

UNIVERSITÄT OSNABRÜCK

Fachbereich Physik

BACHELORARBEIT

Passivierung von Siliziumoberflächen durch Boradsorption

Autor: Nina JEPPESEN

Prüfer: Prof. Dr. Joachim WOLLSCHLÄGER

Zweitprüfer: Dr. rer. nat. Karsten KÖMPE

24. November 2009

Eidesstattliche Erklärung

Ich versichere, dass ich die eingereichte Bachelor-Arbeit selbstständig und ohne unerlaubte Hilfe verfasst habe. Anderer als der von mir angegebenen Hilfsmittel und Schriften habe ich mich nicht bedient. Alle wörtlichen oder sinngemäßen den Schriften anderer Autoren entnommenen Stellen habe ich kenntlich gemacht.

Osnabrück, den 24. November 2009

Nina Jeppesen

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Motivation	1
2	Theoretische Grundlagen	3
2.1	SPA-LEED	3
2.2	Kinematische Näherung	4
2.3	Streuphase	6
2.4	Kristallvolumen und Überstrukturen	8
2.5	EWALD-Konstruktionen	10
2.5.1	Volumen	10
2.5.2	Oberfläche	11
2.6	AUGER	12
3	Verwendete Materialien	17
3.1	Substrat	17
3.2	Adsorbat	18
3.2.1	Theorien zum Verdampfungsvorgang	20
4	Experimentelle Grundlagen	23
4.1	UHV-Apparatur	23
4.2	Das AUGER-Messsystem	25
4.3	Das SPA-LEED-Messsystem	28
4.4	Substratpräparation	30
4.5	Aufdampfvorgang	30
4.5.1	Verdampfer	31
4.5.2	Experimentelle Durchführung	31
5	Messergebnisse und Diskussion	33
5.1	Silizium-Referenzmessungen	33
5.2	Variation der Ausgangsoberfläche	34
5.3	Variation der Tiegeleistung	35
5.3.1	SPA-LEED-Messdaten	36
5.3.2	AUGER-Messdaten	37
5.4	Aufdampfdauer	39
5.5	Temperaturversuche	41
5.5.1	Tempern der Probe mit Messungen bei Raumtemperatur	43
5.5.2	Tempern der Probe mit Messungen bei geheizter Probe	55

6 Zusammenfassung und Ausblick	63
Literaturverzeichnis	65

1 Einleitung und Motivation

Damit weiterhin die Rechenleistung von Computern erhöht werden kann, muss die Miniaturisierung in der Mikroelektronik voran getrieben werden. Besonders wichtig sind dabei dünne und ultradünne Schichten, sowie daraus zusammengesetzte Schichtsysteme. Diese bestehen aus mehreren Lagen unterschiedlicher Materialien. Ein wichtiges Element bei diesen Entwicklungen ist Praseodym als High-K-Material als Sperrschicht in Transistoren. Das Oxid des Praseodyms ist ein sehr oft verwendetes Material für dünne Schichten, da es auch bei anderen Anwendungsgebieten, wie zum Beispiel bei der heterogenen Katalyse, einsetzbar ist. Dabei ist die hohe Sauerstoffmobilität und -speicherkapazität des Praseodyms besonders wichtig. Um Praseodymoxid zu untersuchen muss es auf Substratoberflächen aufgebracht werden. Dabei ist Silizium(111) ein sehr oft verwendetes Substrat, da Praseodymoxid epitaktisch mit einer geringen Gitterfehlanpassung von weniger als 0,5% aufwächst [1, 2].

Unter verschiedenen Bedingungen bildet sich ein Interface zwischen Praseodymoxid und dem Silizium-Substrat aus. Da Praseodymoxid zum Beispiel als eine Sperrschicht benutzt wird, wäre es besser wenn es rein aufwachsen und die damit verbundenen Eigenschaften behalten würde.

Eine Lösung dieses Problems wird in der Passivierung von den Substratoberflächen vermutet. Diese Passivierung kann durch verschiedene Elemente, wie Bor oder Chlor geschehen. Bei einer Passivierung mit Chlor ist es gelungen epitaktische Schichten herzustellen, allerdings sind noch keine Untersuchungen zum Interface gemacht worden. Mit Bor wurden ebenfalls Untersuchungen durchgeführt [3]. Allerdings wurde dabei das Bor nicht aufgedampft, sondern durch Tempern von hoch-Bor-dotierten Siliziumsubstraten eine Segregation der Boratome auf Subsurface-Plätze vorgenommen.

In dieser Arbeit soll nun die Epitaxie von Bor auf dem Substrat Silizium(111) untersucht werden. Dabei bildet sich eine $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})-R30^\circ$ -Überstruktur, die durch **Spot Profile Analysis - Low Energy Electron Diffraction** (SPA-LEED) und **AUGER-Elektronen-Spektroskopie** genauer untersucht wird. Es werden Voruntersuchungen zum Aufdampfprozess gemacht und anschließend wird die Überstruktur unter Temperatureinfluss untersucht.

Die theoretischen Hintergründe zu dieser Arbeit sind in Kapitel 2 erläutert. Anschließend werden in Kapitel 3 die verwendeten Materialien Silizium(111) und Bor vorgestellt. Der Aufbau der einzelnen Messapparaturen ist zusammen mit dem Verdampfer und der Probenhalterung im 4. Kapitel dargestellt. Im 5. Kapitel wird auf die Messungen eingegangen, diese diskutiert und auch Fehlerquellen genannt. Ab-

schließlich ist eine Zusammenfassung der Ergebnisse angestellt mit einem Ausblick auf weitere Untersuchungen.

2 Theoretische Grundlagen

In diesem Kapitel werden die theoretischen Grundlagen erläutert, die für diese Arbeit relevant sind. Es werden zwei Messmethoden benutzt, die hier einzeln vorgestellt werden sollen. Die Erste ist die **Spot Profile Analysis - Low Energy Electron Diffraction** (SPA-LEED) und die Zweite ist die AUGER-Elektronen-Spektroskopie.

2.1 SPA-LEED (Spot Profile Analysis - Low Energy Electron Diffraction)

SPA-LEED ist eine Messmethode die auf Elektronenbeugung beruht und für Untersuchungen von Oberflächen geeignet ist. Dabei werden langsame Elektronen (10-200 eV) verwendet, die an der Oberfläche gebeugt werden. Beim normalen LEED werden die gebeugten Elektronen auf einem Leuchtschirm abgebildet, sodass man das Beugungsbild direkt sehen kann. Beim SPA-LEED hingegen werden nicht alle gebeugten Elektronen auf einmal erfasst, sondern nur die eines bestimmten Beugungswinkels. Mit Hilfe der Oktopol-Ablenkplatten werden alle Beugungswinkel durchfahren, sodass das Beugungsbild entsteht. Der Vorteil vom SPA-LEED im Gegensatz zum LEED ist, dass man eine bessere Auflösung bekommt und einen größeren Bereich des reziproken Raumes messen kann. Dadurch, dass niederenergetische Elektronen verwendet werden, kann die Beugung nur an den obersten Atomlagen geschehen, da die Eindringtiefe der Elektronen nur 1-10 Å beträgt. Es wird also sichergestellt, dass nur die Oberfläche und nicht das Kristallvolumen zum Beugungsbild beiträgt.

Die gebeugten Elektronen werden mit einem Detektor erfasst. Bei konstruktiver Interferenz der gebeugten Elektronen ist ein Reflex im Beugungsbild zu erkennen. Welches Interferenzverhalten vorliegt, ist vom Einfallswinkel abhängig. Deswegen variiert man den Einfallswinkel um ein Beugungsbild der Oberfläche zu erhalten. Ein Beispiel für ein zweidimensionales SPA-LEED Bild einer gereinigten Silizium(111) Oberfläche ist in Abbildung 2.1 gezeigt. Aufgrund der Verkippung und der leichten Verzerrung wird im Folgenden bei den 2D-Beugungsbildern auf eine Achsenbeschriftung verzichtet.

Der Vorteil der Oberflächenbeugung besteht darin, dass bei der Messung über einen großen Bereich der Probe gemittelt wird im Gegensatz zu Realraummessungen, wie zum Beispiel bei der Rasterkraftmikroskopie (AFM), bei denen nur ein kleiner Bereich abgebildet wird. Bei der Beugung wird jedoch der reziproke Raum aufgenommen welcher mit dem Realraum über eine FOURIER-Transformation verknüpft

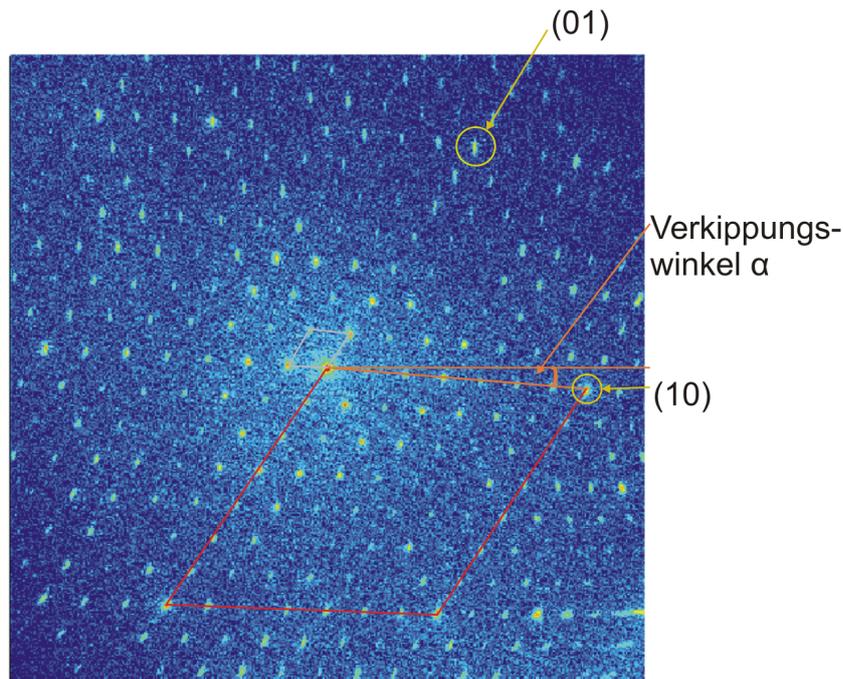


Abbildung 2.1: Reine Silizium(111)-Oberfläche nach mehrmaligem, kurzzeitigem Erhitzen auf 1050°C . Die rote Markierung kennzeichnet die unrekonstruierte Si(111)-Einheitszelle. Die graue Markierung kennzeichnet die rekonstruierte (7×7) -Einheitszelle. Außerdem sind die Reflexe (01) und (10) und der Verkipfungswinkel α eingezeichnet (orange Linien).

ist. Man kann sehr genaue Beobachtungen über die Struktur und die Morphologie der Oberfläche machen. Allerdings müsste man für die exakte Auswertung die dynamische Beugungstheorie verwenden, welche für nicht ideale Oberflächen sehr kompliziert wird. Deswegen wird bei den folgenden Auswertungen die kinematische Näherung (Kapitel 2.2) angewendet.

2.2 Kinematische Näherung

Die kinematische Beugungstheorie erlaubt die Berechnung der Intensität und der Positionen der gemessenen Reflexe. Dafür wird die Kristalloberfläche in säulenförmige Einheitszellen mit identischem Streuverhalten eingeteilt (vgl. Abbildung 2.2).

Eine weitere Annahme bei der kinematischen Beugungstheorie ist, dass Mehrfachstreuungen vernachlässigt werden. Diese Näherung erlaubt aber trotz der Annahmen noch eine gute Beschreibung der Lage der Einheitszellen und der Morphologie

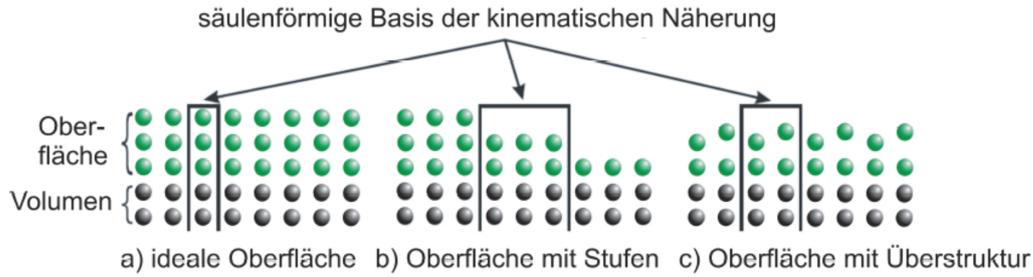


Abbildung 2.2: Beispiele für die Einteilung der Kristalloberfläche in säulenförmige Einheitszellen. Grafik aus [4] übernommen.

der Oberfläche. Da die kinematische Näherung die Reflexprofile in der Nähe des zentralen Reflexes immer noch sehr gut beschreibt, können hier über eine Profilanalyse Aussagen über die Morphologie der Oberfläche getroffen werden.

Um mathematische Berechnungen anzustellen wird allerdings eine weitere Näherung gemacht. In der FRAUENHOFER'schen-Beugungstheorie können Elektronen als ebene Wellen angenommen werden, wenn der Abstand zwischen Ausgangspunkt der Welle, Streuzentrum und Detektor groß ist gegen die Wellenlänge. Dies ist bei den in dieser Arbeit angewendeten Methoden erfüllt.

Es wird nun die Streuung an einem Atom betrachtet. Dabei gilt für die Streuamplitude

$$\Psi_0(\vec{k}_i, \vec{k}_f, \vec{r}) = f_0(\vec{k}_i, \vec{k}_f) \cdot e^{i\vec{k}_f \cdot \vec{r}}. \quad (2.1)$$

\vec{k}_i ist dabei der Wellenvektor der einfallenden Welle und \vec{k}_f der Wellenvektor der ausfallenden Welle. f_0 wird als Formfaktor bezeichnet und ist für jedes Atom unterschiedlich. Dieser Formfaktor setzt sich aus der Verteilung der Elektronen im Atom und Informationen über dessen Streuverhalten zusammen. Dabei ist die Elektronenverteilung für jedes gebundene Atom unterschiedlich, also auch der Formfaktor. Für die Streuung am n-ten Atom wird also ein Formfaktor f_n angenommen. Außerdem muss berücksichtigt werden, dass eine Phasenverschiebung von Ψ_n gegen Ψ_0 vorliegt, die durch den Streuvektor $\vec{K} = \vec{k}_i - \vec{k}_f$ gegeben ist. Demnach gilt

$$\Psi_n(\vec{k}_i, \vec{k}_f) = f_n(\vec{k}_i, \vec{K}) \cdot e^{i\vec{k}_f \cdot \vec{r}} \cdot e^{i\vec{K} \cdot \vec{r}_n}. \quad (2.2)$$

Dabei beschreibt \vec{r}_n die Position des n-ten Atoms. Die Streuamplituden können allerdings nicht explizit gemessen werden. Es wird die Gesamtintensität I gemessen, welche definiert ist als: Absolutquadrat der Summe der einzelnen Streuamplituden.

$$I = I_0 \cdot \frac{1}{N} \cdot \left| e^{i\vec{k}_f \cdot \vec{r}} \right|^2 \cdot \left| \sum_n^N f_n(\vec{k}_i, \vec{K}) \cdot e^{i\vec{K} \cdot \vec{r}_n} \right|^2. \quad (2.3)$$

N ist hierbei die Gesamtanzahl der streuenden Atome. Der Faktor $\left| e^{i\vec{k}_f \cdot \vec{r}} \right|^2$ wird dabei eins, da er dem Betragsquadrat des Einheitskreises entspricht.

Nun wird der atomare Formfaktor f_n vereinfacht, in dem man die säulenförmigen Einheitszellen in die Betrachtung mit einbezieht. Diese haben ein identisches Streuverhalten, weswegen ein einheitlicher atomarer Formfaktor f_m angenommen werden kann. Außerdem wird \vec{r}_n durch $\vec{r}_n = \vec{R}_n + \vec{u}_m$ ersetzt. Dabei gibt \vec{R}_n die Lage der Einheitszellen an und \vec{u}_m die Lage des Atoms in der Einheitszelle. Einsetzen in 2.3 und umformen ergibt

$$I = \frac{I_0}{N} \cdot \left| \sum_{n,m} f_m(\vec{k}_i, \vec{K}) \cdot e^{i\vec{K} \cdot (\vec{R}_n + \vec{u}_m)} \right|^2 = \frac{I_0}{N} \cdot \underbrace{\left| \sum_m f_m(\vec{k}_i, \vec{K}) \cdot e^{i\vec{K} \cdot \vec{u}_m} \right|^2}_F \cdot \underbrace{\left| \sum_n e^{i\vec{K} \cdot \vec{R}_n} \right|^2}_G. \quad (2.4)$$

Der erste Faktor F ist der Formfaktor. Dieser gibt die Position der Atome in der Elementarzelle an und ist für die absolute Intensität der Beugungsreflexe verantwortlich. G ist der Gitterfaktor und beschreibt die Art des Substratgitters und die Periodizität des Beugungsbildes.

Der weiteren Beugungstheorie zufolge, würde man punktförmige Reflexe vermuten. Allerdings wird durch mehrere Faktoren eine Verbreiterung der Reflexe und ein erhöhtes Untergrundrauschen hervorgerufen. Diese Faktoren sind Störstellen und Stufen, aber auch thermische Bewegungen der Gitteratome. Die Bewegungen werden durch den DEBYE-WALLER-Faktor beschrieben. Der besagt, dass die Intensität exponentiell mit der Temperatur abnimmt ($I = I_0 \cdot e^{-\frac{1}{3}|\vec{G}|^2 \cdot \langle \vec{u}(T) \rangle^2}$). Die Atome und Moleküle auf der Oberfläche geraten in Schwingung und deren Position kann deswegen nicht exakt gemessen werden. Außerdem ist durch die Messapparatur eine instrumentelle Verbreiterung der Reflexe zu erwarten. Es ist nicht möglich unendlich scharfe Reflexe zu messen, da das Gerät nur eine begrenzte Auflösung hat.

2.3 Streuphase

Die Streuphase S ist eine systemunabhängige, dimensionslose Größe, die über die Wellenzahl und damit über die Energie der Elektronen definiert ist. Ihr Wert gibt an ob konstruktive oder destruktive Interferenz bei der Streuung von Elektronenwellen an Terrassenstufen vorliegt. In Abbildung 2.3 sind die geometrischen Überlegungen zu dieser Streuung gezeigt.

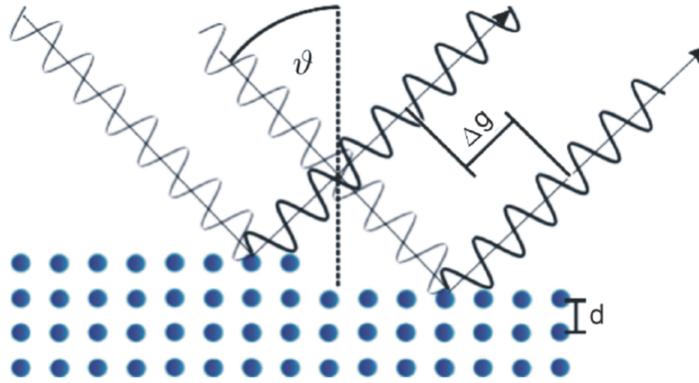


Abbildung 2.3: Skizze zur Streuung von Wellen an einer Stufenkante mit Höhenunterschied d . Dabei ist ϑ der Einfallswinkel der Wellen und Δg der Gangunterschied nach der Streuung. Grafik aus [3] übernommen.

Die BRAGG-Bedingung gibt den Zusammenhang zwischen dem Gangunterschied Δg , der Stufenhöhe d und dem Einfallswinkel ϑ an. Die Streuphase steht dabei in folgendem Zusammenhang:

$$\Delta g = 2d \cdot \cos(\vartheta) = S \cdot \lambda_{el}. \quad (2.5)$$

Da die Streuphase über

$$S = \frac{d \cdot |\vec{k}_{\perp}|}{2\pi} \quad \text{mit} \quad |\vec{k}_{\perp}| = |\vec{k}| \cdot \cos(\vartheta) \quad (2.6)$$

definiert ist, kann man über die Wellenzahl $|\vec{k}| = \frac{4\pi}{\lambda_{el}}$ die Streuphase auch als

$$S = \frac{2d \cdot \cos(\vartheta)}{\lambda_{el}} \quad (2.7)$$

darstellen. Damit wird der Zusammenhang zwischen S und der Elektronenenergie deutlich, die sich aus der Elektronenwellenlänge λ_{el} berechnen lässt ($\lambda_{el} = \sqrt{\frac{h^2}{2m_e} \cdot e \cdot E}$).

Bei halbzahligen Streuphasen gilt für den Gangunterschied $\Delta g = (2n + 1)\pi$ mit $n \in \mathbb{N}$. Die Wellen überlagern sich destruktiv, da Δg kein ganzzahliges Vielfaches der Elektronenwellenlänge ist und man spricht von einer Gegenphase. Bei ganzzahliger Streuphase gilt für den Gangunterschied $\Delta g = 2\pi \cdot n$ mit $n \in \mathbb{N}$. Da Δg hier ein ganzzahliges Vielfaches der Wellenlänge ist überlagern sich die Wellen konstruktiv und man spricht von einer In-Phase.

2.4 Kristallvolumen und Überstrukturen

In der Festkörperphysik spricht man von Kristallen als periodische Anordnung von Atomen, welche in alle drei Raumrichtungen unendlich ausgedehnt sind. Die Atome sind dabei in identischen Einheitszellen angeordnet. Aus diesem Grund hat das Volumen an allen Punkten im System dieselben physikalischen und chemischen Eigenschaften. Wenn man allerdings Oberflächen betrachtet, reicht dieses Modell nicht aus, um deren Eigenschaften korrekt darzustellen.

Es ist nötig das Modell auf einen halbunendlichen Kristall zu erweitern. Dieser besteht aus einer Oberfläche, welche nur einige Atomlagen dick ist, und dem darunter liegendem unendlich ausgedehnten Kristall. Oberhalb der Grenzfläche zwischen Oberfläche und Kristall beginnen die Eigenschaften der Oberfläche.

Diese besitzt andere Eigenschaften als das Kristallvolumen, da sie in eine Richtung ungesättigte Bindungen besitzt. Daher kann es zur Rekonstruktion der Oberfläche kommen, wenn es energetisch günstiger ist. Diese neue Oberflächenstruktur wird Überstruktur genannt und unterscheidet sich vom ursprünglichen Substratgitter.

Anschaulich kann man das Substratgitter und die Oberflächenstruktur mit den fünf zweidimensionalen Bravais-Gittern erklären. Diese sind in Abbildung 2.4 dargestellt.

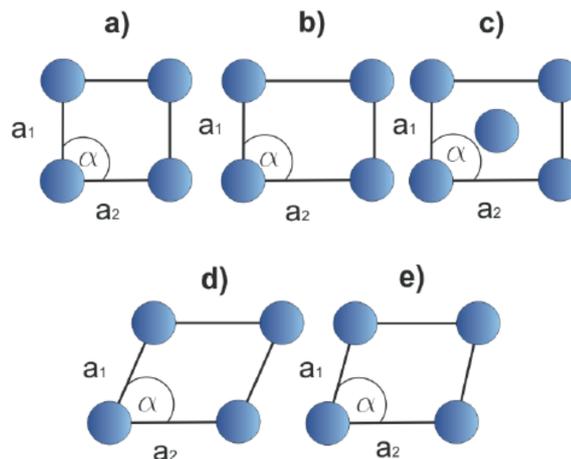


Abbildung 2.4: Die fünf zweidimensionalen Bravais-Gitter. Die charakteristischen Merkmale sind a) $a_1 = a_2, \alpha = 90^\circ$ (quadratisch) b) $a_1 \neq a_2, \alpha = 90^\circ$ (rechtwinklig-primitiv) c) $a_1 \neq a_2, \alpha = 90^\circ$ (rechtwinklig-zentriert) d) $a_1 = a_2, \alpha = 120^\circ$ (hexagonal) e) $a_1 \neq a_2, \alpha \neq 90^\circ$ (schiefwinklig). Grafik aus [3] übernommen.

Die mathematische Beschreibung der Überstruktur ist über eine Linearkombination

der Basisvektoren des Substratgitters möglich. Die Basisvektoren des Substratgitters sind \vec{a}_1 und \vec{a}_2 . Die Basis der Überstruktur ist dann als

$$\vec{b}_1 = p \cdot \vec{a}_1 + q \cdot \vec{a}_2 \quad (2.8)$$

$$\vec{b}_2 = r \cdot \vec{a}_1 + s \cdot \vec{a}_2 \quad (2.9)$$

gegeben. In Matrixschreibweise sieht das folgendermaßen aus:

$$\begin{pmatrix} \vec{b}_1 \\ \vec{b}_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} p & q \\ r & s \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \vec{a}_1 \\ \vec{a}_2 \end{pmatrix}. \quad (2.10)$$

Für die einzelnen Überstrukturen sind die Koeffizienten p,q,r und s gegeben. Am Beispiel der in dieser Arbeit betrachteten $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur soll die Berechnung der Basisvektoren einmal vorgeführt werden.

