

# Rastertunnelmikroskopie an epitaktischen Eisenschichten auf MgO(001)

Diplomarbeit

Autor: Christian Otte Betreuer: Prof. Dr. Joachim Wollschläger Zweitprüfer: Prof. Dr. Michael Reichling

Abgabe am 23. Dezember 2010

Hiermit versichere ich, diese Diplomarbeit selbständig und nur unter Verwendung der angegebenen Hilfsmittel angefertigt zu haben. Osnabrück, den 23. Dezember 2010

(Christian Otte)

## Inhaltsverzeichnis

1	Ein	Einleitung und Motivation					
<b>2</b>	The	heoretische Grundlagen					
	2.1	Rastertunnelmikroskopie	4				
		2.1.1 Eindimensionaler Tunneleffekt	4				
		2.1.2 Der Tunnelstrom	6				
		2.1.3 Messprinzip	7				
		2.1.4 Constant Height Mode	7				
		2.1.5 Constant Current Mode	8				
	2.2	Beugung niederenergetischer Elektronen					
	2.3	Photoelektronenspektroskopie	11				
		2.3.1 Photoelektrischer Effekt	11				
		2.3.2 Röntgenphotoelektronenspektroskopie	12				
		2.3.3 Effekte bei XPS Untersuchungen	13				
3 Materialsystem							
3.1 Das Substrat							
	3.2	Wachstumsprozesse auf Oberflächen	17				
4	Experimentelle Grundlagen						
	4.1 Die UHV Apparatur						
	4.2	Die STM Apparatur					
	4.3	Der Probenhalter					
	4.4	Die LEED Apparatur					
	4.5	Die XPS Apparatur	24				
4.6 Verdampfen von Eisen							
<b>5</b>	Messergebnisse		28				
	5.1	Voruntersuchungen an HOPG	28				
	5.2	Charakterisierung des Substrates MgO(001)	31				
		5.2.1 Präparation des Substrates $Mg0(001)$	31				
		5.2.2 Messergebnisse	31				
	5.3	Eisen auf $MgO(100)$					
	5.3.1 Probe 1						
		5.3.2 Probe 2	39				

$\mathbf{Li}$	Literatur							
6	6 Zusammenfassung und Ausblick							
	5.3.6	Zusammenfassung und Diskussion der Messergebnisse	50					
	5.3.5	Probe 5	48					
	5.3.4	Probe 4	45					
	5.3.3	Probe 3	42					

## 1 Einleitung und Motivation

Noch nie war die Anforderung an elektronische Geräte so hoch wie heute. Die Strukturen auf Mikro-Prozessoren und Festplatten werden immer kleiner. Aktuelle Werkstoffe werden bis an die Grenzen des technisch und physikalisch Möglichen ausgereizt. Die stetige Miniaturisierung von Feldeffekt-Transistoren in integrierten Schaltungen erfordert zum Beispiel immer dünnere Isolatorschichten für die Gate-Elektroden. Auch die magnetisierbaren Speicherzellen in Massenspeichern unterliegen einer Miniaturisierung und einer Optimierung der Geschwindigkeit von Schreib- und Lesezyklen. Der Bedarf an neuen und besseren Materialien wächst stetig. Um diese neuen Werkstoffe zu entwickeln oder zu finden, bedarf es eines besseren Verständnises der Physik in einem Bereich, in dem die Frage nach dem Unterschied zwischen Festkörper und Oberfläche nicht mehr klar beantwortet werden kann.

Die relativ junge Forschungsrichtung der Oberflächenphysik beschäftigt sich mit der Aufklärung der Eigenschaften von dünnen Schichten und Strukturen in der Größenordnung einiger Nanometer. Einen großen Beitrag hierzu liefert das Rastertunnelmikroskop. Bei dünnen Schichten ist die Frage nach dem Schichtwachstum und der damit verbundenen Rauhigkeit der Oberflächen von großer Bedeutung. Für die meisten Anwendungen ist es wichtig, dass die Oberflächen sehr eben sind und die elektrischen und magnetischen Eigenschaften dieser dünnen Schichten bekannt sind. Die Eigenschaften von Festkörpern, Oberflächen oder dünnen Schichten sind nicht zwangsläufig gleich, in vielen Fällen sind die Unterschiede sehr groß.

Eisen auf Magnesiumoxid ist aus mehreren Gründen ein interessantes Materialsystem. So ist Eisen ein guter elektrischer Leiter und besitzt ferromagnetische Eigenschaften, Magnesiumoxid hingegen hat sehr gute isolierende Eigenschaften. Dies könnte für den Bau von magnetischen Bauelemente wie zum Beispiel MTJ (magnetic tunnel junction) interessant sein, da hier für den TMR (tunnel magneto resistence) elektrisch leitende, ferromagnetische Schichten sowie isolierende Schichten als Tunnelbarriere benötigt werden.

Die große Verfügbarkeit von Eisen und Magnesium auf unserem Planeten würde die Produktionskosten von Bauteilen erheblich senken. Denn es könnte auf die Elemente, die aktuell verwendet werden, zum Teil verzichtet werden. Ende der 1990er Jahre wurden bereits einige Untersuchungen über das Schichtwachstum von Eisen auf MgO durchgeführt. Einige Beobachtungen wurden unter anderen von Lawler et al. [1] und Jordan et al. [2] veröffentlicht. Daraus ist bekannt, wie sich das Schichtwachstum in Abhängigkeit von der Temperatur verhält. In dieser Arbeit wird das epitaktische Wachstum von Eisen auf Magnesiumoxid(001) untersucht. Dafür werden mehrere Parameter des Aufdampfprozesses variiert und die hergestellten Schichten mit dem Rastertunnelmikroskop untersucht. Um die Vergleichbarkeit der hergestellten Proben zu gewährleisten, wurden diese zusätzlich mit Röntgenphotoelektronenspektroskopie und Elektronenbeugung charakterisiert.

Im folgenden Kapitel 2 werden die theoretischen Grundlagen der Physik, die für die verwendeten Messmethoden notwendig sind, behandelt. Auf das Materialsystem

#### 1 Einleitung und Motivation

wird in Kapitel 3 eingegangen. Das Kapitel 4 befasst sich mit den experimentellen Grundlagen. Die Ergebnisse der Messungen werden in Kapitel 5 vorgestellt und in Kapitel 6 zusammengefasst.

## 2 Theoretische Grundlagen

Dieses einführende Kapitel soll einen Einblick in die für diese Arbeit notwendigen physikalischen und technischen Grundlagen liefern. Eine weiterführende Vertiefung in die Thematik ist in der Literatur zu finden [3, 4, 5].

#### 2.1 Rastertunnelmikroskopie

Das Rastertunnelmikroskop wurde Anfang der 1980er Jahre von Gerd Binning und Heinrich Rohrer entwickelt. Bereits im Jahr 1986 wurden sie dafür mit dem Nobelpreis ausgezeichnet. Heute ist das Rastertunnelmikroskop RTM oder englisch *Scanning Tunneling Microscope* (STM) eines der wichtigsten Werkzeuge bei der Charakterisierung von Oberflächen und Prozessen auf Oberflächen. In diesem Kapitel werden kurz die Grundlagen dieser Messmethode erläutert.

#### 2.1.1 Eindimensionaler Tunneleffekt

Die Erklärung für den Tunneleffekt liefert die Quantenmechanik. Hier existiert im Gegensatz zur klassischen Mechanik eine Wahrscheinlichkeit, dass ein Elektron sich durch einen Wall hohen Potentials bewegt, beziehungsweise tunnelt.

Eine Elektronenwelle  $\Psi$  der Energie E bewegt sich auf einen Potentialwall der Höhe  $V_0$  und Breite z zu (siehe Abbildung (2.1)). Das Verhalten der Elektronenwelle lässt sich mit Hilfe der stationären Schrödingergleichung betrachten

$$H\Psi(x) = E\Psi(x). \tag{2.1}$$

Hierbei ist der Hamiltonoperator für x < 0 definiert als

$$H = -\frac{\hbar^2}{2m} \frac{\mathrm{d}^2}{\mathrm{d}x^2} \tag{2.2}$$

und für x > 0 als

$$H = -\frac{\hbar^2}{2m} \frac{d^2}{dx^2} + V_0$$
(2.3)

mit dem reduzierten PLANK'schen Wirkungsquantum  $\hbar = h/2\pi$ ,  $(h \approx 6,6261 \cdot 10^{-34}$ Js) und der Elektronenmasse  $m \approx 9,10938 \cdot 10^{-31}$ kg. Die Lösungen der stationären Schrödiger Gleichung sind

$$\Psi = \begin{cases} A_1 e^{+ik_1x} + B_1 e^{-ik_1x} & , x < 0\\ A_2 e^{+k_2x} + B_2 e^{-k_2x} & , 0 < x < z\\ A_3 e^{+ik_1x} & , x > z \end{cases}$$
(2.4)

mit  $k_1 = (2mE/\hbar^2)$  vor dem Potentialwall und  $k_2 = (2m(V_0 - E)/\hbar^2)^{1/2}$  im Potentialwall. Die Faktoren  $A_1, A_2, A_3, B_1$  und  $B_2$  ergeben sich durch die erforderliche Stetigkeit der Differenziale an den Rändern des Potentialwalls. Dass ein Elektron mit einer bestimmten Wahrscheinlichkeit den Potentialwall überwindet, wird durch

den Transmissionskoeffizienten Tbeschrieben. Dieser setzt sich aus dem Betragsquadrat des Quotienten von getunnelter und einfallender Wellenenfunktion zusammen zu

$$T(E) \equiv \left|\frac{A_3}{A_1}\right|^2. \tag{2.5}$$

Mit der Näherung  $k_2 z \gg 1$  für übliche Tunnelparameter ergibt sich als Transmissionskoeffizient

$$T \approx \frac{16k_1^2k_2^2}{(k_1^2 + k_2^2)}e^{-2k_2z}.$$
(2.6)

Ausgehend von diesem einfachen Modell können einige grundlegende Eigenschaften von Metall-Vakuum-Metall-Tunnelübergängen anhand von Abbildung (2.1) erklärt werden. Die Austrittsarbeit  $\phi$  von Metalloberflächen ist definiert als die minimale Energie, die benötigt wird, um ein Elektron aus dem Festkörper in das Vakuumniveau herauszulösen. Normalerweise hängt die Austrittsarbeit nicht nur vom Material ab, sondern unter Anderem von der Kristallstruktur und der thermischer Anregung. Nimmt man das Vakuumniveau als Referenz an, dann gilt für die FERMI-Energie  $E_F = -\phi$ . Um die Betrachtung zu vereinfachen, wird die Austrittsarbeit von Probe und Messspitze als identisch angenommen. Für Metalle gilt näherungsweise eine Austrittsenergie von  $\phi \approx 5 \text{eV}$ .

Liegt zwischen Spitze und Probe eine Spannung V an, wird ein Tunnelstrom angeregt. Ein elektronischer Zustand  $\psi_n$  mit der Energie  $E_n$  zwischen  $E_F - eV$  und  $E_F$ hat dann eine erhöhte Wahrscheinlichkeit, durch den Potentialwall zur Messpitze zu tunneln. Die Energiezustände von Interesse befinden sich nahe dem FERMI-Niveau, deshalb ist es wichtig, dass die Tunnelspannung viel kleiner ist als die Austrittsarbeit  $eV \ll \phi$ .



