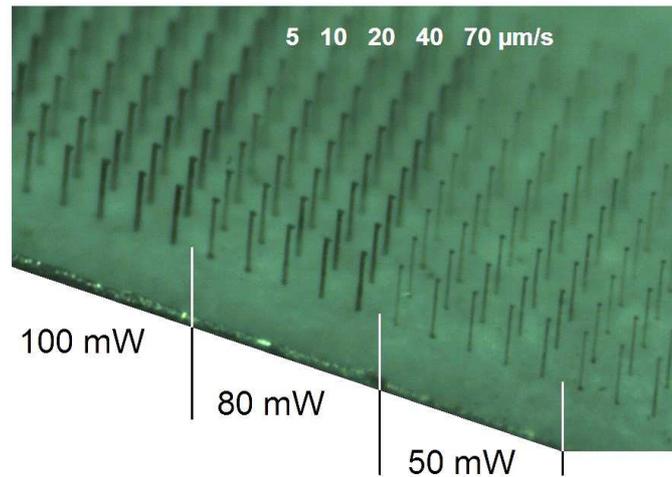
### 3. Laserinduzierte Graphitisierung von Diamant



**Abb. 3.10.:** Durchmesser des Graphits an der Vorderseite des Diamanten in Abhängigkeit der jeweiligen Laserintensität für die fünf Diamantprobengeschwindigkeiten. Aufgetragen sind die Mittelwerte aus den Vermessungen der jeweils zehn Säulen gleicher Herstellungsparameter mit dem aus der Standardabweichung resultierenden Fehler.

Abbildung 3.10 zeigt die resultierenden Mittelwerte der Messwerte in Abhängigkeit von der Laserleistung für die unterschiedlichen Diamantprobengeschwindigkeiten. Mit zunehmender Laserleistung steigt der Durchmesser deutlich an. Für die Abhängigkeit von der Fokusgeschwindigkeit ist kein eindeutiger Zusammenhang erkennbar (vgl. Abbildung A.11 im Anhang). Es zeigt sich jedoch die Tendenz von größeren Durchmessern für geringere Geschwindigkeiten, was genauso wie die stärkere Graphitzerstäubung für kleine Geschwindigkeiten ebenfalls auf einen zeitlich längeren Einfluss des Lasers auf die Diamantoberfläche zurückzuführen ist.

Da die Durchmesser allerdings nur an der Oberfläche vermessen wurden, liefert die Messung keinen direkten Aufschluss über den Säulendurchmesser innerhalb des Kristalls. Weil die Graphitisierung jedoch an der Oberfläche bevorzugt stattfindet, können die erhaltenen Messwerte als Maximalwerte für die Säulendurchmesser im Inneren betrachtet werden. Keine der erzeugten Säulen ist im Inneren demnach dicker als  $15\ \mu\text{m}$ . Für Graphitisierungen mit einer Laserleistung von  $40\ \text{mW}$  sind von Säulendurchmessern unter  $7\ \mu\text{m}$  auszugehen. Mit diesen Maximalwerten können die Durchmesser im Inneren über die vorliegenden Mikroskopaufnahmen grob auf  $5 - 13\ \mu\text{m}$  geschätzt werden.



**Abb. 3.11.:** Mikroskopaufnahme der leicht gedrehten und um  $60^\circ$  nach hinten verkippten Diamantprobe. Von links nach rechts innerhalb eines Säulenblocks gleicher Laserleistung sind die Fokusgeschwindigkeiten steigend. Die im Bild am oberen Enden der Säulen befinden sich auf der laserzugewandten Vorderseite des Diamanten.

Der Trend von größeren Graphitdurchmessern an der Oberfläche für langsamere Fokusgeschwindigkeiten liegt im Kristallinneren für die Säulendurchmesser genau gegenteilig vor. Wie in Abbildung 3.11 erkennbar, nimmt die Säulenstärke der Graphitisierungen unter gleicher Laserleistung mit steigender Fokusgeschwindigkeit zu. Dieses Ergebnis stimmt mit den Beobachtungen von Quelle [16] überein. Für genauere Betrachtungen fehlte allerdings die Zeit, da für die Messung der elektrischen Widerstände der einzelnen Graphitkanäle eine Metallisierung der Diamantoberflächen vorgenommen werden musste, wozu die Probe an die *Ohio State University* in Columbus, USA, geschickt worden ist.



## 4. Widerstandsmessung der Graphitsäulen

Für die Verwendung der Graphitsäulen als Ausleseelektroden für einen 3D-Diamant-Detektor müssen die laserinduzierten Kanäle elektrisch leitfähig sein. Um dies zu überprüfen und weitere Informationen über den Graphitisierungsprozess in Abhängigkeit der Laserparameter zu erlangen, ist es wichtig, den elektrischen Widerstand jeder Säule zu ermitteln.

Der spezifische Widerstand  $\rho$  eines Stoffes, welcher den Kehrwert der elektrischen Leitfähigkeit angibt, ergibt sich aus dem messbaren elektrischen Widerstand  $R$  einer entsprechenden Probe sowie deren Länge  $l$  und Querschnittsfläche  $A$  [22].

$$\rho = R \cdot \frac{A}{l} \quad (4.1)$$

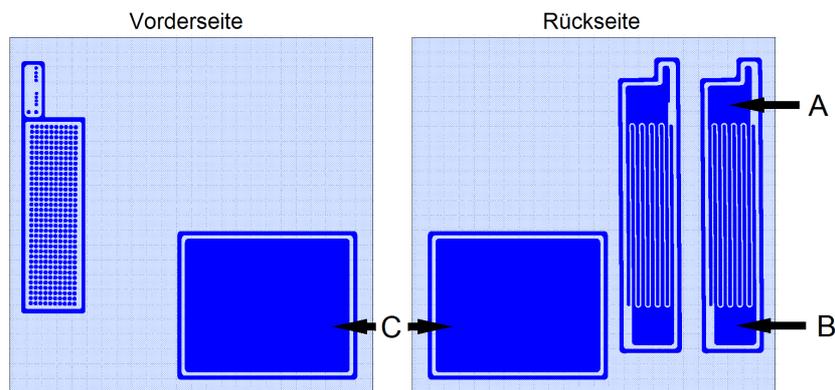
Nach Quelle [19] wurden für den spezifischen Widerstand von laserinduzierten Graphitisierungen Werte von  $\rho = 1,6 - 3,9 \Omega \cdot \text{cm}$  ermittelt, welche jeweils deutlich über den für polykristallines Graphit typischen Werten von  $10^{-5} - 5 \cdot 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$  liegen. Dies zeigt, dass das vom Laser modifizierte Material nicht als reines Graphit bezeichnet werden kann, sondern der teilweise graphitisierte Diamant sowohl  $sp^2$  als auch  $sp^3$ -hybridisierte Bindungen beinhaltet. Bei bekannter Säulengeometrie können nach Messung des elektrischen Widerstand demnach Aussagen darüber getroffen werden, inwieweit für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Graphitisierungen Säulen aus reinem Graphit erzeugt werden konnten.

### 4.1. Metallisierung der Diamantprobe

Bevor eine Widerstandsmessung durchgeführt werden konnte, war es notwendig eine Metallisierung der Diamantoberfläche durchzuführen, um eine Kontaktierung der Graphitsäulen zu ermöglichen. Diese Metallisierung wurde an der *Ohio State University* in Columbus, USA, nach dem *Lift-Off*-Verfahren durchgeführt.

#### 4. Widerstandsmessung der Graphitsäulen

Die grundlegende Prozessabfolge dieser Herstellung metallischer Mikrostrukturen beginnt mit dem Aufbringen einer Opferschicht, die meist von einem Fotolack gebildet wird, auf das Substrat (*hier*: Diamant). Anschließend kommt es zur fotolithografischen Strukturierung des auf dem Substrat befindlichen Opfermaterials. Unter Verwendung einer Maske, welche die gewünschte Mikrostruktur beinhaltet, ermöglicht der Struktur entsprechende Lichteinwirkung das gezielte Ablösen der Opferschicht an den Regionen auf dem Substrat, auf welchen sich später der Film aus Zielmaterial befinden soll. Im nächsten Arbeitsschritt wird auf Substrat und Opferschicht, welche nun mit inverser, gewünschter Struktur vorliegt, das Zielmaterial ganzflächig abgeschieden. Zuletzt wird die Opferschicht nasschemisch entfernt, wobei ebenfalls das sich jeweils auf der Opferschichtoberseite befindliche ungewünschte Zielmaterial abgehoben (englisch: *lift off*) und gewaschen wird. So erhält man am Prozessende nur noch das Zielmaterial mit direktem Kontakt zum Substrat mit der durch die Maske vorgegebenen Struktur.



**Abb. 4.1.:** Design der Metallisierung für die  $4,8 \times 4,8 \text{ mm}^2$  großen Diamantoberflächen. Zum Kontaktieren der Säulen von der Unterseite dienen die Elektroden A und B. Die großflächigen Metallisierungen C dient als planare Elektroden.

