

UNIVERSITÄT OSNABRÜCK

Fachbereich Physik

BACHELORARBEIT

Charakterisierung dünner Eisenoxidschichten auf Ag(111)

Autor: Sören R. LINDEMANN

Erstgutachter: Prof. Dr. rer. nat. Joachim Wollschläger

Zweitgutachter: Prof. Dr. rer. nat. Michael ROHLFING

Ich versichere, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe.
Osnabrück, den 09. Mai 2012
Sören R. Lindemann



Inhaltsverzeichnis

1	Ein	leitung	1
2	The	eoretische Grundlagen	3
	2.1	SPA-LEED	3
		2.1.1 Reziprokes Gitter	4
		2.1.2 Streuphase	6
		2.1.3 Kinematische Beugungstheorie	8
	2.2	AES	9
	2.3	Oberflächenstrukturen	14
	2.4	Wachstumsarten	14
3	Mai	terialsystem	17
	3.1	Silber	17
	3.2	Eisen	18
	3.3	Eisenoxide	20
	3.3	3.3.1 Wüstit	20
		3.3.2 Magnetit	$\frac{1}{21}$
		3.3.3 Hämatit und Maghemit	23
	3.4	Gitterfehlanpassungen	24
4	Ext	perimentelle Grundlagen	25
_	4.1	UHV	$\frac{-}{25}$
	4.2	AES	$\frac{-3}{28}$
	4.3	SPA-LEED	28
	4.4	Präparation des Substrats	29
	4.5	Herstellung von Eisenoxidschichten	30
5	Ма	ssergebnisse und Diskussion	33
J	5.1	Analyse des Ag(111)-Substrats	3 3
	0.1	5.1.1 AES	33
			- 33
	F 0		
	5.2	AES an Eisenoxidschichten	36
	5.3	SPA-LEED an Eisenoxidschichten	38
	5.4	Auswirkungen des Heizens	39
		5.4.1 Eisenoxidfilm mit einer Bedeckung von $D = 10 \pm 2\text{Å}$	39
		5.4.2 Eisenoxidfilm mit einer Bedeckung von $D = 5 \pm 2\text{Å}$	43

Inhaltsverzeichnis	Inhaltsverzeichnis
6 Zusammenfassung und Ausblick	49
Literatur	53
Abbildungen	56
Danksagung	57

1 Einleitung

Der wissenschaftlichen Forschung gelingen auf dem Gebiet der dünnen und ultradünnen Schichten seit Jahrzehnten große Fortschritte. Dabei spielen Eisenoxide seit jeher eine wesentliche Rolle. Diese finden beispielsweise bei der Katalyse chemischer Reaktionen in der Kunststoffindustrie oder bei der Korrosionsanalyse in der Bauphysik und den Ingenieurswissenschaften Verwendung.

Ein großes Forschungsgebiet, das mit der Effizienzsteigerung elektronischer Bauteile der Mikro- und Nanotechnologie einhergeht, ist die Spintronik. Diese nutzt u.a. das magnetische Moment von Elektronen zur Informationsspeicherung und -verarbeitung. Da dies über die gezielte Manipulation der Spinfreiheitsgrade im Festkörper realisiert wird, weisen spintronische Bauteile theoretisch deutlich höhere Arbeitsgeschwindigkeiten als herkömmliche Datenträger auf. Ein wichtiges Material für diesen Prozess ist das ferrimagnetische Magnetit (Fe_3O_4), da es eine sehr hohe Spinpolarisation am FERMI-Level aufweist [1]. Es ist insbesondere für die Verwendung als magnetoelektronischer Werkstoff geeignet, weil es einen hohen Widerstand (unterdrückt Wirbelströme) und geringe Hystereseverluste bei der Ummagnetisierung aufweist.

Die Herstellungsverfahren und Eigenschaften von Eisenoxidfilmen sind bereits auf mehreren Substraten weitestgehend erforscht. Hierzu zählen z.B. MgO(001) [2-5], MgO(111), Pt(001) [6, 7], Pt(111) [8–14] sowie Ag(001) [15–18]. Auch Ag(111)-Kristalle eignen sich aufgrund der geringen Gitterfehlanpassung prinzipiell als Trägermaterial [19, 20]. Für auf Magnesiumoxid aufgebrachte Eisenoxidschichten ist bekannt, dass es während des Aufdampfprozesses zu einer Substratsegregation kommen kann. Dies wurde durch die negative Beeinträchtigung und zum Teil vollständige Auslöschung der Spinpolarisation der aufgedampften Magnetitschichten festgestellt und wird auch für andere Substrate untersucht werden müssen. Ein weiteres Problem der Eisenoxide ist, dass die physikalischen Eigenschaften und die chemische Stöchiometrie stark von den Herstellungsbedingungen abhängt. Im Rahmen der Grundlagenforschung wurde darüber hinaus bestätigt, dass sehr dünne Eisenoxidfilme im Lage-für-Lage-Wachstum Undulationen auf einigen der oben genannten Substrate ausbilden. Hierzu gehört u.a. Ag(001) [17], wobei entstehendes FeO(111) für eine Bedeckung von wenigen Atomlagen in einer Überstruktur aufwächst, ehe es Inseln auf der Oberfläche bildet. In [19] wurde eine Aufspaltung der Beugungsreflexe der Eisenoxidschichten auf Ag(111)-Substraten beobachtet, die durch eine solche Oberflächenrelaxation entstehen kann. Dabei wurde zur Charakterisierung der Filme allerdings eine LEED-Optik genutzt, deren Auflösung zur eindeutigen Bestimmung nicht ausreichte. Des Weiteren wurde von Waddill et al.

anhand der chemischen Stöchiometrie bestätigt, dass Eisenoxidschichten mit einer Bedeckung von $D \leq 10$ Å eher FeO(111) ausbilden, wohingegen dickere Filme zur Entstehung einer Magnetitphase führen. Diese Arbeit hat sich zum Ziel gesetzt, das Aufwachsen von dünnen Eisenoxidfilmen auf Ag(111)-Substraten eingehender zu untersuchen. Die theoretischen Grundlagen hierzu befinden sich in Kapitel 2. Im Anschluss daran werden in Kapitel 3 die verwendeten Materialien sowie in Kapitel 4 die Messapparaturen erläutert. Eine ausführliche Darstellung und Diskussion findet man in Kapitel 5. Diese Arbeit wird von einer Zusammenfassung und einem kurzen Ausblick in Kapitel 6 abgeschlossen.

2 Theoretische Grundlagen

Dieses Kapitel bietet einen Überblick über die für diese Arbeit relevanten physikalischen Konzepte. Die Charakterisierung des Substrats sowie die Analyse der hergestellten Schichten erfolgte durch Spot Profile Analysis - Low Energy Electron Diffraction (SPA-LEED) und Auger Electron Spectroscopy (AES). Diese werden in den Abschnitten 2.1 und 2.2 vorgestellt. Darüber hinaus wird eine kurze Einführung in die nötigen theoretischen Grundlagen erfolgen.

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

Die physikalische Messmethode SPA-LEED [21] ist eine Modifikation der LEED-Optik und beruht auf der elastischen Beugung von niederenergetischen Elektronen $(10 \, eV \leq E_{kin} \leq 500 \, eV)$. Deren DE BROGLIE-Wellenlänge berechnet sich über:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m \cdot E}}.\tag{2.1}$$

Das Verfahren wird zur Untersuchung von Festkörperoberflächen eingesetzt, weil die Wellenlänge der verwendeten Elektronenwellen bei 3,88 Å $\geq \lambda_{e^-} \geq 0$,55 Å und damit in der Größenordnung der Gitterkonstanten von Kristallgittern liegt. Dies ist eine Voraussetzung für das Auftreten von Interferenzerscheinungen bei der Beugung. Des Weiteren ist SPA-LEED allgemein zur Analyse von Oberflächen geeignet, weil die mittlere freie Weglänge der Elektronen im Material durch deren Wirkungsquerschnitt auf 1 Å $\leq \Lambda \leq 10$ Å begrenzt ist, so dass sie nur an den obersten Atomlagen elastisch gestreut werden. Das Kristallvolumen trägt also nicht zum Resultat bei und erlaubt eine Strukturanalyse der Oberfläche. Das SPA-LEED-System ermöglicht außerdem eine Analyse des Reflexprofils, d.h. im Gegensatz zum LEED können die Halbwertsbreite und die Intensität der Reflexe ausgewertet werden. Zudem sind die Messungen winkelaufgelöst, so dass zu einem Zeitpunkt der Detektion nur Elektronen eines bestimmten Beugungswinkels den Analysator erreichen. Dies wird unter anderem dazu verwendet, den in Kapitel 2.1.1 beschriebenen \vec{k} -Raum lateral abzutasten.

Das Begungsbild eines gereinigten und ausgeheilten Ag(111)-Substrats befindet sich in Abbildung 5.3. Die hellen Punkte stellen Intensitätsmaxima der gebeugten Elektronen dar, die durch die konstruktive Interferenz an der periodischen

lateralen Struktur entstehen. Hierdurch erhält man ein Bild der reziproken Kristalloberfläche, aus deren Symmetrie man auf die Struktur des zugrunde liegenden Festkörpergitters und insbesondere die reale Oberfläche schließen kann (siehe hierzu Kapitel 2.1.1). Für die exakte Auswertung müsste an dieser Stelle die dynamische Beugungstheorie verwendet werden. Diese wird für nicht-ideale Oberflächen sehr aufwändig. Eine hinreichende Genauigkeit erlaubt deshalb die Verwendung der kinematischen Näherung. Diese wird im Abschnitt 2.1.3 eingeführt.

2.1.1 Reziprokes Gitter

Die Oberfläche eines Festkörpers stellt in der Regel eine Grenzfläche zwischen Material und Vakuum dar. Deshalb sind die nächsten Gitterpunkte (senkrecht zur Oberfläche) für die Beugungselektronen unendlich weit entfernt¹. Das reziproke Gitter dient bei der Kristallbeugung als Modellvorstellung und erlaubt in der zweidimensionalen Form die Analyse der Oberflächenbeugung. Wie das Realraumgitter ist es durch primitive Translationsvektoren \vec{a}_j^* aufgebaut, die die Dimension einer reziproken Länge besitzen. Diese genügen der Deltafunktion $\vec{a}_i \cdot \vec{a}_j^* = 2\pi \delta_{ij}$, so dass man für ideale Oberflächen mit dem Einheitsvektor in Normalenrichtung \vec{n} folgende Gittervektoren erhält:

$$\vec{a}_{1}^{*} = 2\pi \cdot \frac{\vec{a}_{2} \times \vec{n}}{|\vec{a}_{1} \times \vec{a}_{2}|}$$

$$\vec{a}_{2}^{*} = 2\pi \cdot \frac{\vec{n} \times \vec{a}_{1}}{|\vec{a}_{1} \times \vec{a}_{2}|}.$$

Mithilfe dieser Basisvektoren und der ganzzahligen MILLERschen Indizies h und k wird der reziproke Gittervektor \vec{G}_{\parallel} definiert, durch den man jeden Gitterplatz der Oberfläche im reziproken Raum erreichen kann. In diesem Zusammenhang sollte k nicht mit dem Betrag des einfallenden Wellenvektors $|\vec{k}|$ verwechselt werden:

$$\vec{G}_{\parallel} = h \cdot \vec{a}_1^* + k \cdot \vec{a}_2^*. \tag{2.2}$$

Der reziproke oder auch \vec{k} -Raum ist der (mathematische) Raum der Wellenvektoren. Jeder reziproke Vektor \vec{k} entspricht im Realraum einer ebenen Welle der Form $e^{i\vec{k}\cdot\vec{r}}$. Das Gitter kann also, äquivalent zu den Gittervektoren, auch durch die Menge aller translationssymmetrischen Vektoren \vec{R} beschrieben werden, für die der Zusammenhang $e^{i\vec{G}\cdot\vec{r}}=e^{i\vec{G}\cdot(\vec{r}+\vec{R})}$ erfüllt ist.

¹Ausgehend vom Realraumgitter kann man den Abstand der Kristalllagen an der Oberfläche als unendlich groß auffassen. Dies führt im reziproken Raum zu unendlich nah beieinander liegenden Gitterpunkten, die dann die sogenannten Beugungsstangen bilden (siehe Abbildung 2.1).

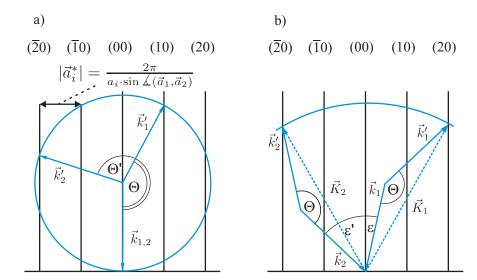


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der EWALD-Konstruktion für a) LEED-und b) SPA-LEED-Beugung an einer Oberfläche. Hier sind die einfallenden Wellenvektoren jeweils mit \vec{k}_1 bzw. \vec{k}_2 , die gebeugten mit \vec{k}_1' bzw. \vec{k}_2' gekennzeichnet. Der bei der konventionellen Elektronenbeugung eingeschlossene Winkel Θ entspricht beim SPA-LEED dem Winkel zwischen Elektronenquelle und -detektor und die Größe ϵ ist der Einfallswinkel der Elektronen auf die Probe. Die Grafik wurde aus [22] entnommen und angepasst.

Die nach dem deutschen Physiker MAX VON LAUE benannte LAUE-Bedingung ist eine zur BRAGG-Gleichung äquivalente Relation zur Beschreibung der Beugung an Oberflächen. Sie besagt, dass überall dort konstruktive Interferenz herrschen kann, wo der Streuvektor $\vec{K} = \vec{k}' - \vec{k}$ einem reziproken Gittervektor \vec{G} entspricht. Die LAUE-Bedingung für die Oberfläche ist also mit $\vec{K}_{\parallel} = \vec{G}_{\parallel}$ erfüllt. Dies gilt an allen Stellen, an denen die EWALD-Kugel eine der Beugungsstangen schneidet. Deren Radius gleicht dabei der Länge des einfallenden Wellenvektors \vec{k} . Aufgrund der Impulserhaltung muss der gestreute Wellenvektor \vec{k}' dieselbe Länge wie \vec{k} aufweisen, so dass auch dessen Spitze den Rand der EWALD-Kugel erreicht. Stimmt diese Position unter dem Winkel Θ mit einer der Beugungsstangen überein, herrscht dort im Beugungsbild konstruktive Interferenz.

In Abbildung 2.1 ist diese Relation vereinfacht durch einen Kreis dargestellt. Man unterscheidet allerdings zwischen konventioneller LEED- und modifizierter SPA-LEED-Beugung. Die einfallenden Wellenvektoren werden jeweils mit \vec{k}_1 bzw. \vec{k}_2 und die gebeugten mit \vec{k}_1' bzw. \vec{k}_2' bezeichnet. Zusätzlich zum Winkel Θ hat bei der SPA-LEED-Optik der Einfallswinkel des Elektronenstrahls ϵ auf der Probe einen Einfluss, da durch diesen die EWALD-Konstruktion durch den reziproken Raum

bewegt wird. Darüber hinaus ist die Größe der EWALD-Kugel proportional zur Energie der einfallenden Welle:

$$E = \frac{\hbar^2 \cdot |\vec{k}|^2}{2m}.\tag{2.3}$$

Die Länge der reziproken Basisvektoren ist hierbei definiert durch:

$$|\vec{a}_i^*| = \frac{2\pi}{a_i \cdot \sin \angle(\vec{a}_1, \vec{a}_2)}.$$

Bei der Betrachtung einer Oberfläche mit atomaren Stufen muss außerdem die senkrechte Komponente des Streuvektors $\vec{K}_{\perp} \propto \sqrt{E}$ mit einbezogen werden. Da diese energieabhängig ist, erhält man außer der Beugung an einer idealen Oberfläche, die keinen Gangunterschied hervorruft, zusätzliche Interferenzerscheinungen. Im Hinblick auf den reziproken Gittervektor bedeutet dies eine Erweiterung auf drei Dimensionen:

$$\vec{G} = h \cdot \vec{a}_1^* + k \cdot \vec{a}_2^* + S \cdot \vec{a}_3^*.$$

Bei einer gestuften Oberfläche ist der dritte MILLERsche Index S gleichbedeutend mit der Streuphase. Diese wird im folgenden Kapitel 2.1.2 näher erläutert.