Abbildung 2.1: 1D Metall-Vakuum-Metall-Tunnelübergang. Wird zwischen Probe und Spitze eine Spannung eV angelegt, hat der elektronische Zustande  $\psi_n$  hat eine erhöhte Wahrscheinlichkeit durch den Potentialwall zu tunneln.

#### 2.1.2 Der Tunnelstrom

Der Tunnelstrom lässt sich berechnen, wenn man die elektronische Zustandsdichte  $\rho_s(E_F)$  an der FERMI-Kante betrachtet [6].

$$I_t \propto V \rho_s(E_F) e^{-2\frac{\sqrt{2m(\phi-E)z}}{\hbar}}$$
(2.7)

Hierbei ist  $\phi$  die Höhe des Potentialwalls gemessen in eV und z die Breite des Potentialwalls in Å. Das Problem mit diesem Modell ist, dass es nur den eindimensionalen Fall beschreibt. Bei der Messung mittels STM befindet man sich jedoch in einem dreidimensionalen Raum.

**Das Tersoff-Hamann Modell** [7, 8] beschreibt den Tunnelstrom im dreidimensionalen Raum mit der Prämisse, dass sich die Spitze des STM mit einer sphärischen Wellenfunktion annähern lässt. Die lokale Zustandsdichte  $\rho_{E_F}$ (LDOS engl. local density of states) an der FERMI-Kante ist am größten genau da, wo der Abstand der Spitze zur Probe am kleinsten ist. Dieser Punkt ist nach Abbildung (2.2) an der



Abbildung 2.2: Schematische Darstellung der STM-Spitze nach dem Tersoff-Hamann Modell. Die Spitze wird näherungsweise mit einer sphärischen Wellenfunktion beschrieben.

Stelle  $r_0 = R + s$ . Das Modell von Tersoff und Hamann basiert auf dem Transfer -Hamiltonian-Ansatz von Bardeen [9]. Bardeen zeigte, dass der Tunnelstrom zweier Elektroden, die von einem Isolator getrennt sind, gegeben ist durch

$$I_t = \frac{4\pi e}{\hbar} \int_{-\infty}^{\infty} \left[ f(E_F - eV + \epsilon) - f(E_F + \epsilon) \right] \rho_s(E_F - eV + \epsilon) \rho_t(E_F + \epsilon) M^2 d\epsilon \quad (2.8)$$

mit der FERMI-Funktion

$$f(E) = \frac{1}{1 + \exp^{(E - E_F)/(k_B T)}}.$$
(2.9)

Des Weiteren sind  $\rho_s$ ,  $\rho_t$  die Zustandsdichten von Probe und Spitze, e die Elektronenladung, V die angelegte Spannung zwischen den Elektroden und der Integrationsvariable  $\epsilon$ . Das von Bardeen gezeigte Matrixelement M ist gegeben durch

$$M_{\mu,\nu} = \frac{\hbar^2}{2m} \int_O \mathrm{d}S \left( \psi_\mu^* \nabla \psi_\nu - \psi_\nu \nabla \psi_\mu^* \right)$$
(2.10)

wobei es sich bei  $\psi_s, \psi_t$  um die Wellenfunktionen von Probe und Spitze handelt. Das System wird für Probe und Spitze unabhängig von einander gelöst und dann mit Hilfe des Matrixelementes M (Gleichung (2.10)) verbunden.

Für kleine Spannungen, wie sie beim STM meistens vorkommen, vereinfacht sich Gleichung (2.8) zu

$$I_t = \frac{4\pi e}{\hbar} \int_0^{eV} \rho_s (E_F - eV + \epsilon) \rho_t (E_F + \epsilon) M^2 \mathrm{d}\epsilon.$$
(2.11)

Hat die Spitze eine geringe Zustandsdichte, ist  $\rho_t$  im betrachteten Energiebereich als konstant anzusehen. Dies vereinfacht Gleichung (2.11) zu

$$I_t \propto V \rho_s (E_F - eV). \tag{2.12}$$

Das zeigt, dass der Tunnelstrom hauptsächlich von der Zustandsdichte (LDOS) der Probe an der FERMI-Kante abhängt.

#### 2.1.3 Messprinzip

Der grundlegende Aufbau eines Rastertunnelmikroskops ist in Abbildung (2.3) dargestellt. Das wichtigste Bauteil ist der Scankopf mit der Messspitze. Er besteht im Modell aus drei Piezokristallen, einen für jede Raumrichtung, und dient dazu, die Messspitze zu positionieren. Auf Grund des Piezoeffekts kann durch Anlegen einer Spannung an den Kristall die Länge des Kristalls verändert werden. Da diese Längenänderungen sehr klein sein können und sehr präzise ausgeführt werden, ist eine Positionierung auf atomarer Skala möglich. In der Praxis wird nur ein Piezo verwendet, an den für jeden Raumrichtung Spannungen angelegt werden. Die Spitze ist das eigentliche Messinstrument, sie wird in einem Raster über die Oberfläche geführt und dabei der Tunnelstrom gemessen. Im Idealfall besteht das Ende der Spitze nur aus einem einzigen Atom, um die maximale Auflösung zu erreichen. Der Tunnelstrom wird über einen Vorverstärker an die Steuerungselektronik geleitet, die dann die Auslenkung der Piezoaktoren regelt. Wie die Steuerung auf den Strom reagiert, hängt von den verschieden Scan-Methoden ab. Der Computer, der mit der Steuerungselektronik verbunden ist bestimmt den Scan-Modus und die Parameter für die Regelung zwischen Tunnelstrom und Piezo-Auslenkung. Gleichzeitig zeichnet er den Tunnelstrom und Piezo-Auslenkung auf und visualisiert den Verlauf. Wie das aufbereitete Signal aussieht und welche Informationen darin enthalten sind, ist vom Messmodus abhängig.

#### 2.1.4 Constant Height Mode

In diesem Betriebsmodus rastert die Spitze des Mikroskops in einer konstanten Höhe über die Probenoberfläche. Dies hat den Vorteil, dass der Piezo für die Z-Auslenkung



Abbildung 2.3: Schematischer Aufbau eines Rastertunnelmikroskops. Der Piezo, an dem die Messspitze befestigt ist, lässt sich durch Anlegen einer Spannung auslenken. Mit der Ansteuerung ist es möglich die Messspitze in einem Raster über die Oberfläche zu bewegen. Liegt zwischen Probe und Spitze eine Spannung an, lässt sich ein Tunnelstrom messen. Der Tunnelstrom wird von der Steuerung erfasst und in Abhängigkeit des Abstandes mit Hilfe des Computers aufgezeichnet und visualisiert.

nicht verändert wird. Hierbei wird die Zeit, die die Regelschleife benötigt, eingespart und somit sind wesentlich höhere Abtastraten möglich. Dies ist zum Beispiel von großem Interesse, wenn Video-STM betrieben werden soll. Dieser Messmodus funktioniert nur, wenn die Probenoberfläche eben ist, sonst wäre das Risiko zu groß, dass die Messspitze die Oberfläche berührt und neu präpariert werden müsste. Ein weiterer Nachteil ist der technische Aufwand, der für diese Messmethode betrieben werden muss, um Störgrößen wie Umgebungsschwingungen oder thermischen Drift von Probe und Piezo-Motor zu kompensieren beziehungsweise zu minimieren.

#### 2.1.5 Constant Current Mode

Dieser Betriebsmodus wird in den meisten Fällen verwendet. Die Messspitze rastert über die Oberfläche, während der Tunnelstrom konstant gehalten wird. Dies geschieht durch Nachführung des Z-Piezo. Eine Regelschleife prüft nach jeder Messung, ob der Strom dem vorgegebenen Wert entspricht, und passt unmittelbar die Entfernung der Spitze zur Oberfläche an, bis der Sollstrom erreicht ist. Diese Nachführungen enthalten Informationen über die Topologie und die elektronische Zustandsdichte der Probe. Topologie und Zustandsdichte sind dabei eng miteinander verknüpft, so dass das resultierende STM-Bild immer eine Mischung aus beiden darstellt.

#### 2 Theoretische Grundlagen

#### 2.2 Beugung niederenergetischer Elektronen

In diesem Abschnitt werden die Grundlagen für die Beugung niederenergetischer Elektronen (30 – 300 eV) an Oberflächen beschrieben. Der technische Aufbau zur LEED Apparatur (low energy electron diffraction) wird später in Kapitel (4.4) beschrieben.

Elektronen niedriger Energie haben nur eine kleine mittlere freie Weglänge im Festkörper [3], sie dringen deshalb nur einige Atomlagen in die Oberfläche ein. Bei LEED dies verwendet, um Informationen über die Oberfläche einer Probe zu gewinnen. In Abbildung (2.4) ist die Beugung an der Oberfläche schematisch dargestellt,



Abbildung 2.4: Schematische Darstellung von Beugung von Elektronen-Wellen an einer Oberfläche im Real-Raum. Die Wellen  $\vec{k_i}$  werden im Winkel  $\theta$  an der Oberfläche nach  $\vec{k_f}$  gestreut.

hier ist  $\phi$  der Winkel des einfallenden Elektronenstrahls und  $\psi$  der Winkel der gebeugten Elektronen jeweils in Bezug auf die Flächennormale und  $\theta$  der Streuwinkel. Die Wellenvektoren für einfallende Elektronenwelle und gestreute Elektronen-Welle sind mit  $\vec{k_i}$  und  $\vec{k_f}$  bezeichnet. Bei LEED findet die Einstrahlung der Elektronen meistens entlang der Flächenormale der Probenoberfläche statt, so dass  $\phi = 0$  gilt. Die zurückgebeugten Elektronen treffen auf einen fluoreszierenden, meist sphärischen Schirm und erzeugen so ein symmetrisches Reflexmuster. Aus den leuchtenden Reflexen auf dem Schirm können Informationen über die Kristallstruktur, Rauigkeit der Oberfläche und Überstrukturen gewonnen werden.

