



## Bachelorarbeit

---

# Untersuchung der $\text{Fe}_3\text{O}_4(111)$ Zwischenschicht auf $\text{SrTiO}_3$

---

Autor:  
Sören Schmitz

Matrikelnummer: 969606  
Osnabrück, den 13. März 2020

Erstprüfender: Prof. Dr. Joachim Wollschläger  
Zweitprüfender: Dr. Karsten Küpper

Bachelor-Arbeit vorgelegt im Rahmen der Prüfung  
Studiengang Bachelor Physik



*„Wenn etwas wichtig genug ist, dann mach es, auch wenn alle Chancen gegen dich stehen.“ - Elon Musk*



# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Theoretische Grundlagen</b>	<b>3</b>
2.1	Festkörper und Oberflächen . . . . .	3
2.2	Millersche Indizes . . . . .	3
2.3	Reziproker Raum . . . . .	4
2.4	Beugung an Kristallen . . . . .	5
2.5	Elektronenbeugung . . . . .	7
2.5.1	Kinematische Beugungstheorie . . . . .	7
2.5.2	Streuphase und atomare Stufen . . . . .	8
2.5.3	Rautiefe und G(S)-Analyse . . . . .	10
2.5.4	H(S)-Analyse . . . . .	11
2.6	Auger Electron Spectroscopy (AES) . . . . .	13
2.6.1	Quantitative Analyse . . . . .	15
<b>3</b>	<b>Materialsystem</b>	<b>17</b>
3.1	Strontium-Titanat - $\text{SrTiO}_3$ . . . . .	17
3.1.1	Magnetit - $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . . . . .	18
<b>4</b>	<b>Experimentelle Grundlagen</b>	<b>19</b>
4.1	Ultrahochvakuum(UHV) . . . . .	19
4.2	Spot Profile Analysis - Low Energy Electron Diffraction (SPA-LEED) - Aufbau . . . . .	20
4.3	Auger Electron Spectroscopy (AES) - Aufbau . . . . .	22
4.4	Probenpräparation . . . . .	23
<b>5</b>	<b>Messergebnisse &amp; Auswertung</b>	<b>25</b>
5.1	SPA-LEED Untersuchung vom Substrat . . . . .	25
5.2	Messung der Bedeckungsserie . . . . .	27
5.2.1	Untersuchung des (00)-Reflexes . . . . .	29
5.3	Untersuchung der weiteren Reflexe . . . . .	31
5.3.1	Intensität . . . . .	32
5.3.2	Halbwertsbreite . . . . .	33
5.3.3	Position . . . . .	34
5.4	Auswertung der AES . . . . .	36
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>39</b>
<b>7</b>	<b>Summary</b>	<b>41</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>43</b>



# 1 Einleitung

Seit Mitte des 20. Jahrhunderts spielen Computer, sowohl in der Wissenschaft, also auch in der Gesellschaft eine immer größere Rolle. Im Gegensatz zu den ersten Computern, welche noch mechanisch funktionierten [1], basiert die heutige Computertechnologie aber auf halbleitenden Materialien. Hierbei wird sich zunutze gemacht, dass die elektrischen Eigenschaften dieser Materialien durch Dotierungen beeinflusst werden können. Da die Chips und Speicherstellen in Computern und Smartphones aber immer kleiner und leistungsfähiger werden sollen, stößt man mit dieser Methode an Grenzen, weil unterhalb einer bestimmten Bauteilgröße Quanteneffekte nicht mehr vernachlässigt werden können. Nun werden aber neben der Ladungen der Elektronen auch deren Spins betrachtet.

Die Spintronik ist ein Forschungsfeld, welches sich mit solchen Themen beschäftigt. Da bei Magnetit nach [2] theoretisch eine 100% Spinpolarisation möglich ist, ist es für dieses Forschungsfeld von besonderer Bedeutung. Zudem hat es mit 860 K eine recht hohe Curie Temperatur [3]. Unterhalb dieser Temperatur ist Magnetit ferrimagnetisch, somit kann die Ausrichtung der Spins unterhalb der Curie Temperatur nur mit einem sehr starken Magnetfeld verändert werden. Aus diesem Grund können zum Beispiel Speichermedien aus Magnetit über längere Zeit Daten speichern.

Um eine hohe Effizienz spintronischer Bauteile zu erreichen ist es nun notwendig zu verstehen, wie Magnetit mit einer hohen strukturellen Qualität hergestellt werden kann. Defekte an der Oberfläche können hierbei eine starke Auswirkung auf die elektrischen und magnetischen Eigenschaften haben [4]. Aufgrund der geringen Gitterfehlpassung von 0.3 % würde sich Magnesiumoxid als Substrat für das Magnetit anbieten [5]. Andere Untersuchungen haben aber gezeigt, dass Magnesiumoxid bei Temperaturen über 250 °C diffundiert und an der Oberfläche segregiert [6]. Aus diesem Grund wird Strontiumtitanat genutzt. Dieses hat zwar eine höhere Gitterfehlpassung von 7.5 % und bietet nicht ideale Epitaxiebedingungen, aber Interdiffusionsexperimente nach [5] haben gezeigt, dass STO auch bei höheren Temperaturen stabil ist und nicht diffundiert, weshalb es sich für diese Arbeit anbietet. Andere Arbeiten haben zudem gezeigt, dass sich beim Bedampfen von Magnetit eine hexagonale  $(1 \times 1)$   $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (111) Zwischenschicht bildet [7]. In dieser Arbeit soll diese Zwischenschicht bei einer Bedampf-Temperatur von 500 °C analysiert werden.

Zunächst werden in Kapitel 2 die theoretischen Grundlagen erläutert. In Kapitel 3 wird das Materialsystem genauer vorgestellt. In Kapitel 4 werden dann die experimentellen Grundlagen zur Herstellung und Analyse des Magnetits erläutert. Die Vorstellung, Untersuchung und Auswertung der Versuchsergebnisse erfolgt in Kapitel 5. Kapitel 6 fasst die Arbeit zusammen und gibt einen Ausblick und abschließend wird in Kapitel 7 die Zusammenfassung nochmal in englischer Sprache wiederholt.



## 2 Theoretische Grundlagen

Dieses Kapitel befasst sich mit den notwendigen theoretischen Grundlagen, um ein Verständnis für diese Arbeit aufzubauen. Zunächst werden kurz die Grundlagen zu Festkörpern, Oberflächen und Beugung vorgestellt. Dann wird die Theorie zu der in dieser Arbeit verwendeten Elektronenbeugung und AUGER-Elektronen-Spektroskopie vorgestellt

### 2.1 Festkörper und Oberflächen

Ein Festkörper wird als Kristall bezeichnet, wenn dessen Bausteine in einer regelmäßigen Kristallstruktur periodisch in alle drei Raumrichtungen angeordnet sind. Einzelne, sich immer wiederholende Baugruppen im Kristall, werden als Einheitszellen bezeichnet. Diese können durch drei linear unabhängige Gittervektoren  $\vec{a}$ ,  $\vec{b}$  und  $\vec{c}$  aufgespannt werden. Eine Einheitszelle besteht aus einer Basis, welche mehratomig sein kann. Die Position der einzelnen Atome kann in diesem Fall in Bezug zum Ursprung der Basis mit  $\vec{r}_b$  angegeben werden. Das Kristallgitter wird durch den Translationsvektor  $\vec{r}$  und mit den linear unabhängigen Vektoren  $\vec{a}$ ,  $\vec{b}$  und  $\vec{c}$  mathematisch wie folgt beschrieben:

$$\vec{r} = m \cdot \vec{a} + n \cdot \vec{b} + o \cdot \vec{c} \quad . \quad (2.1)$$

Hierbei gilt:  $m, n, o \in \mathbb{Z}$ .