Das hexagonale Substratgitter besitzt die Basisvektoren

$$\vec{a}_1 = \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} \text{ und } \vec{a}_2 = \begin{pmatrix} 1/2 \\ \sqrt{3}/2 \end{pmatrix}. \quad (2.11)$$

Die Koeffizientenmatrix für eine $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur ist durch

$$M = \begin{pmatrix} p & q \\ r & s \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & 1 \\ -1 & 2 \end{pmatrix} \quad (2.12)$$

gegeben.

Die Basisvektoren der Überstruktur ergeben sich also zu

$$\vec{b}_1 = \begin{pmatrix} 3/2 \\ \sqrt{3}/2 \end{pmatrix} \text{ und } \vec{b}_2 = \begin{pmatrix} 0 \\ \sqrt{3} \end{pmatrix}. \quad (2.13)$$

Den Winkel um den die Basis der Überstruktur im Gegensatz zur Basis des Substratgitters gedreht ist, kann man über das Skalarprodukt der beiden zusammengehörigen Basisvektoren berechnen:

$$\vec{a}_i \cdot \vec{b}_i = |\vec{a}_i| \cdot |\vec{b}_i| \cdot \cos \angle(\vec{a}_i, \vec{b}_i) \quad (2.14)$$

Diese Rechnung ergibt für das gewählte Beispiel einen Winkel von 30° .

Diese mathematische Betrachtungen sind auf den Realraum bezogen. Da allerdings bei der verwendeten Messmethode der reziproke Raum dargestellt wird, müssen die angeführten Vektoren in den k-Raum transformiert werden. Die reziproken Gittervektoren lauten

$$\vec{b}_1^* = \frac{2\pi}{\det(B)} \begin{pmatrix} b_{22} \\ -b_{21} \end{pmatrix} \text{ und } \vec{b}_2^* = \frac{2\pi}{\det(B)} \begin{pmatrix} -b_{12} \\ b_{11} \end{pmatrix}, \quad (2.15)$$

mit der dazugehörigen Matrix B

$$B = b_{ij} = \begin{pmatrix} b_{11} & b_{21} \\ b_{12} & b_{22} \end{pmatrix}. \quad (2.16)$$

2.5 Ewald-Konstruktionen

Über die EWALD-Konstruktion ist es möglich, das bei den SPA-LEED-Messungen erhaltene Beugungsbild zu verstehen. Diese Konstruktion zeigt den Zusammenhang zwischen dem Beugungsbild und dem reziproken Kristallgitter bzw. der Oberflächenstruktur.

2.5.1 Ewald-Konstruktion für das Volumen

Die EWALD-Konstruktion wird bei Streuung am Kristallgitter verwendet. Sie stellt die LAUE-Bedingung $\vec{G} = \vec{k}_i - \vec{k}_f$ für konstruktive Interferenz anschaulich dar. Dabei wird der Wellenvektor der einfallenden Welle mit \vec{k}_i bezeichnet und der der gesteuerten Welle mit \vec{k}_f . \vec{G} beschreibt die Gittervektoren im Kristallgitter und ist über

$$\vec{G} = k \cdot \vec{a}^* + l \cdot \vec{b}^* + m \cdot \vec{c}^* \quad (2.17)$$

definiert. Dabei sind \vec{a}^* , \vec{b}^* und \vec{c}^* die Basisvektoren im reziproken Kristallgitter (vgl. Abschnitt 2.4) und k, l und m ganze Zahlen. Da wir bei der hier betrachteten Streuung von elastischer Streuung ausgehen, gilt $|\vec{k}_i| = |\vec{k}_f|$.

Die eigentliche Konstruktion wird nun so durchgeführt, dass man den einfallenden Wellenvektor mit einem Einfallswinkel ϑ so in ein Kristallgitter einzeichnet, dass die Spitze des Vektors auf den Nullpunkt des Gitters zeigt. Dann zeichnet man eine Kugel mit dem Radius $|\vec{k}_i|$ und dem Anfangspunkt des Vektors als Mittelpunkt. Dies ist in Abbildung 2.5 zweidimensional dargestellt.

Um nun diese Konstruktion mit einem Beugungsbild in Verbindung zu bringen, muss man die LAUE-Bedingung beachten. Wenn diese erfüllt ist, also die EWALD-Kugel einen Gitterpunkt schneidet, herrscht konstruktive Interferenz. Dies ist dann als Reflex im Beugungsbild zu erkennen. Aus den Abständen der Reflexe im Beugungsbild kann man die reziproken Abstände der Streuzentren ablesen und somit die Kristallstruktur im Realraum berechnen.

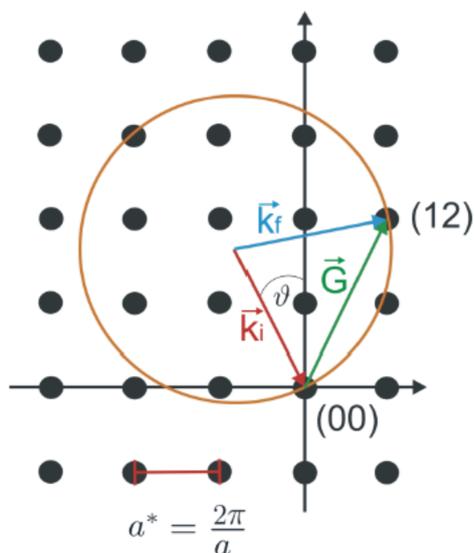


Abbildung 2.5: EWALD-Konstruktion für ein kubisch primitives Gitter. Dabei stellt \vec{k}_i den Wellenvektor der einfallenden Welle dar und \vec{k}_f den der gestreuten Welle. \vec{G} steht für einen Gittervektor und ϑ beschreibt den Einfallswinkel der einfallenden Elektronenwelle. a^* gibt die reziproke Gitterkonstante an. Grafik aus [3] übernommen.

2.5.2 Ewald-Konstruktion für die Oberfläche

Wenn man nun eine Oberfläche betrachtet, muss die EWALD-Kugel angepasst werden. An der Oberfläche haben die Streuzentren nicht in alle Richtungen Bindungspartner, sondern nur in Richtung des Volumens. In die entgegengesetzte Richtung haben sie keine Bindungen (vgl. Abschnitt 2.4). In diese Richtung kann man den Abstand zum nächsten Streuzentrum im Realraum als unendlich groß und somit größer als die Transferweite des SPA-LEED-Systems annehmen. Dadurch wird im reziproken Raum der Abstand der Streuzentren unendlich klein und man erhält sogenannte Beugungsstangen (vgl. Abbildung 2.6).

Die Konstruktion läuft genauso wie es in Abschnitt 2.5.1 erklärt wurde. Die Kugel schneidet nun allerdings immer die Stangen und somit ist auch immer die LAUE-Bedingung erfüllt. Dadurch sind immer Reflexe im Beugungsbild zu sehen, sobald die Energie der Elektronen groß genug ist um die Stangen zu schneiden. Dies ist durch die Energieabhängigkeit der EWALD-Kugel bedingt. Umso größer die Energie der Elektronen ist, desto größer ist auch die Kugel, da der Betrag des Wellenvektors \vec{k}_i energieabhängig ist. Daher verschieben sich die Reflexe auf dem Detektorschirm im Realraum nach innen in Richtung des (00)-Reflexes. Anschaulich kann man das

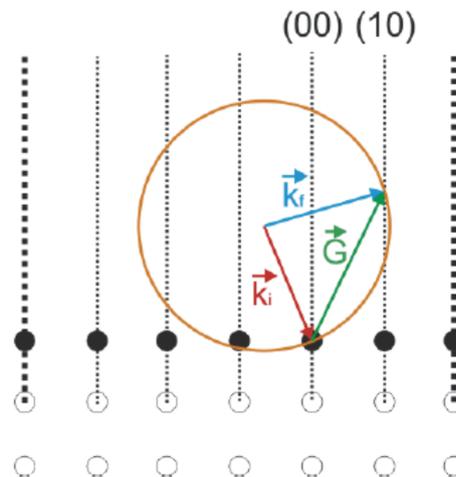


Abbildung 2.6: Beugungsstangen in der EWALD-Konstruktion für eine Oberfläche. Dabei stellt \vec{k}_i den Wellenvektor der einfallenden Welle dar und \vec{k}_f den der gestreuten Welle. \vec{G} steht für einen reziproken Gittervektor. Grafik aus [3] übernommen.

darán erklären, dass die Kugel im reziproken Raum immer größer wird und immer mehr Stangen schneidet. Dadurch tauchen im Realraum mehr Reflexe auf und das Beugungsbild rückt zusammen. Bei SPA-LEED Messungen wird dies jedoch im Steuerungsprogramm herausgerechnet.

2.6 Auger-Elektronen-Spektroskopie

Die AUGER-Elektronen-Spektroskopie ist nach PIERRE VICTOR AUGER benannt und beruht auf dem von ihm entdeckten AUGER-Effekt. Diese Messmethode dient zur qualitativen Analyse von Oberflächen. Sie wird im Falle dieser Arbeit dazu verwendet festzustellen, welche Elemente auf der Oberfläche sind und wie sich die Verhältnisse dieser Elemente zueinander verändern. Daraus können auch Rückschlüsse auf den Bedeckungsgrad der Oberfläche und Schichtdicken gezogen werden.

Der AUGER-Effekt lässt sich als ein Mehrelektronenprozess beschreiben. Es werden schnelle Elektronen von 2000 eV-3000 eV auf die Probenoberfläche geschossen. Diese äußere Anregung dient dazu, kernnahe Elektronen aus einem Atom heraus zu schlagen. Das entstandene Loch wird mit einem Elektron aus einem höheren Niveau gefüllt. Dabei wird Energie frei, die entweder durch RÖNTGEN-Quanten abgegeben wird oder strahlungsfrei durch die Abgabe eines so genannten Sekundärelektrons (vgl. Abbildung 2.7).

Diese Sekundärelektronen stammen aus einem höheren Energieniveau und deren Energie ist für die jeweiligen Elemente charakteristisch. Sie können durch ihre un-

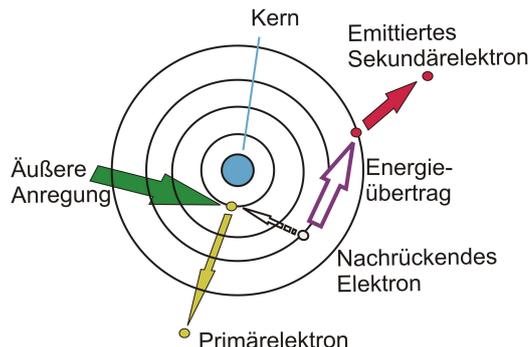


Abbildung 2.7: Schematische Darstellung des AUGER-Effektes.

terschiedliche kinetische Energie, die bei der AUGER-Elektronen-Spektroskopie gemessen wird, den Elementen eindeutig zugeordnet werden.

In den aufgenommenen Spektren sind Signale bei den jeweiligen charakteristischen Energien zu sehen, wodurch bei der Auswertung der Spektren die qualitative Zusammensetzung der Oberfläche bestimmt werden kann. Dies ist jedoch nur für Elemente mit der Ordnungszahl größer zwei möglich, da sonst der AUGER-Effekt in der oben beschriebenen Weise nicht stattfinden kann, weil drei Elektronen im Atom dafür benötigt werden. Dadurch dass immer drei Elektronen benötigt werden, kann man die AUGER-Peaks in verschiedene Gruppen einteilen. Dies ist davon abhängig aus welchen Niveaus die Elektronen stammen. Silizium hat einen charakteristischen Peak bei 92 eV, dabei spricht man dann beispielsweise von einem LMM Übergang. Dies bedeutet, dass das Primärelektron aus der L-Schale stammt. Das nachrückende, sowie das Sekundärelektron haben ihren Ursprung in der M-Schale. Durch diese Bezeichnung der Energieniveaus kann man die verschiedenen Elemente in die jeweiligen Gruppen einteilen. Diese Einteilung ist in der Tabelle 2.1 zu sehen. Dazu muss allerdings noch beachtet werden, dass die Wahrscheinlichkeit ein Sekundärelektron zu emittieren mit steigender Ordnungszahl sinkt. Es wird immer wahrscheinlicher, dass die überschüssige Energie durch Strahlung abgegeben wird, je größer die Ordnungszahl wird. Die AUGER-Elektronen-Spektroskopie ist also unterschiedlich sensitiv für die verschiedenen Elemente. Es ist also möglich, dass Elemente mit großer Ordnungszahl die im großen Maße auf der Oberfläche vorhanden sind, im Gegensatz zu anderen Elementen, einen kleineres AUGER-Signal aufweisen, da sie ihre überschüssige Energie durch Strahlung abgegeben haben und diese nicht gemessen wird. Dies müsste in den weiteren Betrachtungen mit einbezogen werden. Da in dieser Arbeit allerdings nur mit Elementen mit kleiner Ordnungszahl (Ordnungszahl kleiner als 17) gearbeitet wird, wird die Sensitivität in den weiteren Auswertungen nicht betrachtet. Ein Überblick über die Sensitivitäten der Elemente ist in Abbildung 2.8 gezeigt.

Diese Messmethode ist sehr oberflächensensitiv, da die kinetische Energie der Sekundärelektronen gemessen wird, welche bei 0-2000 eV liegt. Dadurch haben die

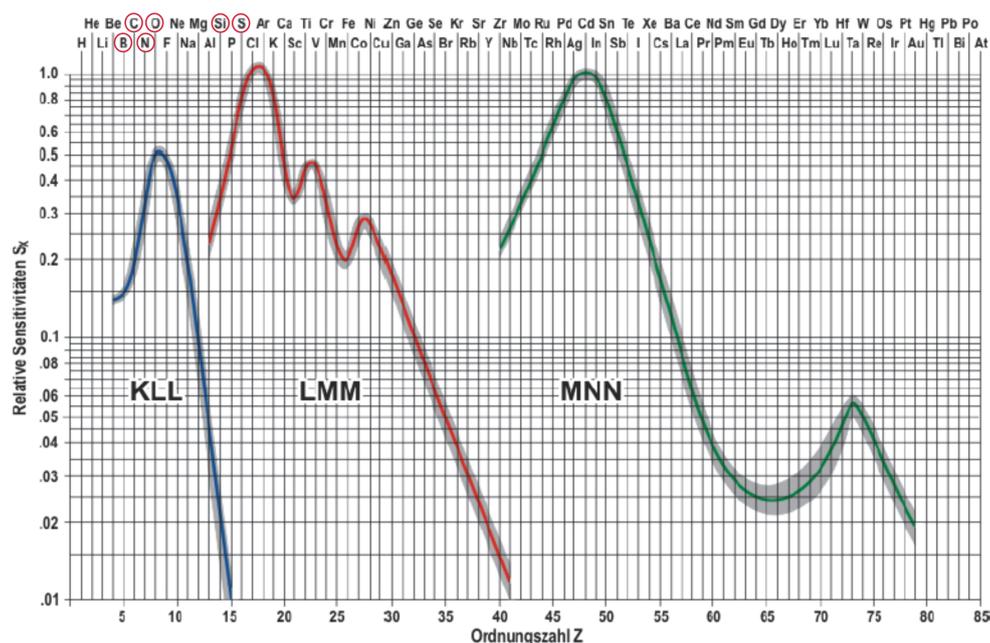


Abbildung 2.8: Relative Sensitivitätsfaktoren in Abhängigkeit von der Ordnungszahl Z . Grafik aus [5, 6] übernommen.

Ordnungszahl (Element)	angeregtes Niveau
3(Li)-13(Al)	K
11(Na)-35(Br)	L
19(K)-70(Yb)	M
39(Y)-94(Pu)	N

Tabelle 2.1: Niveau des angeregten Primärelektrons, abhängig von der Ordnungszahl des Elements.

langsamen Sekundärelektronen eine geringe freie Weglänge ($1-100 \text{ \AA}$) im Material. Auch für quantitative Abschätzungen kann man die AUGER-Spektren benutzen. Dabei spielt die Peak-to-Peak Intensität eine wichtige Rolle. Durch Vergleichen der Peak-to-Peak Intensitäten können Abschätzungen über die Mengenverhältnisse der verschiedenen Elemente auf der Oberfläche zueinander gemacht werden. So kann auch das Wachstum von Schichten auf dem Substrat quantitativ analysiert werden. Bei diesem Wachstum wird der Substratpeak geringer, da dessen Sekundärelektronen auf Grund ihrer geringen kinetischen Energie nicht mehr bis an die Oberfläche vordringen können. Allerdings kann man auch beobachten, wenn sich ein Element in das Substrat einlagert. Dadurch erhöht sich der Substratpeak und der Peak des Elements das sich einlagert wird kleiner.

Ein AUGER-Spektrum von reinem Silizium ist in Abbildung 2.9 dargestellt. Man

erkennt sehr deutlich den charakteristischen Peak bei 92 eV. Diese Messung wird als Referenzmessung herangezogen, da sie mit der gleichen Messapparatur und einer gleich präparierten Probe hergestellt wurde.

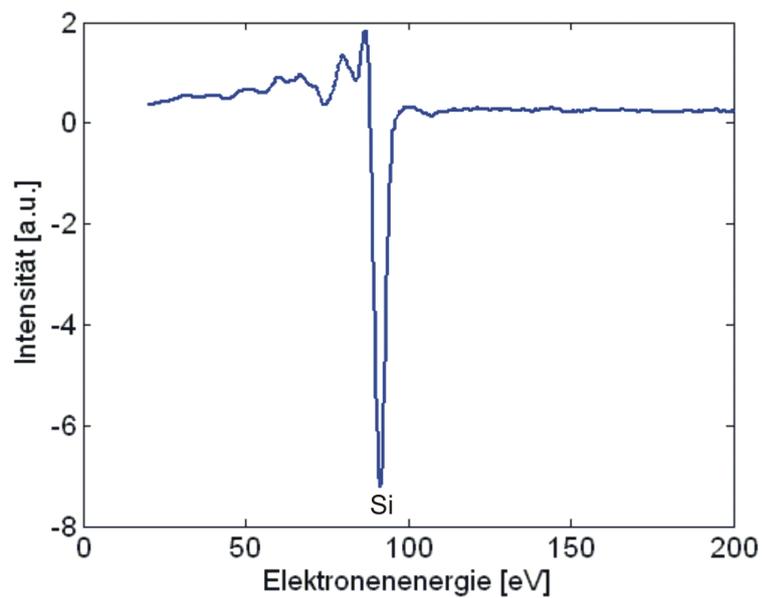


Abbildung 2.9: AUGER-Spektrum eines reinen Silizium-Substrats.

3 Verwendete Materialien

Im nachfolgenden Kapitel werden die verwendeten Materialien vorgestellt. Im ersten Teil wird das Substrat erläutert und danach das Adsorbat. Außerdem wird die Wechselwirkung zwischen den beiden Materialien dargestellt. Dabei werden zwei Theorien vorgestellt, die den Verdampfungsvorgang und die Adsorption genauer beschreiben.

3.1 Das Substrat: Silizium(111)

Silizium ist ein Element der 4. Hauptgruppe und gehört somit zu den Tetrelen. Es gilt als klassisches Halbmetall, da es sowohl metallische als auch nichtmetallische Eigenschaften besitzt. Silizium ist dunkelgrau und hat einen bläulich metallischen Glanz.

Silizium kristallisiert in der Diamantstruktur (Abbildung 3.1). Man beschreibt diese Struktur durch zwei kubisch-flächenzentrierte (fcc) Gitter, wobei das eine um ein Viertel der Raumdiagonalen verschoben ist. Die Gitterkonstante beträgt bei dieser Struktur 5.43\AA .

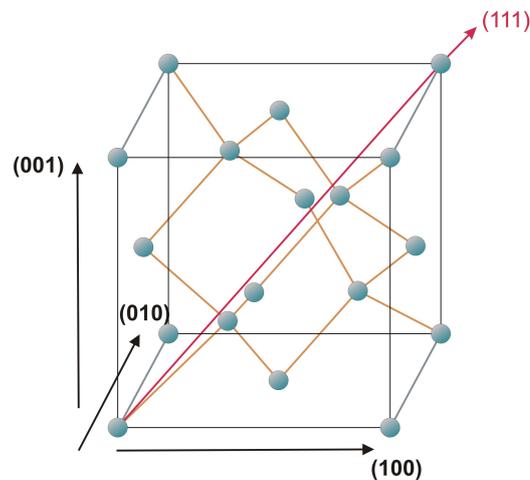


Abbildung 3.1: Dreidimensionale Einheitszelle des Siliziums.

Die unrekonstruierte (111)-Oberfläche von Silizium hat eine Gitterkonstante von 3.84\AA und besitzt eine rhomboedrische Einheitszelle. Da bei dieser Struktur viele Atome nicht vollständig gebunden sind und daher sogenannte „dangling bonds“ besitzen, ist sie nicht sehr stabil. Durch Rekonstruktion kann die Oberfläche ener-

getisch günstiger angeordnet werden.

Bei Silizium gibt es mehrere Oberflächenstrukturen die energetisch günstiger sind. Durch Spalten im Ultra-Hoch-Vakuum (UHV) erhält man z.B. eine (2x1)- Überstruktur. Wenn man das Substrat im UHV thermisch behandelt, erhält man bei bestimmten Bedingungen eine (7x7)-Überstruktur. Diese Überstruktur enthält deutlich weniger Atome die nicht komplett gebunden sind. Es liegen nur noch 18 statt 49 „dangling bonds“ vor. Je nach Präparationsmethode erhält man diese Struktur, wenn man das Substrat mit Temperaturen von 380°C - 950°C behandelt. Die (7x7)-Überstruktur ist für diese Arbeit benutzt worden. Die Gitterkonstante beträgt dabei 27.19 \AA . Die Oberfläche setzt sich aus Dimeren und Adatomen zusammen, an die sich das Adsorbat anlagern kann. In Abbildung 3.2 ist eine schematische Darstellung einer rekonstruierten (7x7)-Oberfläche gezeigt.

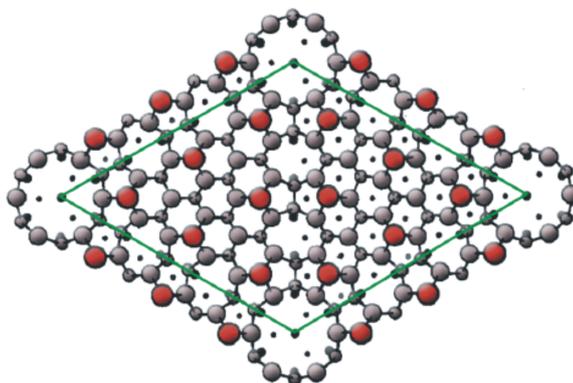


Abbildung 3.2: Schematische Abbildung einer rekonstruierten (7x7)-Oberfläche. Die unkonstruierte Silizium-Einheitszelle ist grün markiert. Die roten Atome sind die Adatome. Grafik aus [3] übernommen.

Für die folgenden Experimente wurden Siliziumwafer benutzt. Die Wafer haben eine Dicke von $(525 \pm 15)\mu\text{m}$ und einen spezifischen Widerstand von $5\Omega\text{ cm} - 15\Omega\text{ cm}$. Die Oberflächenorientierung ist (111) und der Miscut der Probe liegt bei $(0.35 \pm 0.15)^{\circ}$. Die Siliziumwafer haben eine leichte Bordotierung, die aber bei den nachfolgenden Untersuchungen keine Rolle spielt und deswegen vernachlässigt wird. Aus technischen Gegebenheiten ist diese Dotierung allerdings nicht zu vermeiden.

3.2 Das Adsorbat: Bor

Bor ist ein Element der dritten Hauptgruppe und steht an der 5. Stelle des Periodensystems. Es ist ebenfalls ein Halbmetall mit teilweise ähnlichen Eigenschaften wie Kohlenstoff und Silizium, kommt in der Natur aber viel seltener vor. Bor be-

sitzt verschiedenen Modifikationen. Das amorphe Bor ist braun und pulverartig, ansonsten ist es meist schwarz. Das kristalline Bor hat verschiedene allotrope Modifikationen, die stabilste ist dabei die β -rhomboedrische. Dessen Struktur besteht aus 105 Boratomen und ist sehr kompliziert aufgebaut.