Auf die Diamantprobe ist nach diesem Verfahren erst eine Titan-Wolfram-Legierung und auf diese ein Goldfilm abgeschieden worden. Die Struktur dieser aufgetragenen Metallschichten ist in Abbildung 4.1 anhand des Designs der Maske verdeutlicht. Mikroskopaufnahmen der metallisierten Diamantprobe befinden sich im Anhang. Auf der Vorderseite des Diamanten, welche der beim Graphitisierungsprozess laserzugewandten Oberfläche entspricht, ist jede einzelne der 350 Graphitsäulen einzeln kontaktiert, indem auf die Graphitausbildungen mit Durchmessern von maximal  $15 \mu\text{m}$  an der Oberfläche jeweils runde

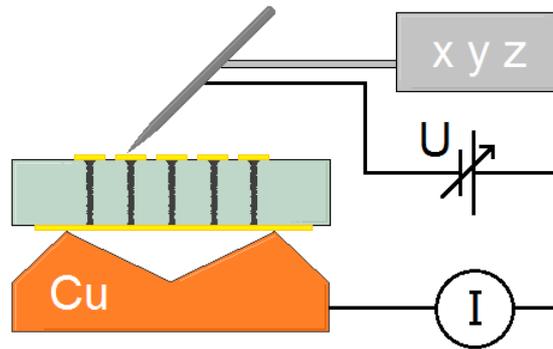
Goldfilme mit  $50\ \mu\text{m}$  Durchmesser aufgetragen sind. Für die Rückseite ist die Metallisierung so gewählt, dass je fünf Reihen, welche jeweils 35 Graphitsäulen kontaktieren, zu zwei größerflächigen Elektroden von rund  $0,5 \times 0,5\ \text{mm}^2$  zusammenlaufen (A und B in Abb. 4.1). Dieses Design ermöglicht sowohl die Kontaktierung jeder einzelnen Säule für die Widerstandsmessung, als auch die Kontaktierung des Säulenfeldes wie es für den Betrieb als 3D-Detektor vorgesehen ist. Durch Anlegen der Vorspannung  $U_{bias}$  an eine der beiden Elektroden, während die andere geerdet ist, kann das für die Ladungssammlung notwendige elektrische Feld im Detektormaterial zwischen benachbarten Graphitsäulen gebildet werden. Nahe der Oberfläche ist durch das elektrische Feld, das sich zwischen den Metallstreifen ausbildet, mit zusätzlicher Ladungssammlung zu rechnen, wenn der Detektor ionisierender Strahlung ausgesetzt wird. Um diesen Effekt messbar zu machen, befindet sich die gleiche Metallisierungsstruktur nochmal auf einem Gebiet der Diamantprobe, in welchem sich keine laserinduzierten Graphitsäulen befinden. Für spätere Untersuchungen der Probe im Detektorbetrieb kann letzterer Effekt von der Messung mit 3D-Elektrodengeometrie abgezogen und ein direkter Vergleich zwischen planarer und 3D-Elektroden ermöglicht werden. In dieser Absicht der Vergleichsmessung liegt die Begründung für die zwei großflächigen rechteckigen Elektroden an Vor- und Rückseite (C in Abb. 4.1), welche direkt übereinander liegen und als planare Elektroden dienen.

## 4.2. Experimenteller Aufbau

Zur Messung des elektrischen Widerstandes jedes einzelnen Graphitkanals ist eine präzise Kontaktierung an beiden Säulenenden notwendig. Hierzu muss die Diamantprobe an Vorder- und Rückseite gleichzeitig gezielt kontaktiert werden. Dies und die Säulenordnung und Metallisierungsstruktur im Mikrometerbereich machen diese Kontaktierung zu einer Herausforderung. Im Folgenden wird auf den experimentellen Aufbau eingegangen, der eine solche Kontaktierung ermöglicht.

Abbildung 4.2 skizziert die verwendete Versuchsanordnung, welche sich unter einem Mikroskop positioniert in einer *Probe-Station* befindet. In dieser kann eine Nadel aus Wolfram computergesteuert über Schrittmotoren in alle drei Dimensionen bewegt und mit Messgeräten elektrisch verbunden werden. Diese Nadel mit einer Spitzendicke von rund zehn Mikrometern kontaktiert von oben nacheinander jeweils eines der runden Goldbeschichtungen mit einem Durchmesser von  $50\ \mu\text{m}$ , mit welchen die Graphitsäulenköpfe an der Laseraustrittsseite beschichtet worden sind.

#### 4. Widerstandsmessung der Graphitsäulen

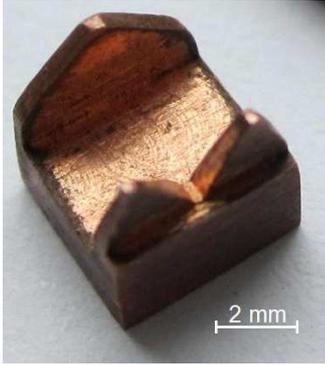


**Abb. 4.2.:** Schematischer Aufbau zur Widerstandsmessung. Eine über drei Schrittmotoren steuerbare Nadel kontaktiert jede Säule einzeln an der Oberseite, während zwei Kupferspitzen für die Kontaktierung aller Säulen über die Unterseite sorgen.

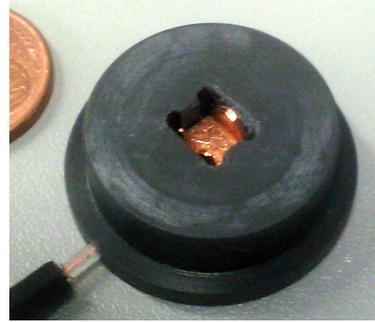
An der Unterseite dient ein eigens hierfür angefertigter Kupferblock für eine gezielte Kontaktierung der beiden Sammelelektroden (A und B in Abb. 4.1), welche wiederum über metallisierte Leiterbahnen an der Diamantunterseite im Kontakt zu jeweils der Hälfte aller Graphitsäulen stehen. Drei Erhebungen in Form von Spitzen der Kupferunterlage bilden den einzigen mechanischen Kontakt zwischen Diamantprobe und Kupfer. Zwei dieser Spitzen sind so positioniert, dass die Sammelelektroden direkt auf diesen aufliegen, während die dritte Spitze keinen Kontakt zur Metallisierung hat und nur als dritter Punkt die Ebene definiert, auf welcher die Diamantprobe aufliegt. Diese drei Auflagepunkte sind so gewählt, dass sich die Graphitsäulenpositionen innerhalb des von ihnen aufgespannten Dreiecks befinden. So kann bei einer Krafteinwirkung der Nadel von oben an den Säulenpositionen die Diamantprobe nicht verkippen.

Für die Messung befinden sich Kupferunterlage und Diamantplättchen, deren Grundflächen übereinstimmen, übereinander in einem Schacht umgeben von Kunststoff, sodass beide nicht relativ zu einander verrutschen können. Fotos dieser Diamantprobenhalterung und des Kupferblocks einzeln sind in Abbildungen 4.3 und 4.4 zu sehen.

Als Material für diese Unterseitenkontaktierung zeichnet sich Kupfer sowohl durch eine gute elektrische Leitfähigkeit, als auch durch die Tatsache aus, dass es ein vergleichsweise weiches Metall ist. Dies mindert die Wahrscheinlichkeit, dass die Oberflächenmetallisierung des Diamanten beim Aufsetzen auf die Kupferspitzen beschädigt wird. Zudem vereinfacht das weichere Material eine leichte Korrektur der Kupferspitzenpositionen. Leichtes Abschleifen der Kupferstruktur ermöglichte die präzise Bestimmung der Auflageflächen für die Diamantprobe, so dass wie gewünscht die Sammelelektroden an der Diamantunterseite kontaktiert werden.



**Abb. 4.3.:** Kupferblock für die Kontaktierung der Diamantprobenunterseite.



**Abb. 4.4.:** Probenhalter für die Widerstandsmessung.

Die Widerstandsmessung kann nun wie in der Skizze verdeutlicht durchgeführt werden, indem für eine bekannte elektrische Spannung  $U$  der Strom  $I$  gemessen wird, welcher durch die Probe fließt. Nach dem Ohmschen Gesetz erhält man so den entsprechenden elektrischen Widerstand  $R = U/I$ . Das verwendete Multimeter *Agilent 34410A*, welches über eine GPIB-Schnittstelle verfügt und so mit dem Computer verbunden ist, gibt direkt den jeweils gemessenen Widerstand an. Ein selbstgeschriebenes *LabWindows*-Programm zur Ansteuerung und Auswertung liest für jede Graphitsäule 100 Messwerte ein und errechnet den Mittelwert inklusive Fehler aus der Standardabweichung. Von den gewonnenen Messwerten wird der im Voraus gemessene Widerstand abgezogen, der sich aus den Widerständen der Kabel, der Nadel und des Kupferblockes ergibt. Dieser wird ermittelt, während die Nadel direkten Kontakt zur Kupferunterlage hat, und beträgt  $0,438 \pm 0,001 \Omega$ .