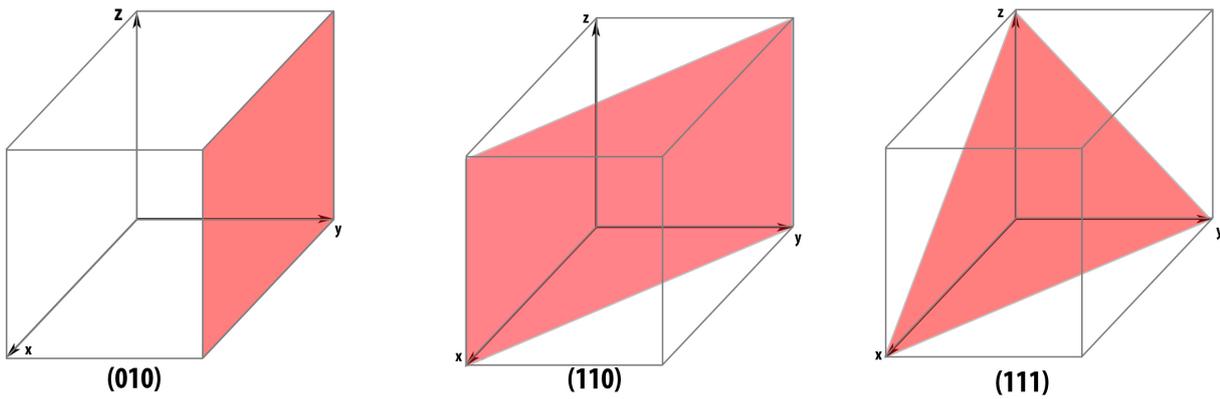
Da Kristalle in der Realität nicht unendlich groß sind, besitzen diese Grenzflächen. An Grenzflächen entstehen ungesättigte Bindungen wodurch sich die physikalischen und chemischen Eigenschaften einer Grenzflächen von denen innerhalb des Volumenkristalls unterscheiden. Der Bereich ist meist nur wenige Atomlagen dick und wird als Oberfläche bezeichnet. Analog zu Gleichung 2.1 können Oberflächen mit dem zweidimensionalen Translationsvektor

$$\vec{r}_{OF} = m' \cdot \vec{a}_{OF} + n' \cdot \vec{b}_{OF} \quad (2.2)$$

beschrieben werden. Hierbei gilt, dass  $m', n' \in \mathbb{Z}$  und  $\vec{a}_{OF}$  und  $\vec{b}_{OF}$  die Gittervektoren der jeweiligen Oberfläche sind.

### 2.2 Millersche Indizes

Die MILLERSCHEN Indizes dienen in der Kristallographie der eindeutigen Zuordnung von Kristallebenen im Kristallgitter. Diese erhält man indem man die Maßzahlen der Achsenabschnitte betrachtet und aus diesen den Kehrwert bildet. Aus dem Kehrwert bildet man dann die kleinsten ganzen Zahlen, welche im gleichen Verhältnis zueinander stehen wie die Kehrwerte. So erhält man beispielsweise aus den Schnittpunkten 6, 2 und 3 die Kehrwerte  $\frac{1}{6}$ ,  $\frac{1}{2}$  und  $\frac{1}{3}$  und hieraus die MILLERSCHEN Indizes  $\{132\}$ . Wenn ein Schnittpunkt im Unendlichen liegt, so erhält dieser den Wert 0 und negative Indizes werden mit einem Balken über der Zahl gekennzeichnet (vgl. Abbildung 2.1).



**Abbildung 2.1:** Beispiel für drei mögliche Ebenen im kubischen Kristallgitter mit den jeweiligen Millersche Indizes.

### 2.3 Reziproker Raum

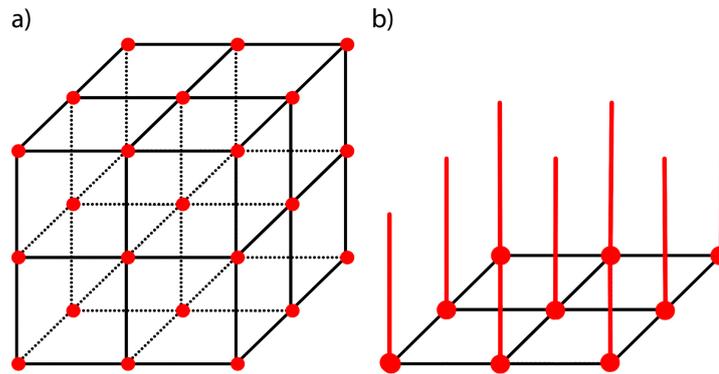
In dieser Arbeit werden unter anderem Untersuchungen mithilfe von Elektronenbeugung durchgeführt. Für Beugung ist die Nutzung des reziproken Raumes sinnvoll. Dieser wird durch die Gittervektoren  $\vec{a}_i^*$  beschrieben. Diese lassen sich entsprechend

$$\begin{aligned}
 \vec{a}_1^* &= 2\pi \cdot \frac{\vec{b} \times \vec{c}}{\vec{a} \cdot \vec{b} \times \vec{c}} \\
 \vec{a}_2^* &= 2\pi \cdot \frac{\vec{c} \times \vec{a}}{\vec{a} \cdot \vec{b} \times \vec{c}} \\
 \vec{a}_3^* &= 2\pi \cdot \frac{\vec{a} \times \vec{b}}{\vec{a} \cdot \vec{b} \times \vec{c}}
 \end{aligned} \tag{2.3}$$

aufstellen. Hierbei stellen  $\vec{a}$ ,  $\vec{b}$  und  $\vec{c}$  die Gittervektoren im Realraum dar. Aus den Gittervektoren im reziproken Raum lässt sich jeder Punkt im reziproken Raum (analog zu 2.1) wie folgt beschreiben:

$$\vec{G} = m \cdot \vec{a}_1^* + n \cdot \vec{a}_2^* + o \cdot \vec{a}_3^* \quad , \text{ mit } m, n, o \in \mathbb{Z}. \tag{2.4}$$

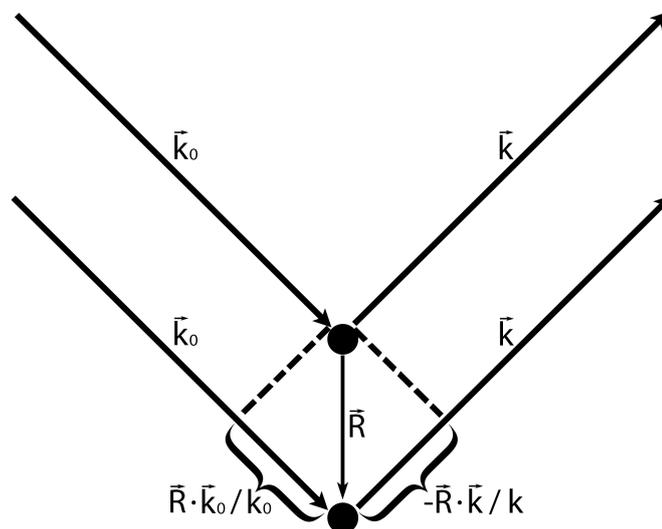
Ein besonderer Fall tritt ein, wenn speziell die Oberfläche eines Festkörpers betrachtet wird. Senkrecht zu dieser Fläche stellt man sich vor, dass im Realraum die nächsten Gitterpunkte unendlich weit entfernt wären. Dies führt im reziproken Raum dazu, dass der Abstand der Gitterpunkte in dieser Richtung gegen 0 geht und die Gitterpunkte sehr dicht zusammenrücken. Durch das Zusammenrücken der Gitterpunkte entstehen Stangen (vgl. Abbildung 2.2).



**Abbildung 2.2:** Reziproker Raum eines 3-dimensionalen Kristalls (a) und Stangen einer Oberfläche (b).

## 2.4 Beugung an Kristallen

Zur Charakterisierung von Kristallstrukturen können verschiedene Methoden genutzt werden. Eine dieser Methoden ist die Beugung. Treffen Wellen mit einer Wellenlänge  $\lambda$  auf die Punkte des Kristallgitters, deren Abstand zueinander durch den Vektor  $\vec{R}$  beschrieben werden kann, so werden diese elastisch gestreut. Die gestreuten Wellen interferieren daraufhin miteinander und erzeugen ein Beugungsbild (vgl. Abbildung 2.3).



**Abbildung 2.3:** Streuung einer Elektronenwelle an einem Gitter. Wobei  $\vec{k}_0$  der einfallende und  $\vec{k}$  der gestreute Wellenvektor ist.