Bei den folgenden Versuchen wird allerdings nicht elementares Bor verwendet, sondern Borsäure (Abbildung 3.3). Borsäure hat die Summenformel $B(OH)_3$ und verhält sich chemisch wie eine Lewis-Säure.

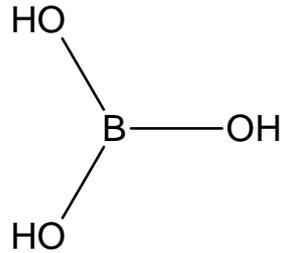


Abbildung 3.3: Strukturformel der Borsäure.

Die Borsäure wird erhitzt und wandelt sich um. Das entstandene Produkt wird dann verdampft und mit dessen Hilfe Bor auf der Oberfläche adsorbiert [7, 8]. Die restlichen Bestandteile des Produkts desorbieren mit Silizium zusammen von der Oberfläche. Bor setzt sich an die Adatome, die sogenannten T_4 -Plätze (Top-Plätze) der (7×7) -Rekonstruktion. Durch kurzes und schnelles Erhitzen der Probe auf hohe Temperaturen (etwa 900°C) wandern die Boratome auf die S_5 -Plätze (Subsurface-Plätze)[9]. Dieser Vorgang ist in Abbildung 3.4 dargestellt.

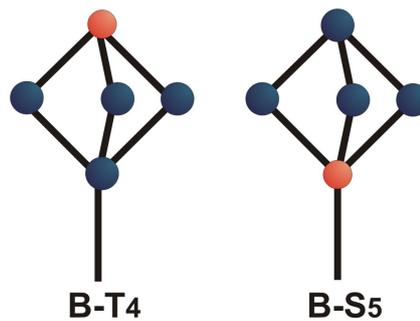


Abbildung 3.4: Modell der Siliziumoberfläche mit T_4 -Plätzen und S_5 -Plätzen (Silizium blau, Bor orange).

3.2.1 Theorien zum Verdampfungsvorgang

Die Umwandlung der Borsäure verläuft in zwei Schritten (siehe Reaktionsgleichungen 3.1 und 3.2)[10]:



Im ersten Schritt wird Borsäure in Metaborsäure (Abbildung 3.5a) umgewandelt. Diese wird dann im zweiten Schritt, bei Temperaturen um etwa $500^\circ C$, zu Bortrioxid (Abbildung 3.5b) umgewandelt. Es gibt passend zu den Umwandelungsschritten zwei Theorien, was verdampft wird.

Die angegebenen Temperaturen beziehen sich auf Normalbedingungen. Im UHV ist zu vermuten, dass die Umwandelungsschritte schon bei niedrigeren Temperaturen stattfinden.

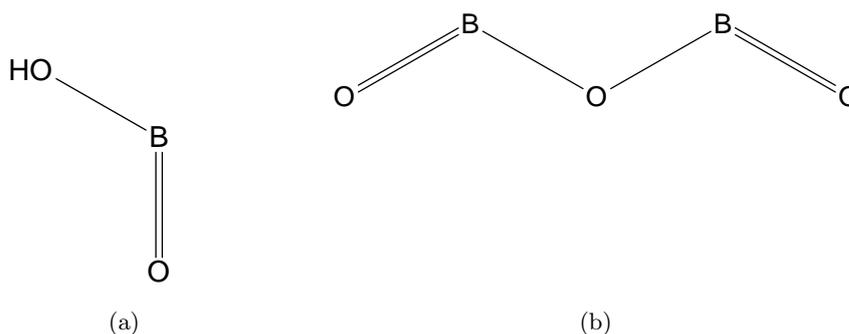


Abbildung 3.5: a) Strukturformel der Metaborsäure. b) Strukturformel des Bortrioxids.

Theorie 1

In der ersten Theorie wird davon ausgegangen, dass die Umwandlung nur bis zum ersten Schritt (3.1) fortschreitet. Es wird also Metaborsäure verdampft[9]. Der Wasserstoff in dieser Verbindung ist leicht flüchtig und somit wird BO_2 auf der Oberfläche adsorbiert. Der Mechanismus ist in den Abbildungen 3.6 zu sehen. Das Bor setzt sich auf die T_4 -Plätze und der Sauerstoff setzt sich auf die Silizium-Adatome. Der Sauerstoff und das Silizium gehen eine neue Bindung ein und desorbieren von

der Oberfläche als SiO. Das Bor bleibt auf der Oberfläche und geht beim Heizen der Probe auf die S_5 -Plätze.

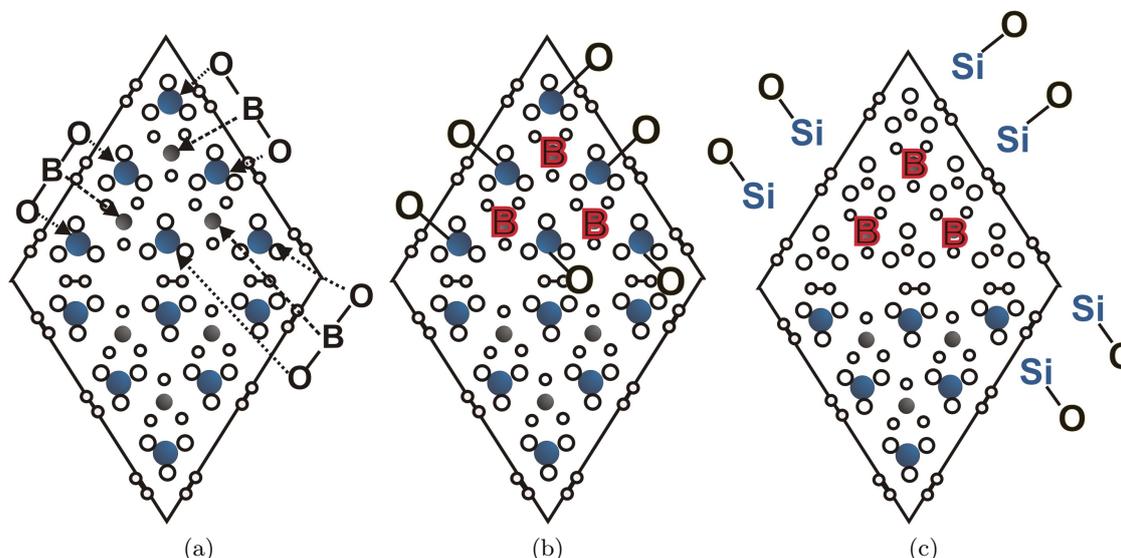


Abbildung 3.6: Modell zur Adsorption von Bor auf einer Silizium (7x7)-Oberfläche. Silizium-Adatome sind blau und die T_4 -Plätze sind grau gekennzeichnet. a) Anlagerung von BO_2 auf der Oberfläche. b) Borsauerstoffbindungen sind gebrochen und Siliziummonoxid hat sich neu gebildet. c) SiO desorbiert von der Oberfläche während Bor adsorbiert worden ist.

Ein Problem bei diesem Mechanismus gibt es, wenn man die Temperaturen betrachtet bei denen verdampft wird. Diese liegen deutlich über 90°C , eher im Bereich von 800°C . Dies deutet darauf hin, dass die Umwandlung von Borsäure nicht nach dem ersten Schritt aufhört, wie es bei dieser Theorie vorausgesetzt wird, sondern auch der zweite Schritt durchlaufen wird.

Theorie 2

Die zweite Theorie besagt, dass die Umwandlung der Borsäure über die Metabor-säure (3.1), bis hin zu Bortrioxid (3.2) stattfindet. Bei den Temperaturen, die in den Experimenten vorhanden sind, ist diese Umwandlung wahrscheinlicher. Diese Überlegung wird noch darin bestärkt, dass die Borsäure geheizt wird, um die Umwandlung vor dem Verdampfen abzuschließen. Dabei wird viel Wasser frei, welches den Aufdampfvorgang behindern könnte und deswegen vor dem Verdampfen vollständig aus dem Tiegel des Verdampfers entweichen muss. Es werden hierbei auch schon Temperaturen von mehr als 500°C erreicht.

Dieser Betrachtung zufolge wird B_2O_3 verdampft, wodurch aber das Modell der

Adsorption von Bor so nicht zutrifft, da B_2O_3 auf der Oberfläche adsorbieren müsste. Wie der Mechanismus abläuft, wenn Bortrioxid aufgedampft wird, ist allerdings noch nicht bekannt. Das Bor auch hier auf den T_4 -Plätzen adsorbiert wird, ist anzunehmen und auch der Sauerstoff kann an den gleichen Stellen adsorbiert werden. Der Sauerstoff kann also wieder als SiO desorbieren, es könnte sich aber auch SiO_2 bilden, welches sehr stabil ist.

Im folgenden wird angenommen, dass B_2O_3 verdampft wird, weil es mit den Temperaturmessungen besser übereinstimmt. Auch die Adsorptionsstellen werden genauso angenommen, wie in der Theorie 1 dargestellt.

4 Experimentelle Grundlagen

Im folgenden Abschnitt wird die UHV-Apparatur mit dem dazugehörigen Pumpensystem erläutert. Die AUGER und SPA-LEED-Messapparaturen werden in den Kapiteln 4.2 und 4.3 im Detail vorgestellt. Auf den Verdampfer und die Probenhalterung wird auch genauer eingegangen. In den letzten beiden Abschnitten wird die Präparation des Substrats und der Aufdampfvorgang beschrieben.

4.1 UHV-Apparatur

Die Messungen in dieser Arbeit wurden alle unter Ultra-Hoch-Vakuum (UHV)-Bedingungen durchgeführt ($< 1 \cdot 10^{-6}$ mbar). Dafür wurde eine UHV-Kammer aus Edelstahl verwendet. Diese ist schematisch mit dem dazugehörigen Pumpensystem in Abbildung 4.1 dargestellt.

Um ein Ultra-Hoch-Vakuum zu erzeugen braucht man ein Pumpensystem aus verschiedenen Pumpen, da keine Pumpe den kompletten Bereich von $1 \cdot 10^3$ mbar bis $1 \cdot 10^{-10}$ mbar abdecken kann. Bei diesem Pumpensystem werden vier verschiedene Pumpentypen verwendet, die jeweils in verschiedene Druckbereiche arbeiten (vgl. Abbildung 4.2).

Der erste Pumpentyp ist die Drehschieberpumpe. Diese pumpt in einem Bereich bis zu $1 \cdot 10^{-3}$ mbar und ist an die Vorkammer angeschlossen. Dort sorgt sie dafür, dass der Druck zum Beispiel nach dem Wechseln einer Probe schnell in den Vakuumbereich absinkt. Der zweite Pumpentyp ist die Turbomolekularpumpe. Diese Pumpe darf erst ab einem Druck von $1 \cdot 10^{-2}$ mbar eingeschaltet werden. Im optimalen Fall pumpt sie bis in einen Druckbereich von $1 \cdot 10^{-10}$ mbar, in der Praxis schafft sie aber nur $1 \cdot 10^{-8}$ mbar. Der dritte und vierte Pumpentyp ist eine Kombination aus einer Ionengetterpumpe und einer Titan-Sublimationspumpe. Diese Pumpen sind für den Arbeitsdruck von bis zu $1 \cdot 10^{-10}$ mbar verantwortlich. In der Theorie soll diese Kombination einen Druck von $1 \cdot 10^{-12}$ mbar erreichen. In der Praxis ist aber nur ein Druck von $1 \cdot 10^{-11}$ mbar erreichbar.

Für die Positionierung der Probe ist der Manipulator verantwortlich. Dieser besteht aus einer Drehdurchführung, einem X-Y-Verschiebetisch und einem Z-Hub. Außerdem kann die Probe noch verkippt werden. Dies geschieht über einen Seilzug. Damit sind insgesamt fünf Freiheitsgrade einstellbar.

Die Drehdurchführung besteht aus zwei Kränzen, wobei der eine exzentrisch und der andere zentrisch gedreht werden kann. Dadurch kann die Probe in einem großen Bereich der Kammer verschoben werden. Es ist sehr schwer diese Drehdurchfüh-

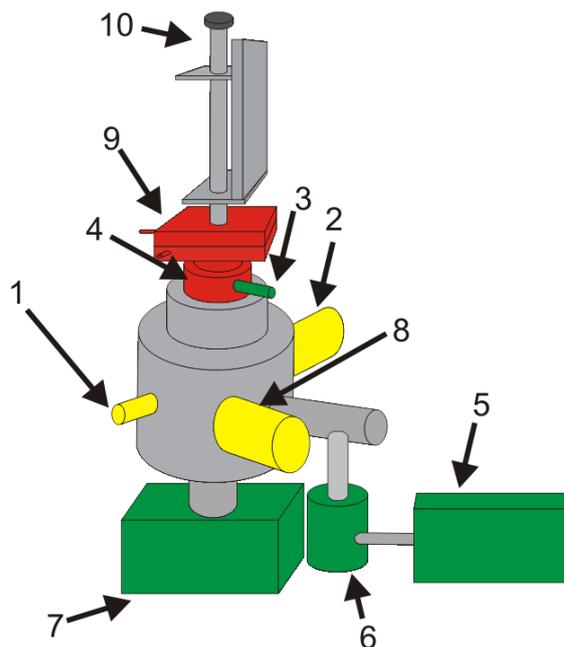


Abbildung 4.1: Schematischer Aufbau einer UHV-Kammer. 1) Bor-Verdampfer, 2) AUGER-Elektronen-Spektrometer, 3) kleine Ionengetterpumpe, 4) Differenziell gepumpte Drehdurchführung 5) Drehschieberpumpe für die Hauptkammer 6) Turbomolekularpumpe, 7) große Ionengetterpumpe für die Hauptkammer 8) SPA-LEED-Messapparatur 9) X-Y-Verschiebetisch 10) Z-Hub. Grafik aus [3] übernommen und etwas verändert.

zung vor dem Eindringen von Gasen aus der Umgebung zu schützen, da es schwierig ist die beiden beweglichen Kränze komplett abzudichten. Deswegen wird die Drehdurchführung extra gepumpt. In dem hier verwendeten experimentellen Aufbau sind eine kleine Ionengetterpumpe und die Drehschieberpumpe an die differenziell gepumpte Drehdurchführung angeschlossen.

Die Probe gelangt über ein Transfersystem in die Hauptkammer. Dieses besteht aus einem Transferstab und einer abgeschlossenen Vorkammer, wodurch es möglich ist die Probe schnell zu wechseln während der Druck in der Hauptkammer stabil bleibt. Dadurch kann nach dem Probenwechsel schneller weiter gearbeitet werden. Die Probenhalterung wird auf ein Bayonett gesetzt, das am Ende des Transferstabes befestigt ist. Wenn die Vorkammer einen niedrigen Druck von unter $1 \cdot 10^{-8}$ mbar erreicht hat, wird die Schleuse zur Hauptkammer geöffnet und die Probenhalterung wird in die Aufnahme des Manipulators eingesetzt. Anschließend wird der Transferstab zurück gezogen und die Schleuse wieder geschlossen. Die Probenhalterung ist in Abbildung 4.3 dargestellt.

Die Basis besteht aus zwei Kupferstücken, die über einen Saphirkristall nicht lei-

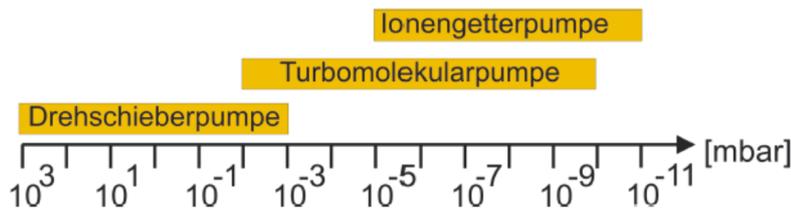


Abbildung 4.2: Arbeitsbereiche in denen die verschiedenen Pumpentypen arbeiten. Grafik aus [3] übernommen.

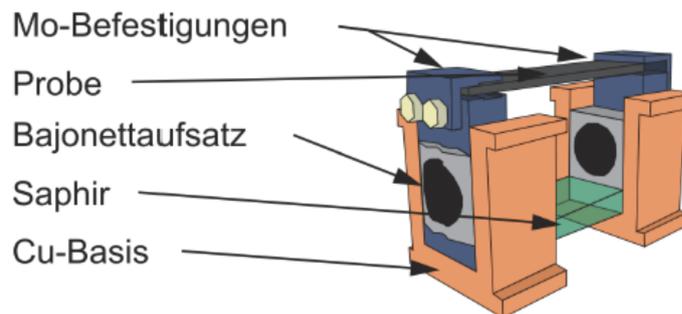


Abbildung 4.3: Aufbau der Probenhalterung. Grafik aus [4] übernommen.

tend verbunden sind. Zwei Molybdänklammern befestigen die Probe. Dabei ist eine Klammer beweglich gelagert, um den Einbau zu erleichtern und ein Brechen der Probe zu vermeiden. An der Seite sind ovale Aussparungen für den Transferstab bzw. den Bajonettaufsatz. Das Heizen der Probe wird über eine Direktstromheizung realisiert. Dabei fließt Strom über die leitende Probenhalterung direkt durch die Probe. Durch den probeneigenen Widerstand fällt Spannung über die Probe ab und sie erhitzt sich. Dabei werden Temperaturen über 300°C mit einem Pyrometer gemessen. Dieses misst die Wärmestrahlung und gibt darüber die Temperatur an. Dabei muss allerdings beachtet werden, dass der Emmissionsgrad richtig eingestellt ist und während den Temperaturmessungen angepasst wird. Die Temperaturen unterhalb von 300°C werden anhand einer Arbeitskurve (vgl. Abbildung 4.4) eingestellt.

4.2 Das AUGER-Messsystem

Die grundlegenden Bestandteile des AUGER-Messsystems sind eine Quelle zur Elektronenanregung und ein Analysator-Detektor-System.

In Abbildung 4.5 ist ein schematischer Aufbau der AUGER-Messapparatur dargestellt.

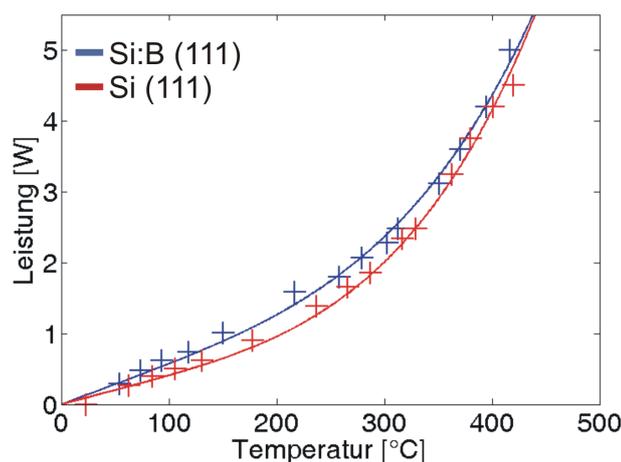


Abbildung 4.4: Verwendete Arbeitsskurve um Temperaturen unterhalb von 300°C einzustellen. Es wurde die rote Kurve für Silizium(111) benutzt.

Um einen Strahl mit gewünschter Intensität zu erzeugen, ist eine Elektronenkanone mit Fokussier- und Ablenkelektroden nötig. Der erzeugte Primärstrahl hat einen Durchmesser von etwa 0,9 mm und eine Stromstärke von bis zu 200 μA . Die Energie dieser Elektronen kann einige tausend Elektronenvolt betragen. Ein Problem bei dieser Messmethode ist das schlechte Signal-zu-Rausch-Verhältnis. Dieses kann die eigentlichen Signale überlagern. Deswegen wird hier das differenzierte Spektrum betrachtet in dem die Signale besser zu sehen sind. Bei der quantitativen Analyse treten noch mehr Probleme auf. Rückgestreute Elektronen bedingen Sekundärionisationen der Oberflächenatome, die das Messsignal verfälschen können.

Es können eigentlich alle Oberflächen mit dieser Methode untersucht werden. Allerdings ist nur bei guten Oberflächen ein scharfes Spektrum zu erwarten. Deswegen ist es wichtig reine, gut rekonstruierte und glatte Oberflächen zu haben, um vernünftige Auswertungen machen zu können. Außerdem ist die Position der Probe sehr entscheidend für die Messung. Bei einer Positionsänderung der Probe muss immer eine Neu-Eichung auf ein elastisches Signal vorgenommen werden. Dafür wird die Probenoberfläche mit Elektronen bekannter Energie beschossen und der Analysator so eingestellt, dass er genau für diese Energie sensitiv ist. Die Probenposition wird nun so lange verändert, bis das differenzierte Spektrum bei genau dieser Energie einen scharfen Reflex zeigt. Dadurch kann man sicherstellen, dass bei der anschließenden Probenmessung richtige Energien gemessen werden.

Der innere Aufbau besteht aus einer Elektronenkanone, die die Primärelektronen erzeugt. Durch Lochanoden wird der Elektronenstrahl auf die Probe fokussiert. Dort wird er gestreut oder die Elektronen erzeugen Sekundärelektronen. Diese Sekundärelektronen, aber auch rückgestreute Elektronen gehen durch ein Gitter in den Analysator.

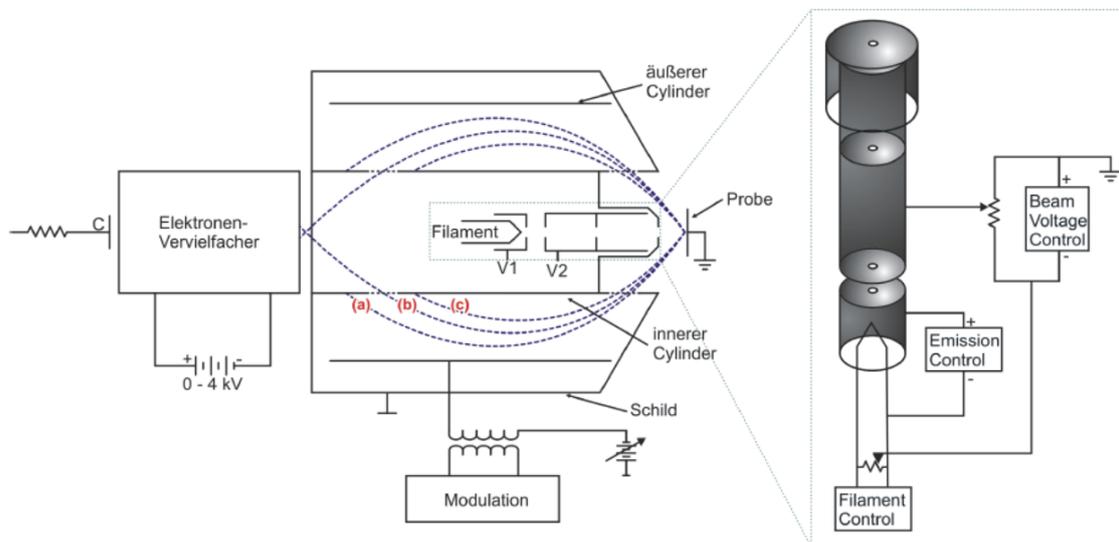


Abbildung 4.5: Schematischer Aufbau einer AUGER-Apparatur nach [11]. Dargestellt ist die Quelle (Filament) mit elektrooptischen Fokussiereinrichtungen (vergrößerte Ansicht). Außerdem noch die Probe und das Analysator-Detektor-System. Die blau eingezeichneten Elektronenbahnen durch den Cylinder-Analysator (CMA) gelten für folgende Gegebenheiten: (a) Zu große kinetische Energie der Elektronen, (b) zu den Analysatorparametern passende Energie und (c) zu kleine kinetische Energie. Grafik aus [6] übernommen.

Der bei diesen Messungen verwendete Analysator ist ein Cylindrical Mirror Analyser (CMA) und ist ebenfalls in Abbildung 4.5 gezeigt. Der innere Zylinder liegt auf dem gleichen Potential wie die Probe (hier auf Masse) damit die Elektronen ungehindert in den Analysator dringen können. Zwischen dem inneren und dem äußeren Zylinder wird eine Potentialdifferenz erzeugt. Dadurch herrscht ein homogenes elektrisches Feld im Analysator. Die Elektronen werden in diesem Feld abgelenkt. Durch ihre verschiedenen kinetischen Energien gelangen sie auf unterschiedliche Bahnen. Bei einer zu großen kinetischen Energie ist die Krümmung der Bahn zu schwach und die Elektronen können nicht durch ein Gitter auf den Detektor gelangen. Bei einer zu kleinen kinetischen Energie ist die Bahn zu stark gekrümmt, sodass sie auch nicht auf den Detektor gelangen. Nur bei einer zu den Analysatorparametern passenden kinetischen Energie können die Elektronen durch das Gitter in den Detektor gelangen.