Nach dem Vermessen von je zehn Säulen gleicher Herstellungsparameter werden die entsprechenden Werte gemeinsam mit den Laserparametern gespeichert und für die nächste Säulenreihe eine neue Datei angelegt. Dies ermöglicht nach Beendigung der Messung das Einlesen aller Säulenwiderstände und deren Auftragung in Abhängigkeit von Laserleistung und Fokusgeschwindigkeit als Herstellungsparameter.

## 4.3. Experimentelle Ergebnisse

Die Widerstandsmessungen konnten nicht erfolgreich durchgeführt werden. Das verwendete Multimeter *Agilent 34410A*, welches die Messung von Widerständen bis zu  $1 \text{ G}\Omega$  erlaubt [23], signalisierte, dass kein elektrischer Kontakt vorlag. Auch bei der Kontaktierung derjenigen Graphitsäulen, welche bei der größten Laserleistung erzeugt wurden

#### 4. Widerstandsmessung der Graphitsäulen

und durch den größten Säulendurchmesser den vermeintlich geringsten elektrischen Widerstand besitzen, konnten keine Messergebnisse aufgenommen werden.

Auf den Verdacht hin, dass die Säulenwiderstände außerhalb des Messbereichs des verwendeten Multimeters liegen, wurde für einen zweiten Messversuch ein sensitives Amperemeter mit integrierter Spannungsquelle verwendet. Neben einem größeren Messbereich (bis  $1\text{ P}\Omega$ ) bietet das verwendete *Keithley 6487 Picoammeter/Voltage Source* den Vorteil, dass die Spannung für die Widerstandsmessung frei wählbar ist [24]. Trotz hoher Spannungen von bis zu  $550\text{ V}$  wurden nur Ströme kleiner als  $1\text{ nA}$  und somit Widerstände im Teraohm-Bereich gemessen, wobei die Messwerte sich unabhängig davon zeigten, ob die Wolframnadel die jeweilige Goldmetallisierung kontaktierte oder nicht.

Über den spezifischen Widerstand von laserinduzierten Graphitisierungen, für welchen Werte von  $\rho = 1,6 - 3,9\text{ }\Omega\text{cm}$  ermittelt wurden [19], können mit der Säulenlänge von  $l = (518,2 \pm 1,8)\text{ }\mu\text{m}$  und den abgeschätzten Werten für die jeweiligen Säulendurchmesser  $d \approx 5 - 13\text{ }\mu\text{m}$  jedoch Abschätzungen für die Widerstände der erzeugten Graphitsäulen vorgenommen werden. Nach Gleichung 4.1 ergeben sich so Erwartungswerte für die Graphitsäulenwiderstände von  $R \approx 3,1 - 7,4\text{ G}\Omega$  für die schmalsten und  $R \approx 0,6 - 1,3\text{ G}\Omega$  für die breitesten der graphitisierten Kanäle. Die Größenordnung dieser Widerstandswerte liegt im Messbereich der verwendeten Apparatur, was einen weiteren Grund dafür liefert, dass davon ausgegangen werden muss, dass die Bestimmung des elektrischen Widerstandes für die graphitisierten Säulen in dieser Probe nicht möglich ist.

Gründe hierfür sind zunächst in einer fehlerhaften Kontaktierung zu suchen. Da jedoch eine Vermessung der Probe an der *Ohio State University* ebenfalls fehlgeschlagen ist, und Mikroskopaufnahmen beweisen, dass zumindest mechanischer Kontakt zwischen Kupferunterlage und Metallisierung an den gewünschten Positionen vorlag (siehe Abb. A.15 und A.16 im Anhang), ist eine fehlerhafte Kontaktierung über Kupferunterlage und Nadel als alleinige Erklärung für das Fehlschlagen der Widerstandsmessung auszuschließen. Wahrscheinlicher ist, dass die Metallisierung nicht erfolgreich durchgeführt worden ist und kein elektrischer Kontakt zwischen den Graphitkanälen und der Wolfram-Titan- und Goldmetallisierung besteht. Dass es sich bei den erzeugten Graphitkanälen um diskontinuierliche, teilweise graphitisierte Säulen handelt, ist ebenfalls nicht ausgeschlossen, da das Auflösungsvermögen des Mikroskops, unter welchem die Säulen zwar kontinuierlich erscheinen, beschränkt ist.

## 5. Diskussion und Ausblick

Die vorliegende Bachelorarbeit zeigt, dass mittels Femtosekundenlaser erfolgreich Graphitkanäle innerhalb eines CVD-Diamanten erzeugt werden können und liefert Hinweise auf die Struktur der laserinduzierten Säulen. Eine für die Anwendung als Elektroden wichtige Einordnung deren Leitfähigkeit kann jedoch nicht vorgenommen werden, da die Widerstandsmessung nicht erfolgreich durchgeführt werden konnte.

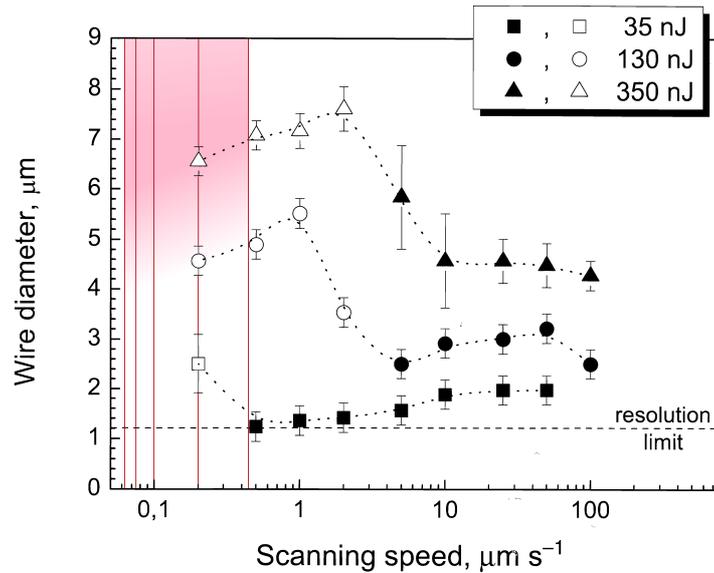
Ein Vergleich und die Einordnung der durchgeführten Graphitisierungen mit denen von [16–19] werden dadurch erschwert, dass sowohl mit unterschiedlichen Wellenlängen, Pulsbreiten als auch Laserpulsraten gearbeitet worden ist. Bei den entsprechend kurzen Laserpulsdauern im Femtosekundenbereich und hoher Wärmeleitfähigkeit des Diamanten kann jedoch davon ausgegangen werden, dass die Absorption jedes Pulses einzeln betrachtet werden kann, da das Diamantmaterial beziehungsweise das entstehende Graphit wieder heruntergekühlt ist, bevor der nächste Laserpuls absorbiert wird. Diese Annahme erlaubt es, die Abhängigkeit der Fokusgeschwindigkeit bei unterschiedlichen Pulsraten über die Abhängigkeit des Abstandes zweier Pulse innerhalb des Diamanten auszudrücken und darüber zu vergleichen.

Da die zitierten Quellen mit Probengeschwindigkeiten von  $0,2 - 100 \mu\text{m/s}$  (vgl. Abb. 3.4) bei einer Pulsrate von  $1 \text{ kHz}$  graphitisierten, ergeben sich Pulsabstände von  $4,8 \text{ \AA}$  bis  $2400 \text{ \AA}$ . Der hier verwendete Laser hingegen arbeitet mit einer Pulsrate von  $200 \text{ kHz}$ , wodurch bei gleicher Probengeschwindigkeit die entsprechenden Pulsabstände um den Faktor 200 geringer sind. Wie Tabelle 3.1 zu entnehmen ist, ergeben sich somit bei den Probengeschwindigkeiten von  $5 - 70 \mu\text{m/s}$  Pulsabstände von  $0,6 - 8,4 \text{ \AA}$ . Der Vergleich zeigt, dass die im Rahmen dieser Arbeit gewählten Fokusgeschwindigkeiten sehr gering einzustufen sind, und kontinuierliche Graphitisierungen auch für deutlich höhere Geschwindigkeiten realisiert werden könnten. In diesem Zusammenhang sei erwähnt, dass die Gitterkonstante von Diamant  $3,57 \text{ \AA}$  beträgt [5], was die geringen Geschwindigkeiten verdeutlicht, da die Pulsabstände bis zu sechsmal geringer sind.

Mit den abgeschätzten Werten für die Säulendurchmesser von  $5 - 13 \mu\text{m}$  und den Energien pro Laserpuls von  $200 - 600 \text{ nJ}$  kann nun eine grobe Einordnung der Laserparameter

## 5. Diskussion und Ausblick

für die Graphitisierungen in die zitierten Messreihen vorgenommen werden, welche in Abbildung 5.1 dargestellt ist. Die verwendeten Probengeschwindigkeiten können unter Berücksichtigung der 200-fach größeren Pulsrate direkt eingeordnet werden (dunkelrote vertikale Linien), während eine rötliche Färbung eine ungefähre Einordnung über Abschätzungen der Säulendurchmesser und über die verwendeten Pulsenergien angibt.