2.1.2 Streuphase

Das Interferenzverhalten von kohärenten Elektronenwellen an einer Oberfläche mit atomaren Stufen kann vereinfacht durch die dimensionslose Streuphase S beschrieben werden. Diese schafft einen Zusammenhang zwischen dem Gangunterschied Δq und der Energie der interferierenden Materiewellen.

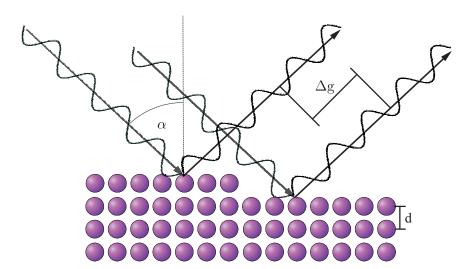


Abbildung 2.2: Schematische Darstellung des Gangunterschieds Δg von zwei, an einer Stufe der Höhe d und unter dem Winkel α gestreuten Wellen.

Aus Abbildung 2.2 kann man ableiten, dass der Gangunterschied ein Vielfaches der Wellenlänge ist; es gilt $\Delta g = S \cdot \lambda$. Deren Faktor ist die Streuphase, so dass man mit der Bragg- und der Laue-Bedingung folgenden Zusammenhang erhält:

$$S = \frac{2d \cdot \cos \alpha}{\lambda} = \frac{d \cdot |\vec{K}_{\perp}|}{2\pi}.$$
 (2.4)

Dabei ist α der Einfallswinkel, $\vec{K} = \vec{K}_{\parallel} + \vec{K}_{\perp} = \vec{k}' - \vec{k}$ der Streuvektor und d der Lagenabstand. Aus der DE BROGLIE-Wellenlänge der Elektronen λ_{e^-} (siehe Gleichung 2.1) ergibt sich die Beziehung zwischen Energie und Streuphase:

$$E = \frac{\pi^2 \hbar^2}{2 \cdot m_{e^-}} \cdot \left(\frac{S}{d \cdot \cos \alpha}\right)^2. \tag{2.5}$$

Bei einer Streuphase $S \in \mathbb{N}$ herrscht, analog zu Gangunterschied und Phasendifferenz, konstruktive Interferenz. Man spricht in diesem Fall von einer In-Phase. Ebenso werden die Bereiche mit $(S-\frac{1}{2}) \in \mathbb{N}$, in denen destruktive Interferenz herrscht, Out-Phasen genannt. In Abbildung 2.3 wird die Relation zwischen dem Beugungsprofil und der senkrechten Komponente des Streuvektors \vec{K}_{\perp} exemplarisch für eine Oberfläche mit einfachen atomaren Stufen gezeigt. Da $\vec{K}_{\perp} \propto \sqrt{E} \propto S$ gilt, wird in dieser Grafik die Intensität gegen die parallele Komponente des Streuvektors \vec{K}_{\parallel} für unterschiedliche Streuphasen S aufgetragen.

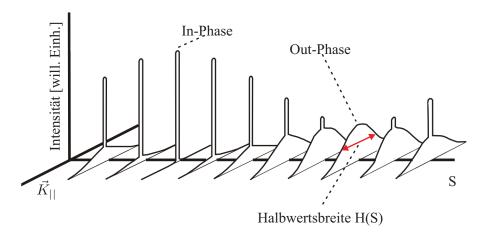


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung des Zusammenhangs zwischen dem Beugungsprofil und der senkrechten Komponente des Streuvektors \vec{K}_{\perp} für eine Oberfläche mit einfachen atomaren Stufen. Wegen $\vec{K}_{\perp} \propto \sqrt{E} \propto S$ kann die Intensität gegen die parallele Komponente des Streuvektors \vec{K}_{\parallel} für unterschiedliche Streuphasen S aufgetragen werden. Die Grafik wurde aus [23] entnommen und angepasst.

Während einer In-Phase können scharfe, intensive Reflexe detektiert werden, die in einer Out-Phase ausgelöscht sind. Diese entstehen durch die konstruktive Interferenz an der periodischen lateralen Struktur des Kristallgitters, wohingegen die diffuse Schulter durch die gestufte Oberfläche verursacht wird. Für reale Kristalle nimmt man eine unendliche Rauheit an, so dass die Grenze zwischen dem scharfen und dem breiten Reflex verschwindet. Die Halbwertsbreite H der Schulter beginnt zu oszillieren und kann dann im Rahmen einer H(S)-Analyse untersucht werden.

2.1.3 Kinematische Beugungstheorie

In der kinematischen Beugungstheorie wird eine Kristalloberfläche gemäß Abbildung 2.4 als periodische Anordnung von säulenförmigen Einheitszellen mit identischen Formfaktoren behandelt. Diese Näherung vernachlässigt Seitwärts- und berücksichtigt mögliche Vielfachstreuung der Elektronen innerhalb einer Säule durch den Formfaktor $F_{Säule}(E)$ (siehe Gleichung 2.8). Die Mehrfachstreuungen im Kristallvolumen werden also unter der Annahme von überwiegender Vorwärtsstreuung als Einfachbeugungen an den einzelnen Säulen aufgefasst.

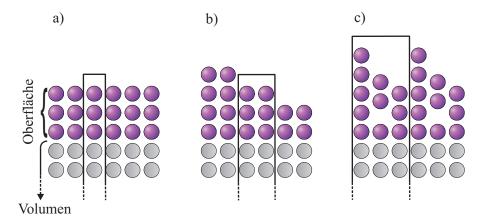


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung der säulenartigen Einheitszellen der kinematischen Beugungstheorie für a) ideale Oberflächen, b) atomare Stufen und c) Überstrukturen. Die Grafik wurde aus [24] entnommen und angepasst.

Die im Vergleich zur Elektronenwellenlänge λ_{e^-} große Entfernung von Probe und Detektor gewährleistet die Anwendbarkeit der Fraunhoffer-Näherung, so dass die Elektronenstrahlen als ebene Wellen behandelt werden können. Die an der 0-ten Säule gebeugte Welle genügt folgendem Ausdruck:

$$\psi_0(\vec{k}, \vec{k}', \vec{r}) = f_0(\vec{k}, \vec{k}') \cdot e^{i\vec{k}' \cdot \vec{r}}.$$
 (2.6)

In dieser Gleichung ist f_0 der Formfaktor der 0-ten Säule. Bei \vec{k} handelt es sich um den einfallenden, bei \vec{k}' um den gestreuten Wellenvektor. Bei Streuung an einer beliebigen Säule an der Stelle \vec{r}_n wird Gleichung 2.6 um den Streuvektor $\vec{K} = \vec{k}' - \vec{k}$ variiert, so dass es zu einer Phasenverschiebung $\Delta \phi = \vec{K} \cdot \vec{r}_n$ kommt:

$$\psi_n(\vec{k}, \vec{k}', \vec{r}_n) = f_n(\vec{k}, \vec{k}') \cdot e^{i\vec{k}'\cdot\vec{r}} \cdot e^{i\vec{K}\cdot\vec{r}_n}. \tag{2.7}$$

Die Intensität des Beugungsbildes ist die Summe der gebeugten Elektronenwellen. Da diese der Detektionswahrscheinlichkeit entspricht, wird sie als Betragsquadrat der Amplitude ausgedrückt:

$$I = \frac{I_0}{N} \cdot |e^{i\vec{k}\cdot\vec{r}}|^2 \cdot |\sum_{n=0}^{N} f_n(\vec{k}, \vec{k'}) \cdot e^{i\vec{K}\cdot\vec{r}_n}|^2$$

$$= \frac{I_0}{N} \cdot |F_{S\"{a}ule}(E) \cdot \sum_{n=0}^{\infty} e^{i\vec{K}\cdot\vec{r}_n}|^2.$$
(2.8)

Der Gitterfaktor G berücksichtigt in dieser Gleichung die regelmäßige Anordnung der Säulen. Übertragen auf das Beugungsbild beinhaltet dieser damit die wesentlichen Informationen über die Form und Lage der Reflexe. Der Formfaktor $F_{Säule}(E)$ ist für jede Säule gleich und beeinflusst die Reflexintensität. Das Beugungsbild einer idealen Oberfläche (siehe Abbildung 2.4) würde aufgrund seiner Symmetrie beliebig scharf bestimmte und punktförmige Reflexe liefern. Dieses Resultat wird an realen Kristallen jedoch nie erreicht, weil deren Fernordnung unter anderem durch die diffusen Atombewegungen gestört wird. Die thermische Vibration des Atomgitters führt zu einer Abschwächung der Reflexe und einer Vergrößerung des Untergrunds. Der Intensitätsverlust einer einfallenden Welle mit der Intensität I_0 wird deshalb durch den Debye-Waller-Faktor beschrieben:

$$I = I_0 \cdot e^{-\frac{1}{3} \cdot |\vec{G}|^2 \cdot \overline{u(T)^2}}.$$

Dabei stellt \vec{G} den reziproken Gittervektor und u(T) eine temperaturbedingte Oszillationsamplitude dar. Eine weitere Verschlechterung der experimentellen Ergebnisse geschieht durch die instrumentelle Verbreiterung. Diese bezeichnet das begrenzte Auflösungsvermögen der SPA-LEED-Optik und wird durch die Energieverteilung der Elektronen sowie die räumliche Ausdehnung des Elektronenstrahls beeinflusst. Mathematisch handelt es sich hierbei um eine GAUSS-Funktion. Diese muss mit der LORENTZ-Funktion, die durch die Beugung an der Oberfläche entsteht, gefaltet werden. Aufgrund der ohnehin relativ großen Halbwertsbreiten der Beugungsreflexe kann der Einfluss der instrumentellen Verbreiterung hier vernachlässigt werden.

2.2 Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES)

Der Auger-Effekt (auch Auger-Meitner-Effekt) ist nach dem französischen Physiker Pierre Victor Auger und der österreichisch-schwedischen Physikerin Lise Meitner benannt. Diese entdeckten den Prozess 1926 bzw. 1922 unabhängig voneinander. Er stellt einen Alternativvorgang zur Röntgen-Fluoreszenz dar und beschreibt das atomare Verhalten bei der Bestrahlung eines Festkörpers mit

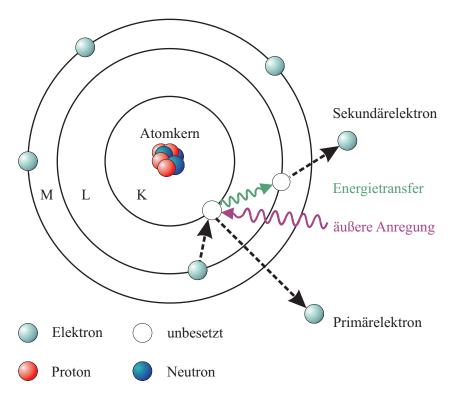


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung des Auger-Effekts bei einem KLL-Übergang. Die Grafik wurde aus [16] entnommen und angepasst.

Elektronen oder Photonen ausreichend hoher Energie. Hierbei werden kernnahe Elektronen aus dem Material gelöst. Die entstehenden Löcher werden durch das Nachrücken von Elektronen aus höheren Niveaus kompensiert, da ein Atom immer dem energetisch günstigsten Zustand entgegenstrebt. Wie in Abbildung 2.5 angedeutet ist, kann die Potentialdifferenz dieser Niveaus zur Emission eines Sekundärelektrons aufgewendet werden. Dieses weist nach seinem strahlungsfreien Austritt eine übergangs- und elementspezifische Energie auf. Man bezeichnet die Übergänge beim Auger-Effekt nach den daran beteiligten Elektronen und verwendet nach wissenschaftlicher Konvention die Buchstaben der Schalen, aus denen diese stammen. Damit ergibt sich für die Energiebilanz eines KL_1L_2 -Übergangs:

$$E_{kin} = E_K - E_{L_1} - E_{L_2} - \Phi. (2.9)$$

In dieser Gleichung stellt E_{kin} die kinetische Energie des Auger-Elektrons dar, die unabhängig von der Energie der Primäranregung ist. E_K , E_{L_1} sowie E_{L_2} stehen für die oben genannten Energieniveaus und Φ bezeichnet die Austrittsarbeit des Materials. Weitere Korrekturterme können durch die Coulomb-Abstoßung der entstehenden Löcher und andere Wechselwirkungen auftreten. Anhand von Abbildung 2.6 erkennt man, dass die Emission von Röntgen-Quanten mit steigender Ordnungszahl Z (und mit zunehmender Anregungsenergie) die Wahrscheinlichkeit des Auger-Effekts überwiegt.

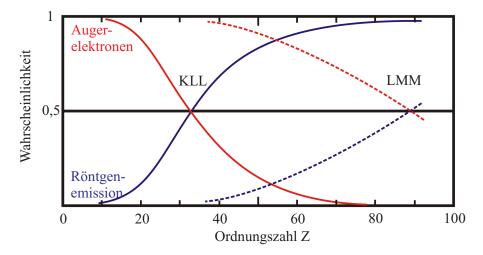


Abbildung 2.6: Schematischer Vergleich der Auftrittswahrscheinlichkeiten von Au-GER-Effekt und Röntgen-Emission in Abhängigkeit von der Ordnungszahl Z. Die Grafik wurde aus [25] entnommen und angepasst.

Die Auger-Elektronen-Spektroskopie bietet sich daher besonders bei der Analyse von leichten Elementen mit Z>2 an, weil es sich um einen Prozess mit drei partizipierenden Elektronen handelt. Abbildung 2.8 zeigt den Zusammenhang zwischen der Ordnungszahl des Elements und der spezifischen Energie der Auger-Elektronen besonders deutlich. Anhand dieser kann man dem charakteristischen Silber-Signal bei $351\,eV$ einen MNN-Übergang zuordnen. Entsprechend ist der Sauerstoff-Peak bei $503\,eV$ ein KLL- und der Eisen-Peak bei $703\,eV$ ein LMM-Übergang.

Im Rahmen dieser Arbeit dient AES zunächst zur qualitativen Auswertung der Oberfläche, da hierdurch die Reinheit des Substrats und der hergestellten Schichten bestätigt werden kann. Dabei muss die elementabhängige Sensitivität aus Abbildung 2.7 mit einbezogen werden. Diese berücksichtigt, dass ein Element mit einer höheren Ordnungszahl aufgrund der steigenden Röntgen-Fluoreszenz ein kleineres AES-Signal induziert als ein leichteres Element mit derselben Bedeckung. Die Sensitivitäten der verwendeten Elemente lauten $\sigma_{Ag,MNN}=0.95$, $\sigma_{Fe,LMM}=0.2$ und $\sigma_{O,KLL}=0.5$. Darüber hinaus ermöglicht die Auger-Elektronen-Spektroskopie prinzipiell die quantitative Analyse einer Oberfläche, z.B. zur näheren Bestimmung der Stöchiometrie der Eisenoxidfilme. In [16] geschieht die quantitative Auswertung in Form einer Schichtdickenbestimmung. Hierzu trägt man in diesem Fall die relativen Intensitäten (siehe Gleichung 2.10) von Eisen und Sauerstoff gegen die Frequenzänderung des Schwinquartzes $\Delta f [Hz]$ auf.

$$I_{rel}^{FeO_x} = \frac{\frac{I_{Fe}}{\sigma_{Fe}} + \frac{I_O}{\sigma_O}}{\frac{I_{Ag}}{\sigma_{Ag}} + \frac{I_{Fe}}{\sigma_{Fe}} + \frac{I_O}{\sigma_O}}$$
(2.10)

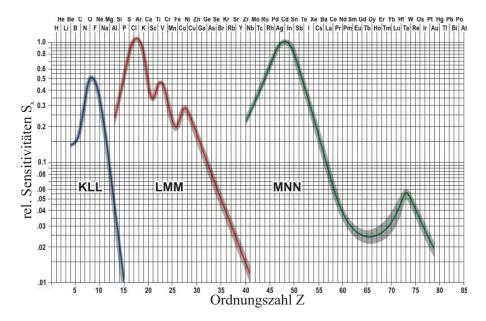


Abbildung 2.7: Übersicht über die elementspezifischen Sensitivitäten der Auger-Elektronen-Spektroskopie. Die Grafik wurde aus [25] entnommen und stammt ursprünglich aus [26].