Treffen zwei kohärente parallel verlaufende Elektronenwellen auf die Oberfläche (siehe Abbildung (2.4)) ist der Gangunterschied bestimmt durch

$$\Delta g = 2d\sin\theta \tag{2.13}$$

Die BRAGG-Bedingung lautet somit

$$n \cdot \lambda = 2d\sin\theta \tag{2.14}$$

Die dimensionslose Größe n gibt die Ordnung des Beugungsreflex an. Bei  $\lambda$  handelt es sich um die DE BROGLIE-Wellenlänge eines Elektrons

$$\lambda \equiv \lambda_{el} = \frac{h}{\sqrt{2m_{el}E}}.$$
(2.15)

Mit der Wellenzahl

$$k = 2\pi/\lambda = |\vec{k_i}| = |\vec{k_f}| \tag{2.16}$$

und dem reduzierten PLANCK'schen Wirkungsquantum

$$\hbar = h/2\pi, \quad (h \approx 6,6261 \cdot 10^{-34} \text{Js})$$
 (2.17)

haben die einfallenden Elektronen eine Energie von

$$E = \frac{\hbar^2}{2m}k^2. \tag{2.18}$$

Für die weiteren Betrachtungen ist es nötig, die reziproken Gittervektoren einzuführen, denn die Beugungsreflexe auf dem LEED-Schirm sind die Repräsentation des Atomgitters im reziproken Raum. Im realen Raum sind die Basisvektoren eines Kristallgitters durch  $\vec{a_1}, \vec{a_2}$  und  $\vec{a_3}$  definiert. Im reziproken Raum hingegen werden die Basisvektoren gebildet durch

$$\vec{b}_{1} = 2\pi \frac{\vec{a}_{2} \times \vec{a}_{3}}{\vec{a}_{1} \cdot (\vec{a}_{2} \times \vec{a}_{3})}$$
(2.19)

$$\vec{b}_{2} = 2\pi \frac{\vec{a}_{3} \times \vec{a}_{1}}{\vec{a}_{2} \cdot (\vec{a}_{3} \times \vec{a}_{1})}$$
(2.20)

$$\vec{b}_{3} = 2\pi \frac{\vec{a}_{1} \times \vec{a}_{2}}{\vec{a}_{3} \cdot (\vec{a}_{1} \times \vec{a}_{2})}.$$
(2.21)

In Abbildung (2.5) ist die Beugung von Elektronen im reziproken Raum dar-



Abbildung 2.5: EWALDkonstruktion für einen Elektronenstrahl in Richtung der Oberflächennormale (00). Die einfallende Elektronenwelle  $\vec{k_i}$  wird an Schnittpunkten der EWALD-Kugel mit den Stangen des reziproken Gitters unter dem Winkel  $\theta$  in  $\vec{k_f}$  gebeugt.

gestellt. Die Elektronen werden an der Elektronenhülle der Oberflächeatome gebeugt. An den Schnittpunkten der Stangen mit der Ewaldkugel lässt sich eine Intensität auf dem Schirm beobachten. Die Stangen stehen auf den Atomen der Oberflächennetzebene und sind Parallel zu der Oberflächennormalen orientiert. Aus Gleichung (2.18) und Gleichung (2.16) lässt sich folgern, dass der Wellenvektor  $\vec{k_i}$  größer wird, wenn die Energie des Elektronenstrahls zunimmt. Das hat zur Folge, dass sich der Radius der Ewaldkugel vergrößert und somit mehr Stangen Schnittpunkte mit der Kugel haben. Auf dem Schirm hat dies die Auswirkung, dass mehr Beugungsreflexe zu beobachten sind und der Abstand der Reflexe sich verkleinert. Der Streuvektor  $\vec{G}_{hkl}$  im reziproken Raum ist definiert als

$$\vec{G_{hkl}} = h\vec{b_1} + k\vec{b_2} + l\vec{b_3}.$$
(2.22)

Die Laue-Bedingung

$$\vec{k_f} - \vec{k_i} = \vec{G}_{hkl} \tag{2.23}$$

besagt, dass die gebeugten Elektronen genau dann konstruktiv interferieren, wenn die Differenz der Wellenvektoren während des Streuprozesses einem reziproken Gittervektor entspricht. Aus den Reflexen auf dem Schirm und deren Abständen kann auf die Gitterstruktur der Probe geschlossen werden.

#### 2.3 Photoelektronenspektroskopie

Diese Messmethode liefert Informationen über die Bindungsenergien und die Umgebung der Atome in der Probe. Mithilfe von Literaturangaben [10] für Bindungsenergien lässt sich auf die enthaltenen Elemente sowie die chemischen und elektronischen Eigenschaften schließen. Im folgenden werden die physikalischen Grundlagen und das Funktionsprinzip kurz erläutert.

#### 2.3.1 Photoelektrischer Effekt

Der photoelektrische Effekt, um genauer zu sein der äußere photoelektrische Effekt, bezeichnet das Herauslösen von Elektronen aus einer Metalloberfläche mit Hilfe von elektromagnetischer Strahlung. Die einfallende elektromagnetische Welle muss genug Energie E haben, um die Austrittsarbeit  $\phi_p$  der Probe aufzubringen, damit ein Elektron heraus gelöst wird. Die Energie des Photons wird dabei auf das Elektron übertragen. Die Energie eines Photons  $E = h\nu$  wird durch das Produkt aus dem PLANCK'schen Wirkungsquantum h und Frequenz  $\nu$  des Photons beschrieben. Die maximale Energie  $E_{kin}$  des herausgelösten Elektrons beträgt dann

$$E_{kin} = h\nu - \phi_p. \tag{2.24}$$

Die Austrittsarbeit  $\phi_p$  ist stark vom Material der Probe abhängig. Die Gleichung (2.24) gilt nur für Elektronen nahe der FERMI-Energie. Die FERMI-Energie  $E_F$ stellt im Grundzustand die höchsten besetzten Elektronenzustände dar, also die Elektronen mit der schwächsten Bindung. Für Elektronen auf tieferen Energieniveaus muss zusätzlich die Bindungsenergie  $E_{\rm B}$  aufgebracht werden, um die Differenz zum FERMI-Niveau zu überwinden. Dann ergibt sich aus Gleichung (2.24)

$$E_{kin} = h\nu - \phi_p - E_{\rm B}.\tag{2.25}$$

#### 2.3.2 Röntgenphotoelektronenspektroskopie

Der im vorherigen Kapitel beschriebene äußere photoelektrische Effekt ist die Grundlage für die Röntgenphotoelektronenspektroskopie XPS (X-ray photoelectron spectoscopy). Soll die Energie der herausgelösten Elektronen gemessen werden, ist zu beachten, dass die Austrittsarbeit  $\phi_{sp}$  des Spektrometers eine wichtige Größe ist. Denn die Lage des Vakuumniveaus der Probe ist nicht bekannt, so dass die gemessene Energie nicht mit der tatsächlichen Energie des Elektrons übereinstimmt. Probe und Spektrometer sind elektrisch-leitend miteinander verbunden, so dass die FERMI-Energien auf dem selben Potential liegen. Anhand von Abbildung (2.6) lässt sich eine Möglichkeit finden, die tatsächliche Energie zu bestimmen. Es wird dafür



Abbildung 2.6: Schematische Ansicht der Bandstruktur bei XPS-Messungen. Die FERMI-Energie  $E_F$  von Probe und Spektrometer liegt auf dem gleichen Niveau. Die Austrittsarbeit der Probe  $\phi_p$  bzw. die daraus resultierende kinetische Energie  $e_{kin,Wirklich}$  lässt sich nicht direkt mit dem Spektrometer messen, da die Lage des Vakuumniveaus nicht bekannt ist. Über die Austrittsarbeit des Spektrometers  $\phi_{sp}$  kann dann diese indirekt über die Differenz  $\phi_{sp} - \phi_p$  bestimmt werden.

die bekannte Austrittsarbeit  $\phi_{sp}$  des Spektrometers verwendet und über  $\phi_{sp} - \phi_p$  die Energie des gemessenen Elektrons korrigiert. Die Austrittsarbeit des Spektrometers ist meist vom Hersteller angegeben oder kann bestimmt werden, indem eine qualitativ hochwertige Probe mit bekannten Bindungsenergien vermessen wird. Hier würde sich nach Referenz [5] eine saubere Gold-Probe eignen (Au  $4f_{7/2} = 83.96$ eV).

Die kinetische Energie der Elektronen ist dann

$$E_{kin} = h\nu - \phi_p - E_{\rm B} - (\phi_{sp} - \phi_p) \tag{2.26}$$

$$= h\nu - \phi_p - E_{\rm B} - \phi_{sp} + \phi_p$$
  
$$= h\nu - E_{\rm B} - \phi_{sp}. \qquad (2.27)$$

Somit ist die kinetische Energie der Elektronen nicht mehr von der Austrittsarbeit der Probe abhängig sondern von der des Spektrometers. Der technische Aufbau des für die Experimente verwendeten XPS wird später in Kapitel (4.5) beschrieben.

#### 2.3.3 Effekte bei XPS Untersuchungen

Bei der Messung mit XPS treten Effekte auf, die Auswirkungen auf die gemessenen Energien haben. Einige dieser Effekte werden im Folgenden kurz erklärt.

Der Auger-Effekt Wird ein Elektron aus seiner Bindung herausgelöst, strebt das System dazu, diesen leeren Platz wieder zu füllen. Dies geschieht meist, in dem ein Elektron einer höheren Schale den Platz auf der tieferen Schale einnimmt, um die potentielle Energie zu minimieren. Die dabei freiwerdende Energie wird als Lichtquant abgestrahlt. Wird die Energie des Lichtquants von einem Elektron des selben Atoms aufgenommen und verlässt es durch den Energiezuwachs seine Bindung, wird dies als AUGER-Effekt bezeichnet. Ist die Energie des Lichtquants größer als die Bindungsenergie des Elektrons behält das Elektron den Überschuss als kinetische Energie nach dem Verlassen des Atoms. Die Auger-Elektronen werden mit drei Buchstaben bezeichnet. Dabei steht der erste Buchstabe für die Schale, aus der das Primär-Elektron aus dem Atom entfernt wurde. Der zweite Buchstabe steht für die Schale, aus der das nächste Elektron in die Lücke gewandert ist, und der dritte Buchstabe gibt an, aus welcher Schale der Lichtquant das Sekundär-Elektron aus dem Atom herausgelöst hat. Zum Beispiel stammt bei KLL das Primär-Elektron aus der K-Schale, ein Elektron wandert von der L-Schale in die K-Schale und das resultierende Lichtquant löst schließlich ein Elektron aus der L Schale heraus. Diese Bezeichnung wird später in Kapitel (5) in den Abbildungen der Messdaten auftauchen.

**Chemical Shift** Befinden sich zwei oder mehr Atome in einer chemischen Bindung, verschieben sich die Energieniveaus der Elektronen. Dies geschieht auf Grund der Ladungsträgerverschiebung, die von der Bindung zu den Nachbaratomen verursacht wird. Befinden sich weitere Atome in der Umgebung, zum Beispiel im Festkörper, so bewirken diese ein Potential dass die Lage der Energieniveaus beeinflusst. Dies hat zur Folge, dass die gemessenen Energien verschoben sind. Dieser Effekt wird mit dem englischen Ausdruck *chemical-shift* bezeichnet.

**Spin-Bahn-Kopplung** Die Spin-Bahn-Kopplung kann für Energieniveaus mit gleicher Hauptquantenzahl verschiedene Bindungsenergien hervorrufen. Die Kopplung von Spin und Bahndrehimpuls kann zum Beispiel im Spektrum zu einer Duplett-Aufspaltung führen. Als Beispiel kann hier die Duplett-Aufspaltung für das 2p-Orbital in  $2p_{1/2}$  und  $2p_{3/2}$  angeführt werden.

Satelliten Satelliten-Peaks entstehen im XPS-Spektrum, wenn die kinetische Energie des Photoelektrons durch Wechselwirkungsprozesse von der durch die Bindung bedingten Energie abweicht. Im Spektrum sind diese Peaks verschoben zu dem eigentlichen Wert. Wechselwirkungsprozesse, die dazu führen können sind zum Beispiel die Spin-Bahn-Wechselwirkung, Elektron-Elektron-Wechselwirkung, Elektron-Kern-Wechselwirkung, Phononen oder  $K_{\alpha}$ -Strahlung. 2 Theoretische Grundlagen

## 3 Materialsystem

Bei den im Experiment hergestellten Proben handelt es sich um ein Substrat aus Magnesiumoxid (MgO), auf welches unter Vakuumbedingungen eine dünne Eisenschicht aufgedampft wurde. In diesem Abschnitt werden die wichtigsten Eigenschaften der verwendeten Materialien beschrieben.