**Abb. 5.1.:** Graphitsäulendurchmesser in Abhängigkeit der Probengeschwindigkeit für unterschiedliche Pulsenergien [19]. Die leeren Symbole bedeuten inhomogene Graphitkanäle aus einzelnen Fasern. Zudem ist rötlich eingezeichnet, wo die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Graphitisierungen einzuordnen wären.

Sofern der Vergleich trotz unterschiedlicher Laserpulsbreiten und Wellenlängen ( $\lambda=800$  nm und  $\tau=1$  ps statt wie in dieser Arbeit 1043 nm und 290 fs) zulässig ist, wären laut den Messungen von [19] für alle im Rahmen dieser Arbeit erzeugten Graphitisierungen Aufspaltungen der Graphitsäulen in mehrere Fasern zu erwarten, welche in Abbildung 5.1 durch leere Symbole gekennzeichnet sind. Dies bleibt jedoch spekulativ, da eine genauere optische Untersuchung der Säulen nicht möglich war. Das Auflösungsvermögen des verwendeten Mikroskops ist hierfür nicht ausreichend und eine Betrachtung durch die seitlichen Oberflächen des Diamantplättchens nicht möglich, weil diese nicht optisch hochwertig geschliffen sind. Ein bekräftigendes Indiz jedoch dafür, dass der Vergleich zulässig ist, ist darin zu finden, dass sich die abgeschätzten Säulendurchmesser abhängig von der jeweiligen Pulsenergie und den gewählten Probengeschwindigkeiten in der gleichen Größenordnung wie die zitierten Messwerte für die entsprechenden Parameter befinden.

Eine Aufspaltung der Graphitkanäle in mehrere dünnere Fasern (vgl. Abb. A.1) könnte die Leitfähigkeit eines einzelnen Kanals erheblich reduzieren und ebenfalls als Grund herangezogen werden, weshalb die Widerstandsmessung der laserinduzierten Graphitsäulen erfolglos blieb.

Für zukünftige Graphitisierungen mit dem oben beschriebenen Aufbau ist es demnach empfehlenswert, größere Diamantprobengeschwindigkeiten von bis zu 10 mm/s zu realisieren, und die Säulenstruktur auf Aufspaltungen zu untersuchen. Für die Produktion von 3D-Diamantdetektoren für eine komplette Detektorlage, wie beispielsweise eine innerste Spurdetektorlage des ATLAS-Detektors, kann eine höhere Fokusgeschwindigkeit den Zeitaufwand für die Graphitisierungen erheblich mindern. Für die langsamste Probengeschwindigkeit von  $5 \mu\text{m/s}$  dauert die Herstellung einer Graphitsäule durch eine Diamantsensordicke von  $500 \mu\text{m}$  rund 42 s, was für eine Massenproduktion einen viel zu großen Zeitaufwand bedeutet.

Nicht nur unter dem Aspekt der Zeiteinsparung, sondern auch für eine präzisere Positionierung der Graphitsäulen in der Diamantprobe, ist es notwendig, anstatt von nur zwei alle drei Bewegungsrichtungen der Probe mit Schrittmotoren anzufahren. Die manuelle Probenpositionierung mittels Mikrometerschraube für die eine der drei Raumrichtungen bedeutete zwar im Rahmen dieser Arbeit lediglich einen geringen Zeitverlust, wäre allerdings für eine Massenproduktion undenkbar.

Die gewählten Laserleistungen hingegen scheinen für den vorliegenden experimentellen Aufbau gut geeignet. Nach optischen Beobachtungen kam es für alle Laserintensitäten zu kontinuierlichen Graphitisierungen. Mit einem Fokusbereich von  $4,4 \mu\text{m}$  und Pulsenergien von 200 bis 600 nJ ergeben sich für die Laserbestrahlung Fluenzen von  $F_{exp} \approx 1,3 - 4,0 \frac{\text{J}}{\text{cm}^2}$ . Da die Grenzfluenz für spontane Graphitisierungen mit  $F_{G_1} = 7 - 10 \frac{\text{J}}{\text{cm}^2}$  und die Untergrenze für Graphitwachstum bei  $F_{G_2} \approx 1 \frac{\text{J}}{\text{cm}^2}$  liegen, ist mit  $F_{G_1} > F_{exp} > F_{G_2}$  das theoretische Kriterium für kontinuierliches Graphitwachstum demnach erfüllt und steht im Einklang mit den Beobachtungen.

Da die Geschwindigkeiten vergleichsweise wenig variiert worden sind, wird der Einfluss auf die Säulenstruktur weniger stark deutlich. Die Laserleistung hingegen scheint ein geeigneter Parameter zu sein, um einen gewünschten Graphitsäulendurchmesser zu realisieren. Für einen Diamantsensor mit 3D-Elektroden sind deren Durchmesser so zu wählen, dass sie nicht zu groß sind, damit möglichst wenig sensitives Sensormaterial verloren geht und nur geringe mechanische Spannungen auftreten. Gleichzeitig ist davon auszugehen, dass zu schmale Elektroden entsprechend höhere elektrische Widerstände aufweisen. Inwieweit die Widerstände von der verwendeten Laserleistung abhängen, konnte wie erwähnt nicht

## 5. Diskussion und Ausblick

vermessen werden. Eine fehlerhafte Kontaktierung zwischen Graphit und Metallisierung, welche die wahrscheinlichste Ursache für den Misserfolg ist, stellt jedoch ein überwindbares Problem dar. In Zukunft sollte der Einfluss der Laserleistung auf den elektrischen Widerstand der Säulen also direkt vermessen werden können.

Der Einfluss der Laserintensität auf die Graphitsäulenstruktur jedoch korreliert mit der Probengeschwindigkeit. Denn diese bestimmt den Laserpulsabstand im Kristall und somit bei gegebener Laserleistung ebenfalls, wie hoch die Fluenz an der Grenzschicht von Diamant und bereits erzeugtem Graphit ist. Die Fluenz wiederum entscheidet über die Größe der pro Puls graphitisierten Region. Das Modell bietet einen Erklärungshinweis für die beobachtete kontraintuitive Abhängigkeit von geringeren Säulendurchmessern bei langsameren Geschwindigkeiten. Für nähere Untersuchungen dieser Vermutungen müsste die Fluenzverteilung um den Fokuspunkt über die Strahlengeometrie des Lasers, sowie die Geometrie der pro Puls erzeugten Graphitgebiete besser bekannt sein.

Eine Beurteilung, inwieweit die vorgestellte laserinduzierte Graphitisierung unter konstant bewegtem Fokus für die Herstellung von Graphitelektroden in 3D-Diamantdetektoren geeignet ist, kann mit der vorliegenden Arbeit nicht vollständig vorgenommen werden. Dies liegt vor allem an der nach wie vor offenen Frage, ob die induzierten Graphitkanäle über eine ausreichende elektrische Leitfähigkeit verfügen, um den Ladungstransport der im Sensor deponierten Ladung zum Auslese-Chip zu garantieren.

Jedoch konnten wichtige Erkenntnisse über die Struktur der Säulen gewonnen werden, wie beispielsweise die Verbreiterung der Graphitsäulen an den Diamantoberflächen. Zudem können die Ergebnisse der Arbeit als Grundlage für spätere Graphitisierungen herangezogen werden. Da für den ganzen Parameterraum erfolgreich Graphitsäulen erzeugt werden konnten, bieten die gewählten Werte für Probengeschwindigkeit und Laserleistung gute Anhaltspunkte für die fortzuführende Suche nach den optimalen Graphitisierungsparameter für das 3D-Diamantdetektor-Konzept. Wie erwähnt sollten die Probengeschwindigkeiten erhöht und vor allem der Einfluss auf die Graphitsäulendurchmesser und Homogenität der Kanäle genauer untersucht werden. Zum besseren Verständnis der Graphitisierung würde sich hierzu empfehlen, Videoaufnahmen des Prozesses zu erzeugen.

Abschließend lässt sich sagen, dass, obwohl die Widerstandsmessung nicht durchführbar ist, durch die vorliegende Arbeit grundlegende Erkenntnisse über den Graphitisierungsprozess gewonnen werden konnten, welche die Suche nach den optimalen Graphitisierungsparameteren für Elektroden von 3D-Diamantdetektoren deutlich voranbringen.