Für konstruktive Interferenz der Elektronenstrahlen gilt

$$\vec{R} \cdot \left( \frac{\vec{k}}{|\vec{k}|} - \frac{\vec{k}_0}{|\vec{k}_0|} \right) = m \cdot \lambda \quad , \text{ wobei } m \in \mathbb{Z}. \quad (2.5)$$

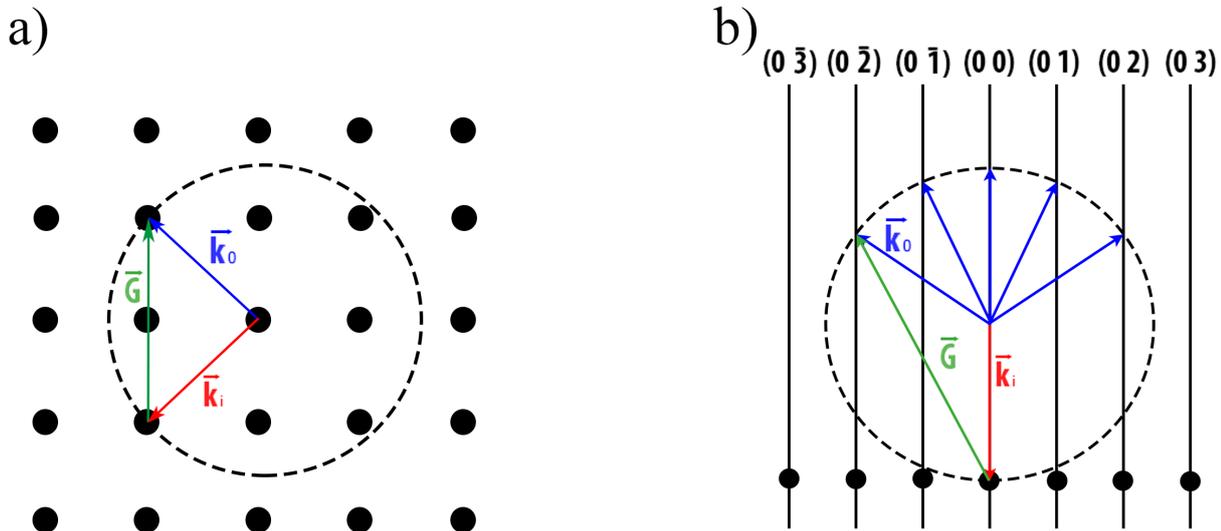
Durch Hinzunahme eines beliebigen reziproken Gittervektors kann man Gleichung 2.5 nun in die Beugungsbedingung für einen dreidimensionalen Kristall umformen. Es ergibt sich

$$\left( \frac{\vec{k}}{|\vec{k}|} - \frac{\vec{k}_0}{|\vec{k}_0|} \right) = \frac{\lambda}{2 \cdot \pi} \cdot \vec{G} \quad . \quad (2.6)$$

Für die Beträge von Wellenvektoren bei elastischer Streuung gilt aufgrund der Energieerhaltung  $|\vec{k}| = |\vec{k}_0| = \frac{2 \cdot \pi}{\lambda}$ . Hieraus ergibt sich die LAUE-Bedingung:

$$\vec{G} = \vec{k} - \vec{k}_0 \quad . \quad (2.7)$$

Um die LAUE-Bedingung zu veranschaulichen kann die Ewald-Konstruktion verwendet werden (vgl. Abbildung 2.4).



**Abbildung 2.4:** Ewald-Konstruktion für den 3D-Fall (a) und Ewald-Konstruktion bei einem Oberflächengitter (b).

Um die Ewaldkugel zu erstellen, wird das Kristall- oder Oberflächengitter konstruiert und der einfallende Wellenvektor  $\vec{k}_0$  eingezeichnet. Der Ursprung von  $\vec{k}_0$  wird hierbei so gewählt, dass der Wellenvektor einen reziproken Gitterpunkt bzw. eine Gitterstange trifft. Nun wird um den Ursprung in einem Radius von  $|\vec{k}| = \frac{2\pi}{\lambda}$  eine Kugel erstellt. Zu jedem Gitterpunkt, welcher auf der Oberfläche der Kugel liegt bzw. jeder Stange, die die Kugeloberfläche schneidet, werden dann die Streuvektoren  $\vec{k}$  eingezeichnet. Aus der Differenz der Vektoren  $\vec{k}_0$  und  $\vec{k}$  ergibt sich der reziproke Gittervektor  $\vec{G}$ . Es entsteht konstruktive Interferenz wo Gleichung 2.7 gilt. Demnach entstehen Beugungsmaxima an den Stellen, an welchen die Oberfläche der EWALD-Konstruktion die Beugungsstangen oder Punkte schneidet. Des Weiteren gilt, je höher die Elektronenenergie gewählt wird, umso größer wird der Radius dieser Konstruktion. Somit entstehen auch mehr Schnittpunkte mit den Beugungsstangen.

## 2.5 Elektronenbeugung

In dieser Arbeit wird für die Untersuchung der Oberfläche Low-Energy-Electron-Diffraction (LEED) in einem Energiebereich von 20-1000 eV verwendet. Die DE BROGLIE-Wellenlänge liegt bei diesen Energien im Bereich von  $0.39 \text{ \AA} \leq \lambda \leq 2.73 \text{ \AA}$  und kann wie folgt berechnet werden:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2 \cdot m \cdot E}} \quad . \quad (2.8)$$

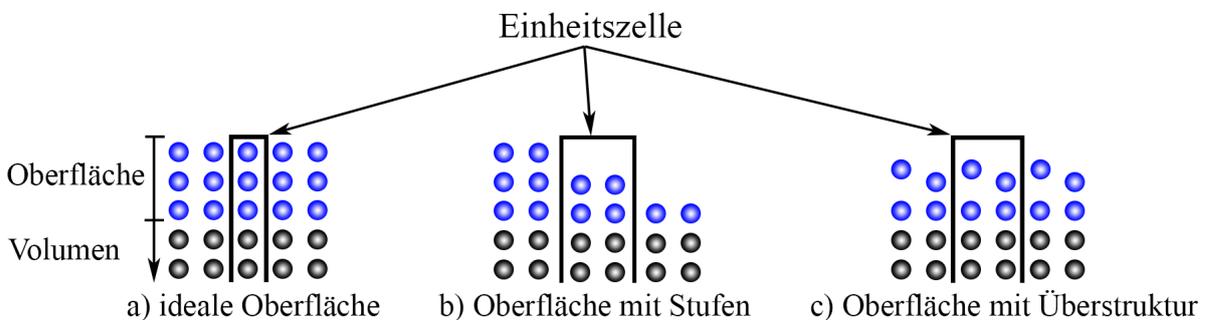
Hierbei ist  $h$  das PLANKSCHE Wirkungsquantum,  $m$  die Masse eines Elektrons und  $E$  die jeweilige Energie.

Dieser Wellenlängenbereich entspricht in etwa der Größenordnung von Kristallgittern. Das ist eine Voraussetzung für das Auftreten von Interferenzerscheinungen bei Beugung. Außerdem beträgt die mittlere freie Weglänge von Elektronen mit einer Energie zwischen 20 eV bis 1000 eV im Festkörper ca.  $6 \text{ \AA}$  [8]. Dies entspricht in etwa 2 bis 3 Monolagen. Somit ist LEED besonders für die Strukturanalyse der Oberfläche eines Kristalls sinnvoll.

### 2.5.1 Kinematische Beugungstheorie

Für eine vollständige Beschreibung der Elektronenbeugung wäre die dynamische Beugungstheorie notwendig. Diese ist für diese Arbeit aber zu komplex. Aus diesem Grunde wird zur Vereinfachung die kinematische Beugungstheorie als Näherung genutzt.

Die Kristalloberfläche wird hierfür entsprechend Abbildung 2.5 in säulenförmige Einheitszellen mit identischem Streuverhalten eingeteilt [9].



**Abbildung 2.5:** Darstellung verschiedener säulenförmiger Einheitszellen.

Eine weitere Annahme ist, dass Mehrfachstreuung vernachlässigt werden kann. Die Streuung wird auf eine Säuleneinheitszelle beschränkt. Trotz dieser Vereinfachung ist eine gute Beschreibung der Lage der Einheitszelle und der Morphologie der Oberfläche immer noch möglich.

Die Elektronenwellen können nach der Fraunhoferschen Näherung als eben angesehen werden, da im Experiment die Abstände zwischen der Elektronenquelle, der Probe und dem Detektor viel größer sind als die Wellenlänge der Elektronen. Folglich gilt für die Amplitude einer an der Ursprungseinheitszelle gestreuten Welle am Punkt  $\vec{r}$ :

$$\psi_0(\vec{k}_0, \vec{k}, \vec{r}) = \psi_i \cdot f_0(\vec{k}_0, \vec{k}) \cdot e^{i\vec{k}\vec{r}} \quad . \quad (2.9)$$

Hierbei ist  $f_0$  der Formfaktor der 0-ten Säule und gibt das Streuverhalten innerhalb dieser an. Bei Streuung an einer beliebigen Säuleneinheit zelle an der Stelle  $\vec{r}_n$  ist die Streuamplitude um die Phase  $\Delta\psi_n = K \cdot \vec{r}_n$ , mit  $K = \vec{k}_0 - \vec{k}$ , verschoben. Des Weiteren muss bei der Streuung an der gesamten Oberfläche über alle Einheitszellen als Streuzentren summiert werden [10]. Somit ergibt sich für die Gesamtamplitude

$$\psi(\vec{k}_0, \vec{k}, \vec{r}) = \frac{\psi_i}{\sqrt{N}} \cdot e^{i\vec{k}\vec{r}} \cdot \sum_n f_n(\vec{k}_0, \vec{k}) \cdot e^{i\vec{K}\vec{r}_n} \quad , \quad (2.10)$$

mit  $N$  als Anzahl aller streuenden Einheitszellen. Im Experiment werden jedoch die Gesamtintensitäten der zurückgestreuten Elektronenwellen gemessen und nicht die Amplituden. Diese werden als Betragsquadrat der Amplitude ausgedrückt:

$$I = \left| \psi(\vec{k}_0, \vec{k}, \vec{r}) \right|^2 = \frac{I_0}{N} \cdot |e^{i\vec{k}\vec{r}}|^2 \cdot \left| \sum_n f_n(\vec{k}_0, \vec{k}) \cdot e^{i\vec{K}\vec{r}_n} \right|^2 \quad . \quad (2.11)$$

Des Weiteren gilt  $|e^{i\vec{k}\vec{r}}|^2 = 1$  aufgrund der Multiplikation der Exponentialfunktion mit deren komplex Konjugierten. Hieraus folgt, dass die Phaseninformation der Wellen am Ort  $\vec{r}$  verloren gehen.