Die Eisenoxidschicht wird aufgrund der zunächst unbekannten Massenverhältnisse mit dem Index FeO_x versehen. Die Messpunkte folgen für eine wachsende Schichtdicke einem exponentiellen Verlauf gemäß:

$$I_{rel}^{FeO_x}(D) = 1 - e^{-\alpha \cdot c \cdot \Delta f}$$
$$= 1 - e^{-\alpha D}. \tag{2.11}$$

In dieser Gleichung ist $c=\frac{D}{\Delta f}$, wobei D die Schichtdicke und α die inverse mittlere freie Weglänge der Auger-Elektronen im jeweiligen Material bezeichnet.

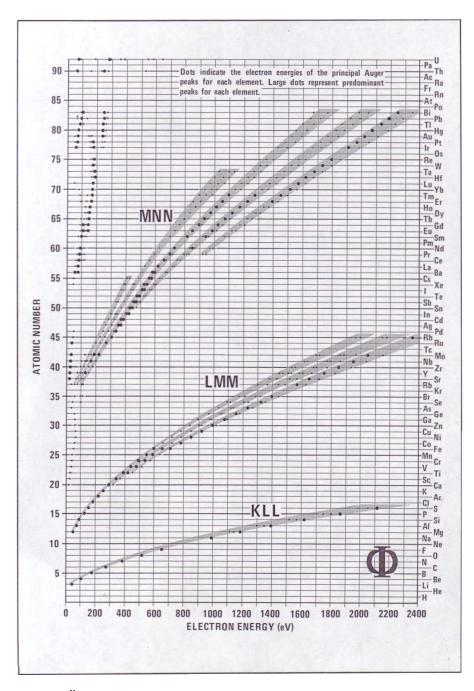


Abbildung 2.8: Übersicht über die elementspezifischen Energien der charakteristischen Auger-Übergänge in Abhängigkeit von der Ordnungszahl. Die Grafik wurde aus [26] entnommen.

2.3 Oberflächenstrukturen

In der Festkörperphysik werden unter anderem die Eigenschaften von Kristallen untersucht, die sich entgegen amorphen Festkörpern durch eine langreichweitige Periodizität der Einheitszellen auszeichnen. In der Oberflächenphysik bezeichnet man die Einkristalle als halb-unendliche Festkörper und betrachtet die Oberfläche getrennt vom Volumen. Diese besteht aus den obersten Atomlagen, deren Eigenschaften und Periodizitäten sich von denen des Festkörpers unterscheiden. Ein Grund hierfür ist die Kompensation der ungesättigten chemischen Bindungen, den sogenannten dangling bonds. Da eine Oberfläche dennoch den energetisch günstigsten Zustand anstrebt, werden bei Metallen häufig Relaxationen in Form einer Überstruktur oder auch Rekombinationen ausgebildet.

In dieser Arbeit wird die Beugung an der (111)-Oberfläche einer kubisch-flächenzentrierten Kristallstruktur analysiert. Eine zweidimensionale Einheitszelle mit den Basisvektoren \vec{a}_1 und \vec{a}_2 im realen bzw. \vec{a}_1^* und \vec{a}_2^* im reziproken Raum ist in Abbildung 2.9 dargestellt.

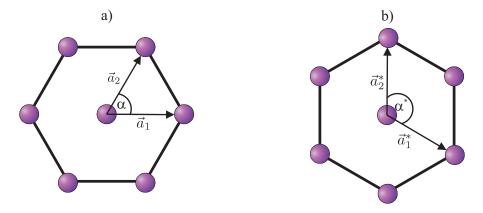


Abbildung 2.9: Schematische Darstellung der (111)-Oberflächeneinheitszelle eines kubisch-flächenzentrierten Gitters im realen und im reziproken Raum. Eingezeichnet sind die Gittervektoren \vec{a}_1 und \vec{a}_2 im realen bzw. \vec{a}_1^* und \vec{a}_2^* im reziproken Raum mit dem eingeschlossenem Winkel α bzw. α^* .

2.4 Wachstumsarten

Beim Aufwachsen eines Films auf einem kristallinen Substrat unterscheidet man grundsätzlich drei Formen des Wachstums. Diese sind in Abbildung 2.10 gegen- übergestellt. Ist die Oberflächenenergie des Adsorbats deutlich höher als die des Substrats, erfolgt in der Regel ein Volmer-Weber-Wachstum. Dabei bildet der Film Inseln auf der Oberfläche, die erst durch deren Zusammenschluss vollständig bedeckt wird. Weisen die Oberflächenenergien von Adsorbat und Substrat eine klei-

nere Differenz auf oder variiert diese mit wachsender Schichtdicke, kann man die Entstehung des Films durch ein Stranski-Krastanov-Wachstum erklären. Hierbei wird zunächst eine Monolage (wetting layer) ausgebildet, anschließend erfolgt das Aufwachsen in Form von Inseln. Wenn die Oberflächenenergie des Substrats höher ist als die des Adsorbats, wachsen die Atomlagen in der Regel Schicht für Schicht auf. Dieses Verhalten wird Frank-van-der-Merve-Wachstum genannt.

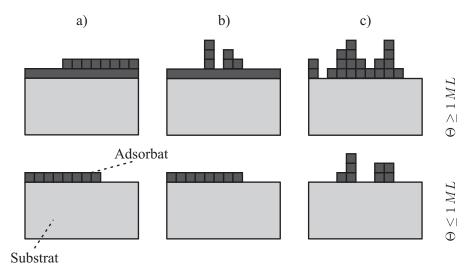


Abbildung 2.10: Übersicht der Wachstumsarten von dünnen Filmen. Hier sind für zwei Bedeckungen $\Theta \leq 1 \text{ML}$ und $\Theta \geq 1 \text{ML}$ a) das Frank-van-der-Merve-, b) das Stranski-Krastanov- und c) das Volmer-Weber-Wachstum dargestellt.

In Abbildung 2.11 ist der Zusammenhang aus der freien Oberflächenenthalpie zwischen Substrat und Vakuum γ_{SV} , Substrat und Film γ_{SF} sowie Film und Vakuum γ_{FV} dargestellt. Man sieht leicht, dass ein Adsorbat Tropfen ausbildet, sobald γ_{SF} und der zur Oberfläche parallele Anteil $\gamma_{FV} \cdot \cos \theta$ eine größere Kraft ausüben als die Adhäsion zwischen Adsorbat und Substrat. Liegt das Kräfteungleichgewicht auf der anderen Seite, wird die Oberfläche gleichmäßig benetzt.

Die Oberflächenenergie von Ag(111) beträgt $\gamma_{Ag(111)}=1,250\frac{J}{m^2}$ [27,28] und diejenige von Eisen $\gamma_{Fe(110)}=2,430\frac{J}{m^2}$ [29]. Diese Werte treffen zwar keine exakten Aussagen über die Adhäsion zwischen den beiden Medien, legen aber die Vermutung nahe, dass Eisen auf Silber zum Volmer-Weber- oder zumindest zum Stranski-Krastanov-Wachstum neigt. Die genaue Oberflächenenergie von FeO(111) ist nicht bekannt. In [18] ist jedoch das nicht-statistische Wachstum von FeO(001) und FeO(111) auf Ag(001) gezeigt. Zum Vergleich beträgt die Oberflächenenergie von FeO(001) $\gamma_{FeO(001)}=1,050\frac{J}{m^2}$ [30]. Ebenso ist in [14] angegeben, dass FeO(111) auf Ag(111) im Stranski-Krastanov-Wachstum entsteht. Da es sich bei Pt(111) und Ag(111) um metallische Substrate mit hexagonalen Oberflächeneinheitszellen handelt, ist zu vermuten, dass sich das Aufwachsverhalten von FeO(111) auf diesen ähnelt. Die Oberflächenenergie von Pt(111) beträgt $\gamma_{Pt(111)}=2,475\frac{J}{m^2}$ [28].

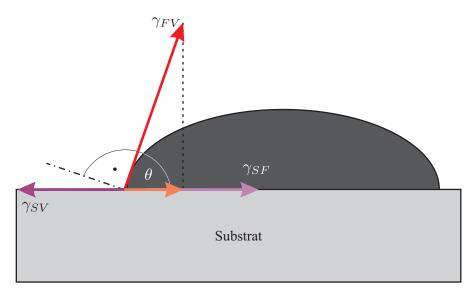


Abbildung 2.11: Schematische Darstellung der Tropfenbildung auf einer Substratoberfläche bei einem genügend großen Kräfteungleichgewicht. Dabei ist γ_{SV} die freie Oberflächenenthalpie zwischen Substrat und Vakuum, γ_{SF} die zwischen Substrat und Film und γ_{FV} die zwischen Film und Vakuum. Die Grafik wurde aus [16] entnommen und angepasst.

3 Materialsystem

Für diese Bachelorarbeit dienen Ag(111)-Einkristalle als Substrate, deren Eigenschaften im folgenden Kapitel 3.1 vorgestellt werden. Auf diese Substrate werden verschiedene Eisenoxidschichten aufgedampft, weshalb in den Kapiteln 3.3.1, 3.3.2 sowie 3.3.3 eine Übersicht der unterschiedlichen Eisenoxidphasen erfolgt.

3.1 Silber

Das Element Silber zählt mit der Ordnungszahl Z=47 zu den 3d-Übergangsmetallen. Es zeichnet sich in der kompakten Form durch eine glänzende Oberfläche und eine gute Verformbarkeit aus. Aufgrund der Dichte von $\rho_{Ag,20^{\circ}C}=10,49\,\frac{g}{cm^3}$ wird es den Schwer- und bedingt durch die Reaktionsträgheit den Edelmetallen zugeordnet. Silber weist zudem eine hohe thermische ($\kappa=429\,\frac{W}{m\cdot K}$) und die höchste elektrische Leitfähigkeit ($\sigma=61,35\cdot 10^6\,\frac{A}{V\cdot m}$) auf. Der Schmelzpunkt von Silber liegt bei 962°C, bei niedrigeren Temperaturen bildet es eine kubisch-flächenzentrierte (fcc, engl.: face centered cubic) Kristallstruktur mit einer Gitterkonstanten von $a_{Ag[100]}=4,09\,\text{Å}$. Diese wird in Abbildung 3.1 in Form einer Einheitszelle repräsentiert.

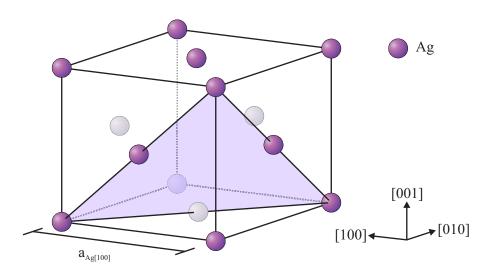


Abbildung 3.1: Kubisch-flächenzentrierte Volumeneinheitszelle von Silber mit eingezeichneter [111]-Ebene und $a_{Aq[100]} = 4,09$ Å.

Eisen Materialsystem

Die Oberfläche des Ag(111)-Substrats entspricht der in Abbildung 3.1 mit einem Dreieck skizzierten Gitterebene. Hierbei handelt es sich in diesem Fall um eine der zum [111]-Gittervektor senkrechten Ebenen, die aus hexagonalen Oberflächeneinheitszellen besteht. Diese wird in Abbildung 3.2 gezeigt. Die Gitterparameter in der Oberfläche haben die Werte $a_{Ag[11\bar{2}]}=5,01\,\text{Å}$ und $a_{Ag[1\bar{1}0]}=2,89\,\text{Å}$. Der Lagenabstand der Gitterebenen ergibt sich aus der Raumdiagonalen der Volumeneinheitszelle zu $d_{Ag(111)}=2,36\,\text{Å}$.

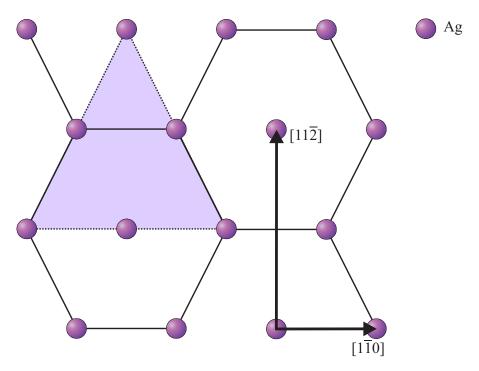


Abbildung 3.2: Hexagonale Oberflächene
inheitszellen von Ag(111) mit eingezeichneten Gittervektoren, deren Länge durch
 $a_{Ag[11\overline{2}]}=5,01\,\text{Å}$ und $a_{Ag[1\overline{1}0]}=2,89\,\text{Å}$ gegeben ist. Das angedeutete Dreieck entspricht der in Grafik 3.1 skizzierten [111]-Ebene.

3.2 Eisen

Das Übergangselement Eisen besitzt die Ordnungszahl Z=26. Es ist eines der stabilsten Elemente und weist eine thermische Leitfähigkeit von $\kappa=80 \frac{W}{m \cdot K}$ sowie eine elektrische Leitfähigkeit von $\sigma=10,02\cdot 10^6 \frac{A}{V\cdot m}$ auf. Der Schmelzpunkt von Eisen liegt bei 1538°C. Unterhalb von 910°C (sowie zwischen 1390°C und 1538°C) existiert es als stabile α -Modifikation Ferrit. Dieses bildet eine kubischraumzentrierte (bcc, engl.: body centered cubic) Kristallstruktur mit einer Gitterkonstanten von $a_{\alpha-Fe}=2,87\,\text{Å}$. Oberhalb von 910°C kristallsiert Eisen in der allotropen γ -Modifikation Austenit aus. Dieses weist eine kubisch-flächenzentrierte Kristallstruktur mit einer Gitterkonstanten von $a_{\gamma-Fe}=3,65\,\text{Å}$ auf. Da die Her-

Materialsystem Eisen

stellung der Eisenoxidschichten im Rahmen dieser Arbeit jedoch bei deutlich niedrigeren Temperaturen stattfindet, wird Austenit nicht eingehender betrachtet.

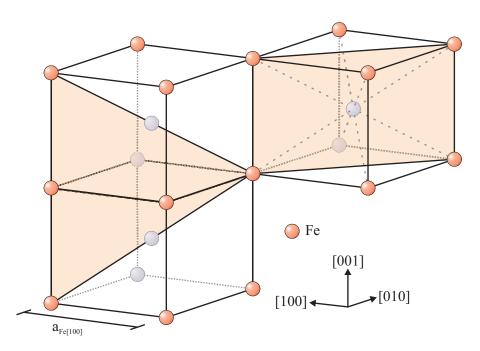


Abbildung 3.3: Kubisch-raumzentrierte Volumeneinheitszelle von Eisen mit eingezeichneter [110]-Ebene und $a_{Fe[100]} = a_{Fe[110]} = 2,87 \text{ Å}$.