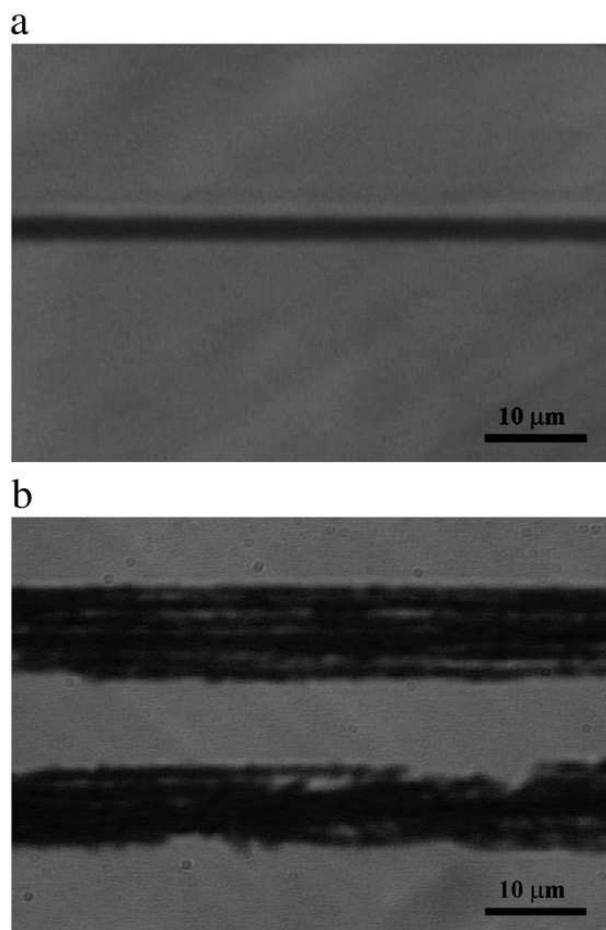
# A. Anhang

---

$c$	Lichtgeschwindigkeit
$\beta$	$= v/c$ , Geschwindigkeit des Teilchens im Verhältnis zur Lichtgeschwindigkeit
$\gamma$	$= \sqrt{1/(1 - \beta^2)}$ , Lorentzfaktor
$m_e$	Elektronenmasse
$e$	Elementarladung
$\epsilon_0$	Elektrische Feldkonstante
$r_e$	$= e^2/(4\pi\epsilon_0 m_e c^2)$ , klassischer Elektronenradius
$z$	Ladung des Teilchens
$Z$	Ladungszahl des Materials
$A$	Massenzahl des Materials
$I$	durchschnittliche Ionisationsenergie des Materials
$K$	$= 4\pi N_A r_e^2 m_e c^2 = 0,207 \text{ MeV cm}^2/\text{g}$

---

**Tab. A.1.:** Liste der Symbole, welche in der Bethe-Bloch-Formel (Gl. 2.2) verwendet werden [2].



**Abb. A.1.:** Aufnahmen von laserinduzierten Graphitkanälen: a) homogene Säule b) aufgespaltete Säulen [19].

# A.1. Ergebnisse der Graphitisierung

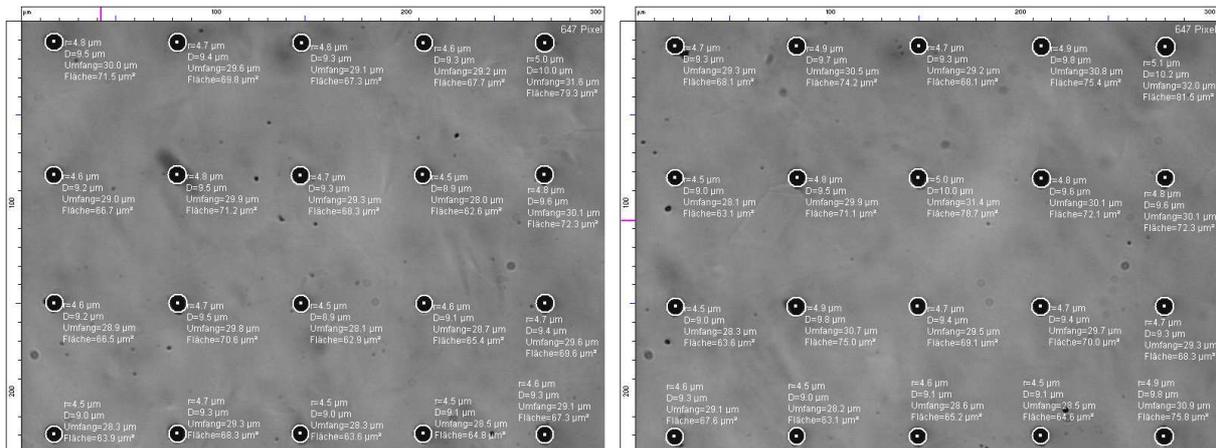


Abb. A.2.: Mikroskopaufnahmen der laserzugewandten Diamantoberfläche. Bestimmt werden die Graphitdurchmesser für die Herstellungsparameter 60 mW und 5 – 40  $\mu\text{m/s}$ .

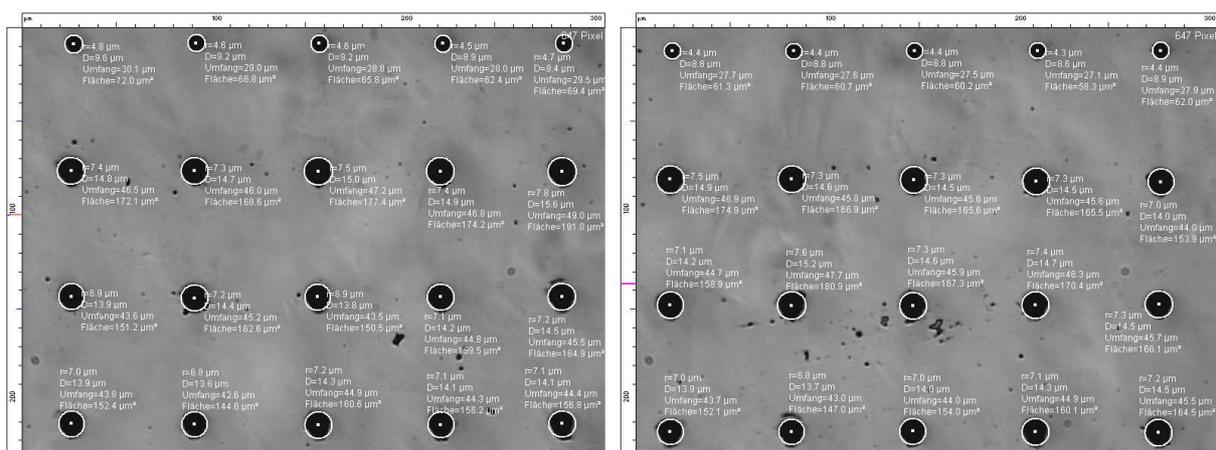
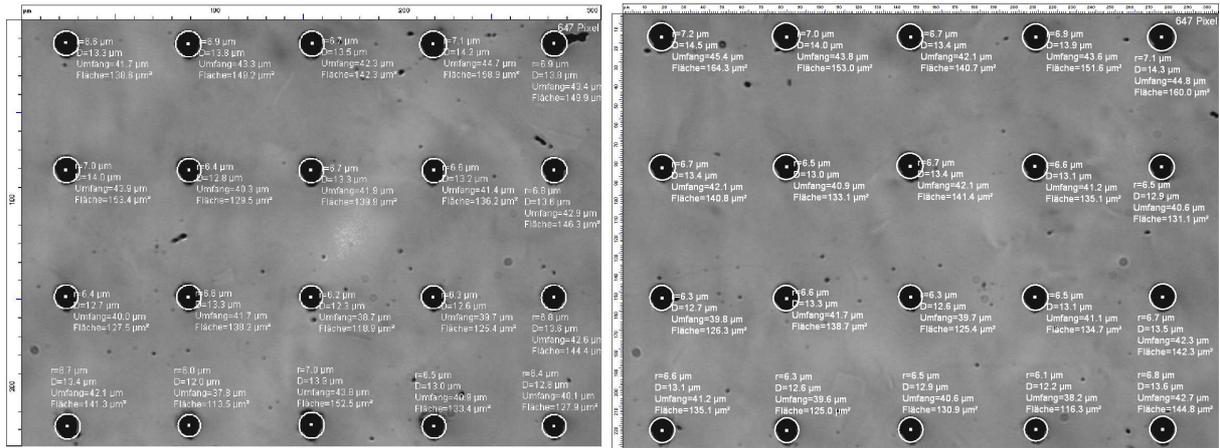


Abb. A.3.: Mikroskopaufnahmen der laserzugewandten Diamantoberfläche. Bestimmt werden die Graphitdurchmesser für die Herstellungsparameter 60 mW mit 70  $\mu\text{m/s}$  und 120 mW mit 5 – 20  $\mu\text{m/s}$ .