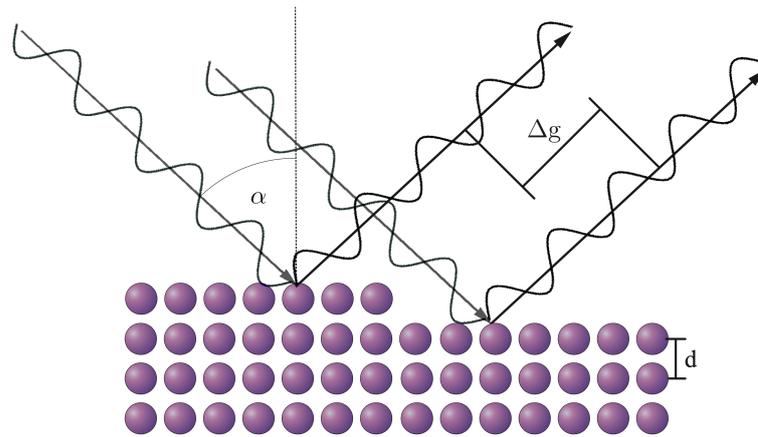
Nun wird angenommen, dass alle Einheitszellen äquivalent sind und den gleichen Formfaktor  $f_n = f$  haben [9]. Hieraus ergibt sich:

$$I = \frac{I_0}{N} \cdot 1 \cdot \underbrace{\left| f(\vec{k}_0, \vec{k}) \right|^2}_F \cdot \underbrace{\left| \sum_n e^{i\vec{K}\vec{r}_n} \right|^2}_G \quad . \quad (2.12)$$

Der dynamische Formfaktor  $F$  berücksichtigt die Position der Atome in der Einheitszelle und die Streuprozesse innerhalb der Säuleneinheiten und bestimmt die absoluten Intensitäten der Beugungsreflexe. Der Gitterfaktor  $G$  bestimmt das Profil der Beugungsreflexe und ist abhängig von der Oberflächenmorphologie [11].

### 2.5.2 Streuphase und atomare Stufen

In der Realität weisen Proben nie eine ideale Oberfläche ohne Defekte auf. So können zum Beispiel Stufen auftreten, diese Stufen haben Einfluss auf das Streuverhalten und können die Reflexprofile verbreitern. Das Interferenzverhalten von kohärenten Elektronenwellen an einer Oberfläche kann mit der dimensionslosen Größe der Streuphase  $S$  beschrieben werden. Hierbei werden der Gangunterschied  $\Delta g$  und die Elektronenenergie  $E$  der interferierenden Materiewelle in Verbindung gebracht. In Abbildungen 2.6 wird die Beugung an einer Stufe dargestellt.



**Abbildung 2.6:** Gangunterschied  $\Delta g$  von zwei gestreuten Wellen, welcher von der Stufenhöhe  $d$  und dem Einfallswinkel  $\alpha$  der Elektronenwellen abhängt. Entnommen aus [12].

Mehrere kohärente Elektronenwellen treffen auf die Stufe und werden an der Oberfläche gebeugt. Da der Weg der auf die untere Stufe treffenden Strahlen etwas länger ist, ergibt sich der Gangunterschied

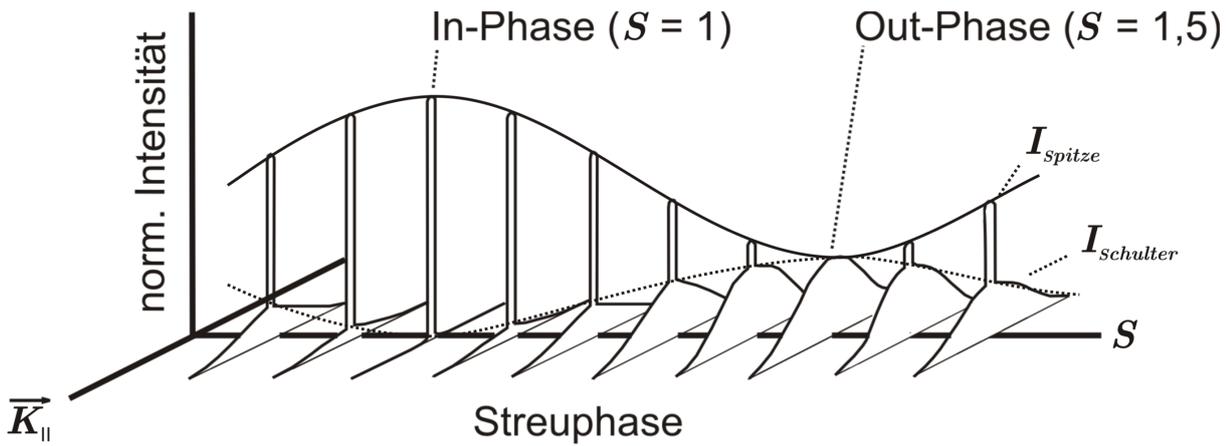
$$\Delta g = n \cdot 2 \cdot d \cdot \cos(\alpha) = S \cdot \lambda \quad , \quad (2.13)$$

wobei  $n$  die Anzahl der an der Beugung beteiligten Schichten,  $d$  der Abstand zwischen den einzelnen Schichten,  $\alpha$  der Winkel der einfallenden Elektronenwellen und  $\lambda$  die Elektronenwellenlänge ist. Diese stellt den Zusammenhang zwischen der Streuphase  $S$  und der Elektronenenergie  $E$  her. Aus der DE BROGLIE-Wellenlänge (vgl. Gleichung 2.8) und Gleichung 2.13 erhält man:

$$E = \frac{\pi^2 \cdot \hbar^2}{2 \cdot m} \cdot \left( \frac{S}{d \cdot \cos(\alpha)} \right)^2 \quad . \quad (2.14)$$

Die Streuphase gibt an, ob sich die Wellen destruktiv oder konstruktiv überlagern. Ist die Streuphase halbzahlrig, so überlagern sich die Wellen destruktiv. Ein solcher Fall wird Out-Phase genannt. Ist die Streuphase ganzzahlrig, so erhält man konstruktive Interferenz. Dieser Fall wird In-Phase genannt.

Die Betrachtung des Reflexprofils zeigt, dass bei einer In-Phase ein Delta-förmige Spitze vorliegt und eine diffuse Schulter in der Out-Phase. Das Delta-Profil entsteht durch konstruktive Interferenz an der lateralen Periodizität des Kristallgitters, während die diffuse Schulter durch die geänderten Interferenzbedingungen durch die gestufte Oberfläche entsteht [11]. Zudem gibt es Zwischenphasen, in welchen sich die Spitze mit der diffusen Schulter überlagert (vgl. Abbildung 2.7).



**Abbildung 2.7:** Abhängigkeit des Intensitätsprofils von der Streuphase. Entnommen aus [7].

Aus der Analyse der Reflexprofile lassen sich Informationen über die Oberflächenmorphologie gewinnen. Die Unterschiede der Intensitäten der zentralen Spitzen geben Aufschluss über die vertikale Rauheit, während aus der Reflexbreite Aussagen über die laterale Rauheit getroffen werden können [13]. Des Weiteren lässt sich aus dem Abstand zweier benachbarter In-Phasen und den dazugehörigen Energien  $\sqrt{E_n}$  und  $\sqrt{E_{n+1}}$  die Stufenhöhe bestimmen. Hierbei gilt  $\Delta S = S_{n+1} - S_n = 1$ . Mit Gleichung 2.14 ergibt sich somit für die Stufenhöhe

$$d = \frac{\sqrt{150.4}}{2 \cdot \cos(\alpha)} \cdot \frac{\Delta S}{\sqrt{E_{n+1}} - \sqrt{E_n}} = \frac{\sqrt{150.4}}{2 \cdot \cos(\alpha)} \cdot \frac{1}{\sqrt{E_{n+1}} - \sqrt{E_n}} \quad (2.15)$$

Der Wert von  $\sqrt{150.4}$  ergibt sich durch das Einsetzen der Elektronenmasse  $m_e$  und des planckschen Wirkungsquantums  $h$  in Gleichung 2.14.