Abbildung 3.1: Links: Kristallstruktur von MgO. Rechts: Kristallstruktur von  $\alpha$ -Fe. Unten: Hier ist das Adsorptionsverhalten von  $\alpha$ -Fe auf MgO schematisch dargestellt. Dabei befinden sich die mattierten Atome eine Ebene weiter hinten. Die Eisenatome ordnen sich über den Gitterplätzen der Sauerstoffatome an. Die Gitterkonstante  $a_{\rm Fe}$  von  $\alpha$ -Fe passt mit einer Abweichung von 3,5% auf die Oberflächeneinheitszelle  $a_{\rm Surface}$  von MgO. Das Atomgitter des Eisen ist dann um den Winkel 45° verdreht zur Ausrichtung vom MgO [11].

#### 3.1 Das Substrat

Kristallines Magnesiumoxid hat eine Steinsalz-Struktur, wie sie auch bei Natriumchlorit (NaCl) auftritt [12]. Es bilden sich zwei kubisch flächenzentrierte Gitter

(fcc: face centered cubic) aus zweifach positiv ionisiertem Magnesium und zweifach negativ ionisiertem Sauerstoff. Die Gitterkonstante im Festkörper beträgt  $a_{MgO} =$ 4.2117Å und die Gitterkonstante der Oberfläche  $a_{\text{Surface}} = 2.9781$ Å (siehe Abbildung (3.1)). MgO ist ein elektrischer Isolator und hat eine Bandlücke von 7,8eV. Das Material findet sich oft in der Vakuumtechnik, Forschung und industriellen Fertigungsprozessen, gerade weil es ein guter Isolator ist und sehr temperaturbeständig, der Schmelzpunkt liegt bei 2852°C. Die Substrate, die für die Experimente verwendet wurden, haben eine (001)-Orientierung, die Maße betragen 10mm x 10mm x 1mm und eine der Oberflächen ist mit großer Präzision poliert. subsectionDas Schichtmaterial Für die Schichten wurde Eisen (Fe) verwendet. Eisen liegt in drei verschiedenen kristallinen Strukturen vor,  $\alpha - \gamma -$ oder  $\delta -$ Fe. Die Eisenderivate wandeln sich bei bestimmten Übergangstemperaturen ineinander um. Bis zu einer Temperatur von von ca. 900°C tritt  $\alpha$ -Fe mit einer kubisch raumzentrierten Kristallstruktur (bcc) auf, dass sich dann in  $\gamma$ -Fe mit einer kubisch flächenzentrierten Kristallstruktur (fcc) umwandelt. Der nächste Ubergang erfolgt bei ca. 1390°C von  $\gamma$ -Fe zu  $\delta$ -Fe, das wieder eine kubisch raumzentrierten Kristallstruktur (bcc) besitzt. Da die Schichten beim Experiment nur im Temperaturbereich von 20°C bis 200°C hergestellt werden, tritt ausschließlich  $\alpha$ -Fe auf. Dieses hat eine Gitterkonstante von  $a_{\rm Fe} = 2.8665 \text{\AA}$  und weicht somit nur wenig von der Gitterkonstante der Oberflächeneinheitszelle von MgO  $a_{Surface} = 2.9781$ Å ab. Das Eisen wächst auf dem Magnesiumoxid so auf, dass die Eisenatome sich über den Gitterplätzen der Sauerstoffatome anordnen. Die Fehlanpassung auf Grund der abweichenden Gitterkonstanten beträgt nur  $\approx 3,5\%$ . In Abbildung (3.1) ist dies im unteren Bildausschnitt schematisch dargestellt. Die kubische Einheitszelle von Eisen ist beim Aufwachsen um 45° verdreht zur Volumeneinheitszelle von MgO [11]. Die gute elektrische Leitfähigkeit von Eisen macht es möglich die Schicht mit Hilfe des STM zu untersuchen. subsectionDer elektrische Kontakt Auf Grund von Schwierigkeiten, die leitende Eisenschicht auf dem isolierenden MgO-Substrat elektrisch mit dem Probenhalter zu kontaktieren, wurde eine kleine Fläche an einer der Ecken des Substrats mit Gold bedampft. Der elektrische Kontakt ist nötig, um die Schicht mit dem Raster-Tunnel-Mikroskop untersuchen zu können. Gold wurde verwendet, weil es recht unempfindlich gegen Oxidation ist, sich leicht aufdampfen lässt und zudem ein guter elektrischer Leiter ist. Es wurde Gold mit einer Reinheit von 99,9% verwendet.

#### 3.2 Wachstumsprozesse auf Oberflächen

Wenn eine Oberfläche durch ein Adsorbat bedeckt wird, kann das Schichtwachstum auf verschiedene Arten stattfinden. Das Wachstum einer kristallinen Schicht auf einer Kristalloberfläche wird als Epitaxie bezeichnet, wenn die Orientierung der Schicht der der Oberfläche entspricht. Die folgende Aufzählung und Abbildung (3.2) beschreiben, wie dieses Wachstum aussieht. Es gibt prinzipiell drei Arten von Schichtwachstum.

• Ebenenwachstum (Frank-van der Merve-Wachstum) (Abbildung (3.2)a): Die Atome sind stärker mit den Oberflächenatomen gebunden als mit Atomen

des Adsorbats, so entsteht eine komplette Ebene (Monolayer ML), bevor sich Adsorbatatome in der nächsten Ebene verteilen.

- Inselwachstum (Vollmer-Weber-Wachstum)(Abbildung (3.2)b): In diesem Fall sind die Adsorbatatome stärker untereinander gebunden als mit der Oberfläche, so dass die Atome mehrlagige Inseln auf der Oberfläche bilden.
- Ebenen- und Insel-Wachstum (Stranski-Krastanov-Wachstum) (Abbildung (3.2)c): Dieses Wachstum ist eine Mischung aus Ebenenwachstum und Inselwachstum. Sobald sich eine geschlossene Ebene, also ein Monolayer, gebildet hat, bilden die Adsorbatatome in der nächsten Schicht eher Inseln als geschlossene Schichten.



Abbildung 3.2: Schematische Darstellung der drei Schichtswachstumsarten: **a**) Ebenenwachstum; **b**) Ebenen- und Insel-Wachstum; **c**) Inselwachstum. Mit der Bedeckung  $\Theta$  im Bezug auf atomare Ebenen ML (Monolayer).

3 Materialsystem

## 4 Experimentelle Grundlagen

Dieses Kapitel gibt eine Übersicht über die UHV-Anlage (Ultra-Hoch-Vakuum), außerdem werden die verwendeten Messgeräte kurz beschrieben. Des Weiteren wird auf die Präparation der Proben eingegangen, und der für diese Arbeit angepasste Probenhalter vorgestellt.

#### 4.1 Die UHV Apparatur

Der Aufbau der UHV Apparatur besteht aus vier miteinander verbundenen Kammern aus VA-Stahl. Diese Kammern sind durch Plattenventile voneinander getrennt. In Abbildung (4.1) ist der Aufbau schematisch dargestellt. Dass in jedem der vier Teilbereiche ein anderer Druck herrscht,liegt daran, dass unterschiedliche Pumpsysteme eingesetzt werden. Auf die Pumpsysteme wird in Kapitel (4.1) eingegangen. Die einzelnen Abschnitte der Apparatur werden im Folgenden kurz beschrieben.



Abbildung 4.1: Schematischer Aufbau der UHV-Apparatur. Experimente nach Nummer des Vakuumkammer 1) STM, 2) XPS und LEED, 3) Probenpräparation, 4) Schleuse

Die verwendeten Messgeräte sind auf die Kammern verteilt und werden im weiteren Verlauf von Kapitel (4) beschrieben.

- 1. In diesem Abschnitt befindet sich das Rastertunnelmikroskop und die Probengarage. Die Probengarage bietet die Möglichkeit, bis zu 5 Proben im Vakuum zu lagern. Der Basisdruck in diesem Bereich liegt bei  $8 \cdot 10^{-10}$ mbar.
- 2. Die Hauptkammer beinhaltet das LEED und das Röntgenphotoelektronenspektrometer sowie ein Massenspektrometer. Der Basisdruck beträgt hier bis

zu  $8\cdot 10^{-11} {\rm mbar.}$ 

- 3. Dieser Bereich dient der Präparation und der Herstellung der Proben. Hier sind mehrere Verdampfer und ein Mikrodosierventil vorhanden, die für die Herstellung der Proben benötigt werden. Zudem gibt es hier die Möglichkeit, die Probe zu erhitzen. Der Basisdruck in diesem Bereich liegt bei 1 · 10<sup>-8</sup>mbar.
- 4. Hierbei handelt es sich um die Schleuse der Anlage. Über diese Kammer können Proben in die Anlage eingebracht werden. Aus diesem Grund verfügt der Abschnitt über ein eigenes Pumpsystem, dass ein schnelles Belüften und Evakuieren ermöglicht. Der Druck liegt hier bei bis zu 5 · 10<sup>-8</sup>mbar.

subsectionDas Pumpsystem Die UHV Apparatur ist mit mehrstufigen Pumpsystemen ausgestattet. Alle Abschnitte der Vakuumkammer werden in der ersten Stufe mit Drehschieber- oder Scroll-Pumpen in einen Druckbereich von bis zu 10<sup>-3</sup>mbar gepumpt. Dieser Basisdruck ist notwendig für die nächste Pumpstufe, die Turbomolekularpumpe. Diese Pumpenart ist ähnlich aufgebaut wie ein Jet-Triebwerk, sie besteht aus mehreren übereinander liegenden Rotoren mit verschiedenen Blattabständen, die mit sehr hoher Drehzahl (1000 bis 2000 Umdrehungen pro Sekunde) rotieren. Bis zu dieser Stufe ist die Pumpenkonfiguration für alle vier Teilbereiche der Kammer gleich, auch wenn Pumpen verschiedener Fabrikate im Einsatz sind. Der Druck der mit dieser Stufe erzielt werden kann, liegt bei bis zu  $10^{-9}$ mbar. Abschnitt 1 und 2 verfügen über eine weitere Pumpstufe. Ist ein Druck im Bereich von  $10^{-9}$ mbar erreicht, wird die Turbopumpe mit einem Ventil von der Kammer abgeschottet. Stattdessen wird eine sogenannte Ion-Getter-Pumpe verwendet. Diese Pumpe kommt ohne mechanische Teile aus, mit Hilfe von starken elektrischen und magnetischen Feldern werden die Atome des Restgases ionisiert und auf eine Titanplatte beschleunigt, an der sie haften bleiben. Mit dieser Pumpe kann der Druck weiter bis in den Bereich von  $10^{-11}$ mbar abgesenkt werden. In Abschnitt 2 der Kammer wird zusätzlich noch ein Titansublimator verwendet, dieser verdampft Titan durch direkt Strom heizen von einem Stab, das sich auf der Titanplatte der Ion-Getter-Pumpe niederschlägt. Das sublimierte Titan bindet Bestandteile des Restgases auf der Oberfläche der Titanplatte.