# A. Anhang

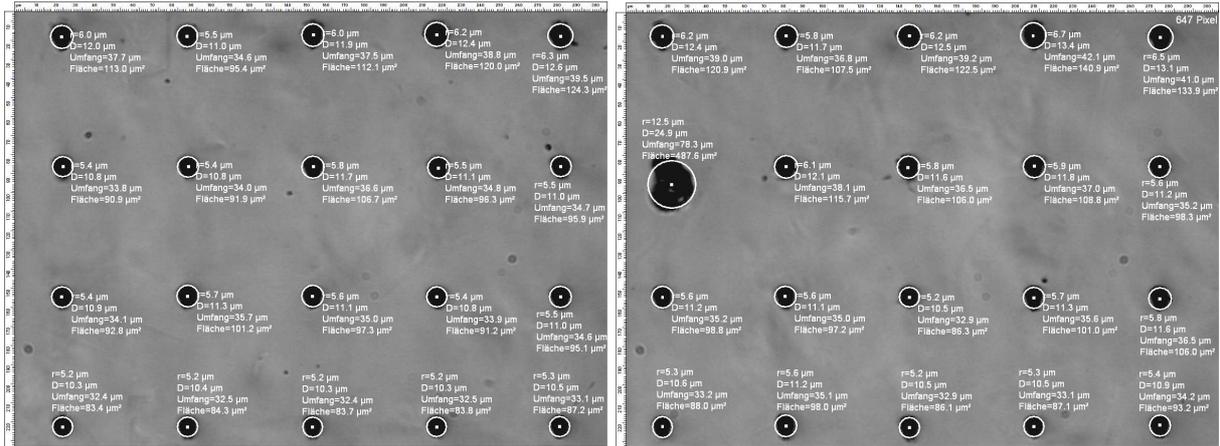


**Abb. A.4.:** Mikroskopaufnahmen der laserzugewandten Diamantoberfläche. Bestimmt werden die Graphitdurchmesser für die Herstellungsparameter 120 mW mit 40 – 70  $\mu\text{m/s}$  und 100 mW mit 5 – 10  $\mu\text{m/s}$ .

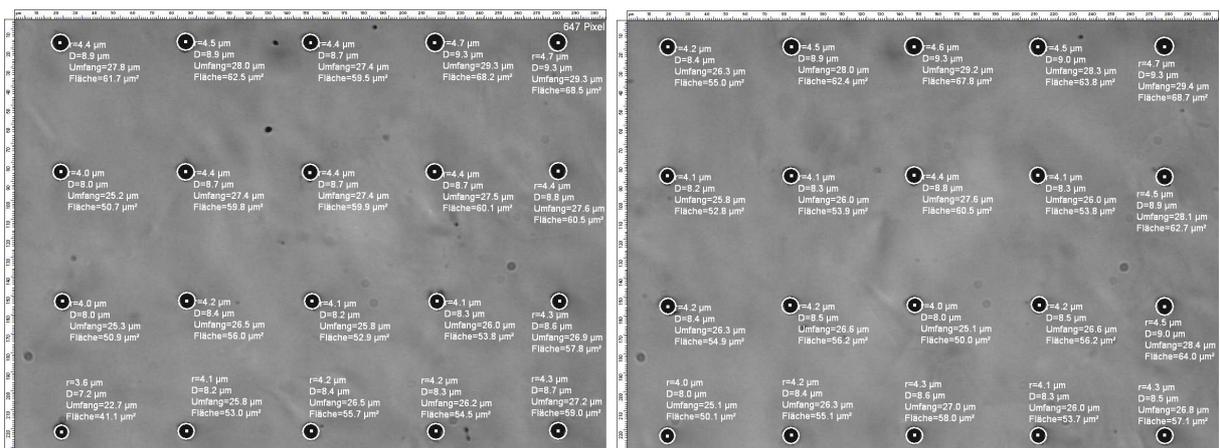


**Abb. A.5.:** Mikroskopaufnahmen der laserzugewandten Diamantoberfläche. Bestimmt werden die Graphitdurchmesser für die Herstellungsparameter 100 mW mit 20 – 70  $\mu\text{m/s}$  und 80 mW mit 5  $\mu\text{m/s}$ .

## A.1. Ergebnisse der Graphitisierung

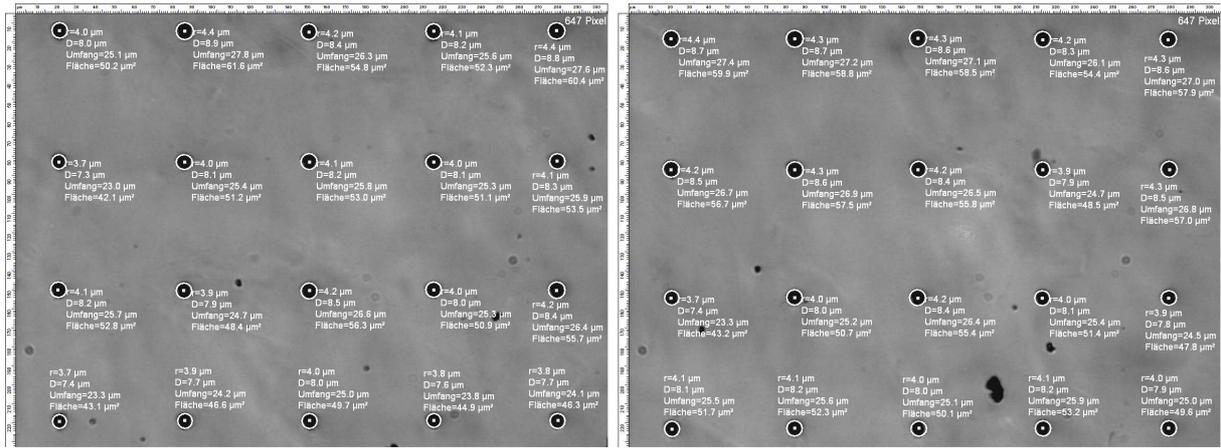


**Abb. A.6.:** Mikroskopaufnahmen der laserzugewandten Diamantoberfläche. Bestimmt werden die Graphitdurchmesser für die Herstellungsparameter 80 mW und 10–70  $\mu\text{m/s}$ . Das deutlich größer erscheinende, dunkle Gebiet in der zweiten Zeile ist vermutlich auf eine Verschmutzung der Oberfläche zurückzuführen und daher nicht in die Berechnung der durchschnittlichen Graphitdurchmessers einbezogen worden.

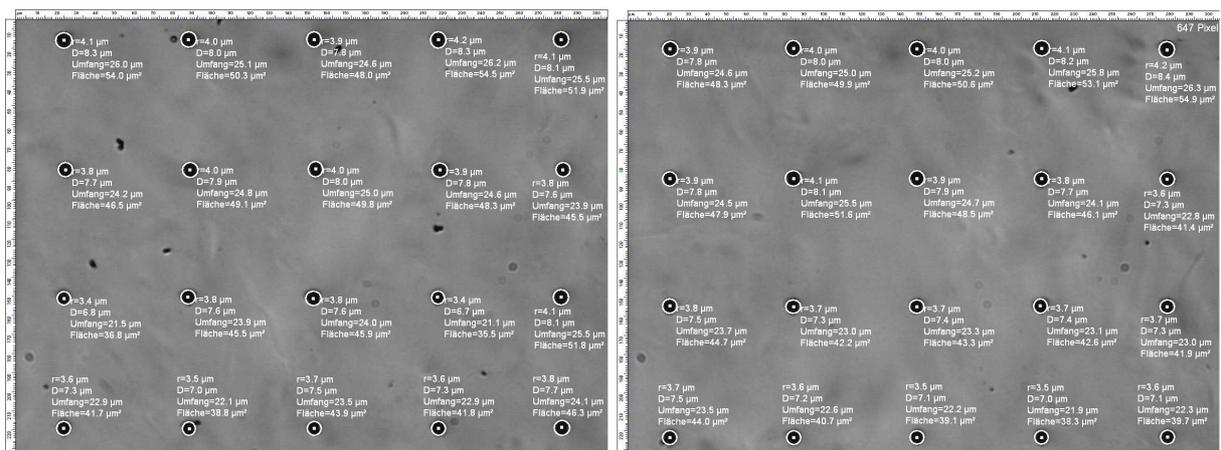


**Abb. A.7.:** Mikroskopaufnahmen der laserzugewandten Diamantoberfläche. Bestimmt werden die Graphitdurchmesser für die Herstellungsparameter 50 mW und 5–40  $\mu\text{m/s}$ .