### 2.5.3 Rautiefe und G(S)-Analyse

Die Rautiefe, oder auch RMS-Rauheit (root-mean-squared) gibt die Standardabweichung der mittleren Oberflächenhöhe an und kann über den Gitterfaktor in Abhängigkeit von der Streuphase untersucht werden. Da im Experiment nur die Intensität  $I$  entsprechend Gleichung 2.12 messbar ist, erhält man durch die Normierung der integralen Spitzenintensität auf die integrale Gesamtintensität eine Näherung für den Gitterfaktor [14]. So lässt sich  $G(S)$  vereinfacht durch

$$G(S) = \frac{\int Gauss}{\int Gauss + \int Lorentz} \quad (2.16)$$

berechnen. Um nun die RMS-Rauheit zu berechnen, betrachtet man die Standardabweichung der Höhenverteilung verschiedener Schichten. Für diese gilt:

$$\Delta = d \cdot \sqrt{\langle h^2 \rangle - \langle h \rangle^2} \quad (2.17)$$

Die RMS-Rauheit lässt sich nach [14] durch die Krümmung der  $G(S)$ -Kurve in einer In-Phase berechnen. Entwickelt man in einer In-Phase den G-Faktor durch eine Taylorreihe, ergibt sich durch eine anschließende Fouriertransformation für die zentrale Spitze

$$G_0(S) = (1 - \Delta^2(\delta S)^2) \quad , \quad (2.18)$$

mit  $\delta S = S - S_0$ , welches die Abweichung der Streuphase  $S$  von der In-Phase bei  $S_0$  ist. Nähert man dies nun mit einer Gaußskurve an, ergibt sich:

$$G_0(S) = e^{-\left(\frac{\Delta}{d}\right)^2 \cdot (2 \cdot \pi \cdot (\delta S))^2} \quad . \quad (2.19)$$

Daraus folgt die Rautiefe aus der Halbwertsbreite  $\delta S_{1/2}$  (*FWHM*) der genäherten Gaußfunktion

$$\Delta = \frac{d \cdot \sqrt{\ln(2)}}{\pi \cdot (\delta S_{1/2})} \quad . \quad (2.20)$$

Nun kann die Streuphase durch die Wurzel der Energie, entsprechend Gleichung 2.14 ausgedrückt werden. Somit erhält man für die RMS-Rauheit:

$$\Delta_{\text{\AA}} = \frac{\sqrt{\ln(2)} \cdot 150.4}{2\pi \cos(\alpha) \cdot FWHM} \quad . \quad (2.21)$$

#### 2.5.4 H(S)-Analyse

Bei der H(S)-Analyse wird die Halbwertsbreite der diffusen Schulter in Abhängigkeit der Streuphase untersucht. Aus dieser Analyse können unter anderem Informationen über die Terrassenweite erhalten werden. Für die H(S)-Analyse wird die Oberfläche in einem ersten Schritt so betrachtet, dass nur Stufen mit der Höhe einer Monolage vorhanden sind. Hierfür wird ausgenutzt, dass die Interferenz zweier Wellen an einer atomaren Stufe bei Out-Phasen destruktiv ist. Somit können mehrere übereinander gestapelte Schichten auf ein Zwei-Schichten-System projiziert werden [15] (vgl. Abbildung 2.8).

Nach [16] kann der Gitterfaktor als

$$G(\vec{K}) = \frac{1}{2(1 - \cos(aK_{\parallel}))} \left[ \frac{(1 - \alpha)(1 - \beta)}{(1 - \alpha\beta)} - \frac{(1 - \alpha^*)(1 - \beta^*)}{(1 - \alpha^*\beta^*)} \right] \quad (2.22)$$

dargestellt werden. Hierbei sind  $\alpha$  und  $\beta$  die Fouriertransformierten der Höhenverteilung  $P_S(h)$  und der Terrassenlängenverteilung  $P_T(\Gamma)$  und  $\alpha^*$  und  $\beta^*$  deren komplex Konjugierte wobei gilt:

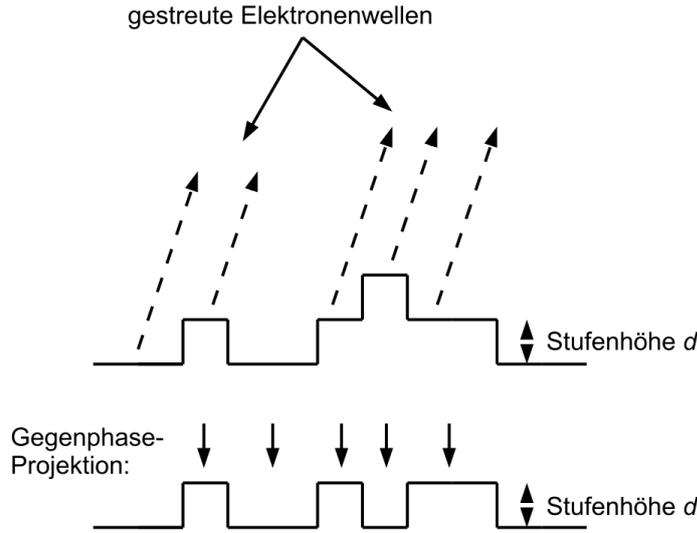
$$\alpha = \sum_h P_S(h) \cdot e^{idK_{\perp}h} \quad (2.23)$$

und

$$\beta = \sum_{\Gamma} P_T(\Gamma) \cdot e^{iaK_{\parallel}\Gamma} \quad . \quad (2.24)$$

Nun muss die Terrassenlängenverteilung präzisiert werden. Für diese wird eine geometrische Verteilung angenommen, diese zeichnet sich dadurch aus, dass mit steigender Terrassenlänge die Häufigkeit der Terrassen exponentiell abnimmt. Sie wird durch

$$P_{\text{Geometrisch}}(\Gamma) = \langle \Gamma \rangle^{-1} \cdot e^{-\frac{\Gamma}{\langle \Gamma \rangle}} \quad (2.25)$$



**Abbildung 2.8:** Mehrschichtsystem, welches in ein Einschichtsystem übertragen wird. Entnommen aus [15].

beschrieben. Setzt man diese in Gleichung 2.22 ein und nimmt eine symmetrische Stufenhöhenverteilung an, so kann das Reflexprofil durch eine Lorentzfunktion beschrieben werden [7]. Somit gilt:

$$G(\vec{K}) \sim \frac{1}{\kappa^2 + (aK_{\parallel})^2} \quad , \quad (2.26)$$

wobei

$$\kappa = \frac{1 - \alpha}{a\langle\Gamma\rangle} \quad (2.27)$$

gilt. Für die Halbwertsbreite der Lorentzfunktion gilt somit:

$$\Delta K_{\parallel} = \frac{2(1 - \alpha)}{a\langle\Gamma\rangle} \quad . \quad (2.28)$$

Zudem kann die Annahme getroffen werden, dass nur Streuung an Einfachstufen stattfindet, wodurch  $\alpha$  entsprechend [16] durch eine Kosinusfunktion angenähert werden kann. Hiermit ergibt sich für die Halbwertsbreite:

$$\Delta K_{\parallel} = \frac{2(1 - \cos(K_{\perp}d))}{a\langle\Gamma\rangle} \quad . \quad (2.29)$$

Anschließend wird eine Umrechnung des lateralen Streuvektors  $K_{\parallel}$  in %BZ (Prozent Brillouin-Zone) durchgeführt. Dies ist eine Skalierung des reziproken Raumes, bei der 100%BZ den Abstand  $a$  zwischen zwei benachbarten Fundamentalreflexen definiert. Außerdem wird Gleichung 2.26 noch von dem eindimensionalen Fall in den zweidimensionalen Fall überführt. Somit erhält man

$$\langle\Gamma\rangle_{\text{\AA}} = \sqrt{2^{2/3} - 1} \cdot \frac{100\%BZ}{\pi} \cdot \frac{2}{FWHM_{\%BZ}} \cdot a \quad (2.30)$$

zur Berechnung der mittleren Terrassenbreite bei einer Out-Phase, wobei der Exponent  $2/3$  aus der Transformation der Gleichung in zwei Dimensionen nach [17] folgt und die Kosinusfunktion, aufgrund des Gesamtterms im Zähler, zu 2 wird.