#### 4.2 Die STM Apparatur

Das verwendete Rastertunnelmikroskop hat die Typenbezeichnung STM 150 Aarhus und wurde von der Firma SPECS hergestellt. Das Gerät besteht aus einem Aluminiumblock der an drei Metallfedern aufgehängt ist, um Vibrationen zu verringern. Die Masse des Aluminiumblocks sorgt für eine stabile Ruheposition, zusätzlich ist der Aluminiumblock mit drei Viton-Bändern an der Aufhängung befestigt um weitere Schwingungen dämpfen. Der Scankopf ist in den Aluminiumblock eingelassen und mit drei Quarzkugeln vom Rest des Gerätes thermisch und elektrisch isoliert. Der Aufbau vom Scankopf, ist in Abbildung (4.2) schematisch dargestellt. Er verfügt über zwei Antriebe, einen Inchworm-Motor für die grobe Annäherung an die Probenoberfläche und einen Piezo-Motor für sehr kleine Bewegungen . Die Messspitze ist am Piezo-Motor befestigt und lässt sich dadurch in alle drei Raumrichtungen bewegen. Für die Messungen wurde eine Spitze verwendet, die aus Platin-Iridium-Draht hergestellt wird. Dafür wird der PtIr-Draht, mit Hilfe eines feinen Seiteschneiders, in einer ziehenden Bewegung durchtrennt. Durch das Ziehen entsteht keine einfache Schnittkannte, der Draht wird dünner, bis er reißt. Das Ende ist auf diese Weise besonders fein. Um die Spitze weiter zu Optimieren wird diese mit Argon-Ionen gesputtert und auf diese Weise *angespitzt*.



Abbildung 4.2: Aufbau vom Scankopf des SPECS STM 150 Aarhus. Der Scankopf verfügt über zwei Antriebe, den Inchworm-Motor für die grobe Annäherung an die Probe und den Piezo-Motor für sehr kleine Bewegungen. Die Spitze wird für die Messungen mit dem Piezo über die Oberfläche bewegt. Der Scankopf ist mit drei Quarzkugeln vom Rest des Gerätes thermisch und elektrisch isoliert.

#### 4.3 Der Probenhalter

Der Probenhalter ist eine Eigenentwicklung auf Basis des Probenhalters der Firma SPECS, damit dieser in dem Transfersystem der Vakuumanalage verwendet werden kann. Er besteht aus zwei Molybdän-Plättchen, die von einem Distanzstück getrennt sind und verschraubt werden. In der Oberen der beiden Platte ist ein Loch und auf der Innenseite eine quadratische Aussparung in Form der verwendeten Substrate. Auf diese Weise liegt ein großer Teil der Probe auf dem Halter auf um Verspannungen zu verhindern. Zusätzlich berührt der Probenhalter den Goldkontakt (siehe Kapitel (3.1)) der Probe, so dass eine elektrisch leitende Verbindung zwischen Kontakt und Halter entsteht. Dies ist essentiell für die Vermessung der Probe mit dem STM. Der Aufbau des Probenhalters ist in Abbildung (4.3) als Explosionszeichung dargestellt.



Abbildung 4.3: Explosionszeichnung des Probenhalters. Der Probenhalter ist so aufgebaut, dass das Substrat zwischen zwei Molybdän-Platten und einem Abstandhalter festgeklemmt wird. Ein großer Teil der Oberfläche des Substrats liegt gleichmäßig auf dem Molybdän auf, um Verspannungen durch die Fixierung mit den Schrauben zu vermindern.

#### 4.4 Die LEED Apparatur

An der Vakuumanlage ist eine LEED Apparatur (low energy electron diffraction) vom Typ ErLEED 150 der Firma SPECS installiert. Der Aufbau der Gerätes ist in Abbildung (4.4) dargestellt. Das Funktionsprinzip ist, dass eine Elektronenkanone niederenergetische Elektronen (10ev - 500eV) auf die Probe schießt, die dort an den Atomen der Oberfläche gebeugt werden (siehe Kapitel (2.2)). Die gebeugten Elektronen treffen auf einen Leuchtschirm und geben durch ein Beugunsbild Rückschlüsse auf die Kristallstruktur der Oberfläche. Die Elektronen, die an der Oberfläche inelastisch gestreut werden, werden mit Hilfe von negativ geladenen Gittern abgebremst. Die gebeugten Elektronen haben genug Energie um die Gitter zu überwinden, was eine Verbessung des Signal-Rausch-Verhältnisses bewirkt.



Abbildung 4.4: Aufbau des SPECS Er-LEED 150. In der Mitte des sphärischen Leuchtschirms ist eine Elektronenkanone installiert. Die Elektronen werden auf die ca. 5cm entfernte Probe geschossen. Diejenigen Elektronen, die an der Oberfläche inelastisch gestreut werden, werden mit Hilfe von drei negativ geladenen Gittern abgebremst und erreichen denn Schirm nicht. Die gebeugten Elektronen haben mehr kinetische Energie, können dadurch die Gitter überwinden und erzeugen auf dem Schirm ein Beugungsbild.

#### 4.5 Die XPS Apparatur

Die XPS Anlange wurde von der Firma SPECS gefertigt. Sie besteht aus zwei Komponenten, der Röntgenquelle vom Typ SPECS XR50 und dem Halbkugelektronenanalysator vom Typ SPECS PHOIBOS 150. Die Röntgenquelle (siehe Abbildung (4.5)) verfügt über zwei Anoden, eine besteht aus Aluminium und die andere aus Magnesium. Aus den Filamenten treten Elektronen aus, die mit einer Hochspannung auf die jeweilige Anode beschleunigt werden. Die kinetische Energie der Elektronen bewirkt eine Anregung der Rumpfelektronen der Anodenatome. Wenn die angeregten Elektronen wieder in ihren Ausgangszustand zurückfallen, wird die überschüssige Energie in Form von Röntgenstrahlung abgegeben. Die Energie und damit die Wellenlänge der charakteristischen Röntgenstrahlung ist vom elektronischen Ubergang bei der Relaxation abhängig. Die meiste Energie haben die Photonen der  $K_{\alpha}$ -Übergänge, hier wandert ein Elektron von der L-Schale in die K-Schale. Die Energie der Röntgenstrahlung für die Aluminium Anode beträgt E = 1486, 6eVund für die Magnesium Anode E = 1253, 6eV. Auf Grund des verwendeten MgO-Substrats wurde lediglich die Al-Anode verwendet, um zu gewährleisten, dass die Röntgenstrahlung genug Energie besitzt, um alle elektronischen Zustände des Substrat erreichen zu können.

Der Einfallswinkel der Röntgenstrahlen auf die Probe beträgt 55°, dort werden durch den photoelektrischen Effekt Elektronen freigesetzt. Weil sich die Eingangsblende des Halbkugelanalysator senkrecht über der Probe befindet, können nur die Elektronen erfasst werden, die in einem schmalen Raumwinkelbereich um die Nor-



Abbildung 4.5: Aufbau der SPECS XR 50 Röntgenquelle. Aus den Filamenten treten Elektronen aus, die mit einer Hochspannung auf die jeweilige Anode beschleunigt werden. Die kinetische Energie der Elektronen bewirkt eine Anregung der Rumpfelektronen der Anodenatome. Durch Relaxationsprozesse der Anodenatome wird Energie frei, die in Form von Röntgenquanten abgegeben wird.

male der Oberfläche abgestrahlt werden. Der Aufbau ist in Abbildung (4.6) schematisch dargestellt. Die Messung besteht darin, dass der Geschwindigkeitsfilter in der Halbkugel auf eine bestimmte Energie eingestellt wird und die Anzahl der Elektronen, welche am Detektor eintreffen gezählt werden. Dies wird für eine endliche Anzahl von Energien durchgeführt um ein Energie-Spektrum der Elektronen zu erzeugen.



Abbildung 4.6: Aufbau des SPECS PHOIBOS 150 Röntgenphotoelektronenspektrometers. Die Röntgenquanten werden auf die Probe geschossen, dort lösen sich durch den photoelektrischen Effekt Elektronen aus der Probe. Diese werden dann durch den Halbkugelanalysator erfasst.

#### 4.6 Verdampfen von Eisen

Die Eisenschichten für die Experimente werden mittels Molekularstrahlepitaxie hergestellt. Dazu wird Eisen in Richtung der Proben sublimiert, welches dann auf der Probenoberfläche adsorbiert. Der Strahl aus Eisenatomen wird mit Hilfe eines Verdampfers erzeugt. Abbildung (4.7) zeigt eine schematische Darstellung des Eisenverdampfers. In der Mitte des Verdampfers sitzt eine Eisenpatrone, die mit einer Hochspannungsquelle verbunden ist. Vor der Patrone befindet sich ein bogenförmiges Filament, dass bei ausreichend starkem Stromfluss (I = 2...4A) thermische Elektronen emittiert. Diese Elektronen werden durch die Hochspannung  $U_{HV} = 1000...2000V$ zischen Filament und Eisenpatrone auf diese beschleunigt. Die Stöße der Elektronen mit der Eisenpatrone sorgen dafür, dass sich die Eisenpatrone stark erhitzt und das Eisen zu sublimieren beginnt. Zwei Blenden sorgen dafür, dass sich der Molekularstrahl in Richtung der Probe ausbreitet. Um die Rate bzw. die Geschwindigkeit, mit der die Probe bedampft wird, zu bestimmen, ist an der letzten Blende ein Schwingquarz angebracht. Dieser Quarz wird ebenfalls bedampft und die Massezunahme  $\Delta m$  führt dazu, dass sich die Eigenfrequenz  $\nu$  des Quarz ändert. Die Anderung der Eigenfrequenz  $\Delta \nu$  ist proportional zur Änderung der Masse  $\Delta m$ . Näherungsweise gilt dann für kleine Frequenzänderungen

$$\Delta \nu = \frac{\nu_0^2 \cdot \Delta m}{\rho_Q \cdot A \cdot N}.\tag{4.1}$$

Dabei ist die Ausgangsfrequenz des Quar<br/>z $\nu_0=1\cdot 10^6 {\rm Hz},\,\rho_Q$  die Quarzdichte ,A die bedampfte Fläche und<br/>  $N=1,67\cdot 10^{-6} {\rm Hz}$ mm eine Konstante.



Abbildung 4.7: Schematischer Aufbau des Eisenverdampfers. Durch das Filament fließt ein Strom, dies führt dazu, dass Elektronen emittiert werden. Zwischen Eisenpatrone und Filament liegt eine Hochspannung an, die die Elektronen beschleunigt. Durch Stöße der Elektronen mit der Eisenpatrone, wird diese erhitzt und dass Eisen beginnt zu sublimieren. Der Quarz dient zur Abschätzung der Schichtdicke auf der Probe

## 5 Messergebnisse

In diesem Kapitel werden die Daten aus den Messungen vorgestellt und diskutiert. Für die Auswertung der STM-Daten wurde das Programm WSxM 5.0 DEVELOP 3.1[13] der Firma Nanotec Electrónica verwendet. Das Programm bietet viele Funktionen und Hilfsmittel zur Auswertung von Messdaten, die mittels Raster-Sonden-Mikroskopie gewonnen wurden. Spezielle Funktionen des Programms werden an gegebener Stelle erläutert.