Mithilfe von Röntgen-Photoelektronenbeugung (XPD, engl.: X-ray photoelectron diffraction) wurde in [19] bestätigt, dass Eisen auf der (111)-Oberfläche von Silber bei Raumtemperatur als bcc-Fe(110) aufwächst. Dabei wurde festgestellt, dass das Wachstum in drei um jeweils 120° gedrehten Domänen geschieht. In Abbildung 3.3 befindet sich deshalb die schematische Darstellung einer kubisch-raumzentrierten Einheitszelle von Eisen mit einer skizzierten [110]-Ebene. Die quasi-hexagonale Oberflächeneinheitszelle von Fe(110) wird in Abbildung 3.4 gezeigt. Die Gitterparameter in der Oberfläche haben die Werte $a_{Fe[\bar{1}10]}=4,06$ Å und $a_{Fe[00\bar{1}]}=2,87$ Å. Der Lagenabstand der Gitterebenen ergibt sich aus der Raumdiagonalen der Volumeneinheitszelle zu $d_{Fe(110)}=2,03$ Å. Eisen kann in den Oxidationsstufen II und III vorliegen, was eine Vielzahl von chemischen Bindungen ermöglicht. Hierzu gehören auch die im Folgenden aufgelisteten Eisenoxidphasen.

Eisenoxide Materialsystem

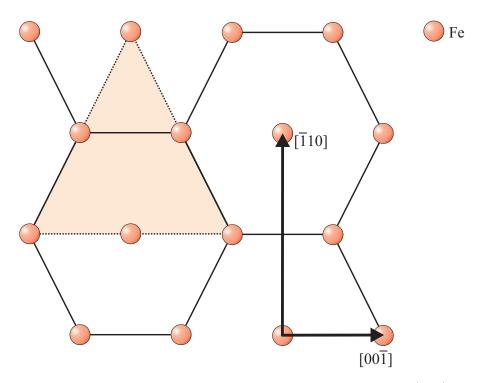


Abbildung 3.4: Quasi-hexagonale Oberflächeneinheitszellen von Fe(110) mit eingezeichneten Gittervektoren, deren Länge durch $a_{Fe[\bar{1}10]}=4,06\,\text{Å}$ und $a_{Fe[00\bar{1}]}=2,87\,\text{Å}$ gegeben ist. Das angedeutete Dreieck entspricht der in Grafik 3.3 skizzierten [110]-Ebene.

3.3 Eisenoxide

In diesem Kapitel erfolgt eine Übersicht über die wichtigsten Eisenoxide. Da sich die Charakterisierung vornehmlich auf FeO (siehe Kapitel 3.3.1) beschränkt, wird dieses detaillierter beschrieben. Eine kurze Abhandlung über die Verbindungen Fe_3O_4 sowie die Fe_2O_3 -Modifikationen erfolgt in den Abschnitten 3.3.2 und 3.3.3.

3.3.1 Wüstit (*FeO*)

Das Eisen(II)-Oxid Wüstit besitzt die chemische Stöchiometrie FeO. Es wird auch als $Fe_{(1-x)}O$ bezeichnet, weil es sich bei Raumtemperatur metastabil verhält und durch Eisenfehlstellen stabilisiert wird. Gemäß der in [31] beschriebenen Reaktion disproportioniert es bei Temperaturen unterhalb von 560°C zu:

$$4 F e^{II} O \Longrightarrow F e^{II} F e_2^{III} O_4 + \text{Fe.}$$
 (3.1)

Der tatsächliche Anteil von Eisenionen wird deshalb durch den Index (1-x) repräsentiert und beträgt zwischen 0,83 und 0,95 [32]. Wüstit kristallisiert in der

Material system Eisenoxide

Natriumchloridstruktur mit einer Gitterkonstanten von $a_{FeO[100]}=4,33\,\text{Å}$ und einem Lagenabstand von $d_{FeO(100)}=2,17\,\text{Å}$ aus. Man kann diese Struktur als zwei ineinander geschobene fcc-Gitter der Fe^{2+} - und der O^{2-} -Ionen verstehen. In Abbildung 3.5 wird anhand einer schematischen Volumeneinheitszelle gezeigt, dass Wüstit in [111]-Richtung aus Fe^{2+}/O^{2-} -Bilagen in hexagonal-dichtester Kugelpackung mit einer ABC-Stapelfolge besteht². Die Werte für die Gitterkonstanten in der Oberfläche lauten $a_{FeO[11\overline{2}]}=5,30\,\text{Å}$ und $a_{FeO[1\overline{10}]}=3,06\,\text{Å}$.

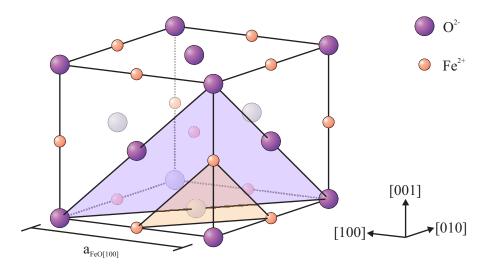


Abbildung 3.5: Kubisch-flächenzentrierte Volumeneinheitszelle von FeO mit eingezeichneter Fe^{2+}/O^{2-} -Bilage in [111]-Richtung. Die kubische Gitterkonstante beträgt $a_{FeO[100]}=4,33\,\text{Å}$. Die Gitterparameter in der Oberfläche sind $a_{FeO[11\overline{2}]}=5,30\,\text{Å}$ und $a_{FeO[1\overline{10}]}=3,06\,\text{Å}$.

Äquivalent zur Zerfallsreaktion 3.1 herrscht zwischen FeO und Fe_3O_4 bei Raumtemperatur folgende Gleichgewichtsreaktion:

$$Fe^{II}Fe_2^{III}O_4 \rightleftharpoons 6 Fe^{II}O + O_2. \tag{3.2}$$

Überschreitet FeO die Temperatur von 560°C, liegt es stabil in einer nichtstöchiometrischen Verbindung vor. Die Schmelztemperatur von Wüstit beträgt 1369°C.

3.3.2 Magnetit (Fe_3O_4)

Magnetit ist ein Eisen(II,III)-Oxid und weist im Allgemeinen die chemische Stöchiometrie $Fe_3O_4 = Fe^{II}Fe_2^{III}O_4$ auf. Für Verbindungen des Typs AB_2C_4 ist die

²Diese sind der Grund für die mit der Schichtdicke korrelierende Oberflächenenergie. Jede der Doppellagen weist ein senkrecht zur Oberfläche gerichtetes Dipolmoment auf, welches bei geringen Bedeckungen von $\Theta \leq 2,5ML$ noch durch Undulationen kompensiert werden kann [12].

Eisenoxide Materialsystem

Spinellstruktur weit verbreitet. Magnetit kristallisiert in der davon abgeleiteten inversen Spinellstruktur aus. Dabei sind in einem kubisch-flächenzentrierten Grundgitter aus O^{2-} -Ionen ein Achtel der Tetraederplätze von Fe^{3+} - und je ein Viertel der Oktaederplätze von Fe^{2+} - sowie Fe^{3+} -Ionen belegt (siehe Abbildung 3.7).

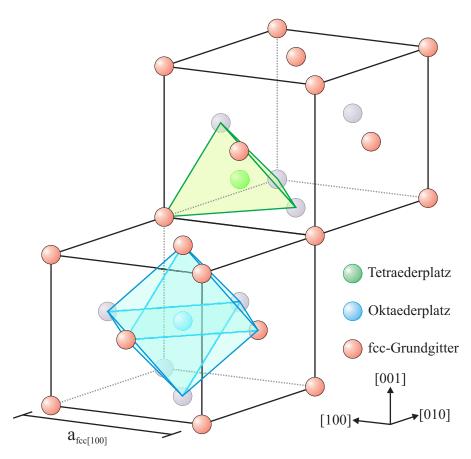


Abbildung 3.6: Kubisch-flächenzentrierte Volumeneinheitszelle von O^{2-} -Ionen mit eingezeichneten Tetraeder-(grün) und Oktaederplätzen(blau).

Diese Kristallstruktur wird als inverses Spinellgitter bezeichnet, weil die Besetzung der Tetraeder- und Oktaederlücken im Vergleich zur üblichen Spinellstruktur zum Teil vertauscht ist. Die Volumeneinheitszelle von Fe_3O_4 hat die Größe von insgesamt acht der in Abbildung 3.6 schematisch dargestellten fcc-Einheitszellen, so dass jedes Fe^{2+} - von vier O^{2-} - und jedes Fe^{3+} - von sechs O^{2-} -Ionen umgeben ist. Dementsprechend beinhaltet die gesamte Einheitszelle von Magnetit 56 Teilchen, davon 32 Sauerstoff- und 24 Eisenionen. Der Gitterparameter des inversen Spinells lautet $a_{Fe_3O_4[100]} = 8,40 \,\text{Å}$, der Lagenabstand $d_{Fe_3O_4[100]} = 2,10 \,\text{Å}$. Die Schmelztemperatur beträgt 1538°C.

Material system Eisenoxide

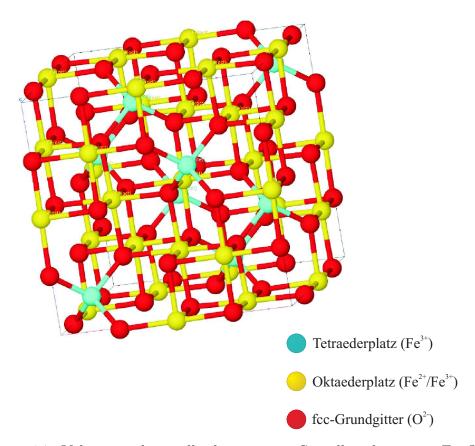


Abbildung 3.7: Volumeneinheitszelle der inversen Spinellstruktur von Fe_3O_4 , die aus acht der in Grafik 3.6 gezeigten Einheitszellen besteht. Jedes Fe^{2+} - ist von vier, jedes Fe^{3+} - von sechs O^{2-} -Ionen umgeben. Die Gitterkonstante beträgt $a_{Fe_3O_4[100]} = 8,40\,\text{Å}$, der Lagenabstand $d_{Fe_3O_4[100]} = 2,10\,\text{Å}$. Die Grafik wurde aus [33] entnommen und angepasst.

3.3.3 Hämatit $(\alpha - Fe_2O_3)$ und Maghemit $(\gamma - Fe_2O_3)$

Bei Hämatit handelt es sich um die stabile α -Modifikation des Eisen(III)-Oxids mit der chemischen Stöchiometrie Fe_2O_3 . Es weist eine Schmelztemperatur von 1565°C auf und kristallisiert in einer tetragonalen (pseudohexagonalen) Struktur aus. Es verleiht dem Rost seine rotbraune Färbung und dient auch als Pigment. Maghemit ist ebenfalls ein reines Eisen(III)-Oxid, seine Kristallstruktur ähnelt jedoch der des Magnetits. Man spricht in diesem Fall von einem defektreichen Spinell, da anstelle der von Fe^{2+} -Ionen besetzten Oktaederlücken Leerstellen auftreten. Ähnlich wie Fe_3O_4 weist es ferrimagnetische Eigenschaften auf (daher das Präfix mag). Die genaue Schmelztemperatur von Maghemit ist nicht bekannt, dürfte aber aufgrund der genannten Ähnlichkeit zwischen der von Hämatit und Magnetit liegen. Die Gitterkonstante der Defektspinell-Struktur beträgt 8, 33 Å $\leq a_{\gamma-Fe_2O_3[100]} \leq 8, 35$ Å [34] und der Lagenabstand 2, 08 Å $\leq a_{\gamma-Fe_2O_3[100]} \leq 2, 09$ Å.

3.4 Gitterfehlanpassungen

Eingangs wurde erwähnt, dass das Aufwachsen von Eisenoxidphasen stark von den Herstellungsbedingungen abhängt. Einer der daran beteiligten Faktoren ist die Übereinstimmung der Kristallgitter, die anhand der Gitterfehlanpassung (GFA) beurteilt wird. Mit dem Abstand zum nächsten Nachbaratom a_{NN} in der Oberflächeneinheitszelle ergibt sich diese zu:

$$GFA = \frac{|a_{NN}(Adsorbat) - a_{NN}(Substrat)|}{a_{NN}(Adsorbat)}.$$
 (3.3)

Da Fe(110) nur eine quasi-hexagonale Oberflächeneinheitszelle aufweist, ist es zu Ag(111) inkommensurabel. Deswegen muss die Gitterfehlanpassung entlang der beiden Richtungsvektoren in der Oberfläche betrachtet werden. Hierzu unterscheidet man zwischen a_{NN} (in $[00\overline{1}]$ -Richtung) und $a_{Reihe,Fe(110)} = \frac{a_{Fe[100]}}{\sqrt{2}}$ (in $[\overline{1}10]$ -Richtung). Den Reihenabstand vergleicht man dann mit dem Wert des Ag(111)-Kristalls, der $a_{Reihe,Ag(111)} = a_{NN} \cdot \cos 30^{\circ} = 2,50$ Å beträgt. Da es sich bei FeO(111) um eine hexagonale Oberflächenstruktur handelt, ist die Gitterfehlanpassung für dieses Material gegenüber Ag(111) in beiden Richtungen wiederum gleich. Eine Übersicht der Gitterfehlanpassungen für die verwendeten Materialien ist in Tabelle 3.1 abgebildet. Die übrigen, zuvor eingeführten Eisenoxidphasen Fe_3O_4 , α - Fe_2O_3 sowie γ - Fe_2O_3 werden hier nicht näher erläutert, da deren Gitterfehlanpassung zu Ag(111) keine Relevanz für die Analyse in dieser Arbeit besitzt.

	$a_{NN}[\text{Å}]$	d[Å]	GFA
Ag(111)	2,89	2,36	-
Fe(110), $[00\overline{1}]$	2,87	2,03	0,7%
Fe(110), $[\bar{1}10]$	$a_{Reihe} = 2,03$	2,03	23,2%
FeO(111)	3,06	2,50	5,56%

Tabelle 3.1: Tabellarische Gegenüberstellung der bei der Herstellung von Eisenoxidschichten auf Ag(111)-Substraten auftretenden Gitterfehlanpassungen mit dem Abstand zum nächsten Atom a_{NN} bzw. dem Reihenabstand a_{Reihe} und dem Lagenabstand d.

Die Gitterfehlanpassung von Fe(110) ist gegenüber dem Ag(111)-Substrat in der $[\overline{1}10]$ -Richtung mit 23,2% sehr hoch. Dies führt zu einer erhöhten Oberflächenenergie, was das aus der Literatur bekannte statistische Wachstum von Fe(110) auf Ag(111)-Substraten erklärt [35].

4 Experimentelle Grundlagen

Dieses Kapitel stellt den experimentellen Hintergrund und den Versuchsaufbau dieser Arbeit dar. Dabei wird zunächst auf die Notwendigkeit von Ultrahochvakuum (UHV), später auf den detaillierten Aufbau der UHV-Kammer eingegangen. In den darauf folgenden Abschnitten werden die zugehörigen Messapparaturen, bestehend aus AES- und SPA-LEED-Optik, vorgestellt. Außerdem wird das Vorgehen bei der Substratpräparation und der Schichtherstellung in den Kapiteln 4.4 und 4.5 dokumentiert.

4.1 Ultrahochvakuum (UHV)

Unter Ultrahochvakuum versteht man nach wissenschaftlicher Konvention einen Druck zwischen 10^{-7} und 10^{-12} mbar. Es weist eine Moleküldichte von etwa 10^9 bis $10^4 \frac{1}{cm^3}$ auf und dient in erster Linie dazu, eine Reaktion der Oberfläche mit Restgasteilchen zu unterbinden. Ein Grund hierfür ist, dass die hochrein präparierte Festkörpergrenzfläche über die Dauer eines Experiments eine nahezu unveränderte Oberflächenbeschaffenheit aufweisen, die Verunreinigungsdichte also vernachlässigbar klein sein muss. Am verwendeten Versuchsaufbau beträgt der Basisdruck der Kammer durch die Kombination einer Drehschieber-, einer Turbomolekularund einer Ionengetterpumpe $10^{-10}\,mbar$. Dies führt dazu, dass die Ausbildung einer geschlossenen Lage Fremdpartikel mehrere Tage in Anspruch nimmt (bei Atmosphärendruck geschieht dies unter Vernachlässigung der Desorption in wenigen Nanosekunden, vgl. [36]).