Zusätzlich können auf der Oberfläche Domänen vorliegen, welche zu einer konstanten Verbreiterung der Reflexe führen. Somit können bei der Betrachtung der In-Phase Informationen über Domänen erhalten werden, weil dort keine Verbreiterungen der Reflexe durch Stufen vorliegen. Die Größe von Domänen wird bei In-Phasen mit

$$\langle D \rangle_A = \sqrt{2^{2/3} - 1} \cdot \frac{100\%BZ}{\pi} \cdot \frac{2}{FWHM\%BZ} \cdot a \quad (2.31)$$

bestimmt [7]. Allgemein sind Domänen Bereiche der Oberfläche, die um eine Verrückung vom Grundgitter verschoben sind oder die gleiche Phase besitzen und sich so hervorheben. Sie entstehen durch das Wachstum verschiedener Phasen an mehreren Stellen der Oberfläche. Wenn Domänen aufeinander treffen, so können sie zu einer größeren Domäne verschmelzen, wenn ihre Strukturen gleichphasig sind. Haben sie nicht die gleiche Phase, so entstehen Antiphasendomänen. Bei Antiphasendomänen von Überstrukturen gibt es keine Verbreiterung der Fundamentalreflexe [16].

## 2.6 Auger Electron Spectroscopy (AES)

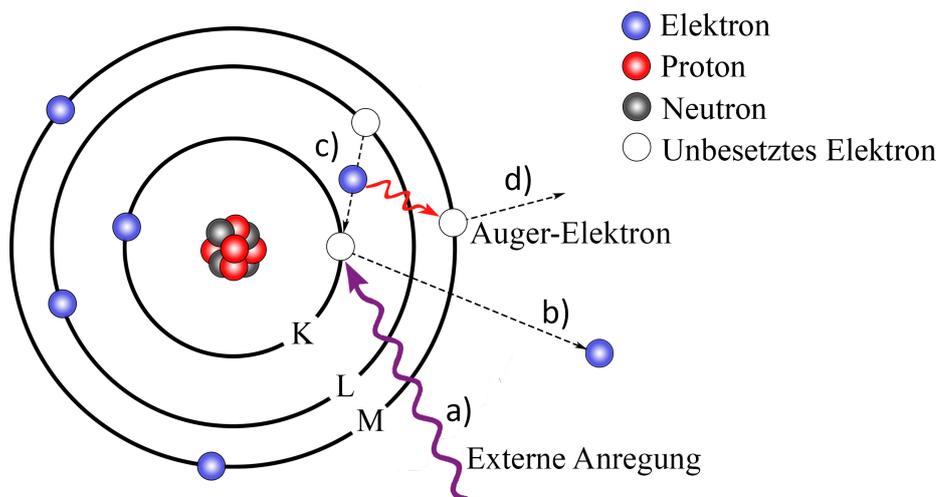
Der AUGER-Effekt wird genutzt, um die chemische Zusammensetzung und die Oberfläche eines Materials zu untersuchen. Beim AUGER-Effekt wird ein Elektron aus dem Atom angeregt, sodass dieses emittiert wird. Das hieraus entstandene Loch wird mit einem Elektron aus einer höheren Schale gefüllt. Beim Übergang des Elektrons von einer Schale zur anderen wird Energie frei. Diese Energie kann im Atom auf ein anderes Elektron übertragen werden, sodass dieses das Atom als AUGER-Elektron verlässt (vgl. Abbildung 2.9). Das AUGER-Elektron erhält bei seiner strahlungsfreien Emission eine charakteristische kinetische Energie, die einem Element zugeordnet werden kann.

Die Übergänge beim AUGER-Effekt werden nach den daran beteiligten Elektronen und deren Schale, aus welcher sie stammen, benannt. Die dem Kern nächste Schale wird als K-Schale, die darauffolgende als L-Schale, dann M-Schale usw. bezeichnet. Die Energiebilanz eines wie in Abbildung 2.9 demonstrierten *KLM*-Übergangs ergibt sich wie folgt:

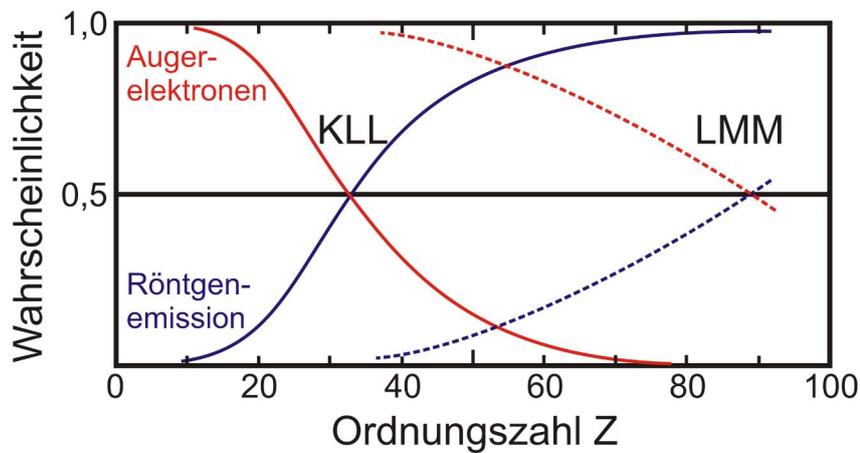
$$E_{kin} = E_K - E_L - E_M - \Phi \quad , \quad (2.32)$$

wobei  $E_{kin}$  die kinetische Energie des AUGER-Elektrons darstellt.  $E_K$ ,  $E_L$  und  $E_M$  sind die Energieniveaus der Schalen und  $\Phi$  die Austrittsarbeit des Materials.

Bei der AUGER-Elektron-Spektroskopie können bei der Analyse von Elementen RÖNTGEN-Emissionen auftreten. Das Prinzip der RÖNTGEN-Emission ähnelt dem des AUGER-Effekts. Hierbei wird ein Elektron aus dem Atom gelöst und die neue unbesetzte Stelle wieder mit einem Elektron einer höheren Schale aufgefüllt. Bei dem Übergang wird die Energiedifferenz in Form von RÖNTGEN-Strahlung emittiert. In Abbildung 2.10 wird die Auftrittswahrscheinlichkeit des AUGER-Effekts und der RÖNTGEN-Emission in Abhängigkeit von der Ordnungszahl dargestellt.



**Abbildung 2.9:** Schematische Darstellung des AUGER-Effekts. Externe Anregung eines K-Schalen Elektrons (a). Daraufhin findet ein Übergang eines Elektrons von der L zur K Schale statt (b). Die abgegebene Energie des Elektrons geht auf das AUGER-Elektron in der M Schale über (c). Das AUGER-Elektron nimmt die Energie auf und wird emittiert (d).

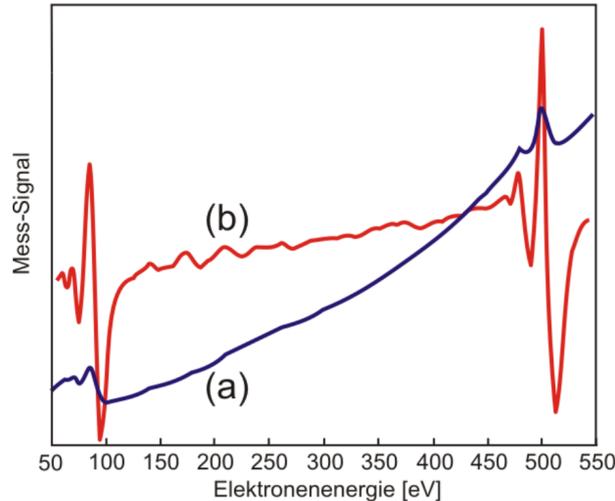


**Abbildung 2.10:** Auftrittswahrscheinlichkeit von AUGER-Elektronen und RÖNTGEN-Emission in Abhängigkeit von der Ordnungszahl  $Z$ . Entnommen aus [18].

Bei einer höheren Ordnungszahl ab circa  $Z > 30$  ist die Auftrittswahrscheinlichkeit von RÖNTGEN-Emission höher, als die von AUGER-Elektronen.

### 2.6.1 Quantitative Analyse

Mit der AUGER-Elektron-Spektroskopie können quantitative Informationen über die chemische Zusammensetzung von Oberflächen erhalten werden. Bei der Messung mit AES wird das unbearbeitete Spektrum allerdings oftmals von einem großen Untergrund überlagert. Aus diesem Grund wird das differenzierte Spektrum  $dN(E)/dE$  betrachtet. Der Vorteil dieses Spektrums liegt darin, dass schwache Signale im Gegensatz zum nicht differenzierten Signal deutlicher besser zu erkennen sind (vgl. Abbildung 2.11).