Das System ist so kalibriert, dass jede angelegte Spannung an den Analysatorzylindern einer bestimmten kinetischen Energie zugeordnet ist. Dadurch kann genau herausgefunden werden, was für Energien die Sekundärelektronen besitzen. Sie können dann den jeweiligen Elementen zugeordnet werden aus denen sie emittiert worden

sind. Der Detektor ist ein Elektronenvervielfacher (Channeltron). Die einfallenden Elektronen treffen auf eine hochohmige Schicht, aus der sie mehrere Elektronen herausschlagen. Diese treffen dann ihrerseits auf die Beschichtung, wodurch eine Kaskade an Elektronen entsteht, die dann gut messbar ist und noch durch einen Log-In-Verstärker unterstützt werden kann.

4.3 Das SPA-LEED-Messsystem

Die für diese Arbeit verwendete SPA-LEED-Messmethode wurde von HENZLER et. al. an der Universität Hannover Ende der siebziger Jahre entwickelt. Sie ist eine Weiterentwicklung der LEED-Apparatur.

Der Aufbau der verwendeten Messapparatur ist in Abbildung 4.6 gezeigt.

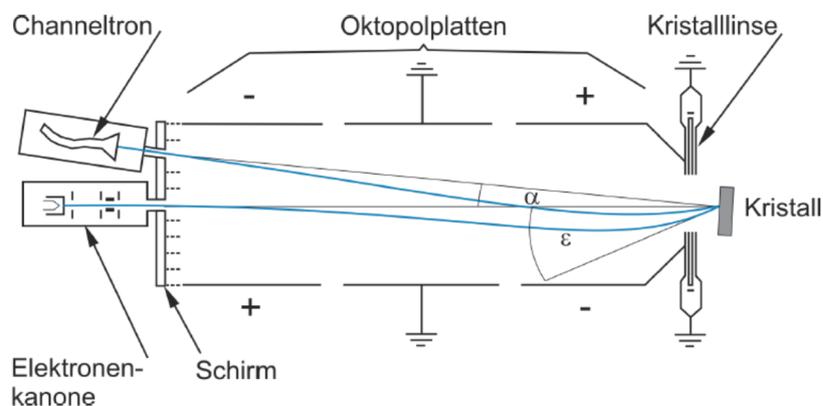


Abbildung 4.6: Schematischer Aufbau einer SPA-LEED-Apparatur. Die blauen Linien kennzeichnen einen möglichen Strahlengang. Grafik aus [4].

Die Apparatur enthält eine interne Elektronen-Kanone. Dort werden thermische Elektronen in einem Triodensystem erzeugt. Dieses System besteht aus Anode, Wehnelt und Kathode. Die Kathode ist ein Wolfram-Filament, aus dem Elektronen emittiert werden. Sie besitzt ein negatives Potential im Bezug zur Masse. Dieses Potential bestimmt die kinetische Energie der Elektronen. Es ist proportional zur Wellenlänge und legt somit den Betrag des Wellenvektors $|\vec{k}_i|$ der einfallenden Welle fest. Wehnelt und Anode bündeln die Elektronen zu einer möglichst punktförmigen Elektronenquelle mit einem kleinen Durchmesser. Bevor die Elektronen die Kanonen verlassen, müssen sie durch die Kanonenlinse. Diese besteht aus zwei Teillinsen und bestimmt den Durchmesser des Elektronenstrahls auf der Probe. Dieser ist normalerweise nur wenige mm breit. Es folgt die Ablenkeinheit, die aus drei Oktopolen zusammengesetzt ist. Der mittlere Oktopol hat geerdete Platten. Die ersten und dritten Platten sind entgegengesetzt gepolt. Durch diese Anordnung und die Spannung, die an den Platten anliegt, kann der Einfallswinkel ϵ der

Elektronen auf der Probe variiert werden. Durch eine kontinuierliche Spannungsänderung kann man dann den k-Raum in lateraler Richtung durchmessen. Oktopole haben den großen Vorteil, dass sie ein sehr homogenes Potentialfeld erzeugen, was die Verzerrung des Strahlengangs minimiert. Bei sehr hohen Ablenkspannungen oder großen Einfallswinkeln kann der Elektronenstrahl trotzdem bis zu 2 mm in lateraler Richtung abweichen.

Nach der Ablenkeinheit passiert der Elektronenstrahl die Kristalllinse. Diese Linse fokussiert den Strahl auf den Detektor. Um ein gutes Bild zu erhalten, muss man die Linseneinstellungen während einer Messreihe anpassen, sodass bei allen Energien eine gute Fokussierung gegeben ist. Außerdem muss die Probe optimal stehen um scharfe Reflexe zu erhalten. Die optimale Position ist etwa 4-5 mm vor der Kristalllinse. Zusätzlich muss die Oberflächennormale in Richtung der Winkelhalbierenden von α zeigen. Dieser Winkel beträgt etwa 4° , also muss die Probe leicht verkippt vor der Messapparatur positioniert werden.

Nach der Beugung an der Probenoberfläche verläuft der Elektronenstrahl wieder durch die Kristalllinse und zurück in die Ablenkeinheit. Dort lenken die Oktopolplatten den Strahl auf den Detektor. Der Strahl ist nach der Beugung um 4° gebeugt. Vor dem Detektor werden noch alle nicht elastisch gestreuten Elektronen herausgefiltert und nur die mit einer vorgegebenen Energie durchgelassen. Dadurch wird das Signal-zu-Rausch Verhältnis verbessert.

Der Detektor besteht aus einem Elektronenvervielfacher (Channeltron). Dort werden die einfallenden Elektronen verstärkt und in elektrische Impulse umgewandelt, die von einem PC gezählt werden.

Ein entscheidender Unterschied zwischen der konventionellen LEED-Apparatur und der SPA-LEED-Apparatur ist, dass der Öffnungswinkel θ zwischen einfallendem und gebeugtem Strahl bei der SPA-LEED-Apparatur konstant bleibt. Bei der konventionellen LEED-Apparatur bleibt ϵ konstant und θ wird variiert. Die Reflexe, die auf dem Schirm direkt abgebildet werden, resultieren also aus der konventionellen EWALD-Konstruktion, in der die Schnittpunkte der normalen Kugel mit den Stangen die Reflexe angibt. Bei der SPA-LEED-Apparatur bleibt θ konstant und ϵ wird variiert. Dadurch verändert sich die EWALD-Kugel. Die Wellenvektoren der einfallenden und der ausfallenden Welle ändern sich gleichermaßen, sodass sich die EWALD-Kugel im k-Raum dreht. Die Kugel wird also größer. Sie besitzt nun den Radius $\left| \vec{k}_i + \vec{k}_f \right|$, also fast das doppelte zur herkömmlichen Konstruktion. Der abgebildete k-Raum vergrößert sich demnach.

Es können verschiedene Arten an Messungen durchgeführt werden. Es kann eindimensional gemessen werden, aber auch Bilder in zwei Dimensionen sind messbar. Außerdem kann die Energie während der Messungen variiert werden, sodass Reflexe auf ihre Energieabhängigkeit untersucht werden können.

4.4 Substratpräparation

Das Silizium(111)-Substrat wird durch die Schleusenkammer der UHV-Apparatur in die Hauptkammer eingebracht (vgl. Kapitel 4.1). Um die Probe von Adsorbaten wie Wasser und Kohlenstoffverbindungen zu säubern, wird sie als erstes mehrere Stunden auf Temperaturen zwischen 300°C und 400°C geheizt. Dabei verdampft das Wasser von der Oberfläche und die meisten Kohlenstoffverbindungen desorbieren, weil die Bindungen zum Silizium bei hohen Temperaturen brechen. Gleichzeitig wird der Probenhalter gereinigt.

Um das Schmelzen der Probe im Folgenden zu vermeiden, wird die Probe auf 700°C erhitzt und der heißeste Punkt auf der Probe mit dem Pyrometer gesucht. Nun wird die Probe mehrmals für etwa fünf Sekunden auf 1050°C erhitzt und danach auf ca. 900°C abgekühlt. Dabei wird zum Beispiel Siliziumdioxid von der Probe entfernt, welches erst bei sehr hohen Temperaturen von der Siliziumoberfläche desorbiert. Außerdem haben die Siliziumatome genügend thermische Energie, sodass sie sich neu anordnen können und eine Oberflächenrekonstruktion mit niedrigerer freier Energie möglich ist. Bei diesem Vorgang ist es wichtig, dass der Druck insgesamt nicht über ca. $1 \cdot 10^{-8}$ mbar steigt, da sich sonst eine Molekülwolke über der Oberfläche bildet, die sich beim Abkühlen wieder als Verschmutzungen auf der Oberfläche ablagern könnte.

Damit sich eine gut geordnete (7×7) Überstruktur ausbildet, muss man dafür sorgen, dass das Substrat langsam abgekühlt wird. Dafür richtet man das Pyrometer auf die Mitte der Probe, damit die Temperatur dort gemessen wird, wo später die AUGER- und SPA-LEED-Messungen durchgeführt werden. Dann kühlt man langsam von etwa 920°C bis ca. 650°C herunter. Die Abkühlrate beträgt etwa 4° pro Sekunde. Bei einer Temperatur von 830°C rekristallisiert die Substratoberfläche in eine (7×7) Überstruktur. Damit alle Teile der Probe langsam die Grenztemperatur von 830°C unterschreiten und da der Temperaturgradient über die Probe sehr groß ist, wird der Abkühlvorgang auf die genannten Temperaturgrenzen ausgeweitet. Unterhalb von 650°C kann die Probe schneller abgekühlt werden. Dabei beträgt die Abkühlrate etwa 25°C pro Sekunde.

4.5 Aufdampfvorgang

Das hier verwendete Aufdampfverfahren wird Molecular Beam Epitaxie (MBE) genannt. Dabei wird der Tiegel mit dem Verdampfergut über Elektronenstöße stark erhitzt. Die thermische Energie überträgt sich auf das zu verdampfende Material, welches sublimiert und einen kegelförmigen Molekularstrahl in Richtung Substrat abgibt.

4.5.1 Verdampfer

Der Aufbau des Verdampfers ist in Abbildung 4.7 zu sehen. Er besteht aus einem Wolfram-Halbkreisfilament, das um den Tiegel gelegt ist und mit Keramiken gestützt wird.

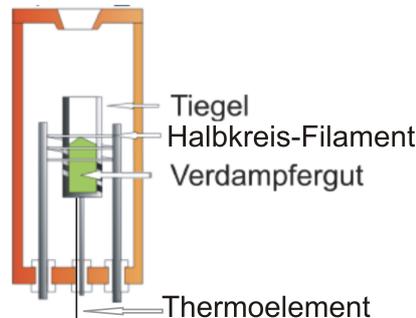


Abbildung 4.7: Aufbau des Verdampfers. Grafik aus [3] übernommen und etwas geändert.

Der Tiegel besteht aus Tantal und liegt auf einem positiven Potential gegen Masse. Wenn Strom durch das Filament fließt, wird dieses warm und emittiert Elektronen. Diese werden durch die Potentialdifferenz auf den Tiegel beschleunigt. Im Tiegel werden die Elektronen abgebremst und die dabei frei werdende Bremsenergie erwärmt den Tiegel. Das kristalline $B(OH)_3$ im Tiegel wird somit auch heiß, wandelt sich wie in Abschnitt 3.2.1 beschrieben um und verdampft.

Anhand des Thermoelements kann die Temperatur des Tiegels gemessen werden und somit die Verdampfungstemperatur bestimmt werden.

4.5.2 Experimentelle Durchführung

Bevor Bor auf die Siliziumoberfläche aufgebracht werden kann, wird wie in Abschnitt 4.4 beschrieben, eine reine (7×7) Überstruktur bevorzugt präpariert.

Die Substrattemperatur während des Bedampfens beträgt bei allen Messungen 750°C [9]. Bei dieser Temperatur ist die Diffusionslänge groß genug, sodass sich das aufgedampfte Bor auf der Oberfläche verteilen kann und gleichmäßig adsorbiert wird. Die angelegte Leistung auf dem Tiegel bestimmt dessen Temperatur, also die Temperatur bei der verdampft wird. Bei 20W herrscht zum Beispiel eine Tiegeltemperatur von ca. 800°C . Die Probe wird dicht vor dem Verdampfer positioniert und wenn die Leistung keinen thermischen Schwankungen mehr unterliegt, wird die Abdeckung vor dem Verdampfer geöffnet. Nach der gewünschten Zeit wird diese wieder geschlossen und die Leistung herunter geregelt. Die Proben temperatur wird langsam abgesenkt, damit eine gleichmäßige Oberfläche entsteht.

5 Messergebnisse und Diskussion

Im folgenden Abschnitt werden die Messergebnisse vorgestellt und diskutiert. Es werden Messungen an reinem Silizium als Referenz dargestellt. Im Anschluss werden die Untersuchungen zur Adsorption und Umlagerung von Bor erläutert. Dabei wird besonders auf die Bildung der $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur unter Variation verschiedener Parameter und gesondert auf ihr Verhalten unter Temperatureinfluss eingegangen.

5.1 Silizium-Referenzmessungen

Die Silizium(111)-Oberfläche wird thermisch präpariert, wie es in Abschnitt 4.4 beschrieben ist. Danach werden AUGER- und SPA-LEED-Messungen durchgeführt. Die AUGER-Daten sind in der Grafik 5.1 gezeigt.

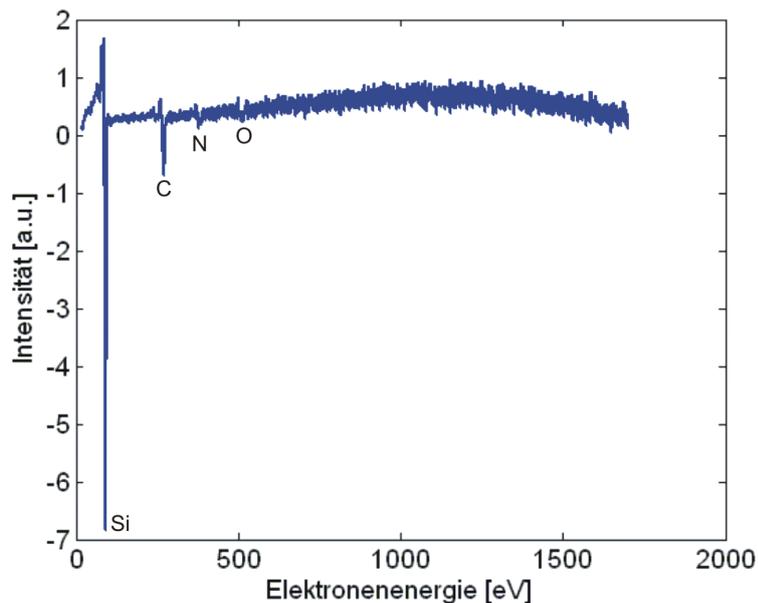


Abbildung 5.1: AUGER-Spektrum einer thermisch präparierten Silizium-Oberfläche. Die Signale der einzelnen Elemente sind gekennzeichnet.

Es ist deutlich zu erkennen, dass neben dem Siliziumpeak bei 92 eV auch noch andere Signale sichtbar sind. Das Signal bei etwa 272 eV ist Kohlenstoff zuzuord-

nen. Die beiden kleineren Signale bei 379 eV und 503 eV können als Stickstoff und Sauerstoff identifiziert werden. Durch diese Referenzmessung wird deutlich, dass nicht nur Silizium in den weiteren Messungen zu erwarten ist. Kohlenstoff kann auf Verschmutzungen vom Messgerät selber zurückgeführt werden, da dieses sehr heiß wird und dabei Kohlenstoff freigesetzt wird. Außerdem ist durch den herrschenden Hintergrunddruck des UHV-Systems auch eine Ablagerung von Kohlenstoffverbindungen auf der Oberfläche zu vermuten, die das Messsignal beeinflussen. Der Sauerstoffpeak kann auf die gleiche Weise erklärt werden, allerdings kann Sauerstoff auch auf der Probenoberfläche gebunden sein. Siliziumoxide sind sehr starke Verbindungen die teilweise schwer von der Probe zu entfernen sind. Das Stickstoffsignal (379 eV) kann einerseits durch Verunreinigungen des UHV-Systems erklärt werden, andererseits können es auch Verunreinigungen sein, die aus dem Messgerät stammen.

In den folgenden Messungen ist auch mit Signalen bei den oben genannten Energien zu rechnen, die dann nicht dem Aufdampfvorgang zuzuordnen sind, sondern auf einen systematischen Fehler im Versuchsaufbau zurückgeführt werden.

Das 2D-Beugungsbild einer thermisch präparierten Siliziumoberfläche ist in Abbildung 2.1 zu sehen. Es ist deutlich die (7×7) -Überstruktur zu erkennen und die Einheitszelle des unrekonstruierten Siliziums ist ebenfalls sehr gut sichtbar (rote Kennzeichnung). Diese Rekonstruktion der Oberfläche ist in den meisten Fällen die Ausgangsoberfläche, mit der die weiteren Messungen durchgeführt werden. Das Beugungsbild der Silizium-Oberfläche ist etwas verkippt. Das ist darauf zurückzuführen, dass die Probe leicht schief eingebaut ist. Dieser Fehler wird auch in den weiteren Messungen erkennbar sein, da es nicht möglich ist die Probe ganz gerade einzubauen. Diese Verkipfung muss allerdings im Folgenden bei 1D-Messungen beachtet werden. Deswegen sind in den unterschiedlichen Messreihen verschiedene Verkipfungswinkel zu finden, obwohl der gleiche Teil des reziproken Raumes gemessen wurde.

5.2 Variation der Ausgangsoberfläche

In diesem Abschnitt wird erläutert, welchen Einfluss die Ausgangsoberfläche auf die Bildung der $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur hat.

Beim Aufdampfen von Bor auf eine Silizium(111)-Oberfläche, die eine (7×7) -Überstruktur aufweist, erhält man bei einer Leistung von 50 W und einer Aufdampfdauer von 15 Minuten eine deutliche $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur (vgl. Abbildung 5.2 A)).

Man kann feststellen, dass das gewünschte Ergebnis eintritt und somit diese Oberfläche für weitere Messungen benutzt werden kann. Außerdem ist die Morphologie dieser Silizium(111)-Oberfläche sehr genau bekannt, sodass darauf aufbauende Untersuchungen sehr gut durchzuführen sind.

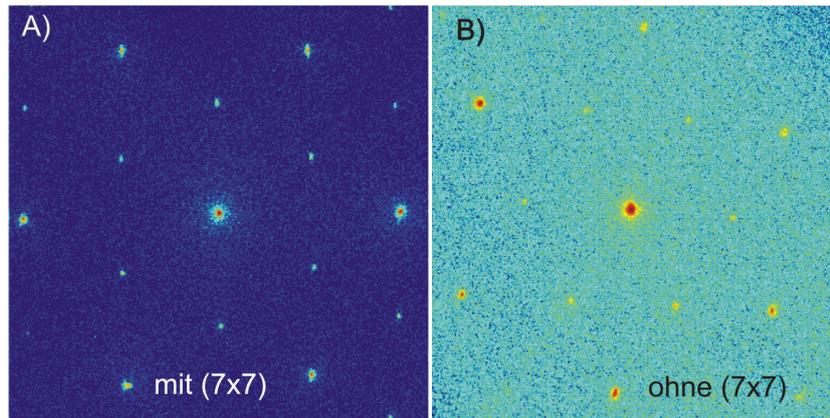


Abbildung 5.2: Silizium(111)-Oberfläche nach dem Aufdampfen von Bor bei 50 W und einer Dauer von 15 Minuten. A) Die Ausgangsoberfläche war eine (7x7)-Überstruktur. B) Die Ausgangsoberfläche weist keine (7x7)-Überstruktur auf. Die Beugungsbilder sind bei 94,0 eV aufgenommen. Die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur ist zu erkennen.

Wenn man Bor auf eine Silizium(111)-Oberfläche aufdampft die keine (7x7)-Überstruktur aufweist, entsteht ein Bild, wie es in Abbildung 5.2 B) zu sehen ist. Es ist deutlich zu erkennen, dass auch hierbei eine $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur auftritt. Allerdings ist diese nicht ganz so klar und hat nicht so scharfe Reflexe wie die Überstruktur bei einer (7x7)-Ausgangsoberfläche. Es ist davon auszugehen, dass der Prozess der Adsorption von Bor auf einer reinen, rekonstruierten Silizium(111)-Oberfläche zu einer besseren Ordnung der rekonstruierten $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Oberflächeneinheit zelle führt, als auf einer unrekonstruierten Oberfläche. Daher wird für die folgenden Messungen immer eine (7x7)-Überstruktur als Ausgangsoberfläche verwendet.

5.3 Variation der Tiegelleistung

Die anliegende Leistung auf dem Tiegel, bestimmt die Tiegelttemperatur. In der Literatur sind Verdampfungstemperaturen von ca. 800°C - 900°C angegeben [9]. In der folgenden Messreihe wird diese Temperatur variiert, um den Verdampfungsprozess zu optimieren. Dabei sollen möglichst niedrige Temperaturen erreicht werden, um die gewünschte $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur zu erhalten. Dies soll den Hintergrunddruck in der UHV-Kammer minimieren, damit die Verschmutzung der Oberfläche während des Verdampfens vermindert werden kann.

Der Einfluss der Tiegelleistung auf die Bor-Überstruktur wird bei vier verschiedenen Einstellungen untersucht (50 W, 30 W, 20 W, 10 W). Die Aufdampfdauer beträgt jeweils 15 Minuten, um die Messungen besser vergleichen zu können. Auch die Position der Probe mit Bezug auf den Verdampfer und die SPA-LEED-Apparatur

wird möglichst konstant gehalten. Dies ist jedoch nicht exakt möglich, da sich der Manipulator nur auf etwa 1cm genau einstellen lässt.

5.3.1 SPA-LEED-Messdaten

Um die Ergebnisse gut vergleichen zu können, werden immer Messungen gezeigt bei denen der Silizium (00)-Reflex in einer In-Phase ist. Außerdem sind die Aufnahmen alle direkt nach dem Bedampfen und bei Raumtemperatur aufgenommen. Die Proben sind nicht thermisch behandelt.

Die Messung bei 50 W Leistung ist in Abbildung 5.2 A) zu sehen. Die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur ist deutlich zu erkennen. Die Messung mit 30 W Tiegeleistung ist in Abbildung 5.3 A) dargestellt.

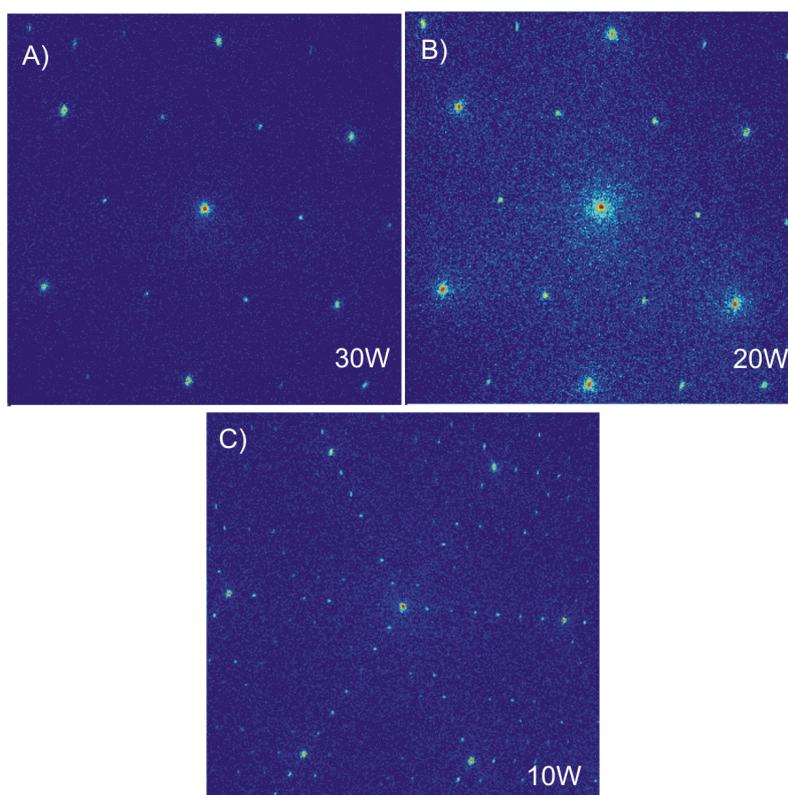


Abbildung 5.3: Silizium(111)-Oberfläche nach 15 Minuten Aufdampfen bei A) 30 W Tiegeleistung, B) 20 W Tiegeleistung und C) 10 W Tiegeleistung. Die Beugungsbilder sind bei 95,4 eV aufgenommen.