## 5.1 Voruntersuchungen an HOPG

Um die Genauigkeit des STM abzuschätzen, wurden an HOPG (highly oriented pyrolytic graphite) einige Testmessungen vorgenommen. Graphit ist eine Struktur, in der sich Kohlenstoff C anordnen kann. Es besitzt eine hexagonale Struktur mit einer Gitterkonstante von ca. 2,46Å. Bei der Untersuchung mit dem Rastertunnelmikroskop sind auf Grund der elektronischen Struktur von Graphit nur drei der sechs Atome sichtbar. Dies liegt daran, dass STM empfindlicher für die elektronische Struktur der Oberflächenatome ist, als für die Topographie. Anhand von Höhenprofilen soll



Abbildung 5.1: HOPG 5x5nm, Gemessene Gitterkonstante 2,7Å,  $U_{Bias} = 1, 4V$ ,  $I_t = 19, 22nA$ , Bildgröße  $512 \times 512$ Pixel, Aufnahmedauer 28, 54s, PtIr-Spitze. Unten rechts wurde ein hexagonales Gitter auf den Scan gelegt, um die Symmetrie der x-y-Ebene zu untersuchen. Die Linie oben links ist der Verlauf des Höhenprofil aus Abbildung (5.2)

nun die Genauigkeit bzw. der Fehler in der x-y-Ebene bestimmt werden. Für einen Messbereich von 5x5 nm bei einer Auflösung von 512x512 Pixeln, einer Tunnelspannung von 1,4V und einem Tunnelstrom von 19,22nA wurde eine Aufnahme mit dem STM gemacht. Die Aufnahme ist in Abbildung (5.1) gezeigt. In der unteren rechten

#### 5 Messergebnisse

Ecke ist ein hexagonales Gitter an die Messwerte angenähert worden, um die Symmetrie zwischen x-Richtung und y-Richtung zu untersuchen. Dies ergibt, dass ein Gitter mit einer Gitterkonstante von ca. 2,7Å sich gut auf die Messdaten abbilden lässt. Da diese Methode nicht sehr genau ist, wurde ein Höhenprofil durch eine Reihe von Potentialhügeln gelegt, um die Abstände zu messen. Das Höhenprofil zu der Linie in Abbildung (5.1) ist in Abbildung (5.2) dargestellt. Aus dem Höhenprofil geht ein mittlerer Atomabstand von 3Å in Richtung der Linie hervor. Der Fehler durch Ungenauigkeit beim ablesen wird mit 0,2Å angenommen. Dieses Verfahren



Abbildung 5.2: HOPG 5x5nm Höhenprofil aus Abbildung (5.1)

wurde für alle drei Richtungen entlang der Potentialhügel durchgeführt. Die Gitterabstände werden also mit  $(3.0\pm0,2)\text{\AA}$ ,  $(2,7\pm0,2)\text{\AA}$  und  $(2,9\pm0,2)\text{\AA}$  bestimmt. Dies entspricht einem mittleren Fehlern17%. Der Fehler in den Messbereichen von 2x2nm und 1x1nm ist kleiner und liegt bei ca. 12%. Die STM-Messungen für diese Bereich sind in Abbildung (5.3) und Abbildung (5.4) dargestellt.

Die Genauigkeit des Messgerätes ist für Messbereiche größer als 5x5nm ausreichend.



Abbildung 5.3: HOPG 2x2nm, Gemessene Gitterkonstante 2,73Å,  $U_{Bias}=1,4\mathrm{V},~I_t=3,55\mathrm{nA},$ Bildgröße  $512\times512\mathrm{Pixel},$  Aufnahmedauer 31,17s, PtIr-Spitze



Abbildung 5.4: HOPG 1x1nm, Gemessene Gitterkonstante 2,75Å,<br/> $U_{Bias}=1,4{\rm V},~I_t=4,14{\rm nA},$ Bildgröße 512 × 512 Pixel, Aufnahmed<br/>auer 28,54s, PtIr-Spitze

## 5.2 Charakterisierung des Substrates MgO(001)

Die Magnesiumoxid Substrate, wie sie in Kapitel (3.1) beschrieben wurde, müssen in der Vakuumanlage gereinigt werden. Dieser Prozess und die anschließende Überprüfung mit LEED und XPS gewährleisten, dass die Ergebnisse aus dem Experiment reproduzierbar sind.

## 5.2.1 Präparation des Substrates Mg0(001)

Als erstes wird auf das Substrat bei einem Druck von  $1 \cdot 10^{-5}$ mbar ein Goldkontakt aufgedampft. Anschließend wird das Substrat in einen Probenhalter eingesetzt und über die Schleuse in die Vakuumanlage eingebracht. In der Probenpräparationskammer wird das Substrat in einer Sauerstoff-Atmosphäre mit dem Druck  $1 \cdot 10^{-4}$ mbar über den Zeitraum von 60 Minuten bei einer Temperatur von 400°C ausgesetzt. Dies ist nötig, weil die Substrate meist Verunreinigung aufweisen, die zum größten Teil aus Kohlenstoff bestehen. Dies ist unter anderem darauf zurückzuführen, dass die Substrate bei Raumluft in den Probenhalter eingesetzt werden. Nach 60 Minuten bei 400°C wird die Temperatur in Schritten von 5 °C/min abgesenkt. Dies soll verhindern, dass sich Verspannungen im Substrat bilden, durch die Risse entstehen könnten.

## 5.2.2 Messergebnisse

Exemplarisch für alle Substrate werden die Messergebnisse für Probe 1 vorgestellt. Die Ergebnisse für die verbleibenden Proben sind qualitativ identisch. Die Messung mit dem LEED, zu sehen in Abbildung (5.5), zeigt eine kubische Einheitszelle im reziproken Raum. Da die Kristallstruktur von Magnesiumoxid bekannt ist, reicht diese Messung aus um von einem geordneten Gitter an der Oberfläche auszugehen. Das XPS-Spektrum in Abbildung (5.6) zeigt das bereits gereinigte Substrat von Probe 1. Auf der x-Achse ist die Bindungsenerige in eV aufgetragen, auf der y-Achse die Anzahl der Photoelektronen in willkürlichen Einheiten (Arbitrary units).



Abbildung 5.5: LEED Aufnahme vom Magnesiumoxid-Substrat der Probe 1 bei einer Energie von 90eV. Es ist deutlich eine kubische Einheitszelle zu erkennen.



Abbildung 5.6: XPS-Spektrum für das MgO-Substrat von Probe 1. Auf der Abszissse ist die Bindungsenergie in eV aufgetragen, auf der Ordinate die Anzahl der Photoelektronen in willkürlichen Einheiten (Arbitrary units).

#### 5.3 Eisen auf MgO(100)

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der einzelnen Messungen vorgestellt. Insgesamt wurden für diese Arbeit 17 Proben hergestellt, von denen nur 5 mit dem STM messbar waren. Das Problem hierbei liegt darin, dass MgO ein Isolator ist und deshalb die hergestellte Eisenschicht keinen elektrischen Kontakt zum Probenhalter hat. Die 5 messbaren Proben wurden vor dem Einsetzen in den Probenhalter an einer der Ecken der Oberfläche mit einer 40nm dicken Goldschicht bedampft. Diese Schicht liegt mit einem Teil auf dem Probenhalter auf, der andere Teil wird später, von der Eisenschicht bedeckt. Auf diese Weise hat die hergestellte Schicht eine elektrisch leitende Verbindung zum Probenhalter.

Die Herstellung der Eisenschichten der Proben wurde bei unterschiedlichen Temperaturen des Substrats durchgeführt. Für die jeweilige Temperatur wurde jeweils, eine Probe mit viel Leistung und eine Probe mit weniger Leistung über einen längeren Zeitraum bedampft. Die unterschiedlichen Zeiten des Aufdampfzyklus resultieren daraus, dass jede Schicht für die gleiche Frequenzänderung des Schwingquarzes am Verdampfer (siehe Kapitel (4.6)) hergestellt wurde. Bei einer niedrigeren Leistung des Verdampfers dauert dieser Prozess länger.

Obwohl die Frequenzänderung des Quarz für alle Proben identisch ist, variiert die Schichtdicke zwischen 10nm und 60nm. Es wurde versucht, die Dicke der Schicht mittels Röntgenbeugung [14] zu bestimmen. Aber durch den vergleichsweise dicken Goldkontakt war dies nur im Rahmen der Näherung für die Schichtdicke von 10nm bis 60nm möglich.

Eine Übersicht über die Parameter der Proben wird in Tabelle (1) gezeigt. Für eine

Probe	Temperatur	Verdampferleistung	Zeit	Quarzfrequenzänderung pro Sekunde
	$[^{\circ}C]$	[W]	[s]	[1]
1	30	28,5	1800	5,6
2	30	32	840	11,9
3	200	32	755	13,3
4	200	28	1855	5,4
5	100	32	922	10,9

Tabelle 1: Übersicht aller mit STM messbaren Proben mit den wichtigsten Parametern.

bessere Beurteilung der Schichtqualität bezüglich Verunreinigungen durch Fremdstoffe wurden die Schichten mit XPS untersucht. Die Spektren der XPS-Messungen sind in Abbildung (5.7) dargestellt. Es sind die Spektren der Eisenschichten aller relevanten Proben abgebildet. In der Abszisse ist die Bindungsenergie der Elektronen in eV aufgetragen, auf der Ordinate ist die Anzahl der Photoelektronen in willkürlichen Einheiten (Arbitrary units) angegeben. Zur besseren Ansicht sind die Spektren entlang der Ordinate verschoben worden.

Die Spektren stimmen in den wesentlichen Punkten qualitativ überein. Das heißt, dass die Peaks von Eisen, Magnesium und Sauerstoff in den Bereichen des XPS-Spektrum liegen, in den sie liegen sollten. Das führt dazu, dass von einer vergleichbaren Stöchometrie ausgegangen werden kann.



Bindungsenergie [eV]

Abbildung 5.7: Übersicht der XPS-Spektren aller Proben. Auf der Abszisseist die Bindungsenerige in eV aufgetragen, auf der Ordinate die Anzahl der Photoelektronen in willkürlichen Einheiten (Arbitrary units). Zur besseren Ansicht sind die Spektren entlang der Ordinate verschoben worden.

#### 5.3.1 Probe 1

Die Eisenschicht der Probe 1 wurde bei einer Substrat-Temperatur von  $30^{\circ}$ C und einer Verdampferleistung von P = 28,5W hergestellt.

Um die Kristallstruktur zu überprüfen, wurde eine LEED-Messung vom Substrat und eine LEED-Messung von der Eisenschicht aufgenommen. In Abbildung (5.8) werden die Aufnahmen gegenüber gestellt. Auf der linken Seite ist die LEED-Aufnahme vom Magnesiumoxid-Substrat bei einer Energie von 170eV gezeigt. Die LEED-Aufnahme auf der rechten Seite zeigt die Eisenschicht der Probe 1 bei einer Energie von ebenfalls 170eV. Beide Aufnahmen zeigen deutlich die kubische Einheitszelle im reziproken Raum. Da die Gitter direkt übereinander liegen, lässt auf



Abbildung 5.8: Links: LEED-Aufnahme vom Magnesiumoxid-Substrat der Probe 1 bei einer Energie von 170eV. Rechts: LEED-Aufnahme von der Eisenschicht auf der Probe 1 bei einer Energie von 170eV. Bei beiden Aufnahmen ist deutlich die kubische Einheitszelle im reziproken Raum zu erkennen

ein epitaktisches Adsorptionsverhalten, wie in Kapitel (3.1) beschrieben, schließen. Im Folgenden wird auf die Betrachtung weiterer LEED-Messungen verzichtet, da keine der Proben eine anderes Verhalten im LEED zeigt.