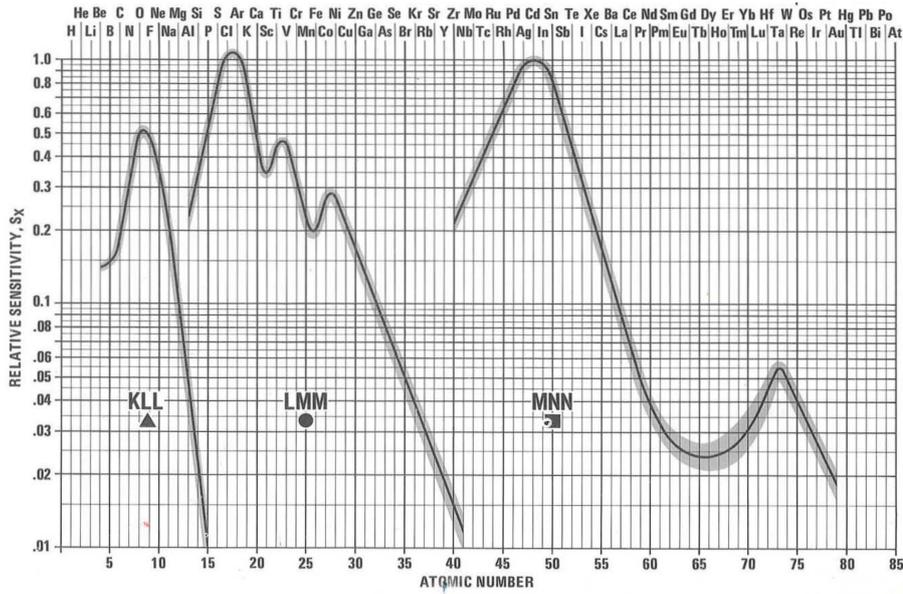
**Abbildung 2.11:** Vergleich zwischen einem nicht-differenzierten AUGER-Spektrum in a) und einem differenzierten Spektrum in b) von Beryllium. Entnommen aus [18].

Um nun quantitative Information über die chemische Zusammensetzung der Oberfläche zu erhalten, werden Peak-to-Peak Intensitäten des differenzierten Spektrums verschiedener Auger-Signale miteinander verglichen. Zu beachten ist, dass bei Elementen mit einer unterschiedlichen Ordnungszahl die Wahrscheinlichkeit, dass AUGER-Elektronen auftreten, variieren kann. Die AUGER-Elektron-Spektroskopie ist also unterschiedlich sensitiv für verschiedene Elemente. Das führt dazu, dass ein Element, welches in großem Maß auf der Oberfläche vorhanden ist ein kleineres Signal liefern könnte, als ein Element mit einer geringeren Aufdampfmenge. Aus diesem Grund müssen elementspezifische Sensitivitätsfaktoren entsprechend Abbildung 2.12 berücksichtigt werden.

Nun kann die relative Konzentration von zwei Elementen miteinander in Abhängigkeit der Bedeckung der Oberfläche betrachtet werden. Nach [7] ist eine Beschreibung der Konzentration mit

$$C_{rel} = \frac{C_X}{C_Y} = \frac{I_X^{PtP}/S_X}{I_Y^{PtP}/S_Y} \quad (2.33)$$

möglich, wobei  $X$  und  $Y$  die zwei verschiedenen Elemente sind, die miteinander verglichen werden sollen,  $I^{PtP}$  die Peak-to-Peak Intensität und  $S$  die Sensitivitätsfaktoren. Eine



**Abbildung 2.12:** Relative Sensitivitätsfaktoren in Abhängigkeit der Ordnungszahl der Elemente bei einer Primärenergie  $E_P = 3 \text{ keV}$ . Entnommen aus [19].

Normierung führt zu:

$$C_{rel}^{Norm} = \frac{C_X}{C_X + C_Y} = \frac{I_X^{PtP}/S_X}{I_X^{PtP}/S_X + I_Y^{PtP}/S_Y} \quad (2.34)$$

Die AUGER-Spektroskopie lässt sich zudem zum Bestimmen der Schichtdicke nutzen. Da die Berechnung hierfür jedoch komplex ist werden verschiedene Annahmen und Näherungen zur Vereinfachung getroffen. Unter anderem wird angenommen, dass die Schicht homogen und glatt ist, zudem soll senkrechter Elektroneneinfall vorliegen und das unterschiedliche Rückstreuverhalten des Substrats und Adsorbatschicht wird vernachlässigt [20]. Somit können die AUGER-Signale des Substrats und der Adsorbatschicht mit

$$I_S^{PtP} = S_S \cdot e^{-D/\lambda_S} \quad \text{und} \quad I_A^{PtP} = S_A \cdot (1 - e^{-D/\lambda_A}) \quad , \quad (2.35)$$

beschrieben werden, wobei  $D$  die Dicke der Adsorbatschicht und  $\lambda_S$  und  $\lambda_A$  die mittleren freien Weglänge der Adsorbatschicht sind. Setzt man diese nun in Gleichung 2.34 ein, so erhält man:

$$\begin{aligned} C_{rel}^{Norm} &= \frac{I_A^{PtP}/S_A}{I_A^{PtP}/S_A + I_S^{PtP}/S_S} = \frac{S_A \cdot (1 - e^{-D/\lambda_A})/S_A}{S_A \cdot (1 - e^{-D/\lambda_A})/S_A + S_S \cdot e^{-D/\lambda_S}/S_S} \\ &= \frac{(1 - e^{-D/\lambda_A})}{(1 - e^{-D/\lambda_A}) + e^{-D/\lambda_S}} \end{aligned} \quad (2.36)$$

Nun kann als letzte Näherung noch angenommen werden, dass  $(\lambda_A(E_1) \approx \lambda_S(E_2) = \lambda)$  mit  $E_1$  und  $E_2$  als Energie der jeweiligen AUGER-Elektronen. Somit kürzt sich Gleichung 2.36 zu:

$$C_{rel}^{Norm} = \frac{(1 - e^{-D/\lambda})}{(1 - e^{-D/\lambda}) + e^{-D/\lambda}} = 1 - e^{-D/\lambda} \quad (2.37)$$

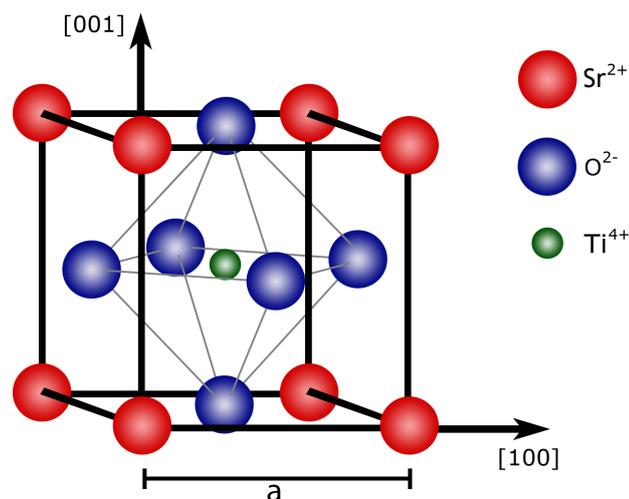
Mit dieser Gleichung kann nun die Dicke der Adsorbatschicht in etwa abgeschätzt werden.

### 3 Materialsystem

Dieses Kapitel befasst sich mit den verwendeten Materialien und deren Eigenschaften. Zunächst wird Strontium-Titanat, auf welchem das Magnetit bedampft wird, vorgestellt. Anschließend wird das Magnetit, welches auf das Substrat aufgedampft wird, vorgestellt.

#### 3.1 Strontium-Titanat - $\text{SrTiO}_3$

Strontiumtitanat ( $\text{SrTiO}_3$ ) ist transparent und findet viele verschiedene Anwendungen. In dieser Arbeit wird es als Substrat verwendet, da Strontium-Titanat sich als Alternative zu Magnesiumoxid eignet, da Magnesiumoxid bei Temperaturen ab  $250^\circ\text{C}$  diffundiert. Es ist diamagnetisch und ein Isolator. Oberhalb einer Temperatur von  $-168^\circ\text{C}$  gilt es als ein Modellmaterial der Perovskit-Oxide [21]. In folgender Abbildung 3.1 ist der schematische Aufbau von  $\text{SrTiO}_3$  dargestellt.