Auf dem Bild ist gut zu erkennen, dass alle $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe vorhanden sind und rund aussehen. Allerdings sind die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe schwächer als bei der Messung mit 50 W Leistung. Dies lässt darauf schließen, dass weniger Bor auf der Oberfläche ist.

Bei 20 W Leistung herrscht eine Temperatur von etwa 800 °C am Tiegel. Die dazugehörigen SPA-LEED-Aufnahme ist in Abbildung 5.3 B) gezeigt. Die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe sind sehr gut zu erkennen und deutlicher als bei der vorherigen Messung bei 30 W Leistung. Es ist aber anzumerken, dass die Reflexe nicht so rund und definiert sind, sondern etwas verbreitert erscheinen. Dies kann aber auch an den Messeinstellungen und dem Untergrundrauschen liegen. Auch bei dieser Tiegelleistung wird genug Bor verdampft um eine sehr deutliche $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur zu erzeugen.

Bei 10 W Leistung auf dem Tiegel erhält man das in Abbildung 5.3 C) dargestellte Ergebnis. Es ist deutlich zu erkennen, dass sich keine $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur gebildet hat. Die (7×7) -Überstruktur ist noch zu sehen, allerdings ist diese schwächer als vor dem Bedampfen. Dies lässt darauf schließen, dass sich Verschmutzungen auf der Oberfläche abgelagert haben, die auch durch den Verdampfungsvorgang entstanden sein können, da der Hintergrunddruck auch bei 10 W Tiegelleistung schlechter wird. Es ist aber kein Bor auf die Oberfläche aufgedampft worden (vgl. Abbildung 5.4). Dies ist auf die geringere Temperatur am Tiegel zurück zu führen. Es herrscht nur eine Temperatur von 650 °C vor. Dies reicht nicht aus um das Bortrioxid in die Gasphase zu überführen und somit Bor aufzudampfen.

Es kann daher das Ergebnis der Literatur bestätigt werden [9], dass bei einer Tiegeltemperatur von ca. 800 °C das gewünschte Ergebnis eintritt.

5.3.2 Auger-Messdaten

Die bei verschiedenen Leistungen bedampften Siliziumoberflächen werden auch mit AUGER-Elektronen-Spektroskopie untersucht. Die Spektren sind in der Abbildung 5.4 dargestellt.

Bei der Messung mit 50 W Tiegelleistung ist deutlich ein Peak bei 171 eV zu erkennen. Dies entspricht dem AUGER-Referenz-Signal von Boratomen. Die Intensität des Siliziumpeaks ist deutlich kleiner, als die des Borsignals. Es liegt ein Verhältnis der Intensitäten dieser Signale von Bor : Silizium $\rightarrow 1 : 0,7$ vor. Dies lässt darauf schließen, dass sehr viel Bor auf der Oberfläche ist. Da auch das Sauerstoffsignal sehr stark ist, kann man davon ausgehen, dass viele Bor-Sauerstoffverbindungen auf der Oberfläche vorhanden sind. Das starke Rauschen bei dieser Messung kann durch viele Verunreinigungen auf der Probe kommen. Durch die hohe Leistung ist der Tiegel sehr heiß geworden, wodurch viele Verunreinigungen auf die Probe gekommen sein können. Der Hintergrunddruck während des Aufdampfprozesses war sehr hoch, was auch für viele Verschmutzungen auf der Oberfläche spricht.

Die Messung mit 10 W Tiegelleistung weist einen deutlich größeren Siliziumpeak auf. Der Borpeak ist in dem Spektrum nicht zu erkennen, was zu den Ergebnissen der SPA-LEED Messungen passt, da dort die (7×7) -Überstruktur noch zu erkennen ist. Die Signale bei ca. 272 eV und ca. 503 eV, die den AUGER-Referenz-Signalen von Kohlenstoff- und Sauerstoffatomen entsprechen, sind auch deutlich verringert, was darauf schließen lässt, dass nicht so viele Sauerstoffverbindungen auf der Ober-

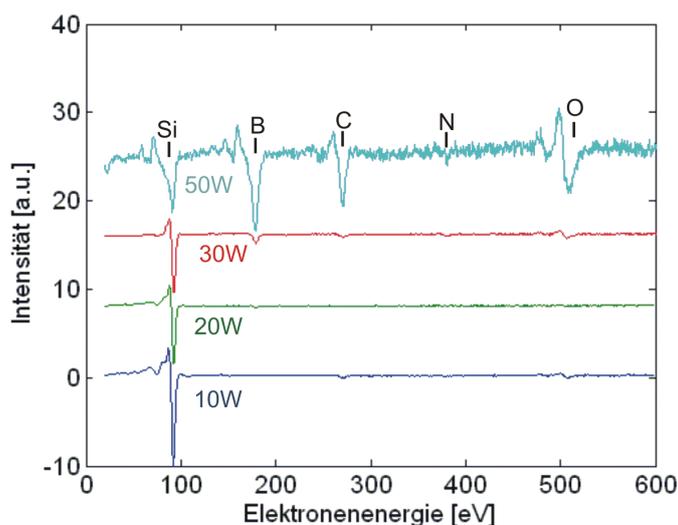


Abbildung 5.4: AUGER-Spektren zu den Messungen bei denen mit 50 W, 30 W, 20 W und 10 W aufgedampft wurde. Es sind Silizium, Bor, Kohlenstoff und Sauerstoff zu erkennen. Außerdem ist ein Peak im Bereich von Stickstoff zu erkennen.

fläche gebunden sind. Dadurch, dass die Signale denen der Referenzmessung sehr ähnlich sind, kann man sagen, dass sich die Oberflächenzusammensetzung durch das Bedampfen bei 10 W nicht von der Ausgangsoberfläche unterscheidet.

Das Verhältnis der Intensitäten des Borpeaks und des Siliziumpeaks verändert sich stark bei den verschiedenen Tiegeleistungen. Die grafische Auftragung dieser Werte über die angelegte Leistung ist in Abbildung 5.5 dargestellt. Es ist zu erkennen, dass dieses Verhältnis mit steigender Tiegeleistung immer größer wird. Es wird also immer mehr Bor auf der Siliziumoberfläche adsorbiert. So ist zum Beispiel das Verhältnis bei 20 W Tiegeleistung nur noch Bor : Silizium $\rightarrow 1 : 36,5$. Also ein deutlicher Unterschied zu dem Verhältnis bei 50 W (Verhältnis oben angeführt). In der Literatur wird angegeben, dass erst ab einem Verhältnis von B : Si $\rightarrow 1 : 26$ (dies entspricht etwa einer drittel Monolage Bor) eine $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur vollständig ausgebildet ist[9, 12]. In diesen Messungen ist gezeigt, dass schon bei einem geringeren Verhältnis eine vollständige $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur ausgebildet ist. Die Boratome sitzen dabei auf den T_4 -Plätzen der Silizium(111)-Oberfläche.

Als Ergebnis dieser Messreihe ist festzustellen, dass 10 W Tiegeleistung zu wenig ist um eine $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur zu erzeugen, aber schon bei 20 W ein gutes Ergebnis erzielt wird, obwohl das Verhältnis der Intensitäten des Bor- und Siliziumreflexes sehr niedrig (Bor : Silizium $\rightarrow 1 : 36,5$) ist.

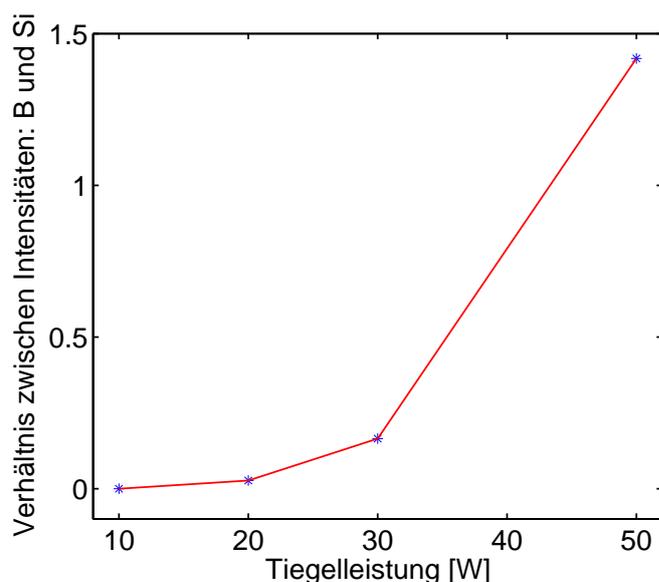


Abbildung 5.5: Es ist das Verhältnis der Intensitäten der Bor- und Siliziumreflexe gegen die Tiegelleistung aufgetragen.

5.4 Steigerung der Aufdampfdauer

In den vorangegangenen Messungen wurde gezeigt, dass bei 20 W Tiegelleistung eine $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur entsteht. Es wird in der folgenden Messreihe daher mit dieser Leistung weiter gearbeitet. Um auch den Einfluss der Dauer des Aufdampfens zu betrachten, werden insgesamt zehn Messschritte durchgeführt bei denen die Dauer immer um drei Minuten erhöht wird. Angefangen bei drei Minuten Aufdampfzeit bis hin zu 30 Minuten werden in drei Minuten Schritten SPA-LEED- und AUGER-Messungen gemacht.

Nach drei Minuten Aufdampfen ist die unrekonstruierten Silizium-Einheitszellen fast verschwunden und es sind auch keine $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe zu erkennen, sodass davon ausgegangen wird, dass kein Bor auf der Oberfläche ist. Dies wird durch die AUGER-Messung bestätigt (vgl. Abbildung 5.6 dunkel blau). Diese zeigt nur einen Peak bei ca. 92 eV, welches dem AUGER-Referenz-Signal von Silizium zuzuordnen ist.

Die Probe, bei der sechs Minuten Bor aufgedampft wurde, stammt aus einer anderen Messreihe. Dort ist die Ausgangsoberfläche noch zu erkennen (vgl. Abbildung 5.8 A)), also ist auch hier noch nicht genug Bor auf der Oberfläche. Ab neun Minuten Aufdampfzeit ist eine $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur sehr schwach zu erkennen (vgl. Abbildung 5.8 B)) und auch im AUGER-Spektrum ist ein schwacher Peak bei 179 eV (AUGER-Referenz-Signal von Bor) zu erkennen. In den weiteren Mess-

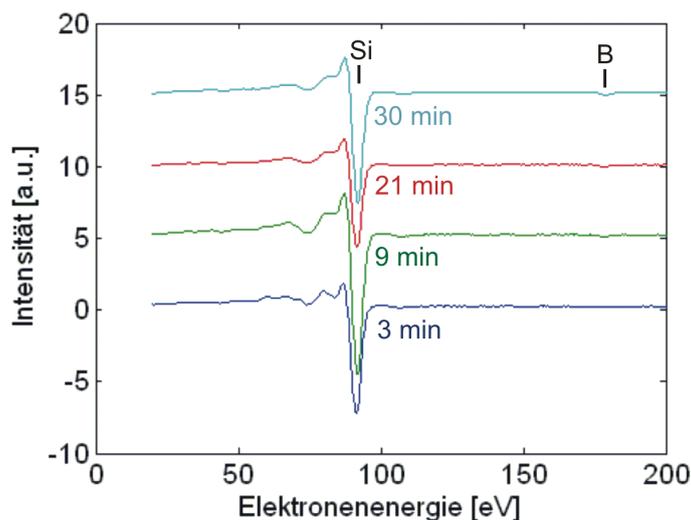


Abbildung 5.6: AUGER-Spektren für die Messung mit verschiedenen Aufdampfzeiten.

schritten werden die $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})-R30^\circ$ -Reflexe immer deutlicher und es werden noch weitere Reflexe sichtbar.

Das Verhältnis der Intensität vom Bor- zum Siliziumpeak in den AUGER-Messdaten verändern sich sehr stark. Dies ist in Abbildung 5.7 dargestellt. Es wird deutlich, dass immer mehr Bor auf der Oberfläche adsorbiert ist. Dieses Verhältnis steigt allerdings nicht linear, wie man es vermuten würde. Es gibt einen sprunghaften Anstieg und ab einer Aufdampfdauer von neun Minuten ist ein nahezu linearer Zusammenhang erkennbar. Es kann sein, dass bei den ersten beiden Aufdampfschritten nicht genug Bor auf der Oberfläche ist um einen AUGER-Peak sichtbar zu messen. Ab neun Minuten ist dann so viel Bor auf der Oberfläche, dass das Signal vom Untergrundrauschen unterschieden werden kann.

Ab einer Aufdampfdauer von 18 Minuten ist die neue Rekonstruktion deutlich zu erkennen (vgl. Abbildung 5.8 C)). Die $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})-R30^\circ$ -Überstrukturreflexe sind in den 2D-Beugungsbildern eindeutig zu erkennen. Die Aufdampfzeit von 21 Minuten liefert ein noch eindeutigeres Ergebnis, welches sich bei den weiteren Messschritten nur noch leicht verändert. Auch in den AUGER-Messdaten ist zu erkennen, dass zwischen 18 und 21 Minuten Aufdampfzeit ein sprunghafter Anstieg im Verhältnis von Bor und Silizium eintritt. Dies zeigt, dass erst ab etwa 20 Minuten Aufdampfzeit genug Bor aufgedampft ist, um eine vollständige, gut erkennbare $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})-R30^\circ$ -Überstruktur zu erzeugen.

Bei 30 Minuten Aufdampfzeit ist die neue Überstruktur sehr gut ausgebildet und es sind viele Reflexe im 2D-Beugungsbild zu erkennen (vgl. Abbildung 5.8D)).

Auch die 1D-Messdaten unterstützen die beschriebenen Ergebnisse. Diese sind bei

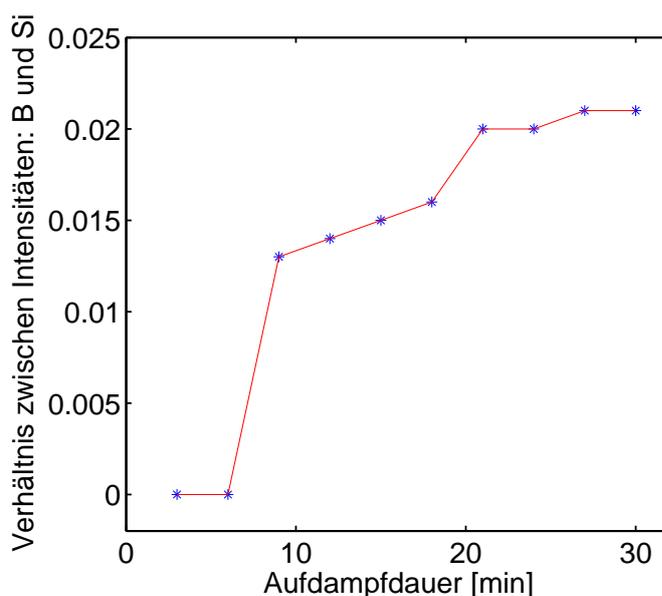


Abbildung 5.7: Verhältnis der Intensität des Bor-Peaks zur Intensität des Silizium-peaks aufgetragen gegen die Aufdampfzeit.

77.0 eV aufgenommen, um die Überstruktur besser messen zu können. Bei dieser Energie ist der (00)-Reflex von Silizium in einer Gegenphase, wodurch die Reflexe der Überstruktur besser zu erkennen und zu messen sind. Diese Messungen sind bei einem Verkippungswinkel von etwa 32.5° (leicht verändert, angepasst an die Messungen) gemacht und stellen 140 %BZ dar (vgl. Abbildung 5.9). Dabei werden zwei $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})-R30^\circ$ -Reflexe und der (00)-Siliziumreflex aufgenommen, um sie vergleichen zu können. Da erst ab neun Minuten Aufdampfzeit eine $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})-R30^\circ$ -Überstruktur zu erkennen ist, wird hier angefangen diese Messungen aufzunehmen. Bei der Messung nach neun Minuten aufdampfen sind gleichmäßig hohe Silizium- wie auch Borreflexe zu erkennen. Die Borreflexe im Beugungsbild werden immer stärker im Gegensatz zum Siliziumreflex, umso mehr Bor aufgedampft wird.

Mit dieser Messreihe ist gezeigt, dass eine Aufdampfdauer von 20 Minuten bei 20 W Tiegeleistung für ein optimales Ergebnis ausreicht und längere Bedampfungszeiten nicht notwendig sind um eine gute $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})-R30^\circ$ -Überstruktur zu erhalten.

5.5 Temperaturversuche

In dem folgenden Abschnitt soll der Einfluss von verschiedenen Tempverfahren auf die $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})-R30^\circ$ -Überstruktur untersucht werden. Hierbei wird unterschieden, ob die Probe nach den 15 Minuten bedampfen mehrmals für etwa fünf Se-

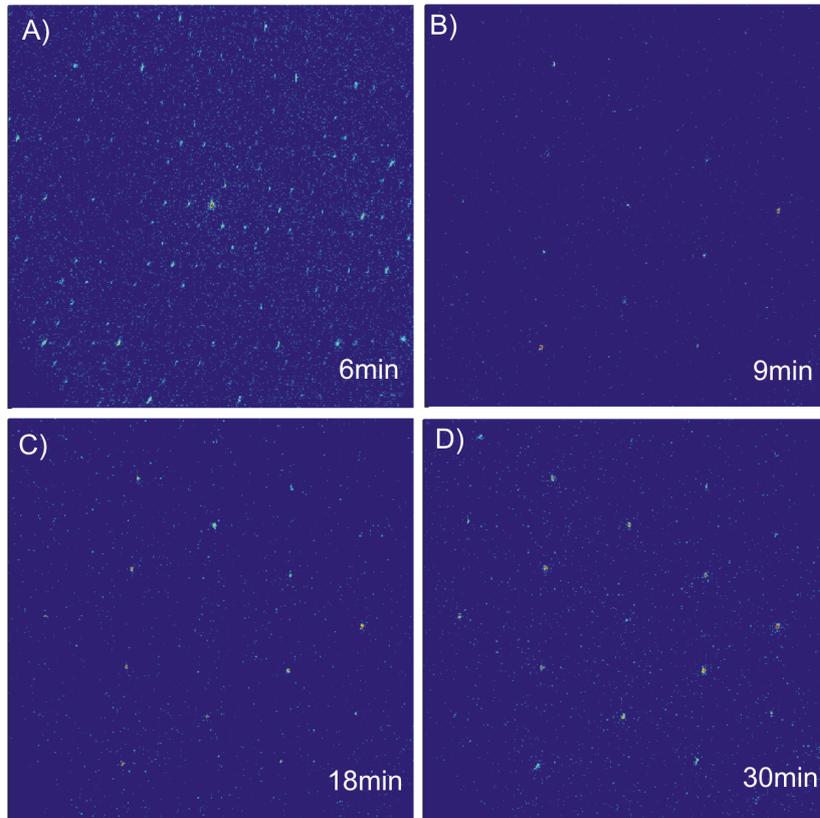


Abbildung 5.8: Silizium(111)-Oberfläche, die bei 20 W bedampft wird. Die Messungen sind alle bei 77.0 eV aufgenommen. A) Es wurde sechs Minuten lang aufgedampft. Die (7×7) -Überstruktur ist noch deutlich zu erkennen. B) Bei neun Minuten Aufdampfzeit fängt die $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur an zu wachsen. C) Ab 18 Minuten Aufdampfzeit ist die $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur komplett ausgebildet. D) Bei 30 Minuten Aufdampfzeit ist eine eundeutige, klare $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur zu erkennen.

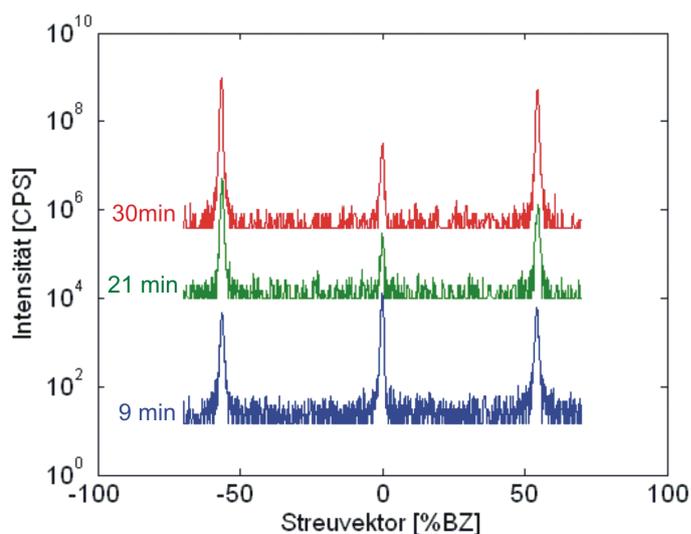


Abbildung 5.9: 1D-SPA-LEED-Messdaten zur Steigerung der Aufdampfdauer. Es sind die Messungen für 9, 21 und 30 Minuten Aufdampfzeit gezeigt. Die Messungen sind bei einer Energie von 77,0 eV aufgenommen.

kunden auf 900°C erhitzt wird oder sofort nach dem Bedampfen die Messungen durchgeführt werden. Wie in Abschnitt 3.2 beschrieben, wandert das Bor bei hohen Temperaturen von den T_4 -Plätze auf die S_5 -Plätze. In dieser Messreihe soll untersucht werden, bei welchen Temperaturen diese Umlagerung der Boratome geschieht und wie sich die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur verhält, wenn die Probe nach der Umlagerung thermisch behandelt wird. Dies wird wichtig, wenn weiteres Bor oder andere Schichten aufgedampft werden, da die Probe beim Aufdampfvorgang heiß gemacht wird und sich die Struktur dabei nicht verändern sollte, um den vermuteten Passivierungseffekt beizubehalten. Diese Messreihe wurde chronologisch vor der Optimierung der Aufdampfdauer durchgeführt, weshalb hier nur 15 Minuten aufgedampft wird. In der Literatur sind 10 Minuten angegeben [9]. Da die Oberflächenmorphologie der Probe allerdings nicht genau bekannt ist und ein gutes Ergebnis erzielt werden soll wird hier länger aufgedampft.

5.5.1 Tempern der Probe mit Messungen bei Raumtemperatur

Die Durchführung der Messungen ist für beide folgenden Präparationsverfahren gleich. Die Probe wird für 5 Minuten auf die angegebenen Temperaturen erhitzt und dann auf Raumtemperatur abgekühlt. Danach werden SPA-LEED- und AUGER-Messungen durchgeführt. Die Messungen erfolgen bei insgesamt sieben Temperaturen. Das Temperaturintervall liegt zwischen 300°C und 900°C mit Intervallschritten von $\Delta T = 100^\circ\text{C}$. Alle angeführten 2D-Beugungsbilder in dieser Messreihe sind bei 77.0 eV aufgenommen.

Probe vor der Messreihe nicht thermisch behandelt

Die Probe wird 15 Minuten lang bei 30 W Tiegelleistung bedampft. Es ist eine $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur zu erkennen (vgl. Abbildung 5.3 A)). Danach wird die erste Temperatur von 300°C eingestellt. Das Beugungsbild hat sich im Vergleich zur Ausgangsprobe kaum verändert und zeigt eine vollständige $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur.

Beim nächsten Temperaturschritt (400°C) verändert sich die Probe stärker. Die Überstruktur ist kaum noch zu erkennen (vgl. Abbildung 5.10 A)). Ab einer Temperatur von 500°C sind die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe nicht mehr zu erkennen, man kann nur noch die unrekonstruierte Silizium-Einheitszelle erkennen. Diese Messung ist in Abbildung 5.10 B) dargestellt.