Des Weiteren ist das Vakuum Voraussetzung für die korrekte Funktion der verwendeten Untersuchungsmethoden (siehe Kapitel 2). Diese beschleunigen zur Oberflächenanalyse Elektronen auf die Probe, die den Einkristall bei Umgebungsdruck aufgrund der zahlreichen Teilchenstöße nicht einmal erreichen würden. Unter UHV-Bedingungen beträgt die mittlere freie Weglänge hingegen bis zu $10^5\,km$.

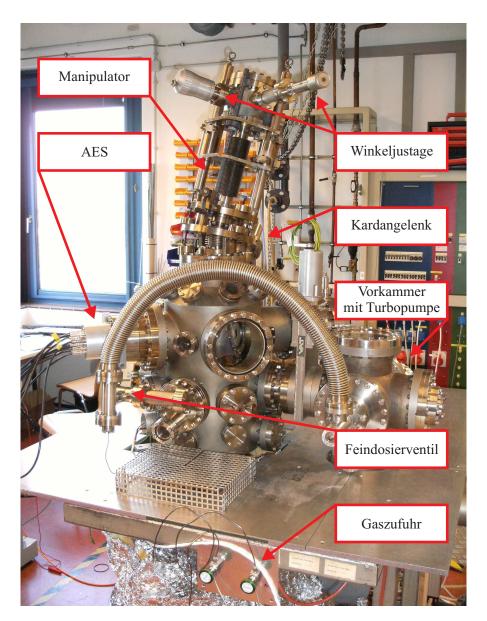


Abbildung 4.1: Vorderseite der verwendeten UHV-Kammer. Der Wellbalg ist über die Vorkammer mit dem Pumpsystem verbunden und dient der Evakuierung der Gaszufuhr, die mit Argon oder Sauerstoff gefüllt werden kann. Die Grafik wurde aus [16] entnommen und angepasst.

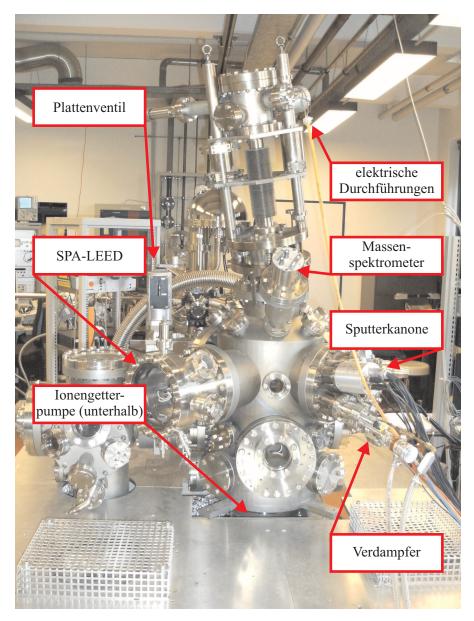


Abbildung 4.2: Rückseite der verwendeten UHV-Kammer. Der Filamentstrom und die Hochspannung für die Probenheizung wird an den elektrischen Durchführungen angelegt. Die Grafik wurde aus [16] entnommen und angepasst.

4.2 Auger-Elektronen-Spektroskop

Die Anregung des in Kapitel 2.2 beschriebenen Auger-Effekts geschieht an der verwendeten Optik durch eine Elektronenkanone mit einer einstellbaren Energie von $2\,keV \le E \le 5\,keV$. Diese kann theoretisch auch energiereicher sein, die einzige Bedingung ist die Anregbarkeit innerer Atomschalen des bestrahlten Materials. Die Primäranregung kann durch Ablenkelektroden sowie eine Lochanode auf die Probe fokussiert werden. Die Detektion der herausgelösten Auger-Elektronen geschieht mithilfe eines Sekundärelektronenvervielfachers und wird in Form eines Spektrums aller kinetischen Energien aufgenommen. Diese sind aufgrund der spezifischen Energiedifferenz des Übergangs (vgl. Gleichung 2.9) unabhängig von der Energie des einfallenden Elektronenstrahls. Da der durch Primärelektronen verursachte Untergrund jedoch linear mit der Energie korreliert, betrachtet man im Anschluss an eine Messung das differenzierte Spektrum. Dieser wird hierdurch nahezu vollständig entfernt, so dass man anhand der Peak-to-Peak-Verhältnisse die Konzentration der einzelnen Elemente an der Oberfläche bestimmen kann. Die Intensität wird dann als Differentialquotient folgender Form dargestellt:

$$I(E) = \frac{\mathrm{d}N}{\mathrm{d}E}.\tag{4.1}$$

Das an der verwendeten UHV-Kammer befestigte Spektroskop verfügt über einen Zylinderanalysator (CMA, engl.: cylindrical mirror analysator). Bei diesem ist der innere Zylinder wie die Probe geerdet und der äußere liegt auf einem Potential. Die detektierbare Energie der Sekundärelektronen am Analysator beträgt $0\,eV \leq E_{kin} \leq 2\,keV$ [26]. Dadurch wird die mittlere freie Weglänge der Auger-Elektronen (die Ausdringtiefe aus der Probe) auf $1-100\,\text{Å}$ eingeschränkt. Selbst eine höhere Primäranregung würde keine tieferen Auger-Elektronen erzeugen. Zur Justage der Entfernung von Probe und Auger-Elektronen-Spektroskop wird vor jeder Messung das Signal der elastisch zurückgestreuten Elektronen kalibriert. Die Qualität des aufgezeichneten Spektrums und insbesondere das Signal-zu-Rausch-Verhältnis sind abhängig von der Emissionsrate der Elektronenkanone und der Rauheit der Probe.

4.3 SPA-LEED-Optik

Die Untersuchung der Oberflächenmorphologie geschieht in dieser Arbeit mithilfe einer SPA-LEED-Optik. Diese basiert prinzipiell auf der von DAVISON und GER-MER im Jahr 1927 entdeckten Elektronenbeugung an Kristalloberflächen. Eine schematische Darstellung der verwendeten SPA-LEED-Optik, die von Scheithauer et al. [21] in den 1980er und 1990er Jahren erweitert wurde, befindet sich in Abbildung 4.3. Die theoretischen Grundlagen hierzu befinden sich in Kapitel 2.1. Diese verwendet zur Emission des Elektronenstrahls ein negativ geladenes Wolfram-Filament. Zudem verfügt die Optik über einen WEHNELT-Zylinder, der den Elek-

tronenstrahl punktförmig bündelt. Durch eine Kanonen- und eine Kristalllinse werden die einfallenden Elektronen auf die Probe und die gebeugten Elektronen auf das Channeltron fokussiert. Da der Detektor in diesem Fall nicht hinter der Elektronenquelle platziert ist, kann im Gegensatz zum LEED auch der Reflex 0-ter Ordnung aufgelöst werden. Zwischen den beiden genannten Linsen durchläuft der Elektronenstrahl eine Anordnung aus Oktopol-Ablenkplatten. Mit diesen lässt sich der Einfallswinkel der Elektronen ϵ auf die Probe variieren. Nach der EWALD-Konstruktion in Kapitel 2.1.1 kann hierdurch ein größerer Teil des reziproken Raums abgetastet werden.

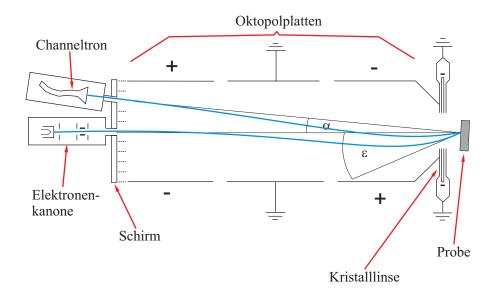


Abbildung 4.3: Schematischer Aufbau der SPA-LEED-Optik. Ein möglicher Strahlengang der Elektronen ist blau hervorgehoben. Die Grafik wurde aus [22] entnommen und angepasst.

4.4 Präparation des Substrats

Die Untersuchungen am Substrat und den hergestellten Schichten geschieht wie in Kapitel 4.1 beschrieben in einer UHV-Kammer. Zur Präparation werden die Ag(111)-Substrate nach dem Einschleusen mit einer Sputterkanone von adsorbierten Fremdatomen gereinigt. Hierzu setzt man die Probe bei einer Temperatur von $250\,^{\circ}C$ für 30 Minuten einer Argonatmosphäre von 10^{-4} mbar aus. Die einströmenden Argonatome werden von der sputter ion gun durch Elektronenstoßanregung

ionisiert und mit einer Hochspannung von $700\,V$ auf das Substrat beschleunigt. In Abbildung 4.4 ist schematisch gezeigt, wie die Oberfläche durch eine Stosskaskade von Fremdatomen befreit wird.

Im Anschluss wird die durch das Sputtern aufgeraute Substratoberfläche bei einer Temperatur von $650\,^{\circ}C$ ausgeheilt. Diese wird durch die erhöhte Beweglichkeit der Atomrümpfe von Strukturdefekten und Relaxationen befreit. Daraufhin erfolgt eine qualitative Analyse der chemischen Zusammensetzung mithilfe von Auger-Elektronen-Spektroskopie. Solange Adsorbate detektiert werden, wird dieses Vorgehen der Probenpräparation wiederholt.

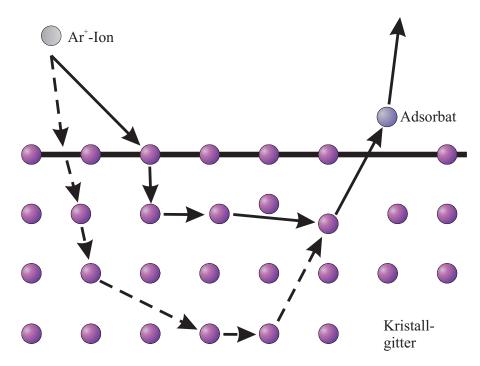


Abbildung 4.4: Schematische Darstellung einer durch ein Ar^+ -Ion ausgelösten Stoßkaskade im Kristallgitter. Die Grafik wurde aus [16] entnommen und angepasst.

4.5 Herstellung von Eisenoxidschichten

In dieser Arbeit wird die Molekularstrahlepitaxie (MBE, engl.: molecular beam epitaxy) dazu verwendet, kristalline Strukuren auf die Ag(111)-Substrate aufzudampfen. Dazu werden sequentiell sehr dünne Eisenschichten mit einer Bedeckung von $\Theta \leq 1$ ML aufgebracht und einem Sauerstoffdruck von 10^{-5} mbar ausgesetzt (vgl. [19]). Nachdem dieser mithilfe eines Feindosierventils eingestellt ist, wird die Probe für 10 Minuten auf eine Temperatur von $150\,^{\circ}C$ erwärmt. Dieser Vorgang wird wiederholt, bis die gewünschte Schichtdicke erreicht ist. Die genauen Eigenschaften des Schichtwachstums sind in Kapitel 2.4 dargelegt.

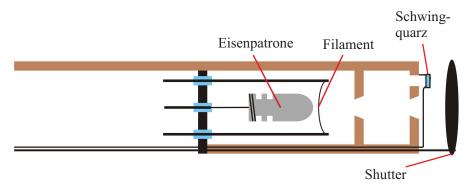


Abbildung 4.5: Schematische Darstellung eines Verdampfers für die Sublimation von Eisenprojektilen. Die Grafik wurde aus [37] entnommen und angepasst.

In Abbildung 4.5 befindet sich eine schematische Darstellung der verwendeten Verdampfer. Die thermische und elektronische Anregung eines Heizfilamentes wird dadurch unterstützt, dass das Verdampfergut auf einer positiven Hochspannung von $1000\,V$ liegt. Das sorgt dafür, dass Eisenatome in die Gasphase sublimieren und in Richtung des Substrats beschleunigt werden. Mithilfe eines Shutters lassen sich die Zeit und damit die aufgedampfte Stoffmenge abstimmen. Eine einfache Fokussierung geschieht an der Austrittsöffnung des Verdampfers durch zwei durchbohrte Kupferplatten, die zur Wärmeabfuhr wassergekühlt werden. Dort befindet sich außerdem ein Schwingquarz zur relativen Schichtdickenbestimmung. Dessen Oszillationsfrequenz beträgt $f_0 = 10\,MHz$ und sinkt proportional zur aufgedampften Stoffmenge m:

$$\Delta f = \frac{f_0^2 \cdot m}{\rho_Q \cdot N \cdot A} \tag{4.2}$$

Dabei ist ρ_Q die Quarzdichte, A die Quarzfläche und $N=1,67\cdot 10^6\, Hz\cdot mm$.

5 Messergebnisse und Diskussion

5.1 Analyse des Ag(111)-Substrats

5.1.1 AES

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Ag(111)-Substrate verwendet, deren Präparation ausführlicher in Kapitel 4.4 erläutert wird. Im Anschluss an die hierzu notwendigen Sputter-/Heizzyklen geschah eine qualitative Analyse der Oberflächenreinheit mithilfe des Auger-Elektronen-Spektroskops. In Abbildung 5.1 ist das Auger-Spektrum eines gereinigten Substrats dargestellt, in dem man den MNN-Übergang von Silber bei einer Elektronenenergie von $351\,eV$ erkennen kann. Die bei $250\,eV$ sowie $280\,eV$ auftretenden Signale können diesem ebenfalls zugeordnet werden. Im Gegensatz dazu werden keine Verunreinigungen der Oberfläche, wie z.B. durch Kohlenstoff (bei $271\,eV$) oder Sauerstoff (bei $503\,eV$), detektiert. Dass das Spektrum vergleichsweise rauscharm ist, lässt eine geordnete Oberflächenstruktur vermuten. Dies wird im Anschluss mit der Beugung langsamer Elektronen überprüft.

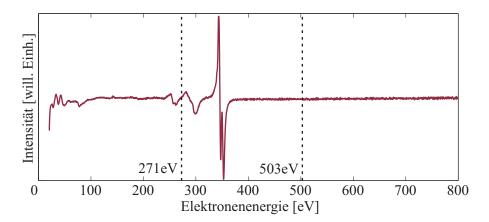


Abbildung 5.1: Auger-Spektrum eines gereinigten Ag(111)-Substrats mit dem charakteristischen MNN-Übergang von Silber bei $351\,eV$.

5.1.2 SPA-LEED

Die Analyse der Oberflächenmorphologie der Ag(111)-Substrat geschieht mithilfe der in Kapitel 4.3 vorgestellten SPA-LEED-Optik. Dabei werden zweidimensionale

Beugungsbilder der gesamten Oberfläche und laterale *Linescans* der Reflexe angefertigt. Die SPA-LEED-Software *Spa 4.1* gibt deren Abstände prozentual zur Brillouin-Zone an. Diese ist die Fourier-Transformierte der Wigner-Seitz-Zelle und beschreibt die kleinste Einheitszelle im reziproken Gitter.

In Abbildung 5.2 wird ein Beugungsbild der gereinigten Substratoberfläche gezeigt, das bei einer Energie von $108\,eV$ ($S_{Ag(111)}=4,0$) aufgenommen wurde. Zuvor wurde die Probe ausgehend von [19] bei einer Temperatur von $400\,^{\circ}C$ für 30 Minuten ausgeheilt. Der Untergrund und die großen Halbwertsbreiten der Reflexe deuten auf eine schlecht geordnete Oberfläche hin. Aus diesem Grund wurde die Probe in mehreren Schritten (mit zwischenzeitlicher Kontrolle durch beide Analysemethoden) bis auf $650\,^{\circ}C$ erhitzt. Erst bei dieser Temperatur wies das SPA-LEED-Bild (siehe Abbildung 5.3) eine hexagonale (1x1)-Struktur mit einem geringen Untergrund und schmalen Beugungsreflexen auf. Beides sind Anzeichen für eine geordnete Kristalloberfläche. Weder wiederholtes, noch längeres Ausheilen der Probe über einen Zeitraum von 12 Stunden brachte eine weitere Verbesserung der Kristallstruktur im Hinblick auf die Ordnung und die mittlere Terassenbreite mit sich.