# A. Anhang

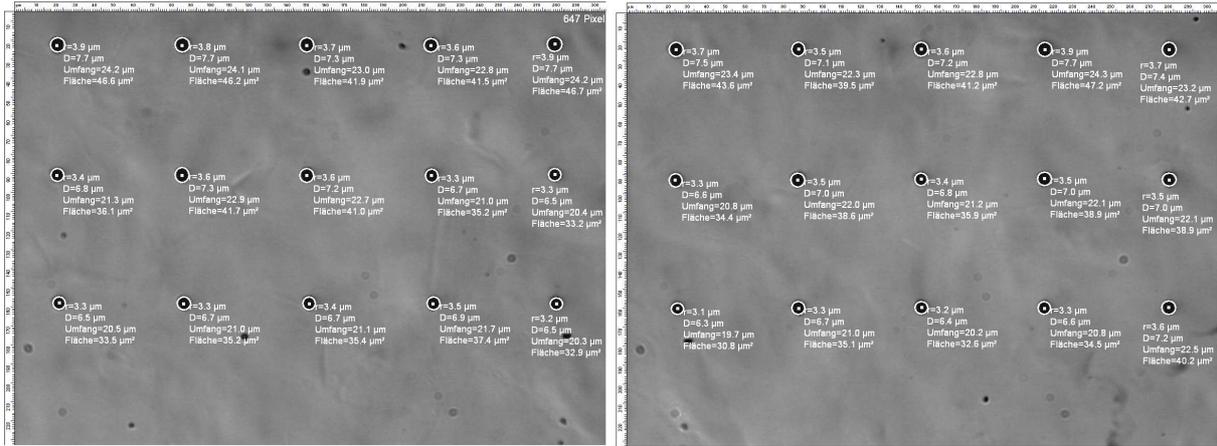


**Abb. A.8.:** Mikroskopaufnahmen der laserzugewandten Diamantoberfläche. Bestimmt werden die Graphitdurchmesser für die Herstellungsparameter 50 mW mit 70  $\mu\text{m/s}$  und 45 mW mit 5 – 20  $\mu\text{m/s}$ .

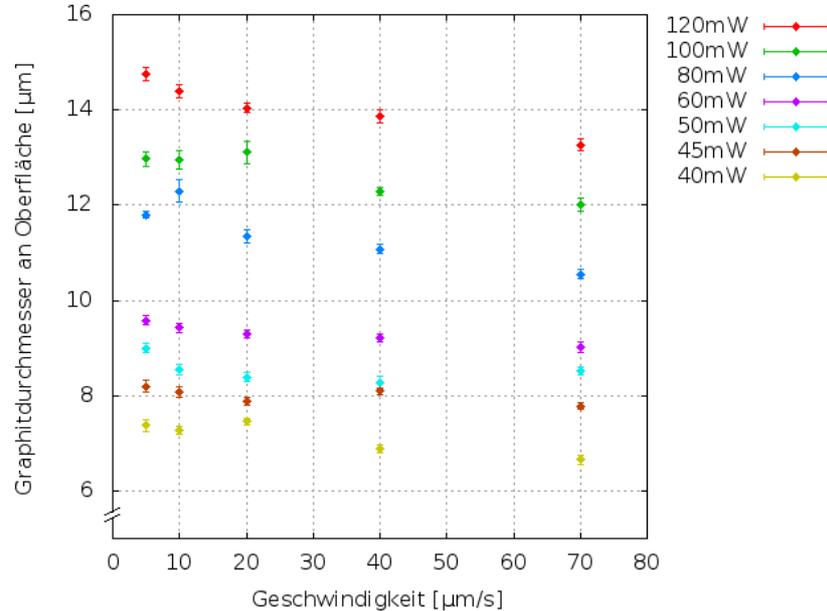


**Abb. A.9.:** Mikroskopaufnahmen der laserzugewandten Diamantoberfläche. Bestimmt werden die Graphitdurchmesser für die Herstellungsparameter 45 mW mit 40 – 70  $\mu\text{m/s}$  und 40 mW mit 5 – 10  $\mu\text{m/s}$ .

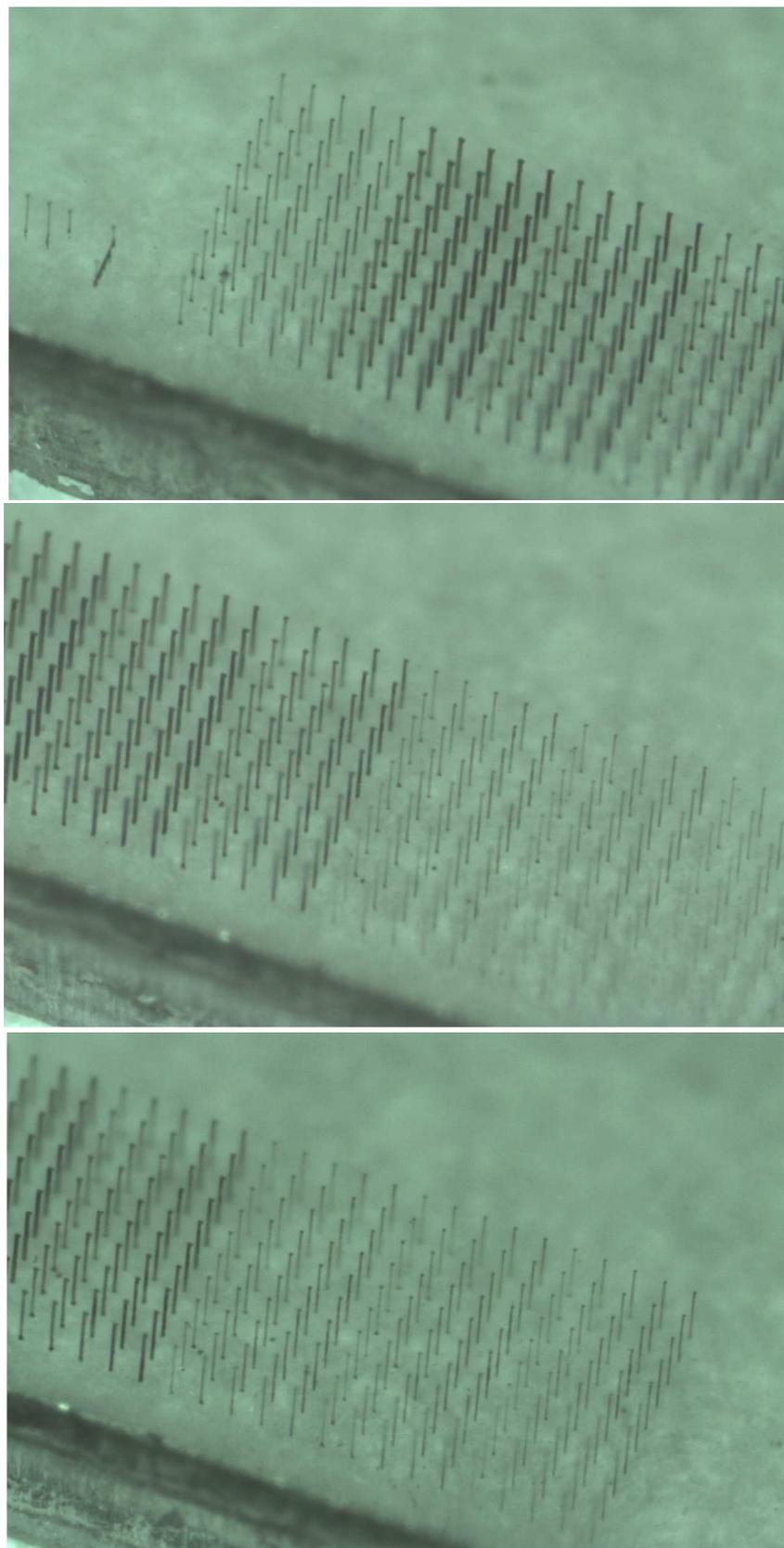
## A.1. Ergebnisse der Graphitisierung



**Abb. A.10.:** Mikroskopaufnahmen der laserzugewandten Diamantoberfläche. Bestimmt werden die Graphitdurchmesser für die Herstellungsparameter 40 mW und 20 – 70  $\mu\text{m/s}$ .

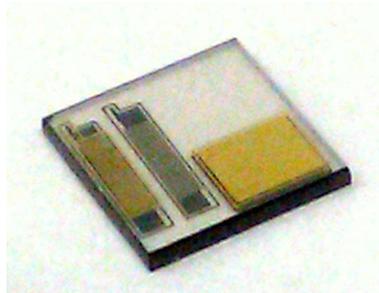


**Abb. A.11.:** Durchmesser des Graphits an der Vorderseite des Diamanten in Abhängigkeit der jeweiligen Diamantgeschwindigkeit für die sieben Laserleistungen. Aufgetragen sind die Mittelwerte aus den Vermessungen der jeweils zehn Säulen gleicher Herstellungsparameter mit dem aus der Standardabweichung resultierenden Fehler.

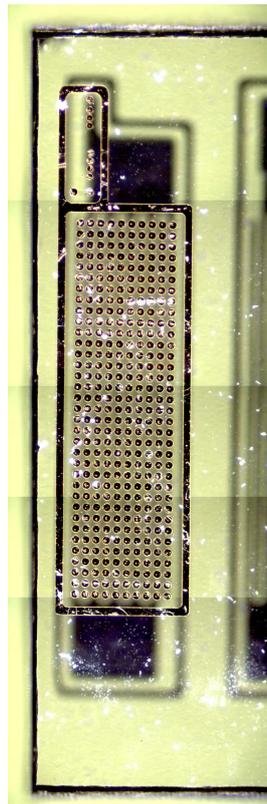


**Abb. A.12.:** Mikroskopaufnahmen der leicht gedrehten um  $60^\circ$  nach hinten verkippten Diamantprobe. Von links nach rechts innerhalb eines Säulenblocks gleicher Laserleistung sind die Diamantprobengeschwindigkeiten steigend. Die im Bild am oberen Enden der Säulen befinden sich auf der laserzugewandten Vorderseite des Diamanten.