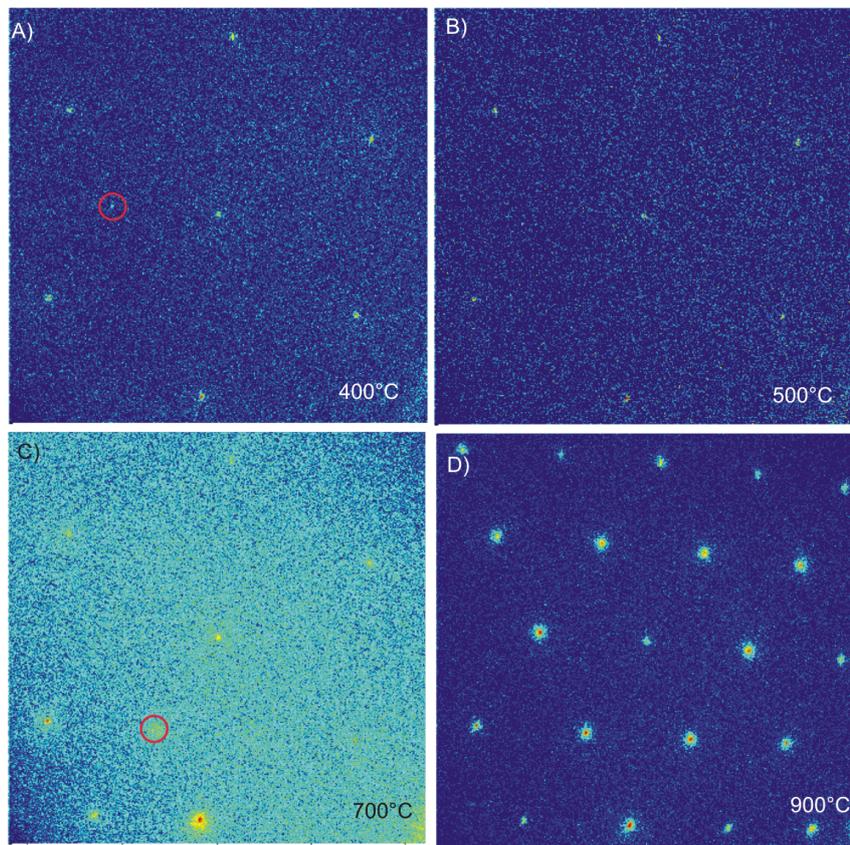


Abbildung 5.10: Silizium(111)-Oberflächen 15 Minuten bei 30 W mit Bor bedampft und anschließend 5 Minuten getempert. Probe A) ist bei 400°C , B) bei 500°C , C) bei 700°C und D) bei 900°C getempert. Schlecht sichtbare $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe sind rot markiert. Die Messungen sind bei einer Energie von 77.0 eV aufgenommen.

Bei der Messung, bei der die Probe 5 Minuten bei 600°C getempert wurde, sind auch keine $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^{\circ}$ -Reflexe zu erkennen. Zusätzlich wurde die Probe für über zehn Stunden im UHV gelagert. Es ist also auch möglich, dass sich Verschmutzungen auf der Probenoberfläche abgesetzt haben, die die Messung negativ beeinflussen könnten. Der nächste Tempersschritt bei 700°C zeigt wieder eine $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^{\circ}$ -Überstruktur und ist in Abbildung 5.10 C) dargestellt. Die Überstruktur ist nicht komplett zu erkennen, aber einige Reflexe der Überstruktur sind vorhanden. Das deutet darauf hin, dass schon Verschmutzungen von der Oberfläche desorbiert worden sind. Allerdings desorbieren bei diesen Temperaturen noch nicht alle Verschmutzungen.

Nach dem Tempern auf 800°C ist die Überstruktur deutlicher zu erkennen. Es sind mehr Reflexe erkennbar und diese scheinen auch wieder runder. Der letzte Tempersschritt bei 900°C bringt eine vollständige $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^{\circ}$ -Überstruktur zum Vorschein. Die Reflexe sind sehr gut zu erkennen und rund. Auch die unrekonstruierten Silizium-Einheitszellen sind sehr gut zu erkennen, obwohl die Messung bei einer Energie aufgenommen ist, in der die Gegenphasenbedingung herrscht. Diese Messung ist in Abbildung 5.10 D) dargestellt.

Die Ergebnisse zeigen, dass sich ab einer Temperatur von 400°C die Überstruktur verändert. Die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^{\circ}$ -Reflexe verschwinden und tauchen erst bei einer Temperatur von 700°C wieder auf. Eine Erklärung für diese Messergebnisse ist die Umlagerung der Bor-Atome von den T_4 - auf die S_5 -Plätze. Während dieser Umlagerung ist die Oberfläche nicht rekonstruiert. Die Atome haben andere Abstände zueinander und auch die Bindungsverhältnisse ändern sich bei diesem Schritt. Ab einer Temperatur niedriger als 700°C ist die Umlagerung soweit abgeschlossen, dass wieder eine $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^{\circ}$ -Überstruktur zu erkennen ist. Das Bor ist auf die S_5 -Plätze gewandert. Bei noch höheren Temperaturen rekonstruiert die Oberfläche vollständig, sodass wieder vollständige Überstrukturen zu erkennen sind.

Ab Temperaturen zwischen 600°C und 700°C lösen sich außerdem Verschmutzungen von der Oberfläche und bei noch höheren Temperaturen wird überflüssiges Bor vom Aufdampfen entfernt. Es ist nur eine drittel Monolage notwendig um die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^{\circ}$ -Überstruktur zu erzeugen [13], so dass das restliche Bor von der Oberfläche desorbieren kann. Zusätzlich wird die Oberfläche noch von Bor-Sauerstoff-Verbindungen gereinigt, die auch vom Aufdampfprozess stammen.

Die aufgenommenen AUGER-Daten bestätigen diese Ergebnisse. In der Abbildung 5.12 ist gezeigt, wie sich das Verhältnis der Intensitäten des Bor- und Silizium-Signals bei den einzelnen Tempersritten verändert. Besonders hervorzuheben ist der starke Abfall bei einer Temperatur von 900°C . Dies bestätigt deutlich, dass bei dieser Temperatur überflüssiges Bor von der Oberfläche desorbiert und auch Bor-Sauerstoff-Verbindungen entfernt werden.

Auffällig bei diesen Messdaten ist allerdings, dass immer ein Signal bei der Energie des Stickstoffreflexes zu sehen ist. Dieses ist sehr deutlich zu erkennen (vgl. beispielhaft Abbildung 5.11 700°C). Erklärungen für dieses Signal können Ver-

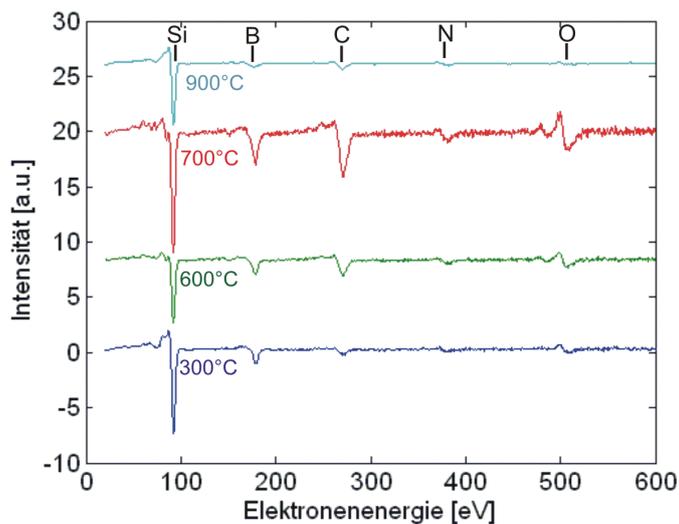


Abbildung 5.11: AUGER-Spektren zu den Temperschritten bei 300°C (dunkel blau), 600°C (grün), 700°C (rot) und 900°C (hell blau). Die Proben sind vor der Messreihe nicht thermisch behandelt und bei Raumtemperatur gemessen worden.

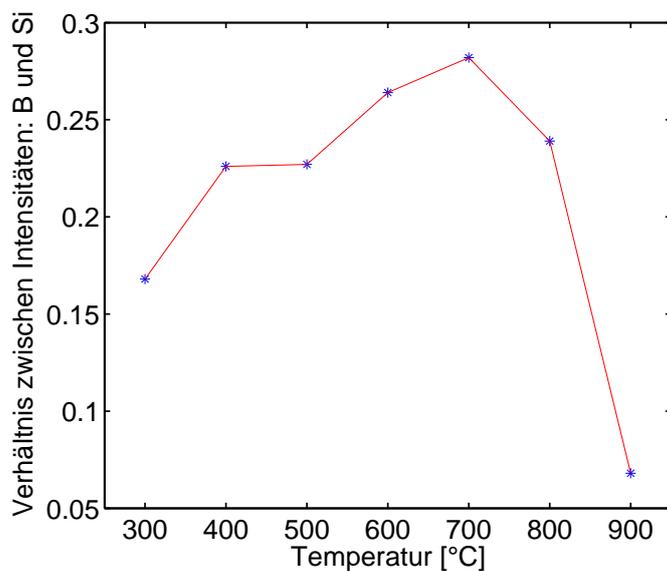


Abbildung 5.12: Verhältnis der Intensität des Bor- und Silizium-Signals der AUGER-Messdaten, aufgetragen gegen die Temperatur der einzelnen Temperschritte. Die Probe ist vor der Messreihe nicht thermisch behandelt und bei Raumtemperatur gemessen worden.

schmutzungen auf der Oberfläche sein. Es ist allerdings auch möglich, dass dieses Signal durch das Messgerät selber erzeugt wird, da es bei allen Messungen dieser Messreihe sichtbar ist.

Die 1D-Beugungsdaten unterstützen die gefundenen Ergebnisse. Wie auf den 2D-Beugungsbildern zu erkennen, ist auch bei den 1D-Bildern nur bei Temperaturen von 300 °C, 400 °C und 800 °C, 900 °C die $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur zu sehen (vgl. Abbildung 5.13). Die 1D-Messungen sind bei 77.0 eV aufgenommen und stellen 150 %BZ dar. Der Verkippungswinkel bei dem gemessen wird, beträgt etwa 5.5° und wird bei den einzelnen Messschritten angepasst.

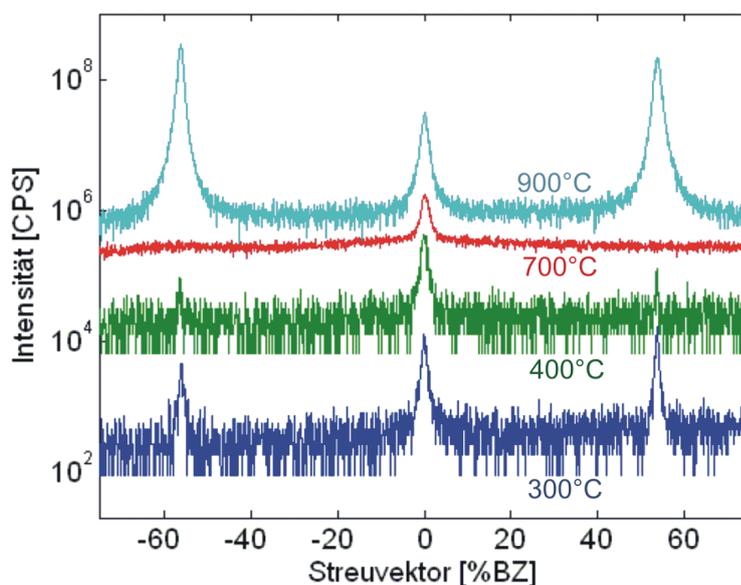


Abbildung 5.13: 1D-Beugungsdaten für eine nicht thermisch behandelte Probe. Es sind die Temperschritte bei 300 °C (dunkel blau), 400 °C (grün), 700 °C (rot) und 900 °C (hellblau) aufgetragen.

Außerdem wird der (00)-Reflex untersucht. Dieser wird in zwei Richtungen, bei 0° und 90°, gemessen. Die Messung wird bei einer Energie von 95.4 eV aufgenommen und stellt 10 %BZ dar. In 0°-Richtung ist der (00)-Reflex deformiert und muss mit drei Funktionen angefitet werden. Diese haben einen freien Exponenten, so dass LORENTZ- und GAUSS-Anteile gemischt werden können. Die Messwerte sind in Abbildung 5.14 A) dargestellt.

Die Grundfunktion ist $I(k) = I_0 \cdot \frac{\kappa^{2\alpha}}{(\kappa^2 + x^2)^2}$. Dabei gibt κ die Halbwertsbreite an und x die Verschiebung. α ist der angesprochene Exponent. Wenn dieser gegen unendlich läuft spricht man von einer GAUSS-Funktion und wenn er gegen eins läuft spricht man von einer LORENTZ-Funktion. Von einem großen Exponenten ist hier

ab etwa 1000 und von einem kleinen Exponenten zwischen 0,5 und 5 zu sprechen. Wenn sich die Reflexe mit GAUSS-Funktionen anfitzen lassen, ist das ein Anzeichen für etwa gleich große Terrassen mit einer geringen Varianz der Terrassenbreite. Wenn eine LORENTZ-Funktion angewendet wird spricht das für eine erhöhte Wahrscheinlichkeit, dass kleine Terrassen vorhanden sind.

Bei der Messung in 90° -Richtung ist der Reflex runder. Mit einer Funktion passt der Fit relativ gut zu den gemessenen Werten. Auch hier wird mit einer Funktion mit einem freien Exponenten gearbeitet, damit die Halbwertsbreite möglichst genau bestimmt werden kann (vgl. Abbildung 5.14 B)).

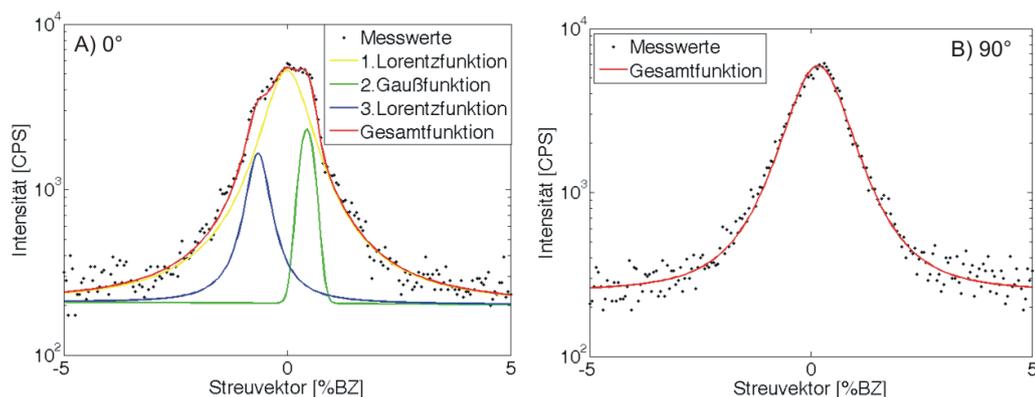


Abbildung 5.14: 1D-Beugungsdaten des (00)-Reflexes für eine nicht thermisch behandelte Probe. Es ist der Messschritt bei 500°C dargestellt für A) die 0° -Richtung und für B) die 90° -Richtung.

Probe vor der Messreihe thermisch behandelt

Die Probe wird 15 Minuten lang bei einer Tiegelleistung von 20 W bedampft. Dabei entsteht eine $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur, die sehr deutlich zu erkennen ist (vgl. Abbildung 5.3 B)). Danach wird die Probe dreimal für etwa fünf Sekunden auf 900°C erhitzt. Es entsteht eine noch deutlichere $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur, die in Abbildung 5.15 A) dargestellt ist.

Anschließend wird die Probe fünf Minuten lang bei einer Temperatur von 300°C geheizt und danach auf Raumtemperatur abgekühlt. Das 2D-Beugungsbild hat sich kaum verändert. Die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur ist immer noch gut zu erkennen und die Reflexe sind rund. Diese Messung ist in Abbildung 5.15 B) dargestellt. Bei den nächsten beiden Tempersritten, bei 400°C und 500°C , hat sich im Bezug auf den ersten Messschritt nichts verändert. Die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe sind deutlich zu erkennen und es sind alle Reflexe vorhanden.

Erst ab einer Temperatur von 600°C treten Veränderungen auf (vgl. Abbildung 5.15 C)). Die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur ist nicht mehr zu erkennen und auch

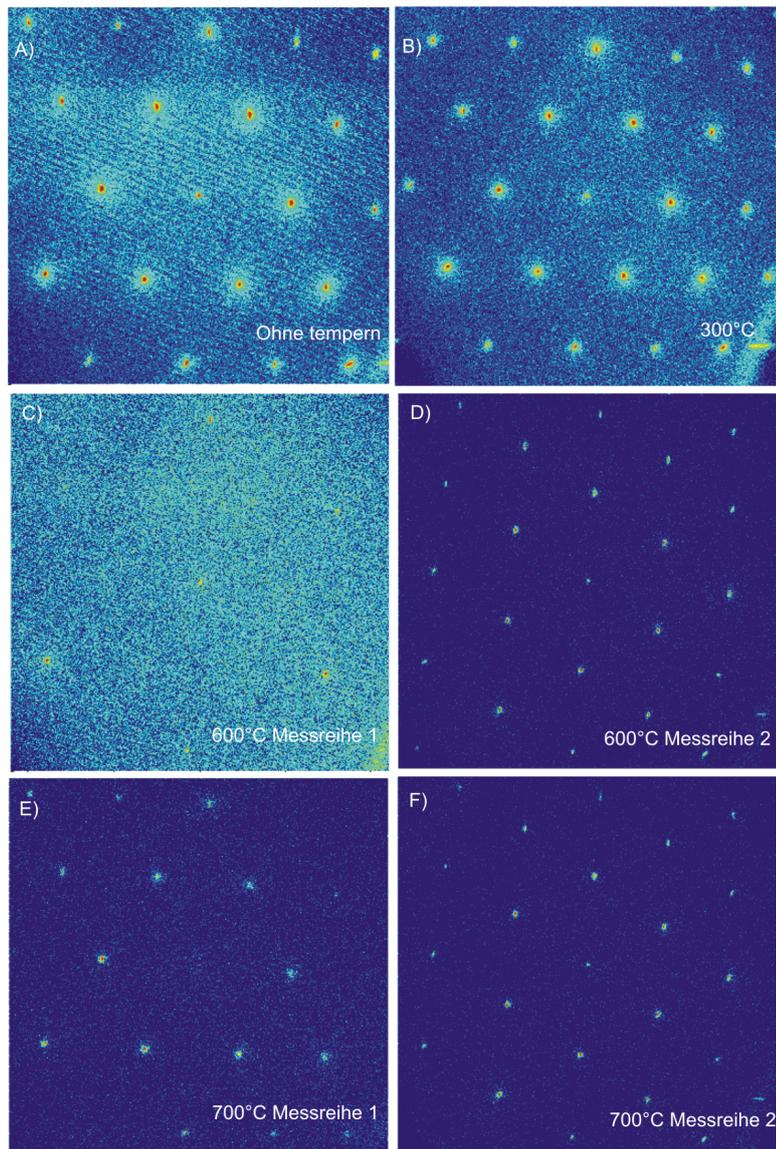


Abbildung 5.15: Beugungsbilder der Silizium(111)-Oberfläche, die 15 Minuten lang bei 20 W mit Bor bedampft wurde. Die Messungen sind bei einer Energie von 77.0 eV aufgenommen. Die Probe ist A) dreimal auf 900°C erhitzt, B) zusätzlich bei 300°C getempert, C) bei 600°C und stammt aus der ersten Messreihe, D) bei 600°C getempert und stammt aus der zweiten Messreihe, E) bei 700°C und stammt aus der ersten Messreihe und F) bei 700°C getempert und stammt aus der zweiten Messreihe.

das Beugungsbild der unrekonstruierten Silizium-Einheitszelle ist kaum noch zu sehen. Dies kann damit zusammenhängen, dass die Überstruktur sich auflöst und die Oberfläche nicht mehr rekonstruiert vorliegt. Dabei würden andere Bindungslängen vorliegen und die Atome wären nicht mehr fest an ihrem Platz gebunden. Eine andere Erklärung ist, dass die Probe über zehn Stunden im UHV-System gelagert war und sich Verschmutzungen auf der Probenoberfläche abgelagert haben. Diese desorbieren bei einer Temperatur von 600°C noch nicht und verändern dadurch das Beugungsbild. Für die zweite Erklärung spricht eine zweite Messung mit ähnlicher Präparation, die allerdings die ersten drei Messschritte nicht durchlaufen hat, da diese Messschritte sofort nach der ersten Präparation durchgeführt wurden und somit korrekte Ergebnisse liefern sollten. Es wurden zwei Aufdampfvorgänge durchlaufen. Während des ersten Vorgangs wird 15 Minuten bei 10 W Tiegelleistung aufgedampft (vgl. Abbildung 5.3 C)) und während des zweiten Schritts nochmal 15 Minuten bei einer Tiegelleistung von 20 W. Dabei wurden die Messungen für die oben angeführte Messreihe (Steigerung der Aufdampfdauer) gemacht. Die thermische Behandlung vor der Messreihe war die gleiche, wie bei der ersten Messreihe. Das Beugungsbild zu der Probe die in der zweiten Messreihe bei 600°C getempert wurde ist in Abbildung 5.15 D) dargestellt. Bei dieser Probe erkennt man die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^{\circ}$ -Überstruktur sehr gut. Demnach scheint sich die Überstruktur bei 600°C nicht aufzulösen und die Verschmutzungen der Grund für das Verschwinden der Überstruktur in der ersten Messreihe zu sein. Es kann aber auch daran liegen, dass die zweite Probe die ersten drei Temperschnitte nicht durchlaufen hat und diese notwendig sind, damit die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^{\circ}$ -Überstruktur nicht mehr zu erkennen ist.

Bei dem Temperschnitt mit 700°C ist in beiden Messreihen eine $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^{\circ}$ -Überstruktur zu erkennen (vgl. Abbildungen 5.15 E) und 5.15 F)). In der ersten Messreihe sind nicht alle Reflexe sichtbar, aber es ist deutlich eine Veränderung zum vorherigen Temperschnitt zu erkennen. Die zweite Messreihe weist kaum Veränderungen zum vorherigen Temperschnitt auf.

Der Temperschnitt bei 800°C liefert in beiden Messreihen ein gutes und vollständiges Bild der $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^{\circ}$ -Überstruktur. Diese ist vollständig zu erkennen. Die Reflexe der unrekonstruierten Silizium-Einheitszelle sind nicht so gut zu erkennen (vgl. Abbildungen 5.16 A) und B)). Dies ist aber durch die Energie von 77,0 eV bei dieser Messung zu erklären, da die Einheitszellen-Reflexe in einer Gegenphase sind und die Überstruktur-Reflexe dadurch besser hervortreten.

Die Beugungsbilder zum letzten Temperschnitt bei 900°C sind in den Abbildungen 5.16 C) und D) zu sehen. Es ist deutlich zu erkennen, dass die beiden Bilder mehr Rauschen aufweisen als bei 800°C . Die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^{\circ}$ -Überstruktur ist zwar noch gut zu erkennen, aber nicht mehr ganz so deutlich wie bei dem vorherigen Messschritt. Dies kann daran liegen, dass noch mehr Bor von der Oberfläche desorbiert ist. Beim Heizen vor der Messreihe können noch Bor und Borverbindungen auf der Oberfläche geblieben sein, die nicht desorbiert sind und auch nicht auf die

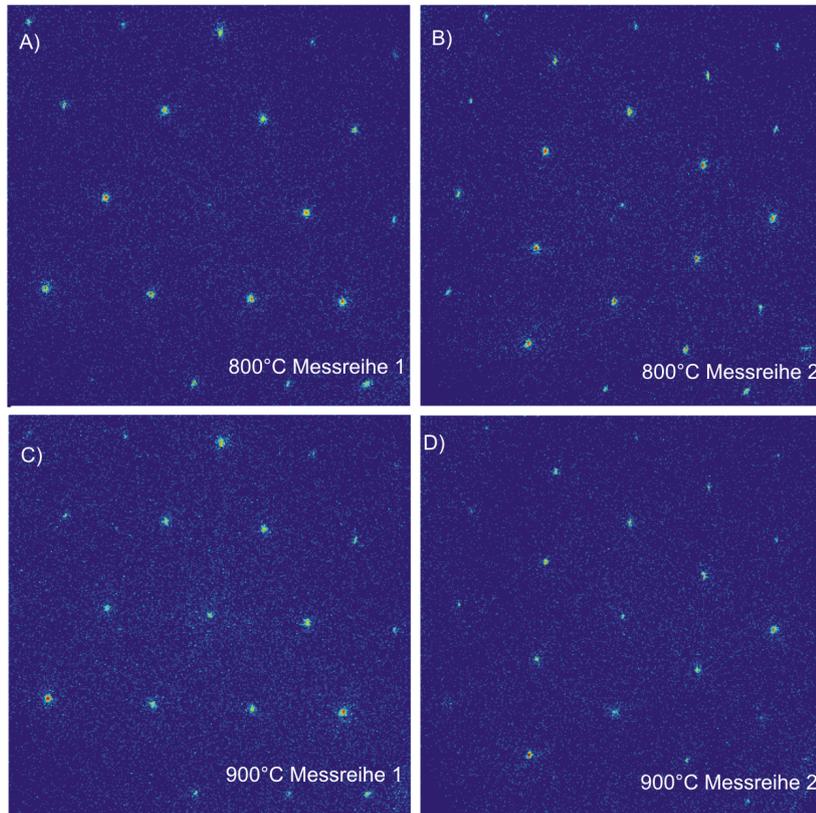


Abbildung 5.16: Silizium(111)-Oberfläche 15 Minuten bei 20 W mit Bor bedampft. Die Messungen sind bei einer Energie von 77.0 eV aufgenommen. Die Probe ist A) bei 800°C und stammt aus der ersten Messreihe, B) bei 800°C getempert und stammt aus der zweiten Messreihe, C) bei 900°C und stammt aus der ersten Messreihe, D) bei 900°C getempert und stammt aus der zweiten Messreihe.