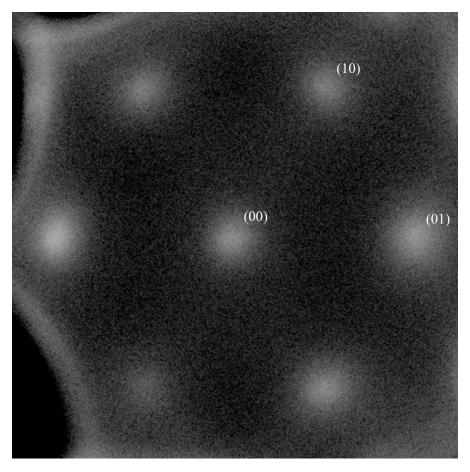


Abbildung 5.2: Zweidimensionales SPA-LEED-Beugungsbild einer gereinigten Ag(111)-Oberfläche, die bei $400\,^{\circ}C$ ausgeheilt wurde. Die Grafik wurde bei einer Energie von $108\,eV$ aufgenommen.

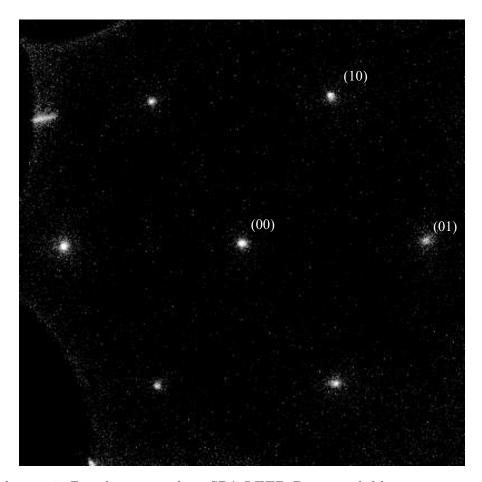


Abbildung 5.3: Zweidimensionales SPA-LEED-Beugungsbild einer gereinigten Ag(111)-Oberfläche, die bei $650\,^{\circ}C$ ausgeheilt wurde. Die Grafik wurde bei einer Energie von $108\,eV$ aufgenommen.

Neben den zweidimensionalen wurden auch eindimensionale Bilder der Beugungsreflexe aufgenommen. Ein Profil des (00)-Reflexes in Richtung des (01)-Spots, das ebenfalls bei einer Energie von $108\,eV$ aufgenommen wurde, ist in Abbildung 5.4 dargestellt. Die ermittelten Werte wurden mithilfe des MATLAB-Programms ReflexFit angepasst. Der zentrale Reflex wird dabei durch einen GAUSS- und die diffuse Schulter durch einen LORENTZ-Fit beschrieben. Die Halbwertsbreite der LORENTZ-Funktion korreliert mit der Energie (vgl. Kapitel 2.1.2), so dass deren Varianz zwischen In- und Out-Phase einen Wert für $\Delta \vec{K}_{\parallel}$ liefert. Mit $\Delta \vec{K}_{\parallel} = 0,6\,\%BZ$ und dem Reihenabstand $a_{Reihe,Ag(111)} = 2,50\,\text{Å}$ kann die mittlere Terrassenbreite bestimmt werden zu:

$$\Gamma_{Ag(111)} = \frac{100 \% \cdot a_{Reihe, Ag(111)}}{\Delta K_{\parallel}} \approx 42 \, nm.$$
(5.1)

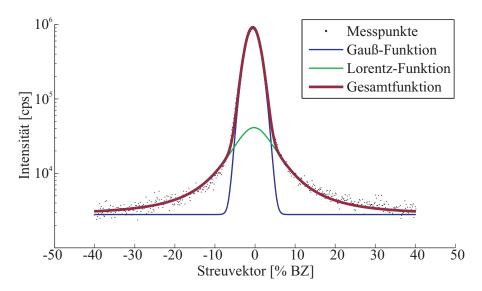


Abbildung 5.4: Reflexprofil des (00)-Reflexes aus Abbildung 5.3 in (01)-Richtung.

Zusammenfassend kann man konstatieren, dass die am verwendeten Aufbau gemessene Temperatur unter Umständen deutlich von den Angaben in anderen Quellen, wie z.B. aus [19], abweicht. Dies kann durch die Anbringung des Thermoelements zwischen Filament und Probenhalter bedingt sein. Möglicherweise ist deshalb die Temperatur des Substrats geringer als der angezeigte Wert, weil dieses durch einen Abstandshalter und ein rückseitig befestigtes Tantalblech vom Heizdraht abgeschirmt wird. Nichtsdestotrotz belegen die zweidimensionalen Aufnahmen mit dem SPA-LEED, dass sich der Einkristall bei $650\,^{\circ}C$ ordnet. Es treten keine Satelliten oder zusätzlichen Beugungsreflexe auf, was darauf schließen lässt, dass auf der Oberfläche keine Überstrukturen oder Facetten vorliegen.

5.2 AES an Eisenoxidschichten

Im Anschluss an die Untersuchung des gereinigten Ag(111)-Substrats wurden auf dieses mit dem in Kapitel 4.5 vorgestellten Verfahren Eisenoxidfilme aufgebracht. Deren Herstellung sieht das wiederholte Aufdampfen dünner Eisenfilme mit anschließender Oxidation vor. Da diese nach jeder einzelnen Schicht analysiert wurden, erfolgt in Abbildung 5.5 die Gegenüberstellung der Auger-Spektren in Abhängigkeit von der Frequenzänderung des Schwingquartzes. Anhand dieser Grafik kann man erkennen, dass das Verhältnis von Silber zu Eisen und Sauerstoff wie erwartet sinkt. Ein Ausschnitt aus diesen Spektren, der die Eisen- und Sauerstoff-Peaks genauer auflöst, befindet sich in Abbildung 5.6. Dabei sollte beachtet werden, dass nur die Peak-to-Peak-Verhältnisse der Elemente in Relation gesetzt werden. Diese können für Silber, Eisen und Sauerstoff einfach abgelesen werden.

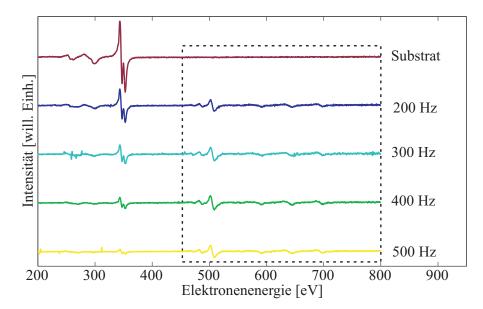


Abbildung 5.5: Vergleich der Auger-Spektren von Eisenoxidschichten mit wachsender Bedeckung. Das gestrichelte Rechteck ist vergrößert in Abbildung 5.6 dargestellt.

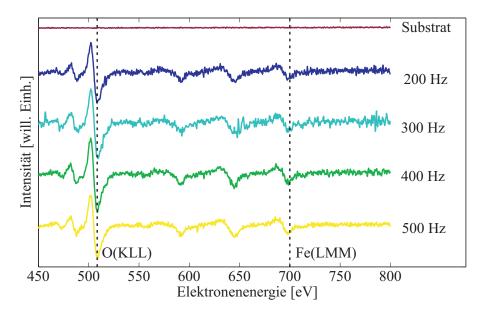


Abbildung 5.6: Vergrößerte Darstellung des gestrichelten Rechtecks aus Abbildung 5.5. Zur besseren Sichtbarkeit wurden der KLL-Übergang von Sauerstoff und der LMM-Übergang von Eisen gekennzeichnet sowie alle Intensitäten mit dem Faktor 5 multipliziert.

Mit dem in Gleichung 2.10 vorgestellten Formalismus kann hieraus die relative Intensität der Eisen- und Sauerstoff-Signale gegen die Frequenzänderung des

Schwingquartzes aufgetragen werden. Dies ist in Abbildung 5.7 dargestellt. Die genaue Schichtdicke berechnet sich aus dem Fitparameter in Gleichung 2.11, der in diesem Fall $c=0,0198\frac{\mathring{\rm A}}{Hz}$ beträgt. Eine Schicht, deren Frequenzänderung sich am Schwingquartz auf $\Delta f=100\,Hz$ beläuft, weist dementsprechend eine Bedeckung von $D=1,98\,\mathring{\rm A}$ auf. Die gesamte Schicht besitzt mit $\Delta f_{ges}=500\,Hz$ also eine Dicke von $D_{ges}\approx 10\pm 2\,\mathring{\rm A}$. Ausgehend vom Fitparameter wurde in Abbildung 5.7 zusätzlich eine Skalierung zur Bedeckung eingefügt.

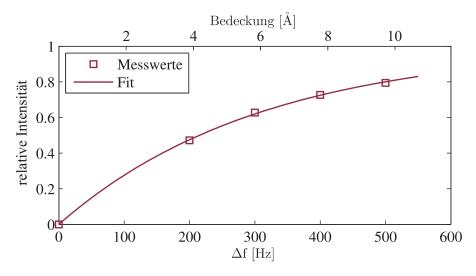


Abbildung 5.7: Relative Intensität der Eisen- und Sauerstoff-Signale in Abhängigkeit der Frequenzänderung des Schwingquartzes. Durch Gleichung 2.11 kann aus dem Fitparameter $c=0,0198\frac{\text{Å}}{\text{Hz}}$ auf die Bedeckung geschlossen werden.

5.3 Elektronenbeugung an Eisenoxidschichten

Auf die qualitative Analyse anhand der im vorherigen Kapitel 5.2 gezeigten Auger-Spektren folgte während der sequentiellen Schichtherstellung die Anfertigung von Beugungsbildern mit SPA-LEED. In Abbildung 5.8 sind einige ausgewählte Beispiele für unterschiedliche Schichtdicken dargestellt. Man sieht, dass der Untergrund mit wachsender Bedeckung zunimmt und die hexagonale (1x1)-Struktur des Substrats bis zu einer Schicht von $\Delta f = 300\,Hz$ detektiert werden kann. Bei noch dickeren Eisenoxidfilmen konnte kein Beugungsbild mehr aufgezeichnet werden. Aus den dazugehörigen Linescans (hier nicht gezeigt) kann man ablesen, dass die Halbwertsbreite der diffusen Schulter des (00)-Reflexes mit steigender Bedeckung zunimmt. Darüber hinaus lässt das verschwindende Beugungsbild des Ag(111)-Substrats und der stattdessen zunehmende Untergrund auf einen amorph aufwachsenden Eisenoxidfilm schließen. Um dessen Kristallstruktur zu ordnen, wurde die gesamte Schicht im Anschluss an das wiederholte Aufdampfen und Oxidieren aus-

geheilt. Dies wird in den Kapiteln 5.4.1 und 5.4.2 für zwei Eisenoxidschichten mit unterschiedlichen Bedeckungen näher ausgeführt.

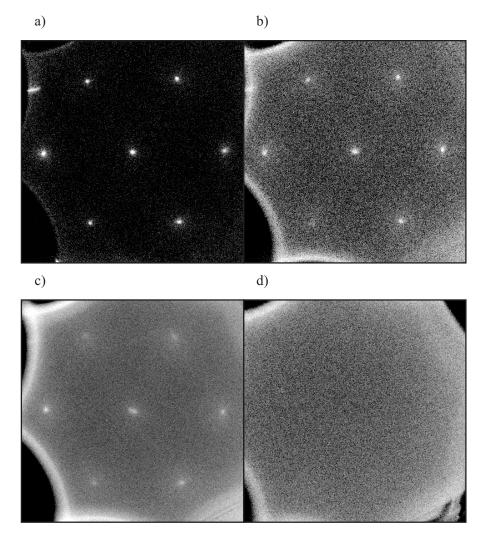


Abbildung 5.8: Zweidimensionale SPA-LEED-Beugungsbilder von a) Substrat und Eisenoxidschichten mit einer Bedeckung b) $\Delta f = 200 Hz$, c) $\Delta f = 300 Hz$ und d) $\Delta f = 400 Hz$. Die Grafiken wurden jeweils bei einer Energie von $108\,eV$ aufgenommen.

5.4 Auswirkungen des Heizens

5.4.1 Eisenoxidfilm mit einer Bedeckung von $D=10\pm 2 \text{Å}$

Die im vorherigen Abschnitt 5.3 abgebildeten Grafiken lassen bei ungeheizten Eisenoxidfilmen ein amorphes Wachstum vermuten. Um die Kristallstruktur zu ordnen, wurde eine Schicht mit einer Bedeckung von $D=10\pm2\text{\AA}$ zunächst bei einer

Temperatur von $400\,^{\circ}C$ ausgeheilt. Außerdem wurde anhand einer thermischen Anregung bei $500\,^{\circ}C$ eine mögliche Verbesserung des Resultats überprüft.

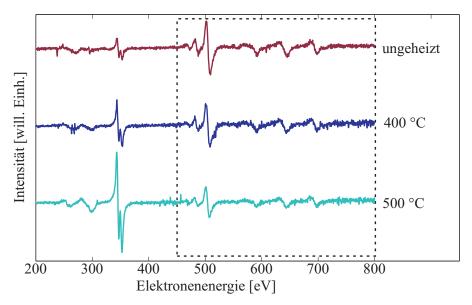


Abbildung 5.9: Vergleich der Auger-Spektren der Eisenoxidschicht mit einer Bedeckung von $D=10\pm2\,\text{Å}$ bei unterschiedlichen Temperaturen. Das Rechteck ist vergrößert in Abbildung 5.10 dargestellt.

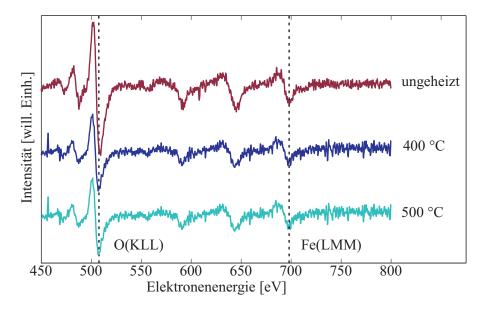


Abbildung 5.10: Vergrößerte Darstellung des gestrichelten Rechtecks aus Abbildung 5.9. Zur besseren Sichtbarkeit wurden der KLL-Übergang von Sauerstoff und der LMM-Übergang von Eisen gekennzeichnet sowie alle Intensitäten mit dem Faktor 3 multipliziert.

In Abbildung 5.9 sind die Auger-Spektren der ungeheizten und der geheizten

Eisenoxidschichten gegenübergestellt. Eine vergrößerte Darstellung der Eisen- und Sauerstoff-Peaks befindet sich in Abbildung 5.10. Anhand dieser erkennt man, dass das Verhältnis von Silber zu Eisen und Sauerstoff mit zunehmender Temperatur steigt. Vergleicht man über die verschiedenen Temperaturen nur die Intensitäten der Eisen- und Sauerstoff-Signale miteinander, stellt man im Rahmen des Größtfehlers ein gleichbleibendes Verhältnis fest. In Abbildung 5.11 werden darüber hinaus einige Beugungsbilder des Eisenoxidfilms nach unterschiedlich heißem Ausheilen gezeigt.