Die Probe 1 wurde mit dem STM in verschiedenen Messbereichen für die maximale Auflösung von 512x512 Bildpunkten untersucht. Für alle Proben wurde eine STM-Aufnahme in einem Messbereich von 100x100nm oder 200x200nm aufgenommen, um einen Überblick von der Oberfläche zu bekommen und um eine geeignete Position für eine Messung in dem Bereich von 50x50nm zu suchen. Die Messung im Bereich 200x200nm ist für die Probe 1 in Abbildung (5.9) abgebildet. Es zeigt sich, dass die Eisenatome kleine Klümpchen (englisch Cluster) bilden. Diese Cluster resultieren aus dem Inselwachstum [15] von Eisen auf der MgO(001) Oberfläche. Um die Cluster weiter zu untersuchen, wurden STM-Aufnahmen in einem kleineren Messbereich 100x100nm bei einer Tunnelspannung  $U_{Bias} = 1,164V$  und einem Tunnelstrom von  $I_t = 0,62nA$  durchgeführt. In der in Abbildung (5.10) gezeigten Messung sind zwei Linien eingezeichnet. Diese Linien markieren die Pfade von zwei Höhenprofilen, die in Abbildung (5.11) dargestellt sind. Aus den Höhenprofilen lassen sich die Cluster-Breiten bestimmen. Der Messfehler lässt sich verkleinern, indem über mehrere Einzelwerte gemittelt wird. Dann ergibt sich für diesen Messbereich



Abbildung 5.9: STM-Aufnahme von Probe<br/>1 bei in einem Messbereich von 200x200nm und einer Auflösung von 512x512 Pixeln. Die Messung wurde bei einer Tunnelspannung  $U_{Bias} = 1,164$ V und einem Tunnelstrom von  $I_t = 1,47$ nA durchgeführt.



Abbildung 5.10: STM-Aufnahme von Probe 1 bei einem Messbereich von 100x100nm und einer Auflösung von 512x512 Pixeln. Die Messung wurde bei einer Tunnelspannung  $U_{Bias} = 1,164$ V und einem Tunnelstrom von  $I_t = 0,62$ nA durchgeführt.



eine mittlere Cluster-Breite von 3,4nm. Um die Genauigkeit zu erhöhen, wurde eine

Abbildung 5.11: Höhenprofil aus Abbildung (5.10).

weitere STM-Aufnahme im Messbereich 50x50nm durchgeführt. Die Messung der Auflösung von 50x50nm ist unter Abbildung (5.12) aufgeführt. Das Verfahren zur Bestimmung der Cluster-Breite anhand eines Höhenprofils (siehe Abbildung (5.13)) verhält sich analog zu der beim Messbereich von 100x100nm beschriebenen Vorgehensweise. Damit ergibt sich im Messbreich von 50x50nm eine Cluster-Breite von 3,2nm. Die Messgenauigkeit in kleineren Messbereichen ist besser, weil eine kleinere Fläche auf die maximale Anzahl von Bildpunkten (512x512 Pixel) abgebildet wird. Aus diesem Grund wurde bei allen Proben mindestens eine STM-Messung im Messbereich von 50x50nm durchgeführt.

Die Software WSxM bietet die Möglichkeit, eine Analyse der Rauheit einer Oberfläche durchzuführen. Hierfür wird die Höhenverteilung aller Bildpunkte verglichen. In Abbildung (5.14) ist die graphische Darstellung der Höhenverteilung gezeigt. Für die Analyse wurde die STM-Aufnahme aus Abbildung (5.12) verwendet. Für die Rauheit einer Fläche wird meistens RMS-Rauheit (root-mean-squared) angegeben. Hierbei gilt, je kleiner der RMS-Wert ist, desto glatter ist die Oberfläche,



Abbildung 5.12: STM-Aufnahme von Probe 1 bei einem Messbereich von 50x50nm und einer Auflösung von 512x512 Pixeln. Die Messung wurde bei einer Tunnelspannung  $U_{Bias} = 1,164$ V und einem Tunnelstrom von  $I_t = 0,64$ nA durchgeführt.



Abbildung 5.13: Höhenprofil aus Abbildung (5.12).

die er beschreibt. Die RMS-Rauheit wird für eine  $N \times M$  große Fläche mit dem Höhenwert z(x, y) und der mittleren Höhe  $\overline{z}$  durch

$$R_{RMS} = \sqrt{\frac{1}{M \cdot N} \sum_{x=1}^{M} \sum_{y=1}^{N} (z(x,y) - \overline{z})^2}$$
(5.1)

bestimmt. Die RMS-Rauheit von Abbildung (5.12) ist dann  $R_{RMS} = 0.792$ nm.



Abbildung 5.14: Rauheitssanalyse von Abbildung (5.12).

#### 5.3.2 Probe 2

Bei dieser Probe wurde ebenfalls eine Substrat-Temperatur von  $30^{\circ}$ C verwendet, mit dem Unterschied, dass eine höhere Verdampferleistung P = 32W verwendet wurde. Bei der Messung in Abbildung (5.15) fällt auf, dass das Signal-Rausch-Verhältnis im Vergleich zu Probe 1 wesentlich besser ist. Dies liegt daran, dass eine neue Spitze in das STM eingesetzt wurde. Die Fehlversuche mit den Proben ohne Gold-Kontakt haben durch Kollisionen mit der Probenoberfläche zu einer Deformation der alte Spitze geführt.

Die in Abbildung (5.15) dargestellte STM-Aufnahme weist, ähnlich wie bei Probe 1, Eisen-Cluster auf. Zur weiteren Analyse wurde eine STM-Messung (siehe Abbildung (5.16)) im Messbereich von 50x50nm vorgenommen. Die Auswertung der STM-Messung in Abbildung (5.16) wird analog zu der Auswertung von Probe 1 durchgeführt. Aus den Höhenprofilen (siehe Abbildung (5.17)) lässt sich eine mittlere Cluster-Breite von 5,7nm bestimmen. Die Rauheit der Oberfläche ist  $R_{RMS} =$ 0,359nm. Bei der Betrachtung von Abbildung (5.18) fällt auf, dass Höhenunterschiede



Abbildung 5.15: STM-Aufnahme von Probe 2 bei einem Messbereich von 100x100nm und einer Auflösung von 512x512 Pixeln. Die Messung wurde bei einer Tunnelspannung  $U_{Bias} = 1,25$ V und einem Tunnelstrom von  $I_t = 0,67$ nA durchgeführt.

wesentlich geringer sind als bei Probe 1. Dies ist zu einem Teil auf die neue STM-Spitze zurückzuführen, ein anderer Grund ist, dass die Oberfläche im Messbereich wesentlich ebener ist als bei Probe 1. Es ist nicht unwahrscheinlich, dass auch verschiedene Bereiche auf der selben Probe unterschiedliche Rauheiten haben.



Abbildung 5.16: STM-Aufnahme von Probe 2 bei einem Messbereich von 50x50nm und einer Auflösung von 512x512 Pixeln. Die Messung wurde bei einer Tunnelspannung  $U_{Bias} = 1,25$ V und einem Tunnelstrom von  $I_t = 0,65$ nA durchgeführt.



Abbildung 5.17: Höhenprofil aus Abbildung (5.16).



Abbildung 5.18: Rauheitsanalyse von Abbildung (5.16).

#### 5.3.3 Probe 3

Vor dem Aufdampfen wurde das Substrat von Probe 3 auf eine Temperatur 200°C erhitzt. Diese Temperatur wurde während des Aufdampfens der Eisenschicht konstant gehalten. Der Verdampfer wurde mit einer Leistung von 32W betrieben. Nach dem Abkühlen der Probe erfolgte eine STM-Messung. Die Strukturen der Oberfläche, die in Abbildung (5.19) gezeigt sind, bestehen aus eckigen Clustern. Die meisten Cluster haben Kanten, die parallel zu den Kanten anderer Cluster orientiert sind. Das Höhenprofil in Abbildung (5.20) zeigt dennoch eine deutliche Trennung der einzelnen Cluster.

In der Messung, die in Abbildung (5.21) dargestellt ist, wird mit Hilfe von Höhenlinien die Terrassenstruktur der Cluster veranschaulicht. In Höhenprofil in Abbildung (5.22) wurden im Abstand der halben Gitterkonstante von Eisen Hilfslinien eingezeichnet um hervorzuheben, dass es sich um einzelne Atomlagen handelt, die von der elektronische Struktur der Oberfläche repräsentiert werden. Der halbe Gitterabstand begründet sich darauf, dass Eisen eine bcc-Struktur besitzt, so dass der Lagenabstand bei Eisen der halben Gitterkonstante  $\frac{1}{2}a_{Fe} = 1,4333$ Å entspricht.

Auch hier lässt sich die Cluster-Breite durch die bekannte Vorgehensweise zu 15, 6nm bestimmen. Die Rauheit der Oberfläche aus Abbildung (5.23) beträgt  $R_{RMS} = 0,330$ nm.



Abbildung 5.19: STM-Aufnahme von Probe 3 bei einem Messbereich von 200x200nm und einer Auflösung von 512x512 Pixeln. Die Messung wurde bei einer Tunnelspannung  $U_{Bias} = 1,25$ V und einem Tunnelstrom von  $I_t = 0,84$ nA durchgeführt.



Abbildung 5.20: Höhenprofil aus Abbildung (5.19).



Abbildung 5.21: STM-Aufnahme von Probe 3 bei einem Messbereich von 50x50nm und einer Auflösung von 512x512 Pixeln. Die Messung wurde bei einer Tunnelspannung  $U_{Bias} = 1,25V$  und einem Tunnelstrom von  $I_t = 0,58$ nA durchgeführt. Um die Atomaren Lagen hervorzuheben, wurden im linken Bildbereich Höhenlinien eingezeichnet.



Abbildung 5.22: Höhenprofil aus Abbildung (5.21).



Abbildung 5.23: Rauheitsanalyse von Abbildung (5.21).

#### 5.3.4 Probe 4

Diese Probe wurde ähnlich der Probe 3 hergestellt mit dem Unterschied, dass eine geringere Leistung P = 28W des Verdampfers verwendet wurde. Bei dieser Probe ist ein Ebenenwachstum erkennbar. Die Strukturen, die bei den anderen Proben, als Clustern aus vielen Atomlagen zu erkennen waren, sind hier nur noch kleine Inseln die aus nicht mehr als zwei atomaren Lagen bestehen. Der Großteil der Oberfläche ist hier von geschlossenen Ebenen bedeckt und die Analyse anhand von Abbildung (5.25) liefert Inseln mit einer Höhe von einer Atomlage und einem mittleren Durchmesser von 3,2nm. Die Rauheit der Oberfläche ist bei dieser Probesehr klein und hat den Wert  $R_{RMS} = 0,106$ nm.



Abbildung 5.24: STM-Aufnahme von Probe 4 bei einem Messbereich von 100x100nm und einer Auflösung von 512x512 Pixeln. Die Messung wurde bei einer Tunnelspannung  $U_{Bias} = 1,25$ V und einem Tunnelstrom von  $I_t = 1,05$ nA durchgeführt.



Abbildung 5.25: STM-Aufnahme von Probe 4 bei einem Messbereich von 50x50nm und einer Auflösung von 512x512 Pixeln. Die Messung wurde bei einer Tunnelspannung  $U_{Bias} = 1,25V$  und einem Tunnelstrom von  $I_t = 1,05$ nA durchgeführt.Um die Atomaren Lagen hervorzuheben, wurden im unteren Bildbereich Höhenlinien eingezeichnet.