Subsurface-Plätze gewandert sind. Diese Verbindungen desorbieren dann erst beim fünfminütigen Heizen auf 900°C . Vorher hatten diese Moleküle und Atome nicht genug Energie um von der Oberfläche zu desorbieren, da sie bei kurzem Heizen nicht genug Zeit hatten die Adsorptionsstellen zu verlassen und wieder adsorbiert sind sobald die Probe etwas abgekühlt wurde. Außerdem war der Hintergrunddruck beim ersten Heizen der Probe sehr schlecht, da sehr viele Verschmutzungen von der Oberfläche desorbiert sind und sich dadurch auch wieder neue Boratome und Bor Verbindungen auf der Oberfläche angelagert haben.

Die AUGER-Messdaten unterstützen die ermittelten Ergebnisse. In Abbildung 5.17 ist das Verhältnis der Intensitäten des Silizium-Peaks zum Bor-Peak gegen die Temperatur aufgetragen.

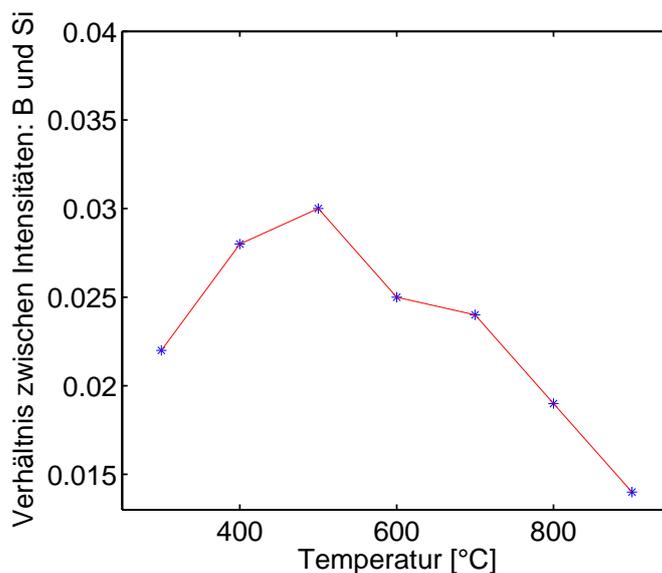


Abbildung 5.17: Verhältnis der Intensität des Bor- und Silizium-Signals der AUGER-Messdaten aufgetragen gegen die Temperatur der einzelnen Temperschnitte. Die Probe ist vor der Messreihe thermisch behandelt und bei Raumtemperatur gemessen worden.

Dabei ist deutlich zu erkennen, dass dieses Verhältnis relativ konstant bleibt und bei 900°C einen Sprung macht. Es ist also deutlich weniger Bor auf der Oberfläche als vor dem Temperschnitt. Bei den ersten fünf Messschritten liegt dieses Verhältnis im Mittel etwa bei $\text{B} : \text{Si} \rightarrow 1 : 38$. Der Temperschnitt bei 800°C weist den ersten Sprung auf. Das Verhältnis ist nur noch etwa $\text{B} : \text{Si} \rightarrow 1 : 52$. Beim letzten Schritt ist deutlich zu erkennen, dass noch mehr Bor von der Oberfläche desorbiert, da das Verhältnis sich auf etwa $\text{B} : \text{Si} \rightarrow 1 : 72$ ändert. Deswegen kann es möglich sein, dass die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^{\circ}$ -Überstruktur nicht mehr so gut zu erkennen ist, da vielleicht auch Boratome von den Subsurface-Plätzen an die Oberfläche zurückgewandert sind und dort desorbiert sind.

Bei der zweiten Messreihe ist dieser Sprung nicht so deutlich zu erkennen, aber auch vorhanden. Das Verhältnis der Intensitäten von Bor und Silizium ist bei den Messschritten vor 900°C im Mittel bei $\text{B} : \text{Si} \rightarrow 1 : 44$ und nach dem Temperschnitt bei $\text{B} : \text{Si} \rightarrow 1 : 54$. Es ist also auch hier zu erkennen, dass weiter Bor von der Oberfläche desorbiert.

Zusätzlich ist auch die Verschmutzung der Probe zu erkennen. Dabei ist das Verhältnis der Intensitäten des Silizium- und des Sauerstoff- bzw. des Kohlenstoff-Peaks zu betrachten. Dies zeigt deutlich, dass in der ersten Messreihe bei einer Temperatur von 500°C deutlich weniger Kohlenstoff und Sauerstoff auf der Oberfläche ist, als bei dem Temperschnitt mit 600°C , bei welchem die Probe vorher über zehn Stunden im UHV-System gelagert war. Besonders das Verhältnis von Silizium und Sauerstoff verändert sich stark. Nach 500°C ist das Verhältnis $\text{O} : \text{Si} \rightarrow 1 : 12$ und bei 600°C ist dieses Verhältnis nur noch $\text{O} : \text{Si} \rightarrow 1 : 7$. Daran ist zu erkennen, dass mehr Sauerstoff und Sauerstoff-Verbindungen auf der Oberfläche sind als vorher. Beim Temperschnitt mit 700°C ist das Verhältnis wieder auf $\text{O} : \text{Si} \rightarrow 1 : 10$ angestiegen, also befindet sich wieder weniger Sauerstoff auf der Oberfläche. Die Silizium-Sauerstoffverhältnisse sind mit den Silizium-Kohlenstoffverhältnissen zusammen in der Abbildung 5.18 dargestellt.

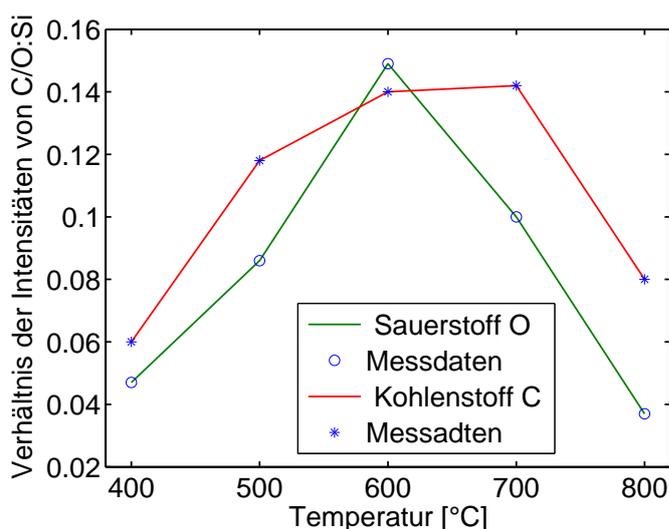


Abbildung 5.18: Verhältnis der Intensität des Kohlenstoff- und Sauerstoff- zum Silizium-Signal der AUGER-Messdaten aufgetragen gegen die Temperatur der einzelnen Temperschnitte. Die Probe ist vor der Messreihe thermisch behandelt und bei Raumtemperatur gemessen worden.

Am Beispiel von Kohlenstoff sind die gleichen Ergebnisse zu erkennen wie beim Sauerstoff. Dies lässt darauf schließen, dass die Verschmutzungen mit dafür verantwortlich sein könnten, dass bei 600°C keine $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^{\circ}$ -Überstruktur in den

Beugungsbildern zu erkennen ist.

Bei der zweiten Messreihe ist bei den Verschmutzungen der Oberfläche (Sauerstoff und Kohlenstoff) kaum eine Veränderung zu erkennen. Besonders das Verhältnis der Intensität des Silizium-Signals und des Sauerstoff-Signals ist konstant.

Die 1D-Beugungsdaten sind bei zwei Energien aufgenommen. Es wird dabei nur die erste Messreihe ausgewertet. Die langen Messungen sind bei 77,0 eV, die 150 %BZ zeigen und bei einem Verkippungswinkel von etwa $4,5^\circ$ gemacht. Dieser Winkel wurde während der Messreihe angepasst. Es sind jeweils der (00)-Reflex und zwei $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe aufgenommen worden. Außerdem wurde bei einer Energie von 95,4 eV der (00)-Reflex der unrekonstruierten Silizium-Einheitszelle bei 0° und 90° gemessen. Diese Messungen zeigen 10 %BZ. Diese Energien wurden gewählt, da der (00)-Reflex vom Silizium bei 95,4 eV in einer In-Phase ist. Bei 77,0 eV ist dieser Reflex in einer Gegenphase, sodass die Überstruktureffekte besser hervortreten.

Die langen Messungen zeigen bei allen Temperschritten $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe (vgl. beispielhaft Abbildung 5.19). Das bedeutet, dass sich die $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur nicht aufgelöst hat, sondern auf den 2D-Beugungsbildern nicht messbar war. Die Temperschritte bei 600°C und 700°C zeigen nur schwache Reflexe, aber diese sind eindeutig der $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur zuzuordnen. Dies spricht also dafür, dass sich auf der Oberfläche während der Lagerung über zehn Stunden im UHV-System Verschmutzungen abgelagert haben und deswegen die Reflexe schlecht zu erkennen sind. Außerdem kann es sein, dass die Auflösung der 2D-Messungen so schlecht ist, dass die $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe nicht zu erkennen sind.

Das Signal-zu-Rausch-Verhältnis ist ab dem Temperschritt bei 600°C schlechter als zuvor. Dies lässt auf mehr Verunreinigungen auf der Oberfläche schließen, was die bisher gefundenen Ergebnisse unterstützt. Die Halbwertsbreite der Reflexe bleibt relativ konstant, bis auf zwei Ausnahmen, bei denen von Messfehlern ausgegangen werden kann, da sie je einmal den linken und einmal den rechten $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflex, bei unterschiedlichen Messschritten, betreffen.

Die Messungen bei 0° sind mit je zwei Funktionen mit einem freien Exponenten angefitet (vgl. Abbildung 5.20 A)). Die eine hier benutzte Funktion hat einen großen Exponenten, also einen hohen Anteil an einer GAUSS-Funktion, und fittet den Reflex an. Dies gibt Aufschluss über die Halbwertsbreite des Reflexes. Die zweite Funktion hat meist einen kleinen Exponenten, also einen höheren Anteil einer LORENTZ-Funktion und fittet den Untergrund bzw. die Schultern des Reflexes an. Die Halbwertsbreite schwankt stark zwischen 0,78 %BZ und 1,4 %BZ.

Die 90° Messungen sind genauso angefitet wie die 0° Messungen. Die Halbwertsbreite schwankt bei der 90° Messung zwischen 0,63 %BZ und 1,1 %BZ. Der Reflex sieht aber insgesamt sehr rund aus (vgl. Abbildung 5.20 B)).

Insgesamt ist festzustellen, dass sich die $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur nicht auflöst, wenn die Probe vor den Messungen thermisch behandelt wurde und somit

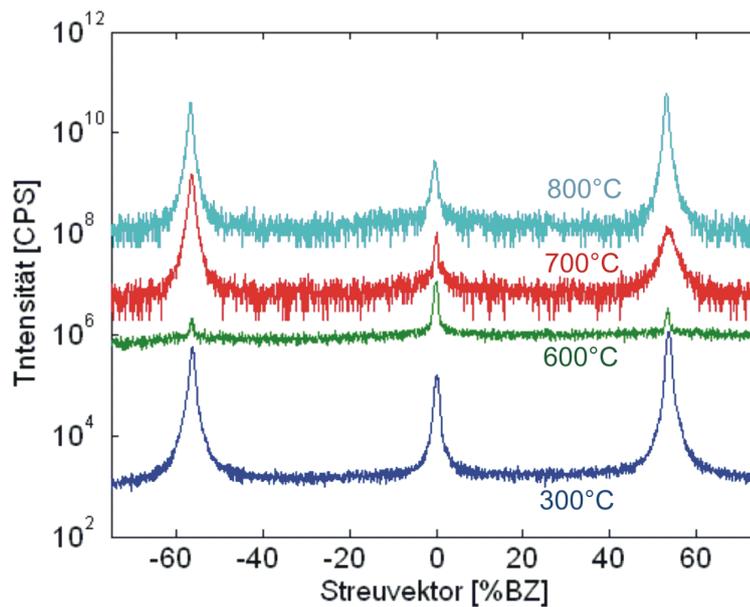


Abbildung 5.19: 1D-Beugungsdaten der Silizium(111)-Oberfläche, die 15 Minuten bei 20 W mit Bor bedampft wurde. Die Messungen sind bei einer Energie von 77,0 eV und Raumtemperatur aufgenommen. Die Probe ist bei 300°C getempert (dunkel blau), bei 600°C getempert (grün), bei 700°C getempert (rot) und bei 800°C getempert (hellblau).

die Umlagerung der Boratome stattgefunden hat. Es scheint also möglich weiteres Bor oder andere Schichten aufzudampfen, ohne die Überstruktur zu zerstören und damit die gewünschte Passivierung der Siliziumoberfläche zu erreichen.

5.5.2 Tempern der Probe mit Messungen bei geheizter Probe

Im folgenden Abschnitt wird untersucht, wie sich die $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe unter Temperatureinfluss verhalten. Dafür wird während der Messungen die Probe nicht abgekühlt.

Es werden nur 1D-Aufnahmen mit SPA-LEED gemacht. Dabei wird bei zwei Energien die gleiche Messung durchgeführt. Bei den Energien von 77,0 eV und 95,4 eV werden jeweils 140 %BZ aufgenommen. Der Verkippungswinkel wird bei den einzelnen Messungen angepasst.

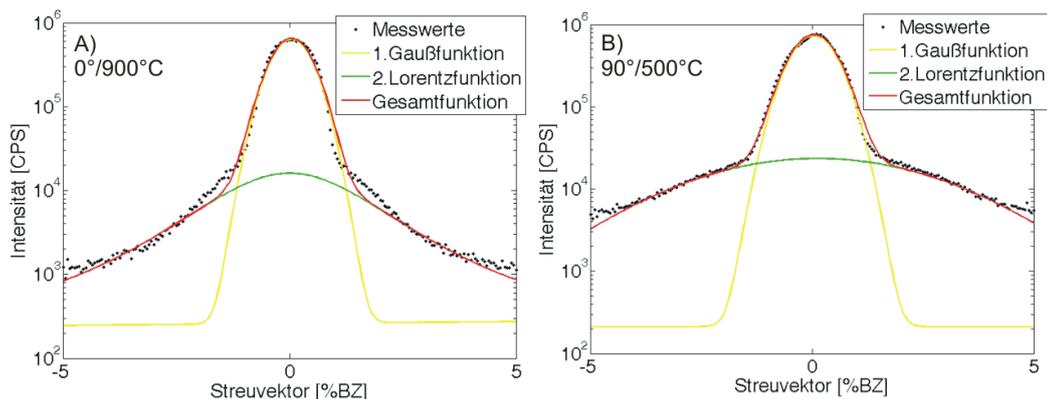


Abbildung 5.20: 1D-Messdaten des (00)-Reflexes einer thermisch behandelten Silizium(111)-Oberfläche. A) zeigt den Messschritt bei 900°C in die 0° -Richtung gemessen und B) zeigt den Messschritt bei 500°C in die 90° -Richtung gemessen

Probe vor der Messreihe nicht thermisch behandelt

Die Probe für diese Messreihe ist mehrmals bedampft. Der erste Aufdampfschritt erfolgt bei 20 W Tiegelleistung. Dabei wird sechs Minuten aufgedampft. Zusätzlich wurde dann 15 Minuten lang bei 20 W Tiegelleistung aufgedampft und bei 25 W nochmals 20 Minuten. Danach ist eine eindeutige $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur zu erkennen. Nach dem ersten Bedampfungsvorgang war keine Überstruktur zu erkennen und nach dem Zweiten nur eine sehr schwache. Deswegen wurde der dritte Verdampfungsschritt zusätzlich durchgeführt. Es werden in dieser Messreihe keine AUGER-Messungen durchgeführt, da es nicht ganz so wichtig ist, wie viel Bor auf der Oberfläche ist. Es kommt darauf an, dass eine gute $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur zu sehen ist und das war erst nach dem dritten Bedampfungsvorgang der Fall. Dies kann daran gelegen haben, dass der Tiegel fast leer war und somit längere Bedampfungsdauern notwendig waren, um genug Bor auf die Oberfläche aufzubringen, um eine Überstruktur zu erzeugen. Die Probe stand dann noch über zehn Stunden im UHV-System und wurde nicht thermisch behandelt bevor die Messungen begonnen wurden.

Die Messung wird von Raumtemperatur bis 900°C in $\Delta T = 50^\circ\text{C}$ -Schritten gemessen. Der Verkipfungswinkel bei dieser Messreihe beträgt etwa 33° .

Insgesamt kann man von Raumtemperatur bis 850°C $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe erkennen. Bei dem letzten Schritt ist es nicht mehr möglich die Reflexe einzustellen und zu messen. Der Hintergrunddruck in der UHV-Kammer wird während der Messreihe immer größer, da die Probe immer wärmer wird. Dabei desorbieren Atome und Moleküle von der Oberfläche. Außerdem bewegen sich die Atome und Moleküle auf der Oberfläche immer mehr und die Atome sitzen nicht mehr auf fest-

gelegten Gitterplätzen, sodass das Beugungsbild immer schlechter gemessen werden kann. Das Signal-zu-Rausch-Verhältnis wird immer schlechter.

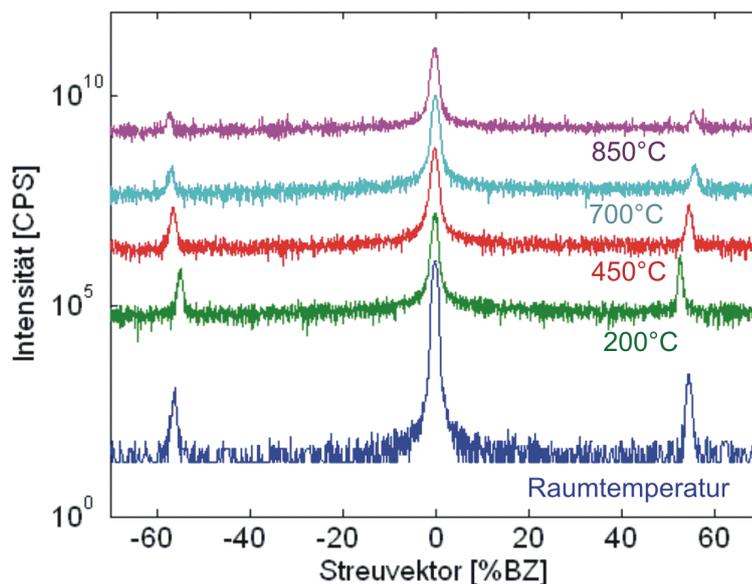


Abbildung 5.21: 1D-Beugungsdaten der Silizium(111)-Oberfläche. Die Messungen sind bei einer Energie von 95,4 eV aufgenommen. Die Proben temperatur während der Messung ist Raumtemperatur (dunkel blau), 200°C (grün), 450°C (rot), 700°C (hellblau) und 850°C (lila).

Alle Reflexe sind mit jeweils einer Funktion mit freiem Exponenten angefitet. Dabei haben alle Funktionen einen kleinen Exponenten, was einem hohen Anteil an einer LORENTZ-Funktion entspricht und somit auf kleine Terrassen schließen lässt. Der Untergrund der Messungen und die Schultern der Reflexe sind nicht explizit angefitet, da sie für diese Auswertung nicht relevant sind. Die Halbwertsbreiten der Messungen schwanken, sind aber insgesamt sehr klein. Die Variation der Halbwertsbreite der Messung bei 95,4 eV ist in Tabelle 5.1 angegeben. Der linke $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflex ist am schmalsten und hat die kleinste Variation der Halbwertsbreite.

Es ist auch noch zu beachten, dass die Position des rechten $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexes nicht konstant ist und um etwa 2 %BZ schwankt. Der linke $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflex schwankt auch. Die Verschiebung beträgt hier zwischen 1,5 %BZ und 2 %BZ. Die Messungen bei denen keine oder nur schwache $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe zu erkennen waren, sind in dieser Aufstellung nicht berücksichtigt, da das Problem vorliegt, dass die Reflexe kaum vom Rauschen zu unterscheiden sind und somit schlecht angefitet werden können. Beispielhaft sind fünf Messungen bei einer Energie von 95,4 eV in Abbildung 5.21 dargestellt.

Reflex	Variation der Halbwertsbreite [%BZ]
(00)-Reflex vom Silizium	$0,95 \pm 0,22$
rechter $(\sqrt{3}x\sqrt{3})-R30^\circ$ -Reflex	$0,91 \pm 0,30$
linker $(\sqrt{3}x\sqrt{3})-R30^\circ$ -Reflex	$0,85 \pm 0,19$

Tabelle 5.1: Variation der Halbwertsbreite der drei gemessenen Reflexe bei einer Energie von 95,4 eV.

Die Messungen bei 77,0 eV zeigen ähnliche Ergebnisse. Auch hier schwankt die Position der $(\sqrt{3}x\sqrt{3})-R30^\circ$ -Reflexe, allerdings um 2,5 %BZ bis 3 %BZ. Diese Schwankungen können bei beiden Messungen von der Einstellung der Linsen abhängen, da diese stark verstellt wurden um scharfe, runde Reflexe zu erhalten. Die Variation der Halbwertsbreite der Reflexe ist in Tabelle 5.2 angegeben.

Reflex	Variation der Halbwertsbreite [%BZ]
(00)-Reflex vom Silizium	$0,85 \pm 0,20$
rechter $(\sqrt{3}x\sqrt{3})-R30^\circ$ -Reflex	$1,39 \pm 0,81$
linker $(\sqrt{3}x\sqrt{3})-R30^\circ$ -Reflex	$0,87 \pm 0,16$

Tabelle 5.2: Variation der Halbwertsbreite der drei gemessenen Reflexe bei einer Energie von 77,0 eV.

Auch bei dieser Energie ist der linke $(\sqrt{3}x\sqrt{3})-R30^\circ$ -Reflex am schmalsten und hat die kleinste Variation der Halbwertsbreite. Der rechte $(\sqrt{3}x\sqrt{3})-R30^\circ$ -Reflex hat eine sehr große Variation der Halbwertsbreite und ist sehr breit im Gegensatz zu den anderen gemessenen Reflexen.

Der (00)-Reflex weist in diesen Messungen besonders große Schultern auf. Die Reflexe lassen sich deswegen nur teilweise mit einer Funktion anfitten, bei manchen müsste man mehrere Funktionen verwenden um den Reflex und die Schultern gut anzufitten. Die Messungen dieser Messreihe sind in Abbildung 5.22 dargestellt.

Es ist außerdem festzustellen, dass die Intensität des $(\sqrt{3}x\sqrt{3})-R30^\circ$ -Reflex im Bezug auf den (00)-Reflex während der Messreihe schwankt. Bei den ersten beiden Messschritten sind die Überstruktur-Reflexe intensiver als der (00)-Reflex. Bis zum Messschritt mit 200°C werden die Überstruktur-Reflexe aber immer kleiner im Verhältnis zum (00)-Reflex. Danach dreht sich das Verhältnis wieder um, bis zur Messung mit 800°C . Ab hier fällt die Intensität der $(\sqrt{3}x\sqrt{3})-R30^\circ$ -Reflexe stark ab.

Anhand dieser Messreihe kann man feststellen, dass die $(\sqrt{3}x\sqrt{3})-R30^\circ$ -Überstruktur beim Heizen der Probe nicht verschwindet.

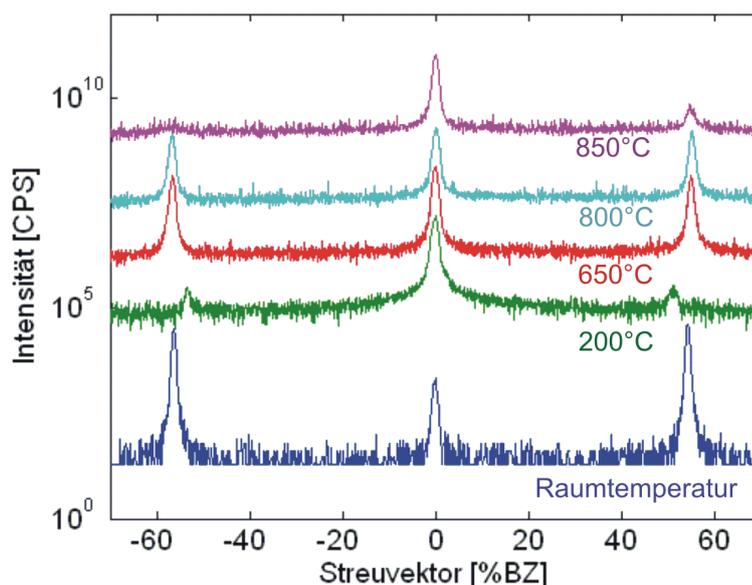


Abbildung 5.22: 1D-Beugungsdaten der Silizium(111)-Oberfläche. Die Messungen sind bei einer Energie von 77 eV aufgenommen. Die Probentemperatur während der Messung ist Raumtemperatur (dunkel blau), 200°C (grün), 650°C (rot), 800°C (hellblau) und 850°C (lila).