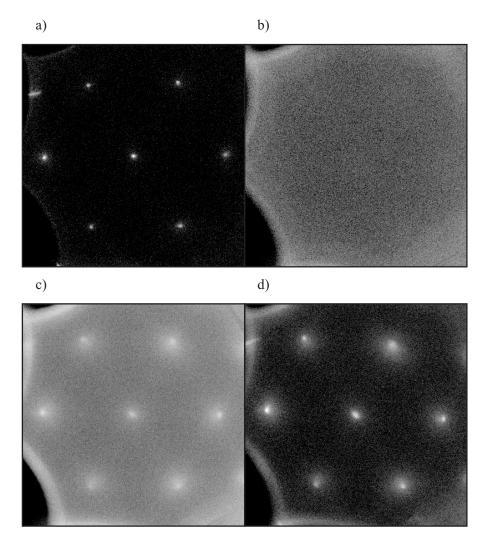


Abbildung 5.11: Zweidimensionale SPA-LEED-Beugungsbilder a) des Substrats sowie der Eisenoxidschicht mit einer Bedeckung von $D=10\pm2\,\text{Å}$ nach dem Ausheilen bei b) $150^{\circ}C$, c) $400\,^{\circ}C$ und d) $500\,^{\circ}C$. Die Grafiken wurden bei einer Energie von $108\,eV$ aufgenommen.

Diese belegen, dass die Temperaturerhöhung eine Verbesserung im Hinblick auf die wiedererkennbare (1x1)-Struktur liefert. Die Reflexe sind allerdings selbst nach

dem Heizen bei $500\,^{\circ}C$ nicht so scharf definiert wie das SPA-LEED-Bild des reinen Substrats in Abbildung 5.3 und weisen zudem eine asymmetrische Verzerrung auf. Darüber hinaus hat sich im Vergleich zu den anderen, von dieser Probe angefertigten Beugungsbildern der Verkippungswinkel der reziproken Oberfläche um etwa $\Delta \alpha \approx 3.5^{\circ}$ geändert.

Für die letzte Beobachtung konnte bisher keine Erklärung gefunden werden. Die übrigen Indizien sprechen dafür, dass es sich an der Oberfläche nicht um reines Ag(111) aus dem Substrat handelt, wenn man eine Desorption des Eisenoxidfilms ausschließt. Stattdessen könnte durch Segregation aus dem Substrat eine Mischstruktur aus FeO(111) und Ag(111) entstanden sein. Dies würde ebenfalls das im Vergleich zu Eisen und Sauerstoff steigende Peak-to-Peak-Verhältnis des Augerstoff-Signals von Silber ergründen. Da sich das Verhältnis der Eisen- und Sauerstoff-Signale nicht ändert, kann man davon ausgehen, dass sich die chemische Stöchiometrie der Eisenoxidschicht durch das Ausheilen der Probe nicht ändert.

5.4.2 Eisenoxidfilm mit einer Bedeckung von $D = 5 \pm 2 \text{Å}$

In diesem Kapitel wird die im vorherigen Abschnitt 5.4.1 vermutete Segregation des Silbers aus dem Substrat durch eine Eisenoxidschicht eingehender untersucht. Dabei stellt sich v.a. die Frage, ob eine Temperatur gefunden werden kann, bei der der Eisenoxidfilm bereits eine geordnete Oberflächenstruktur aufweist, aber noch kein Silber an die Oberfläche segregiert. Zu Beginn wurde das Substrat deshalb mit diversen Sputter-/Heizzyklen präpariert sowie mit einer Eisenoxidschicht bedampft. Diese wurde in drei Schritten gemäß dem in Kapitel 4.5 beschriebenen Verfahren hergestellt und wies eine Bedeckung von $D=5\pm2\text{Å}$ auf. Um daraufhin die Temperaturabhängigkeit der Silberdiffusion darstellen zu können, wurde dieser Film in Schritten von $50\,^{\circ}C$ bis zu einer Temperatur von $650\,^{\circ}C$ geheizt und mithilfe von Auger-Elektronen-Spektroskopie untersucht.

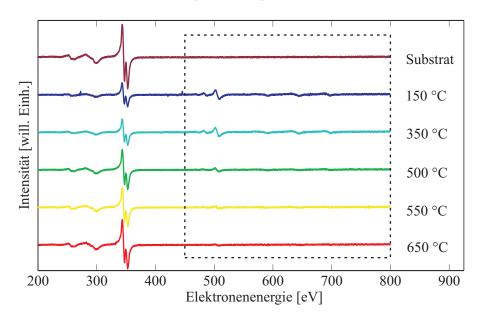


Abbildung 5.12: Vergleich der Auger-Spektren der Eisenoxidschicht mit einer Bedeckung von $D=5\pm2\,\text{Å}$ bei unterschiedlichen Temperaturen. Das Rechteck ist vergrößert in Abbildung 5.13 dargestellt.

Eine Gegenüberstellung der Auger-Spektren nach dem Ausheilen bei unterschiedlichen Temperaturen befindet sich in Abbildung 5.12. Man kann bei diesen Messkurven deutlich erkennen, dass das Verhältnis des Silber-Signals zu denen von Eisen und Sauerstoff mit zunehmender Temperatur steigt. Ein Ausschnitt dieser Spektren befindet sich in Abbildung 5.13, der analog zum vorherigen Kapitel 5.4.1 bestätigt, dass sich das Verhältnis der Eisen- und Sauerstoff-Peaks nicht ändert. Aus den Messkurven kann außerdem das Peak-to-Peak-Verhältnis von Silber, Eisen und Sauerstoff abgelesen werden. Setzt man diese Werte mit den Sensitivitätsfaktoren aus Abbildung 2.7 in Gleichung 2.10 ein, kann man die relative Intensität des Ag-Signals gegen die Heiztemperatur auftragen. Dies ist in Abbildung 5.14 darge-

stellt. In dieser Grafik erkennt man, dass das Verhältnis von Silber zu Eisen und Sauerstoff an der Oberfläche bereits ab einer Temperatur von $300\,^{\circ}C$ steigt.

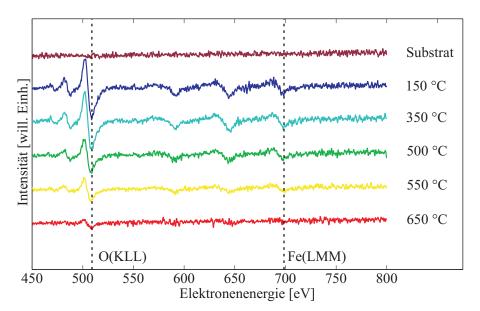


Abbildung 5.13: Vergrößerte Darstellung des gestrichelten Rechtecks aus Abbildung 5.12. Zur besseren Sichtbarkeit wurden der KLL-Übergang von Sauerstoff und der LMM-Übergang von Eisen gekennzeichnet sowie alle Intensitäten mit dem Faktor 5 multipliziert.

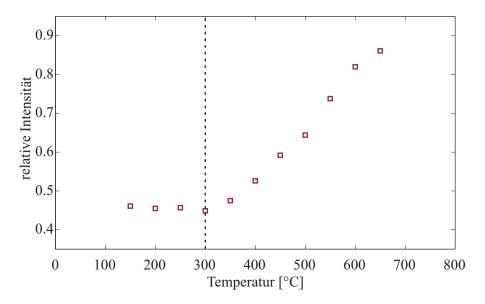


Abbildung 5.14: Vergleich der relativen Intensität von Silber in Abhängigkeit von der Temperatur bei einer Schicht der Dicke $D=5\pm 2\,\text{Å}.$

In Abbildung 5.15 sind die Beugungsbilder des Eisenoxidfilms mit einer Bedeckung

von $D=5\pm 2$ Å dargestellt. Diese wurden nach dem Ausheilen der Probe bei unterschiedlichen Temperaturen angefertigt. Hierbei kann man für die bei $150^{\circ}C$ geheilte Probe eine hexagonale (1x1)-Struktur des Ag(111)-Substrats mit einem großen Untergrund beobachten. Im Anschluss an eine höhere thermische Anregung bei $200^{\circ}C$ deutet sich eine zusätzliche hexagonale Struktur an. Diese weist eine deutlich größere Halbwertsbreite als die des Ag(111)-Substrats auf und ist im Vergleich zum Zentrum der Brillouin-Zone verschoben. Nach dem Ausheilen bei $400^{\circ}C$ werden zwei unterschiedliche Strukturen detektiert und die bei $650^{\circ}C$ ausgeheilte Probe weist eine einzelne (1x1)-Struktur auf. Die Form und Größe der Reflexe lässt allerdings vermuten, dass es sich in Einklang mit dem Auger-Spektrum nicht um das Beugungsbild des reinen Ag(111)-Substrats handelt.

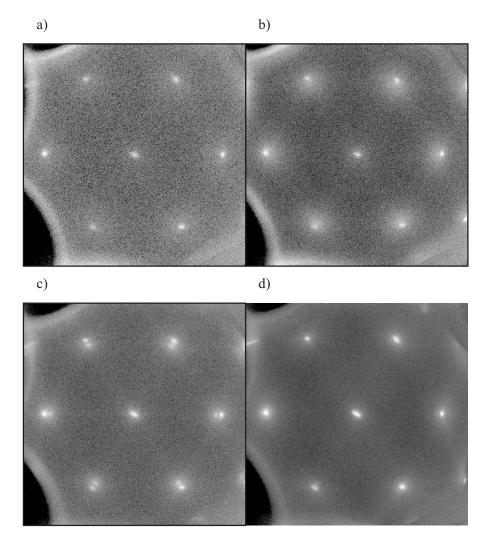


Abbildung 5.15: Zweidimensionale SPA-LEED-Beugungsbilder der Eisenoxidschicht mit einer Bedeckung von $D=5\pm2\text{Å}$ bei a) $T=150\,^{\circ}C$, b) $T=200\,^{\circ}C$, c) $T=400\,^{\circ}C$ und d) $T=650\,^{\circ}C$. Die Grafiken wurde bei einer Energie von $108\,eV$ aufgenommen.

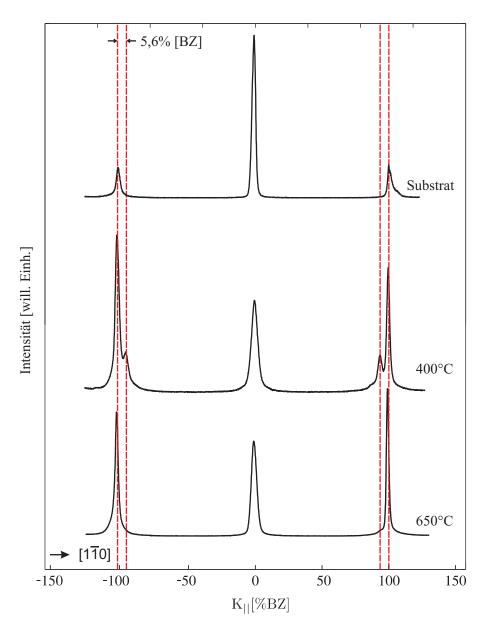


Abbildung 5.16: Eindimensionale SPA-LEED-Beugungsbilder der Eisenoxidschicht mit einer Bedeckung von $D=5\pm2\text{Å}$. Es ist das Substrat und der bei $T=400\,^{\circ}C$ bzw. $T=650\,^{\circ}C$ ausgeheilte Film dargestellt. Die Linescans wurde bei einer Energie von $108\,eV$ aufgenommen.

Bei einer Temperatur von $400^{\circ}C$ wird eine geordnete Struktur mit scharfen Beugungsreflexen detektiert. Dabei handelt es sich aller Voraussicht nach nicht um eine Überstruktur, weil in diesem Fall die Satelliten symmetrisch um einen zentralen Spot angeordnet wären. Zur genaueren Betrachtung der auftretenden Doppelstruktur wurde eine Profilaufnahme angefertigt, die in Abbildung 5.16 dargestellt ist. Die Beugungsreflexe verändern ihre relative Lage nicht, so dass es sich nicht um Facetten handeln kann. Ein weiteres Indiz dafür, dass diese von unterschied-

lichen Materialien stammen, ist, dass die nebeneinanderliegenden Strukturen ihr Interferenzverhalten unterschiedlich mit der Streuphase ändern. Dies deutet auf unterschiedliche Lagenabstände hin, so dass Bereiche der Oberfläche durch zwei Stoffe mit unterschiedlich großen hexagonalen Oberflächeneinheitszellen benetzt sein dürften. Möglicherweise handelt es sich nach dem Ausheilen bei einer Temperatur von $400^{\circ}C$ deshalb um koexistentes Eisenoxid und Silber, da der Abstand der Reflexe im Linescan der Gitterfehlanpassung von FeO(111) und Ag(111) entspricht (siehe Kapitel 3.4).

Aus den Beobachtungen kann man schließen, dass das Eisenoxid bei einer Bedeckung von $D=5\pm2\,\text{Å}$ zunächst amorph aufwächst, ehe es sich ab einer Ausheiltemperatur von $200^{\circ}C$ ordnet und kleine Domänen an der Oberfläche ausbildet. Gleichzeitig nimmt jedoch die relative Intensität von Silber im Spektrum der Auger-Elektronen zu, wohingegen die von Eisen und Sauerstoff sinkt. Dies lässt darauf schließen, dass mit steigender Temperatur Silber aus dem Substrat an die Oberfläche segregiert. Bei über $600\,^{\circ}C$ verschwindet das Signal des Eisenoxidfilms nahezu vollständig. Legt man eine Ausdringtiefe der Auger-Elektronen aus Silber von ca. 7 Å zugrunde (vgl. [38]), handelt es sich bei diesem Effekt entweder um eine starke Interdiffusion oder um eine Desorption des Films. Da sich die chemische Zusammensetzung des Films nicht ändert und das Beugungsbild der bei $650\,^{\circ}C$ ausgeheizten Probe nicht dem eines sauberen Substrats entspricht, ist eine Desorption des Adsorbats unwahrscheinlich. Es besteht hingegen die Möglichkeit, dass Silber aus dem Substrat an die Oberfläche diffundiert, jedoch aufgrund der darunterliegenden Mischstruktur keinen gut geordneten Film ausbildet.

In Kapitel 5.2 wird die Bedeckung eines Eisenoxidfilms berechnet. Prinzipiell erlaubt die Analyse der Auger-Spektren auch eine quantitative Bestimmung eines Zwei-Schicht-Systems aus Eisenoxid- und segregiertem Silberfilm. Diese wäre jedoch aufgrund zahlreicher zu treffender Annahmen umständlich und mit einem großen Fehler behaftet. Beispielsweise geschieht die Berechnung unter der Vernachlässigung von Interface-Bildung sowie weitergehender Interdiffusion des Substrats und der Schicht. Darüber hinaus muss man davon ausgehen, dass der Eisenoxidfilm nicht desorbiert und dessen Schichtdicke dementsprechend konstant ist.

6 Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurden ultradünne Eisenoxidschichten auf Ag(111)-Substraten mithilfe von SPA-LEED und AES untersucht. Hierbei wurden zuerst Filme unterschiedlicher Schichtdicken nach dem Verfahren sequentieller Herstellung aus [19] aufgedampft und analysiert. Anschließend wurde das zwischenzeitlich beobachtete Segregationsverhalten von Silber in Abhängigkeit der Temperatur studiert. Zusammenfassend lässt sich durch diese Charakterisierung sagen, dass die Herstellung geordneter FeO(111)-Schichten auf dem Ag(111)-Substrat mit einigen Schwierigkeiten verbunden ist. Dies ist vor allem dadurch bedingt, dass die Eisenoxidschicht bei Temperaturen zwischen $300^{\circ}C$ und $350^{\circ}C$ eine schlechte und erst ab $350^{\circ}C$ eine bessere Ordnung mit scharfen Reflexen im Beugungsbild aufweist, was man vor allem an der auftretenden Doppelstruktur in Abbildung 5.15 sehen kann. Bei dieser dürfte es sich aller Voraussicht nach um koexistente, geordnete FeO(111)- und Ag(111)-Domänen an der Oberfläche handeln. Facetten können in diesem Fall als Ursache für die aufgespaltenen Beugungsreflexe ausgeschlossen werden, weil diese ihre Position im k-Raum mit der Energie ändern würden. Allerdings stellt sich bei der thermischen Anregung bereits eine Diffusion des Substrats an die Oberfläche ein, so dass man bei $T \geq 350^{\circ}C$ von einer Mischschicht aus Silber und Eisenoxid ausgehen muss.