Abbildung 5.26: Höhenprofil aus Abbildung (5.25).



Abbildung 5.27: Rauheitsanalyse von Abbildung (5.25).

#### 5.3.5 Probe 5

Diese Probe wurde bei einer Temperatur von 100°C und einer Verdampferleistung von P = 32W hergestellt. Bei der Betrachtung von Abbildung (5.28) fällt auf, dass bei dieser Probe zwei Sorten von Clustern auftreten. Zum einen erkennt man große Cluster mit einem mittleren Durchmesser von 17nm, die bei genauer betrachtung aus vielen kleinen Clustern mit dem mittleren Druchmesser von 2,7nm bestehen. Die Rauheit der Oberfläche liegt bei  $R_{RMS} = 0,243$ nm.



Abbildung 5.28: STM-Aufnahme von Probe 5 bei einem Messbereich von 100x100nm und einer Auflösung von 512x512 Pixeln. Die Messung wurde bei einer Tunnelspannung  $U_{Bias} = 1,25$ V und einem Tunnelstrom von  $I_t = 0,46$ nA durchgeführt.



Abbildung 5.29: Höhenprofil aus Abbildung (5.28).



Abbildung 5.30: STM-Aufnahme von Probe 5 bei einem Messbereich von 50x50nm und einer Auflösung von 512x512 Pixeln. Die Messung wurde bei einer Tunnelspannung  $U_{Bias} = 1,25$ V und einem Tunnelstrom von  $I_t = 0,53$ nA durchgeführt.



Abbildung 5.31: Höhenprofil aus Abbildung (5.30).



Abbildung 5.32: Rauheitsanalyse von Abbildung (5.30).

#### 5.3.6 Zusammenfassung und Diskussion der Messergebnisse

Aus den Beobachtungen geht hervor, dass der Aufdampfprozess von Eisen auf Magnesiumoxid(001) eine große Sensitivität bezüglich der Substrat-Temperatur aufweist.

Bei niedrigen Temperaturen nahe der Raumtemperatur tritt ein Inselwachstum (Vollmer-Weber-Wachstum) auf. Die Eisenatome schließen sich auf der Oberfläche zu Clustern von 3nm bis 5nm Durchmesser zusammen. Dieses Verhalten erfolgt auch noch bei mehreren nm Schichtdicke. Wird eine höhere Temperatur des Substrates von 100°C verwendet, werden die Cluster auf der Oberfläche größer. Es wurde hier eine mittlere Clustergröße von 15nm gemessen. Diese Cluster bestehen aus vielen kleinen Clustern mit einem mittleren Durchmesser von 2,7nm. Wird die Temperatur weiter erhöht, nehmen die Cluster langsam eine viereckige Gestalt an und ihr Durchmesser vergrößert sich. Das Verhalten der Cluster wird in der Literatur im Rahmen der unterschiedlichen Präparation der Proben von Jordan et al. [2] bestätigt.

Wird die Substrat-Temperatur auf einen Wert von 200°C erhöht, geht das Inselwachstum (Vollmer-Weber-Wachstum) in ein Ebenenwachstum (Frank-van der Merve-Wachstum) über.

Der Einfluss der Verdampferleistung auf die Beschaffenheit der Oberfläche kann mit einer so geringen Anzahl von Proben, nicht zweifelsfrei geklärt werden. Die Verkleinerung der Rauheit für wenig Leistung bei einer Substrattemperatur von 200°C könnte ebenso durch die längere Aufdampfzeit zu begründen sein. Das Substrat ist dann länger der hohen Temperatur ausgesetzt und die Eisenatome haben mehr Zeit sich anzuordnen. Fest steht, dass durch den Übergang zum Ebenenwachstum die Rauheit der Oberfläche abnimmt. 5 Messergebnisse

## 6 Zusammenfassung und Ausblick

Thema dieser Arbeit ist die Untersuchung von Eisenschichten auf Magnesiumoxid(001), die unter Variation von Temperatur und Aufdampfgeschindigkeit hergestellt wurden. Um eine Vergleichbarkeit der Schichten zu gewährleisten, wurden die Proben mit Hilfe von LEED- und XPS-Messungen vorcharakterisiert. Die Oberfläche der Schichten wurde mit dem STM untersucht.

Die technische Herausforderung bei dieser Arbeit lag darin, die Eisenschicht elektrisch leitend mit dem Probenhalter zu verbinden. Dafür wurde ein neuer Probenhalter entworfen und das Substrat mit einem Gold-Kontakt bedampft, um eine Untersuchung mit dem STM zu ermöglichen.

Die untersuchten Proben zeigen, dass das Wachstumsverhalten von Eisen auf Magnesiumoxid stark von der Temperatur und weniger von der Aufdampfgeschwindigkeit abhängt. Bei niedrigen Temperaturen bilden sich auf der Oberfläche vom Magnesiumoxid rundliche Eisen Cluster mit einem Durchmesser von 3 nm bis 5 nm. Wird die Temperatur des Substrats für den Aufdampfprozess erhöht, nimmt die Größe der Eisen Cluster zu. Bei einer Temperatur des Substrats von 200°C ändert sich die Form der Cluster, sie werden eckig. Zusätzlich ändert sich das Wachstumsverhalten von drei dimensionalen Inselwachstum (Vollmer-Weber-Wachstum) bzw. der Entstehung Cluster in ein Ebenenwachstum (Frank-van der Merve-Wachstum). Auf der Oberfläche bilden sich vermehrt geschlossene Schichten anstatt von Clustern aus mehreren atomaren Lagen.

Die Rauheit der Oberfläche nimmt bei steigender Temperatur ab und langsame Aufdampfraten verstärken dies zusätzlich. Dies ist eine wichtige Erkenntnis, denn die Optimierung der Oberfläche ist für die Anwendung von dünnen Eisenschichten in Bauteilen magnetischer oder elektrischer Natur sehr wichtig.

Für zukünftige Untersuchungen würde sich anbieten, weitere Proben bei Substrat-Temperaturen im Bereich von 100°C bis 300°C herzustellen, um herauszufinden, ob Eisen bei einer bestimmten Temperatur ein Lage für Lage Wachstum aufweist. Ein weiterer Ansatz wäre eine Überprüfung, ob nachträgliches Erhitzen der Schichten die Rauheit der Oberfläche verringert. Es sollte auch eine alternative Möglichkeit gesucht werden, die Eisenschicht zu kontaktieren, ohne dass ein zusätzliches Material auf das Substrat aufgetragen werden muss. Der Gold-Kontakt verhindert eine sinnvolle Bestimmung der Schichtdicke, ohne die eine nachträgliche Überprüfung der Aufdampfgeschwindigkeit nicht möglich ist.

## Literatur

- LAWLER, J.F., R. SCHAD, S. JORDAN und H. VAN KEMPEN: Structure of epitaxial Fe films on MgO(100). Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 165(1-3):224 – 226, 1997. Symposium E: Magnetic Ultrathin Films, Multilayers and Surfaces.
- [2] JORDAN, S. M., R. SCHAD, D. J. L. HERRMANN, J.F. LAWLER und H. VAN KEMPEN: Quantitative assessment of STM images of Fe grown epitaxially on MgO(001) using fractal techniques. Phys. Rev. B, 58(19):13132–13137, Nov 1998.
- [3] OURA, K., V.G. LIFSHITS, A.A. SARANIN, A.V. ZOTOV und M. KATAYAMA: Surface Science (An Introduction). Springer, 2003.
- [4] CHEN, C. JULIAN: Introduction to Scanning Tunneling Microsscopy. Oxford Science Publications, 2008.
- [5] JOHN C. VICKERMAN, HANS JÖRG MATHIEU, BUDDY D. RATNER, DA-VID MCPHAIL DAVID G. CASTNER, MARTYN E. PEMBLE MARK DOWSETT, EDMUND TAGLAUER und GRAHAM J. LEGGETT JOANNA L. S. LEE IAN S. GILMORE ROD WILSON PETER GARDNER, CHRISTOPHER A. LUCAS: Surface Analysis - The Principal Techniques, 2nd Edition. John Wiley & Sons, Ltd, 2009. http://dx.doi.org/10.1002/9780470721582.
- [6] PROFESSOR DR. ERNST MEYER, PROFESSOR DR. HANS JOSEF HUG, DR. ROLAND BENNEWITZ: *Scanning Probe Microscopy, The Lab on a Tip.* Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, 2004.
- [7] TERSOFF, J. und D. R. HAMANN: Theory and Application for the Scanning Tunneling Microscope. Phys. Rev. Lett., 50(25):1998–2001, Jun 1983.
- [8] TERSOFF, J. und D. R. HAMANN: Theory of the scanning tunneling microscope. Phys. Rev. B, 31(2):805–813, Jan 1985.
- [9] BARDEEN, J.: Tunnelling from a Many-Particle Point of View. Phys. Rev. Lett., 6(2):57–59, Jan 1961.
- [10] NIST: X-ray Photoelectron Spectroscopy Database.
- [11] LAIRSON, B. M., A. P. PAYNE, S. BRENNAN, N. M. RENSING, B. J. DA-NIELS und B. M. CLEMENS: In situ x-ray measurements of the initial epitaxy of Fe(001) films on MgO(001). Journal of Applied Physics, 78(7):4449–4455, 1995.
- [12] SCHMITZ, W. (1976), E. PREUSS. B. KRAHL-URBAN. R. BUTZ.: Laue Atlas. Kernforschungsanlage Jülich Bertelsmann Universitätsverlag Düsseldorf, 1974.
- [13] I. HORCAS, R. FERNANDEZ, J.M. GOMEZ-RODRIGUEZ-J. COLCHERO J. GOMEZ-HERRERO A. M. BARO: WSXM: A software for scanning probe microscopy and a tool for nanotechnology. Rev. Sci. Instrum., 78:013705, 2007.

- [14] WILKENS, HENRIK: Röntgen- und Vektor-MOKE-Untersuchung ferromagnetischer Fe-Schichten. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2010.
- [15] BECKER, T.: MOKE-Untersuchungen an ferromagnetischen Metallschichten. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2008.

## Danksagung

Ich möchte mich an dieser Stelle bei Professor Joachim Wollschläger bedanken, der mir die Möglichkeit gegeben hat, diese Arbeit in seiner Arbeitsgruppe 'Dünne Schichten und Grenzflächen' zu verfassen.

Ich danke allen Mitgliedern der Arbeitsgruppe, die angenehme Arbeitsatmosphäre war eine große Motivation für mich und meine Arbeit. Ein besonderer Dank gilt meinem Betreuer Martin Suendorf der immer Zeit gefunden hat meine Fragen zu beantworten, im Labor zu helfen und nicht zu vergessen mich beim Verfassen dieser Arbeit zu unterstützen. Auch danke ich Timo Kuschel, Sebastian Gevers und Florian Bertram für die kompetenten Korrekturen.

Ein großer Dank gilt auch der Feinmechanischen Werkstatt und der Elektronik-Werkstatt der Universität Osnabrück. Freundlich und kompetent gibt es hier eine Lösung für jedes Problem.

Im privaten Bereich Danke ich meiner Freundin Julia für die Unterstützung während meines gesamten Studiums.