Probe vor der Messreihe thermisch behandelt

Die hier beschriebene Probe ist 15 Minuten bei 20 W Tiegelleistung bedampft. Es entsteht eine gut sichtbare $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur. Die Probe wird dann dreimal für etwa fünf Sekunden auf 900°C geheizt und anschließend wieder auf Raumtemperatur abgekühlt. Die $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe sind danach etwas schwächer, aber immer noch gut zu erkennen.

Die Messreihe wird genauso durchgeführt wie im vorangegangenen Kapitel beschrieben. Es wird bei Energien von 95,4 eV und 77,0 eV gemessen. Dabei werden, bei einem Verkippungswinkel von etwa $36,5^\circ$, jeweils 140 %BZ aufgenommen. Es wird von Raumtemperatur bis 600°C in $\Delta T = 50^\circ\text{C}$ -Schritten gemessen.

Die Messungen waren sehr schwierig durchzuführen, da das Hintergrundrauschen sehr stark war und es deswegen schwierig war die Reflexe einzustellen und zu messen. Das Signal-zu-Rausch-Verhältnis wurde immer schlechter, da die Probe immer heißer wurde und somit der Hintergrunddruck gestiegen ist.

Man kann nicht bei allen Messschritten $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe erkennen. Bei einer Energie von 95,4 eV sind ab 200°C keine $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe mehr erkennbar (vgl. Abbildung 5.23). Es sind nur die ersten fünf Messschritte dargestellt, da sich danach kaum noch etwas verändert. Auch der (00)-Reflex des Siliziums ist mit stei-

gender Temperatur immer schwieriger zu messen.

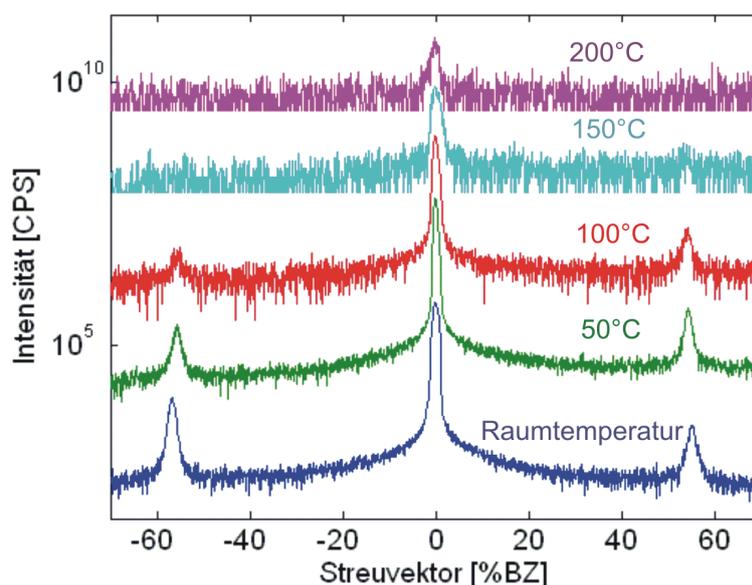


Abbildung 5.23: 1D-Beugungsdaten der Silizium(111)-Oberfläche die thermisch behandelt wurde. Die Messungen sind bei einer Energie von 95,4 eV aufgenommen. Die Proben temperatur während der Messung ist Raumtemperatur (dunkel blau), 50°C (grün), 100°C (rot), 150°C (hellblau) und 200°C (lila).

Es werden nur die ersten vier Messschritte angefitet, da nur diese $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe enthalten. Dabei wird jeder Reflex mit je einer Funktion, mit freiem Exponenten, angefitet. Die meisten Reflexe lassen sich mit einer Funktion mit einem kleinen Exponenten gut anfiten, nur bei dem ersten Messschritt ist der (00)-Reflex und der linke $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflex mit einer Funktion mit großem Exponenten angefitet. Die Reflexe sind alle sehr breit. Die Halbwertsbreite aller Reflexe liegt zwischen 0,85 %BZ und 2,03 %BZ. Die Schultern und der Untergrund sind auch in dieser Messreihe nicht explizit angefitet, da sie nicht relevant für die Ergebnisse sind.

Die Messungen bei 77,0 eV weisen bis zu höheren Temperaturen $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe auf (vgl. Abbildung 5.24). Allerdings ist aber ab einer Temperatur von 450°C nur noch ein $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflex zu erkennen. Beim letzten Messschritt, bei 600°C ist kaum noch etwas zu erkennen, da das Signal-zu-Rausch-Verhältnis sehr schlecht ist.

Die Halbwertsbreite des (00)-Reflexes ist sehr weit gestreut. Sie liegt zwischen 0,6 %BZ und 1,5 %BZ. Die Halbwertsbreiten der beiden $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe

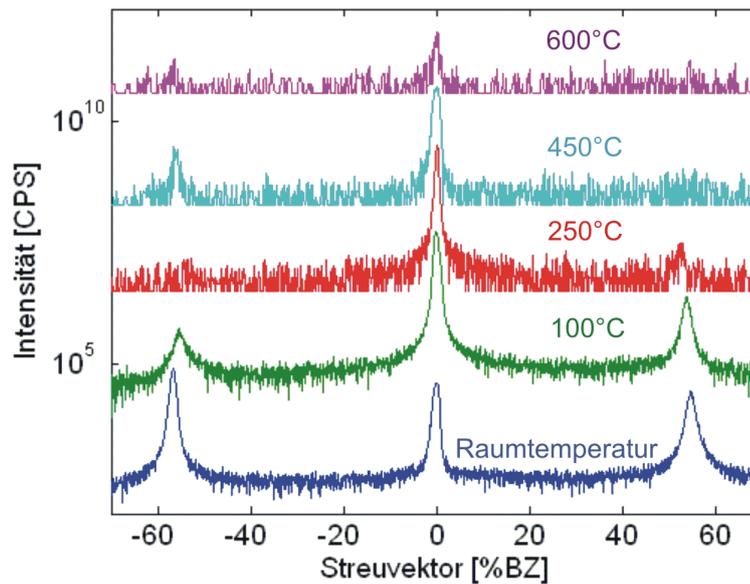


Abbildung 5.24: 1D-Beugungsdaten der Silizium(111)-Oberfläche die thermisch behandelt ist. Die Messungen sind bei einer Energie von 77 eV aufgenommen. Die Proben temperatur während der Messung ist Raumtemperatur (dunkel blau), 100°C (grün), 250°C (rot), 450°C (hellblau) und 600°C (lila).

zu betrachten ist kompliziert, da das Anfitten sehr schwierig und teilweise sogar nicht möglich ist. Die Form der Reflexe verändern sich sehr stark und die Intensität sinkt immer weiter. Die Reflexe wurden je mit einer Funktion mit freiem Exponenten angefittet. Dabei ist festzustellen, dass alle Exponenten klein sind, also die Funktionen einen hohen Anteil einer LORENTZ-Funktion besitzen und somit wahrscheinlich mehr kleine als große Terrassen vorliegen. Die Schultern und der Untergrund wurden auch hier nicht explizit angefittet. Es ist außerdem festzustellen, dass auch hier ab einer Temperatur von etwa 250°C die Intensität der $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe im Bezug auf den (00)-Reflex stark absinkt. Die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe sind kaum noch zu erkennen. Auch hier muss also von einer Umlagerung der Boratome ausgegangen werden, allerdings kann nicht exakt festgestellt werden, wann die Umlagerung abgeschlossen ist, da die Messschritte nach 450°C keine vollständige $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur mehr zeigen und deswegen kein Rückschluss auf das wieder Auftauchen der vollständigen $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur möglich ist.

Es ist insgesamt festzustellen, dass die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur länger erkennbar bleibt, wenn mehr Bor auf der Oberfläche ist, also die Probe vor der Messung nicht thermisch behandelt wurde. Außerdem ist die Messung dann einfacher und genauer durchzuführen. Durch diese Messreihe wird gezeigt, dass es wahrscheinlich nicht möglich ist weitere Schichten auf die Probe aufzudampfen ohne die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur zu zerstören, wenn vorher die Wanderung der Bor-Atome auf die subsurface-Plätze abgeschlossen sein soll. Bei niedrigeren Proben Temperaturen (bis zu 400°C) beim Aufdampfen kann es, diesen Ergebnissen zufolge, möglich sein aufzudampfen und dabei die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur beizubehalten.

6 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Silizium(111)-Oberflächen mit Bor bedampft und untersucht. Die Untersuchungsmethoden sind SPA-LEED und AUGER. Zuerst wurden Voruntersuchungen zur Ausgangsoberfläche gemacht und die optimale Tiegelleistung zum Verdampfen ermittelt. Damit verbunden ist die Aufdampfdauer, die auch optimiert wurde. Besonderer Wert wurde auf die Veränderung der $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur unter Temperatureinfluss gelegt.

Als optimale Ausgangsoberfläche wurde die rekonstruierte (7×7) -Überstruktur gefunden. Beim Aufdampfen auf diese Oberfläche entsteht eine deutliche $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur.

Die verwendete Tiegelleistung hängt mit der Aufdampfdauer zusammen. Als erstes wurde untersucht, bei welchen Tiegelleistungen eine eindeutige $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur entsteht. Dieses ist ab einer Leistung von 20 W gegeben. Dabei herrscht eine Temperatur von 800°C am Tiegel. Bei dieser Temperatur wurde dann überprüft, ob die Aufdampfzeit optimiert werden kann. Als optimales Ergebnis ist festzuhalten, dass bei einer Temperatur von 800°C (Tiegelleistung von 20 W) und einer Aufdampfdauer von 20 Minuten eine gut erkennbare $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur entsteht. Allerdings ist auch bei geringeren Aufdampfdauern (15 und 18 Minuten) eine eindeutige $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur vorhanden, aber nicht komplett ausgebildet, wie es bei 20 Minuten der Fall ist.

Der Temperatureinfluss auf die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur wird auf zwei verschiedene Arten untersucht, wobei jeweils zwei verschiedene Präparationsmethoden betrachtet werden. Die eine Untersuchungsmethode findet bei Raumtemperatur der Probe statt. Dabei wird die Probe jeweils bei verschiedenen Temperaturen fünf Minuten geheizt und wieder abgekühlt. Zwischen den einzelnen Temperschritten werden SPA-LEED- und AUGER-Messungen durchgeführt. Die beiden Präparationsmethoden unterscheiden sich in der Behandlung nach dem Aufdampfprozess. Eine Messreihe wird mit Proben durchgeführt, die nach dem Aufdampfen nicht thermisch behandelt sind. In der anderen Messreihe wird eine Probe verwendet, die dreimal, für etwa fünf Sekunden auf 900°C geheizt wurde. Die zweite Untersuchungsmethode findet bei geheizter Probe statt. Dabei werden nur SPA-LEED-Messungen aufgenommen. Die Temperatur wird schrittweise erhöht und die einzelnen Messungen bei den verschiedenen Temperaturen durchgeführt.

Die Temperaturversuche liefern unterschiedliche Ergebnisse. Wenn die Messungen bei Raumtemperatur durchgeführt werden, bleibt die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur erhalten, wenn die Umlagerung der Boratome auf die Subsurface-Plätze durch vorherige thermische Behandlung abgeschlossen ist.

Werden die Messungen allerdings mit geheizter Probe durchgeführt, bleibt die

$(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur nur erhalten, wenn die Umlagerung der Boratome vorher nicht abgeschlossen ist. Die Umlagerung der Atome ist während der Messreihe ohne vorherige thermische Behandlung zu erkennen, allerdings bleiben immer $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Reflexe sichtbar. Bei der Messung mit vorheriger thermischer Behandlung ist ab einer Temperatur von 600°C keine Überstruktur mehr zu erkennen. Für weitere Versuche mit diesem System muss also beachtet werden, welche Bedingungen bei den Versuchen vorherrschen. Das Aufdampfen von weiteren Schichtsystemen sollte auf Probenoberflächen vorgenommen werden, die thermisch behandelt worden sind und während des Bedampfungsvorganges nicht über 500°C geheizt werden. Unterhalb dieser Temperatur bleibt die $(\sqrt{3}\times\sqrt{3})\text{-R}30^\circ$ -Überstruktur erhalten und somit wahrscheinlich auch die vermutete Passivierung der Silizium(111)-Oberfläche durch Bor.

Weitere Untersuchungen zu den exakten Umlagerungstemperaturen wären hilfreich um weitergehende Messungen durchzuführen. Außerdem müssten nun Untersuchungen folgen, die das Aufdampfen von weiteren Schichten auf die mit Bor bedampften, thermisch behandelten Proben genauer analysieren. Damit könnte die Passivierungswirkung von Bor nachgewiesen werden.

An den 1D-SPA-LEED-Aufnahmen wurden außerdem Profilanalysen gemacht. Diese haben ergeben, dass kleine Terrassenbreiten wahrscheinlicher sind als große. Weitere Untersuchungen zur Morphologie der Proben müssen allerdings noch folgen, um den Aufdampf- und Umlagerungsvorgang komplett beschreiben zu können. Es ist wichtig herauszufinden welche Oberflächenmorphologie vorliegt, um das Aufwachsen von weiteren Schichten kontrollieren zu können.

Literaturverzeichnis

- [1] SCHAEFER, A., T. SCHROEDER, G. LUPINA, Y. BORCHERT, J. DABROWSKI, CH. WENGER und M. BÄUMER: *Heteroepitaxial praseodymium sesquioxide films on Si(111): A new model catalyst system for praseodymium oxide based catalyts*. Surface Science, 601:1473–1480, 2007.
- [2] SCHROEDER, T., T.-L. LEE, LIBRALESSO L., JOUMARD I. und J. ZEGENHAGEN: *Structure and strain relaxation mechanismus of ultrathin epitaxial Pr₂O₃ films on Si(111)*. Applied Physics, 97:074906–1, 2005.
- [3] BRUNS, D.: *SPA-LEED-Untersuchungen zur Epitaxie von Praseodymoxid-schichten auf Si(111)*. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2008.
- [4] GEVERS, S.: *SPA-LEED-Untersuchungen von Praseodymoxidschichten auf Si(111)-Substraten*. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2007.
- [5] DAVIS, L.E.AND MACDONALD, N.C., P.W. PALMBERG, G.E. RIACH und R.E. WEBER: *Handbook of AUGER Electron Spektroskopie*. Physical Electronics Division, Perkin-Elmer Corporation, second Edition, 1976.
- [6] LANGER, T.: *Untersuchung ultradünner Schichten mit Auger Spektroskopie*. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2008.
- [7] MIYAKE, K., M. ISHIDA und H. SHIGEKAWA: *Selective chemical reaction of HBO₂ molecules on the Si(111)-(7x7) surface studied by scanning tunneling microscopy*. Applied surface science, 130-132:78–83, 1997.
- [8] CAO, R., X. YANG und P. PIANETTA: *Characterization of the B/Si surface electronic structures*. J.Vac.Sci.Technol., A11(4):1817–1822, 1993.
- [9] MIYAKE, K., K. HATA, H. SHIGEKAWA, R. YOSHIZAKI, T. ABE, T. OZAWA und T. NAGAMURA: *STM study of Si(111) $\sqrt{3}x\sqrt{3}$ -R30°-B surface structure formed by HBO₂ irradiation*. Applied Surface Science, 107:63–67, 1995.
- [10] RIEDEL, E. und C. JANIAK: *Anorganische Chemie*. Walter de Gruyter 7.Auflage, 2007.
- [11] DIVISION, PHYSICAL ELECTRONICS: *Technical Manual Model 10-155 Cylindrical-Auger Electron Optics*. Technischer Bericht, Perkin Elmer, 6509 Flying Cloud Drive, Eden Prairie, MN 55344.
- [12] BENSALAH, S., J.P. LACHARME und C.A. SEBENNE: *$\sqrt{3}x\sqrt{3}$ 3RECONSTRUCTION ALONG THE (111) FACE OF HIGHLY BORON-DOPED Si UPON VACUUM ANNEALING*. Surface Science, 211/212:586–592, 1988.

- [13] HIRAYAMA, H., T. TATSUMI und N. AIZAKI: *Reflection high energy electron diffraction and AUGER electron spectroscopy study on B/Si(111) surfaces*. Surface Science Letters, 193:L47–L52, 1987.

Abbildungsverzeichnis

2.1	Reine Silizium(111)-Oberfläche nach mehrmaligem, kurzzeitigem erhitzen auf 1050°C.	4
2.2	Beispiele für die Einteilung der Kristalloberfläche in säulenförmige Einheitszellen.	5
2.3	Skizze zur Streuung von Wellen an einer Stufenkante mit Höhenunterschied d.	7
2.4	Die fünf zweidimensionalen Bravais-Gitter.	8
2.5	EWALD-Konstruktion für ein kubisch primitives Gitter.	11
2.6	Beugungsstangen in der EWALD-Konstruktion für eine Oberfläche. . .	12
2.7	Schematische Darstellung des AUGER-Effektes.	13
2.8	Relative Sensitivitätsfaktoren in Abhängigkeit von der Ordnungszahl Z.	14
2.9	AUGER-Spektrum eines reinen Silizium-Substrats.	15
3.1	Dreidimensionale Einheitszelle des Siliziums.	17
3.2	Schematische Abbildung einer rekonstruierten (7x7)-Oberfläche. . . .	18
3.3	Strukturformel der Borsäure.	19
3.4	Modell der Siliziumoberfläche mit T_4 -Plätzen und S_5 -Plätzen	19
3.5	a) Strukturformel der Metaborsäure. b) Strukturformel des Bortrioxids.	20
3.6	Modell zur Adsorption von Bor auf einer Silizium 7x7-Oberfläche. . .	21
4.1	Schematischer Aufbau einer UHV-Kammer	24
4.2	Arbeitsbereiche in denen die verschiedenen Pumpentypen arbeiten. . .	25
4.3	Aufbau der Probenhalterung.	25
4.4	Verwendete Arbeitsskurve um Temperaturen unterhalb von 300°C einzustellen.	26
4.5	Schematischer Aufbau einer AUGER-Apparatur nach [11].	27
4.6	Schematischer Aufbau einer SPA-LEED-Apparatur.	28
4.7	Aufbau des Verdampfers.	31
5.1	AUGER-Spektrum einer thermisch präparierten Silizium-Oberfläche. . .	33
5.2	Silizium(111)-Oberfläche nach dem Aufdampfen von Bor bei 50 W und einer Dauer von 15 Minuten.	35
5.3	Silizium(111)-Oberfläche nach 15 Minuten Aufdampfen bei A) 30 W Tiegeleistung, B) 20 W Tiegeleistung und C) 10 W Tiegeleistung. Die Beugungsbilder sind bei 95,4 eV aufgenommen.	36

5.4	AUGER-Spektren zu den Messungen bei denen mit 50 W, 30 W, 20 W und 10 W aufgedampft wurde.	38
5.5	Es ist das Verhältnis der Intensitäten der Bor- und Siliziumreflexe gegen die Tiegelleistung aufgetragen.	39
5.6	AUGER-Spektren für die Messung mit verschiedenen Aufdampfzeiten.	40
5.7	Verhältnis der Intensität des Bor-Peaks zur Intensität des Siliziumpeaks aufgetragen gegen die Aufdampfzeit.	41
5.8	Silizium(111)-Oberfläche, die bei 20 W unterschiedlich lange bedampft wird.	42
5.9	1D-SPA-LEED-Beugungsdaten zur Steigerung der Aufdampfdauer.	43
5.10	Silizium(111)-Oberflächen 15 Minuten bei 30 W mit Bor bedampft und anschließend 5 Minuten getempert, mit Messungen bei Raumtemperatur.	44
5.11	AUGER-Spektren zu den Tempersritten bei 300°C (dunkel blau), 600°C (grün), 700°C (rot) und 900°C (hell blau). Die Proben sind vor der Messreihe nicht thermisch behandelt und bei Raumtemperatur gemessen worden.	46
5.12	Verhältnis der Intensität des Bor- und Silizium-Signals der AUGER-Messdaten, aufgetragen gegen die Temperatur der einzelnen Tempersritte. Die Probe ist vor der Messreihe nicht thermisch behandelt und bei Raumtemperatur gemessen worden.	46
5.13	1D-Beugungsdaten für eine nicht thermisch behandelte Probe. Es sind die Tempersritte bei 300°C (dunkel blau), 400°C (grün), 700°C (rot) und 900°C (hellblau) aufgetragen.	47
5.14	1D-Beugungsdaten des (00)-Reflexes für eine nicht thermisch behandelte Probe.	48
5.15	Beugungsbilder der Silizium(111)-Oberfläche, die 15 Minuten lang bei 20 W mit Bor bedampft wurde und bei verschiedenen Tempersritten aufgenommen wurde. (Zwei Messreihen)	49
5.16	Silizium(111)-Oberfläche 15 Minuten bei 20 W mit Bor bedampft und bei verschiedenen Tempersritten aufgenommen.	51
5.17	Verhältnis der Intensität des Bor- und Silizium-Signals der AUGER-Messdaten aufgetragen gegen die Temperatur der einzelnen Tempersritte. Die Probe ist vor der Messreihe thermisch behandelt und bei Raumtemperatur gemessen worden.	52
5.18	Verhältnis der Intensität des Kohlenstoff- und Sauerstoff- zum Silizium-Signal der AUGER-Messdaten aufgetragen gegen die Temperatur der einzelnen Tempersritte.	53
5.19	1D-Beugungsdaten der Silizium(111)-Oberfläche, die 15 Minuten bei 20 W mit Bor bedampft wurde.	55
5.20	1D-Messdaten des (00)-Reflexes einer thermisch behandelten Silizium(111)-Oberfläche.	56

5.21	1D-Beugungsdaten der Silizium(111)-Oberfläche. Die Messungen sind bei einer Energie von 95,4 eV aufgenommen. Die Proben­temperatur während der Messung ist Raumtemperatur (dunkel blau), 200 °C (grün), 450 °C (rot), 700 °C (hellblau) und 850 °C (lila).	57
5.22	1D-Beugungsdaten der Silizium(111)-Oberfläche. Die Messungen sind bei einer Energie von 77 eV aufgenommen. Die Proben­temperatur während der Messung ist Raumtemperatur (dunkel blau), 200 °C (grün), 650 °C (rot), 800 °C (hellblau) und 850 °C (lila).	59
5.23	1D-Beugungsdaten der Silizium(111)-Oberfläche die thermisch behandelt wurde.	60
5.24	1D-Beugungsdaten der Silizium(111)-Oberfläche die thermisch behandelt ist. Die Messungen sind bei einer Energie von 77 eV aufgenommen. Die Proben­temperatur während der Messung ist Raumtemperatur (dunkel blau), 100 °C (grün), 250 °C (rot), 450 °C (hellblau) und 600 °C (lila).	61

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich ganz herzlich bei Professor J. Wollschläger für die freundliche Aufnahme in die Arbeitsgruppe und die interessante Themenstellung bedanken.

Ein besonderer Dank gilt auch Sebastian Gevers für die Betreuung während der Zeit im Studienprojekt und während der Bachelorarbeit. Vielen Dank für die Geduld mit mir und für die Beantwortung von allen noch so dummen Fragen. Es war bestimmt nicht immer einfach.

Außerdem danke ich der Arbeitsgruppe für die freundliche Aufnahme, die Hilfsbereitschaft und besonders für die Hilfestellungen bei so manch einem Problem am PC. Für das kurzfristige und schnelle Korrekturlesen dieser Arbeit bin ich euch sehr dankbar.

Ein ganz besonderer Dank gilt meinen Eltern und meinem Freund Morgan für die Unterstützung, nicht nur während der Zeit dieser Arbeit. Außerdem danke ich ihnen, dass sie alle Launen und Tiefpunkte aufgefangen und ertragen haben. Ohne euch hätte ich das nicht geschafft! Auch meinen Freunden in der Uni möchte ich danken, dass sie immer ein offenes Ohr hatten, wenn ich mal wieder mein Leid klagen wollte und für die nette Ablenkung zwischendurch.