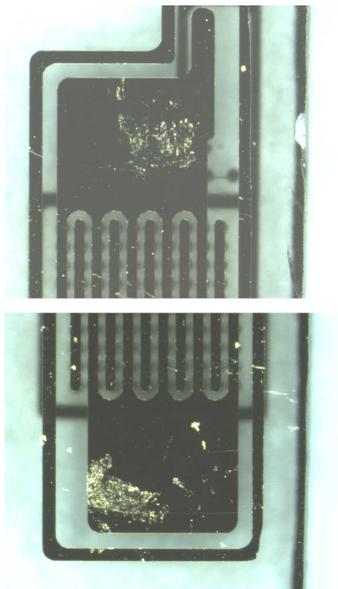
## A.2. Widerstandsmessung



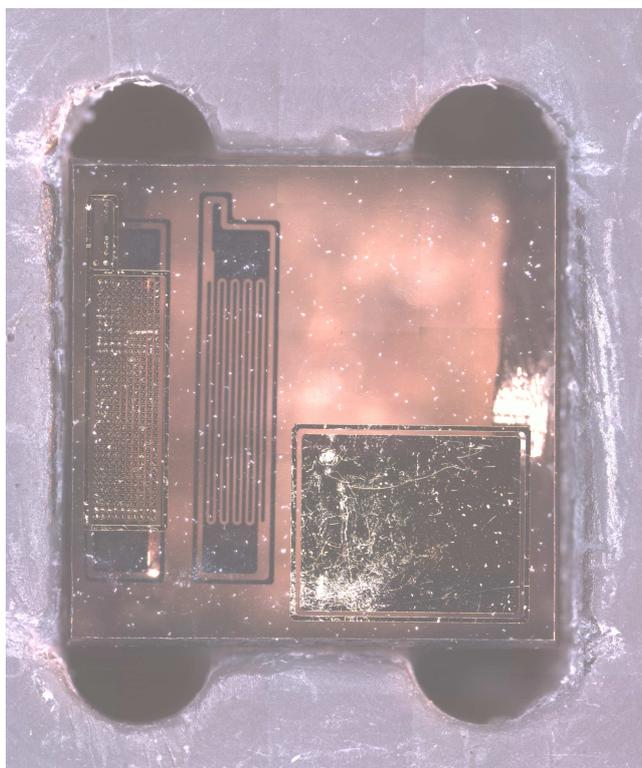
**Abb. A.13.:** Foto der  $4,8 \times 4,8 \times 0,5 \text{ mm}^3$  großen Diamantprobe nach Metallisierung.



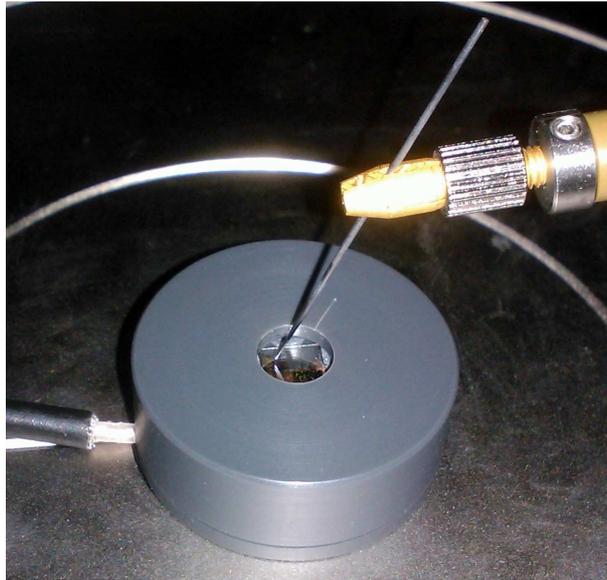
**Abb. A.14.:** Mikroskopaufnahme der Metallisierung auf den Graphitsäulen an der Lasaustrittsseite der Diamantprobe.



**Abb. A.15.:** Mikroskopaufnahmen der metallisierten Regionen auf den Diamantunterseite, an welchen die Probe auf den Kupferspitzen aufliegt. Deutlich sind die Stellen erkennbar, an denen mechanischer Kontakt zum Kupfer herrschte.



**Abb. A.16.:** Mikroskopaufnahme der Diamantprobe im Halter für die Widerstandsmessung. Die Auflageflächen der Kupferunterlage werden wie gewünscht von den Sammelelektroden verdeckt.



**Abb. A.17.:** Messapparatur zur Widerstandsmessung innerhalb der Probe-Station. Die Wolframnadel ist über Schrittmotoren in alle drei Richtungen steuerbar.



# Literaturverzeichnis

- [1] W. R. Leo, *Techniques for nuclear and particle physics experiments: a how-to approach*, Springer Verlag (1994)
- [2] J. Große-Knetter, *Vertex measurement at a hadron collider. The ATLAS pixel detector*, Dissertation, Universität Bonn (2008)
- [3] K. Kleinknecht, *Detektoren für Teilchenstrahlung*, Teubner (2005)
- [4] K. Nakamura, et al. (Particle Data Group), *Review of particle physics*, Journal of Physics G: Nuclear and Particle Physics **37(7A)**, 075021 (2010)
- [5] R. Gross, A. Marx, *Festkörperphysik*, Oldenbourg Verlag (2012)
- [6] H. Pernegger, *High mobility diamonds and particle detectors*, physica status solidi (a) **203(13)**, 3299 (2006)
- [7] K. Choy, *Chemical vapour deposition of coatings*, Progress in materials science **48(2)**, 57 (2003)
- [8] C. Bauer, et al., *Radiation hardness studies of CVD diamond detectors*, Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A **367(1)**, 207 (1995)
- [9] L. Graber, *Characterisation of highly irradiated polycrystalline diamond sensors for ionising radiation*, Masterarbeit (2011)
- [10] C. Da Via, et al., *Advances in silicon detectors for particle tracking in extreme radiation environments*, Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A **509(1)**, 86 (2003)
- [11] M. Mathes, *Development and Characterization of Diamond and 3D-Silicon Pixel Detectors with ATLAS-Pixel Readout Electronics*, Ph.D. thesis, Universitäts- und Landesbibliothek Bonn (2008)
- [12] S. I. Parker, et al., *3D—A proposed new architecture for solid-state radiation detectors*, Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A **395(3)**, 328 (1997)

- [13] S. I. Parker, et al., *Performance of 3-D architecture silicon sensors after intense proton irradiation*, Nuclear Science, IEEE Transactions on **48(5)**, 1629 (2001)
- [14] S. Grinstein, *Overview of the ATLAS insertable B-layer (IBL) project*, Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A **699**, 61 (2013)
- [15] N. W. Ashcroft, D. N. Mermin, *Festkörperphysik*, Oldenbourg Verlag (2013)
- [16] V. Konov, et al., *Laser Micro- and Nanoprocessing of Diamond Materials*, in R. Mildren, J. Rabeau, editors, *Optical Engineering of Diamond*, Wiley-VCH (2013)
- [17] T. Kononenko, et al., *Microstructuring of diamond bulk by IR femtosecond laser pulses*, Applied Physics A **90(4)**, 645 (2008)
- [18] M. Neff, et al., *Femtosecond laser writing of buried graphitic structures in bulk diamond*, Applied Physics A **97(3)**, 543 (2009)
- [19] T. Kononenko, et al., *Three-dimensional laser writing in diamond bulk*, Diamond and Related Materials **20(2)**, 264 (2011)
- [20] U. Fuchs, *Fokussierung ultrakurzer Laserpulse*, Ph.D. thesis, Friedrich-Schiller-Universität Jena (2009)
- [21] L. Graber, *Private Unterhaltung*
- [22] D. Meschede, *Gerthsen Physik, 21. Aufl* (2002)
- [23] Agilent-Technologies, *Agilent 34410A/11A Benutzerhandbuch*
- [24] Keithley, *Piccoammeter 6487 Benutzerhandbuch*

# Danksagung

Mein Dank gilt der Arbeitsgruppe um Prof. Dr. Arnulf Quadt und Priv.Doz. Dr. Jörn Große-Knetter, in welcher mir die Anfertigung dieser Arbeit ermöglicht wurde. Speziell danke ich meinem Betreuer Lars Graber für die tatkräftige Unterstützung. Außerdem möchte ich mich bei den Werkstätten der Universität sowie dem Laser-Laboratorium-Göttingen e.V. für die Unterstützung bei der experimentellen Realisierung bedanken. Besonderer Dank gilt außerdem meinen Eltern, die mir mein Studium ermöglichen.