Aus diesem Grund stellt sich die Frage, welchen Einfluss die Schichtdicke auf diesen Effekt hat. Es handelt sich bei dem Film mit einer Bedeckung von $D = 10 \pm 2 \,\mathrm{A}$ bereits um eine, im Vergleich zu den Arbeiten von Ranke et al. und Waddill et al. relativ dicke Schicht FeO(111) [12, 19]. Man muss deshalb davon ausgehen, dass FeO(111) auf Ag(111) mit dem verwendeten Verfahren nicht geordnet herzustellen ist. Des Weiteren bleibt zu klären, um welche Art der Silbersegregation es sich handelt. Hierbei unterscheidet man u.a. zwischen säulenförmiger- und laminarer Diffusion. Da die Auger-Intensitäten von Eisen und Sauerstoff mit zunehmender Temperatur nur langsam abnehmen, kann man vermuten, dass Silber in Säulen aus dem Substrat an die Oberfläche segregiert. Andererseits kann dies nicht eindeutig bestimmt werden, weil Auger-Elektronen aufgrund ihrer Ausdringtiefe auch durch eine planar segregierende Silberschicht gelangen würden. An dieser Stelle würde sich deshalb die Untersuchung mit einer direkt abbildenden Analysemethode anbieten, die eine Auflösung der Oberflächenstrukturen ermöglicht. Sollte diese eine laminare Segregation nachweisen, kann analog zu Kapitel 5.2 unter der Annahme einer konstanten Eisenoxidschicht die Dicke des an die Oberfläche diffundierten Ag(111)-Films bestimmt und eingehender analysiert werden.

Die durch Fe_3O_4 bedingte (2x2)-Struktur wurde in dieser Arbeit zu keinem Zeit-

punkt nachgewiesen. Dies war zu erwarten, weil sich die Dicken der betrachteten Filme unterhalb der von Waddill et al. prognostizierten Schichtdicke zur Bildung von Fe_3O_4 bei $D \gtrsim 17$ Å befinden [19]. Undulationen der Wüstitschicht, wie sie auf anderen Substraten gefunden wurden (vgl. Kapitel 1), konnten auf den Ag(111)-Substraten nicht beobachtet werden. Stattdessen ist zu vermuten, dass die beschriebene Aufspaltung der Beugungsreflexe durch die Koexistenz von Ag(111) und FeO(111) entsteht, weil diese der Gitterfehlanpassung beider Spezies entspricht. Dies steht in Einklang mit den in [19] gezeigten Ergebnissen.

Literaturverzeichnis

- [1] Chen, J., M. Drakaki und J. L. Erskine: Chemisorption-induced change in thin-film spin anisotropy oxygen adsorption on the p(1x1) Fe/Ag(100) system. Phys. Rev. B, 45:3636, 1992.
- [2] Fujii, T., M. Takano, R. Katano, Y. Bando und Y. Isozumi: *CEMS study of the growth and properties of Fe3O4 films*. Journal of Crystal Growth, 99:606, 1990.
- [3] Anderson, J. F., M Kuhn, U. Diebold, K. Shaw, P. Stoyanov und D. Lind: Surface structure and morphology of Mg-segregated epitaxial Fe3O4(001) thin films on MgO(001). Phys. Rev. B, 56:9902, 1997.
- [4] Kim, W., K. Kawaguchi, N. Koshizaki, M. Sohma und T. Matsumoto: Fabrication and magnetoresistance of tunnel junctions using half-metallic Fe3O4. Journal of Applied Physics, 93:8032, 2003.
- [5] BALAKRISHNAN, K., S. K. ARORA und I. V. SHVETS: Strain relaxation studies of the Fe3O4 /MgO(100) heteroepitaxial system grown by magnetron sputtering. Journal of Physics: Condensed Matter, 16:5387, 2004.
- [6] VURENS, G. H., V. MAURICE, M. SALMERON und G. A. SOMORJAI: Growth, structure and chemical properties of FeO overlayers on Pt(100) and Pt(111). Surface Science, 268:170, 1992.
- [7] SHAIKHUTDINOV, SH. K., M RITTER und W. WEISS: Hexagonal heterolayer(s) on a square lattice: A combined STM and LEED study of FeO(111) on Pt(100). Phys. Rev. B, 62:7535, 2000.
- [8] Weiss, W., A. Barbieri, M. A. Van Hove und G. A. Somorjai: Surface structure determination of an oxide film grown on a foreign substrate: Fe3O4 multilayer on Pt(111) identified by low energy electron diffraction. Phys. Rev. Lett., 71:1848, 1993.
- [9] Barbieri, A., W. Weiss, M. A. van Hove und G. A. Somorjai: *Magnetite Fe3O4(111): surface structure by LEED crystallography and energetics*. Surface Science, 302:259, 1994.
- [10] Weiss, W.: Structure and composition of thin epitaxial iron oxide films grown onto Pt(111). Surface Science, 377-379:943, 1997.
- [11] RITTER, M., W. RANKE und W. WEISS: Growth and structure of ultrathin FeO films on Pt(111) studied by STM and LEED. Phys. Rev. B, 57:7240,

1998.

- [12] RANKE, W., M RITTER und W. WEISS: Crystal structures and growth mechanism for ultrathin films of ionic compound materials: FeO(111) on Pt(111). Phys. Rev. B, 60:1527, 1999.
- [13] SHAIKHUTDINOV, SH. K., M. RITTER, X.-G. WANG, H. OVER und H. Weiss: *Defect structures on epitaxial Fe3O4(111) films*. Phys. Rev. B, 60:11062, 1999.
- [14] Weiss, W. und M. Ritter: Metal oxide heteroepitaxy: Stranski-Krastanov growth for iron oxides on Pt(111). Phys. Rev. B, 59:5201, 1999.
- [15] LOPES, E. L., G. J. P. ABREU, R. PANIAGO, E. A. SOARES, V. E. DE CAR-VALHO und H.-D. PFANNES: Atomic geometry determination of FeO(001) grown on Ag(001) by low energy electron diffraction. Surface Science, 601:1239, 2007.
- [16] JENTSCH, S.: Epitaktische Eisenschichten auf Ag(001). Bachelorarbeit, Universität Osnabrück, 2010.
- [17] Bruns, D., I. Kiesel, S. Jentsch, S. Lindemann, C. Otte, T. Kuschel und J. Wollschläger: Structure and relaxation of FeO(111) monolayers on Ag(001), [PRE PRINT]. 2012.
- [18] JENTSCH, S.: Anfangsstadien des epitaktischen Wachstums von Eisenoxidfilmen auf Ag(001), [PRE PRINT]. Masterarbeit, Universität Osnabrück, 2012.
- [19] WADDILL, G. D. und O. OZTURK: Epitaxial growth of iron oxide films on Ag(111). Surface Science, 575:35, 2005.
- [20] SCHLUETER, C., M. LÜBBE, A. M. GIGLER und W. MORITZ: Growth of iron oxides on Ag(111) Reversible Fe2O3/Fe3O4 transformation. Surface Science, 605:1986, 2011.
- [21] SCHEITHAUER, U., G. MEYER und M. HENZLER: A new LEED instrument for quantitative spot profile analysis. Surface Science, 178:441, 1986.
- [22] GEVERS, SEBASTIAN: SPA-LEED-Untersuchungen von Praseodymoxidschichten auf Si(111)-Substraten. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2007.
- [23] WOLLSCHLÄGER, J., J. FALTA und M. HENZLER: Electron diffraction at stepped homogeneous and inhomogeneous surfaces. Applied Physics A: Materials Science & Processing, 50:57, 1990.
- [24] Bruns, D.: SPA-LEED-Untersuchungen zur Epitaxie von Praseodymoxidschichten auf Si(111). Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2008.
- [25] LANGER, T.: Untersuchung ultradünner Schichten mit Auger-Spektroskopie. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2008.
- [26] DAVIS, L. E., N. C. MACDONALD, P. W. PALMBERG, G. E. RIACH und R. E. Weber: *Handbook of Auger Electron Spectroscopy*. Physical Electronics

Literaturverzeichnis Literaturverzeichnis

- Division, Perkin-Elmer Corporation, zweite Auflage, 1976.
- [27] Tyson, W. R. und W. A. Miller: Surface free energies of solid metals -Estimation from liquid surface tension measurements. Surface Science, 62:267, 1977.
- [28] Boer, F. R. De, R. Boom, W. C. M. Mattens, A. R. Miedema und A. K. Niessen: *Cohesion in metals : transition metal alloys.* North-Holland Publishing Company, 1988.
- [29] VITOSA, L., A. V. RUBAN, H. L. SKRIVER und J. KOLLÁR: The surface energy of metals. Surface Science, 411:186, 1998.
- [30] HONDROS, E. D.: The effect of adsorbed oxygen on the surface energy of B.C.C. iron. Acta Metallurgica, 16:1377, 1968.
- [31] Brauer, G.: Handbuch der präparativen anorganischen Chemie, Band 3. Ferdinand Enke Verlag, dritte Auflage, 1981.
- [32] CORNELL, R. M. und U. Schwertmann: The Iron oxides: structure, properties, reactions, occurrences and uses. Wiley-VCH, zweite Auflage, 2003.
- [33] ZIMMERMANN, B.: Epitaktisches Wachstum und Charakterisierung ultradünner Eisenoxidschichten auf Magnesiumoxid(001). Dissertation, Universität Osnabrück, 2010.
- [34] Pecharromán, C., T. González-Carreño und J. E. Iglesias: The infrared dielectric properties of maghemite, gamma-Fe2O3, from reflectance measurement on pressed powders. Physics and Chemistry of Minerals, 22:21, 1995.
- [35] BEGLEY, A. M., D. TIAN, F. JONA und P. M. MARCUS: Study of ultrathin Fe films on Pd111), Ag111 and A1111. Surface Science, 280:289, 1993.
- [36] KIESEL, I.: SPA-LEED-Untersuchung von Eisenoxidschichten auf Ag(001). Masterarbeit, Universität Osnabrück, 2010.
- [37] Becker, T.: MOKE-Untersuchungen an ferromagnetischen Metallschichten. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2008.
- [38] MRÓZ, S.: Physical foundation of quantitative Auger analysis. Progress in Surface Science, 46:377, 1994.

Abbildungsverzeichnis

2.1	EWALD-Konstruktion für a) LEED- und b) SPA-LEED-Optik; aus [22]	5
2.2	Gangunterschied an einer Stufe der Höhe d	6
2.3	Zusammenhang zwischen Beugungsprofil und \vec{K}_{\parallel} für einfach gestufte	
	Oberflächen; aus [23]	7
2.4	Einheitszellen der kinematischen Beugungstheorie; aus [24]	8
2.5	Schema des Auger-Effekts; aus [16]	10
2.6	Vergleich der Wahrscheinlichkeiten von Auger-Effekt und Rönt-	
	GEN-Emission; aus [25]	11
2.7	Sensitivitäten der Auger-Elektronen-Spektroskopie; aus [26]	12
2.8	Energien der charakteristischen Auger-Übergänge; aus [26]	13
2.9	2D-Einheitszelle eines fcc-Gitters in (111)-Richtung, real und reziprok	14
2.10	Übersicht der Wachstumsarten	15
2.11	Tropfenbildung auf einer Oberfläche; aus [16]	16
3.1	Volumeneinheitszelle von Ag mit [111]-Ebene	17
3.2	Oberflächene inheitszellen von Ag(111) mit Gittervektoren	18
3.3	Volumeneinheitszelle von Fe mit [110]-Ebene	19
3.4	Oberflächene inheitszellen von Fe(110) mit Gittervektoren	20
3.5	Volumeneinheitszelle von FeO mit (111)-Ebene	21
3.6	Volumeneinheitszelle von O^{2-} -Ionen mit Tetraeder- und Oktaeder-	
	plätzen	22
3.7	Inverse Spinellstruktur von Fe_3O_4 ; aus [33]	23
4.1	Vorderseite der UHV-Kammer; aus [16]	26
4.2	Rückseite der UHV-Kammer; aus [16]	27
4.3	Aufbau des SPA-LEEDs; aus [22]	29
4.4	Stoßkaskade eines Ar^+ -Ions; aus [16]	30
4.5	Darstellung eines Eisenverdampfers; aus [37]	31
5.1	AES an reinem Ag(111)	33
5.2	SPA-LEED-Bild (2D) von bei $400^{\circ}C$ ausgeheiltem $Ag(111),E=$	
	$108 eV, S_{Ag(111)} = 4, 0 \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots$	34
5.3	SPA-LEED-Bild (2D) von bei 650° C ausgeheiltem Ag(111), E =	
	$108 eV, S_{Ag(111)} = 4, 0 \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots$	35
5.4	SPA-LEED-Bild (1D) von bei 650° C ausgeheiltem Ag(111), E =	
	$108 eV, S_{Aq(111)} = 4, 0 \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots$	36

5.5	AES-Spektren der Eisenoxidschichten mit wachsender Bedeckung .	37
5.6	AES-Spektren der Eisenoxidschichten mit wachsender Bedeckung	
	(Ausschnitt)	37
5.7	Relative Intensität der Eisen- und Sauerstoff-Signale gegen die Be-	
	deckung	38
5.8	SPA-LEED-Bilder (2D) von a) Substrat sowie b) $\Delta f = 200Hz$,	
	c) $\Delta f = 300Hz$ und d) $\Delta f = 400Hz$ aufgedampftem Eisenoxid,	
	$E = 108 eV \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots $	39
5.9	AES-Spektren der Eisenoxidschicht mit $D=10\pm 2\mathrm{\AA}$ bei unter-	
	schiedlichen Temperaturen	40
5.10	AES-Spektren einer Eisenoxidschicht ($D=10\pm 2\text{Å}$) in Abhängigkeit	
	von der Temperatur (Ausschnitt)	40
5.11	SPA-LEED-Bilder (2D) von a) Substrat sowie b) ungeheizter, c) bei	
	$400^{\circ}C$ und d) bei $500^{\circ}C$ ausgeheilter Eisenoxidschicht mit $D=$	
	$10 \pm 2 \text{ Å}, E = 108 eV \dots $	41
5.12	AES-Spektren der Eisenoxidschicht mit $D=5\pm 2\text{Å}$ bei unterschied-	
	lichen Temperaturen	43
5.13	AES-Spektren einer Eisenoxidschicht ($D=5\pm 2\text{Å}$) in Abhängigkeit	
	von der Temperatur (Ausschnitt)	44
5.14	Relative Intensität von Silber in Abhängigkeit von der Temperatur	
	$(D = 5 \pm 2 \text{ Å}) \dots \dots$	44
5.15	SPA-LEED-Bilder (2D) der bei a) $T = 150 ^{\circ}C$, b) $T = 200 ^{\circ}C$,	
	c) $T = 400$ °C und d) $T = 650$ °C ausgeheilten Eisenoxidschicht	
	$(D = 5 \pm 2\text{Å}), E = 108 eV \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots$	45
5.16	SPA-LEED-Bilder (1D) des Substrats und der bei $T=400^{\circ}C$ bzw.	
	$T=650^{\circ}C$ ausgeheilten Eisenoxidschicht ($D=5\pm2\text{Å}$), $E=108eV$	46

Danksagung

Mein Dank gilt all denjenigen Personen, die durch ihren Einsatz und ihre wertvollen Ratschläge maßgeblich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben. Hierzu zähle ich ohne pathetische Worte:

Prof. Dr. rer. nat. Joachim Wollschläger,

Prof. Dr. rer. nat. Michael Rohlfing,

Daniel Bruns,

Judith Eslage,

Klaudia, Richard K.-H. und Eike F. Lindemann,

Elisabeth und Gerhard Bartke,

die jetzigen und ehemaligen Bürokollegen und Arbeitsgruppenmitglieder sowie das Verwaltungs- und Werkstattspersonal des Fachbereichs.