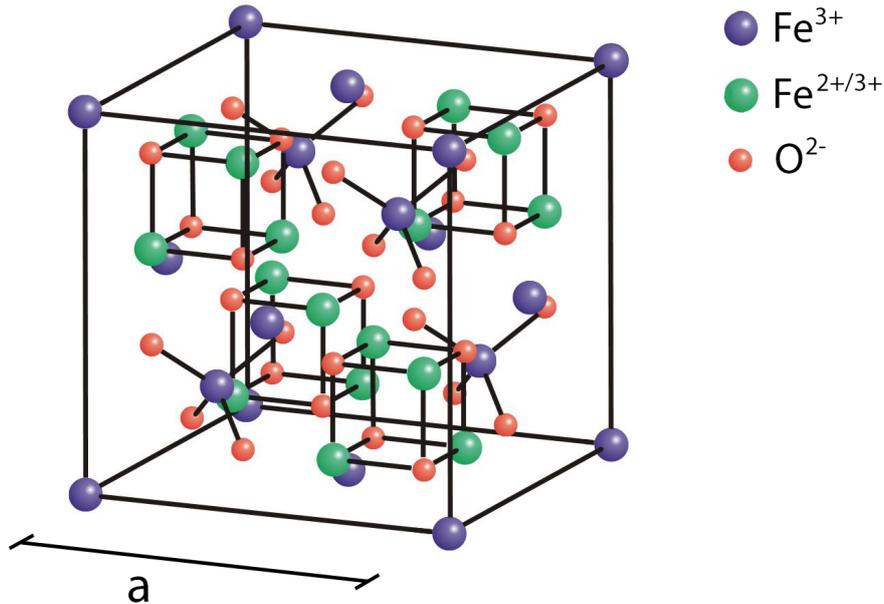


**Abbildung 3.1:** Schematische Darstellung der kubischen Einheitszelle von  $\text{SrTiO}_3$ .

Die Gitterkonstante beträgt  $a = 3.905 \text{ \AA}$  [22]. Die Oberfläche kann in  $[001]$ -Richtung entweder eine  $\text{SrO}$ - oder eine  $\text{TiO}_2$ -Terminierung aufweisen. Zur Vermeidung von Aufladungseffekten wurden STO-Substrate verwendet, welche mit 0.05 Gewichtsprozent Niob dotiert sind.

### 3.1.1 Magnetit - $\text{Fe}_3\text{O}_4$

Magnetit stellt die stabilste Verbindung zwischen Eisen und Sauerstoff dar. Es enthält in einem Verhältnis von 1 : 2  $\text{Fe}^{2+}$ - und  $\text{Fe}^{3+}$ -Ionen. Aufgrund seines hohen Eisenanteils und seines starken Magnetismus ist Magnetit ein wichtiger Bestandteil der Elektroindustrie. Es ist ein ferrimagnetischer Halbleiter mit einer Curie-Temperatur von 858 K. Abbildung 3.2 stellt eine schematische Darstellung von Magnetit dar.



**Abbildung 3.2:** Schematischer Aufbau von Magnetit. Entnommen von [23] und bearbeitet.

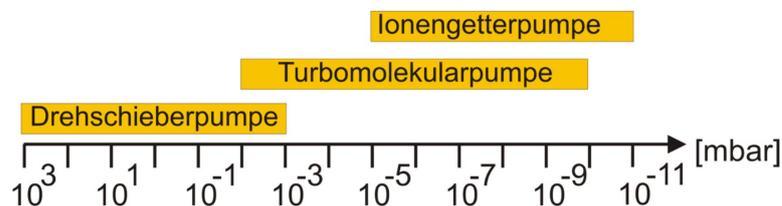
Die Gitterkonstante beträgt  $a = 8.396 \text{ \AA}$  [24]. Magnetit kristallisiert in einer inversen Spinell-Struktur. Bei der üblichen Spinellstruktur bilden  $\text{O}^{2-}$ -Ionen ein kubisch-dichtes Kristallgitter. Hiervon werden die Tetraederlücken zu einem Achtel mit zweifach positiv geladenen Ionen und die Oktaederlücken zur Hälfte mit dreifach positiv geladenen Ionen gefüllt. Die vorliegende inverse Spinell-Struktur zeichnet sich dadurch aus, dass die Besetzung der Tetraeder- und Oktaederlücken im Vergleich zur normalen Spinell-Struktur teilweise vertauscht sind. In diesem Fall bilden  $\text{O}^{2-}$ -Ionen das (fcc)-Untergitter. Das tetraedische Untergitter wird durch  $\text{Fe}^{3+}$ -Ionen besetzt. Die Oktaederplätze sind gleichmäßig mit  $\text{Fe}^{2+}$  und  $\text{Fe}^{3+}$  besetzt. Diese Verteilung ist bei Raumtemperatur allerdings zufällig.

## 4 Experimentelle Grundlagen

In dem folgenden Abschnitt wird die Ultrahochvakuum-Kammer (UHV-Kammer) mit den zugehörigen Pumpsystemen erläutert. Zudem werden die Aufbauten des SPA-LEEDs und des Auger Apparates erklärt. Zuletzt wird ausgeführt wie die STO-Proben präpariert, in die UHV-Kammer eingeschleust und bedampft werden können.

### 4.1 Ultrahochvakuum(UHV)

Das Ultrahochvakuum soll gewährleisten, dass die Kammer zu jedem Zeitpunkt einen sehr geringen Druck ( $< 1 \cdot 10^{-9}$  mbar) aufweist. Dies ist notwendig, da die SPA-LEED Untersuchung sehr oberflächensensitiv ist. Des Weiteren können Adsorbate unerwünschte Rekonstruktionen induzieren, welche die Messergebnisse verfälschen könnten. Aus diesem Grund soll die Oberfläche möglichst frei von Adsorbaten und lange kontaminationsfrei bleiben. Um dies zu erreichen, ist die UHV-Kammer mit verschiedenen Pumpsystemen verbunden. Je nach Art der Pumpe decken diese nur gewisse Druck-Bereiche ab (vgl. Abbildung 4.1).

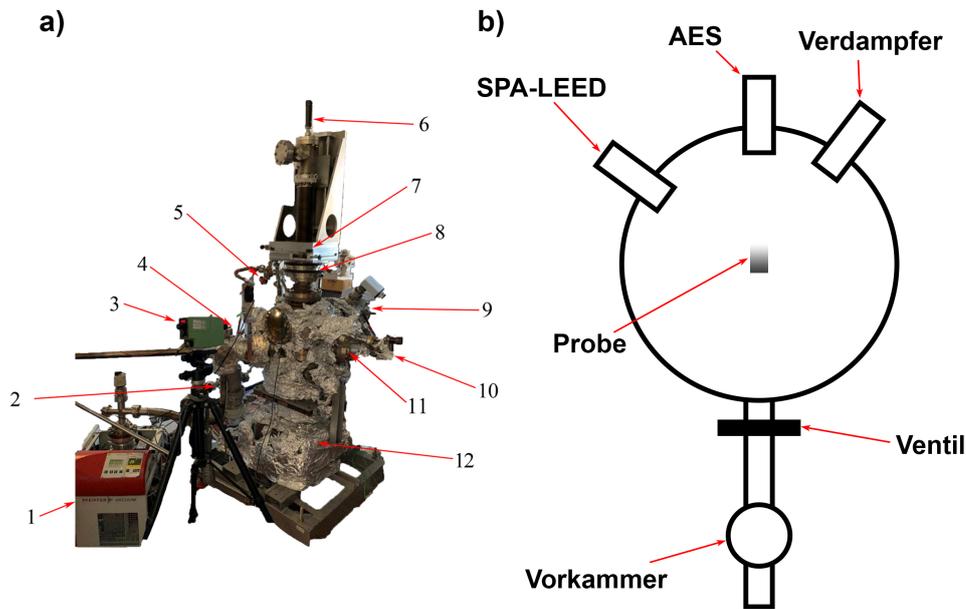


**Abbildung 4.1:** Druckbereiche der verschiedenen Pumpen. Entnommen aus [25].

Für die verwendete UHV-Kammer werden Drehschieberpumpen, Turbomolekularpumpen, und Ionengetterpumpen verwendet. Um den Druck  $< (1 \cdot 10^{-9})$  mbar zu erreichen wird erst mit den Drehschieberpumpen ein Druck  $< (1 \cdot 10^{-2})$  mbar in der UHV-Kammer erzeugt. Daraufhin pumpen die Turbopumpen den Druck auf  $< (1 \cdot 10^{-8})$  mbar und letztendlich wird durch die Ionengetterpumpen der Druck auf  $< (1 \cdot 10^{-9})$  mbar verringert.

In Abbildung 4.2 wird der Aufbau der UHV-Kammer dargestellt.

Neben den verschiedenen Pumpen ist es zudem notwendig, dass die Probe von der Schleuse in die Kammer gebracht und dort auch bewegt werden kann. Zum Bewegen der Probe in der Hauptkammer wird ein Manipulator genutzt. Hiermit kann die Probe gekippt und in der Z-Achse verschoben werden. Ein X-Y-Verschiebetisch verschiebt die Probe in X-Y-Richtung und eine differentiell gepumpte Drehdurchführung wird zum Drehen der Probe verwendet. Die Drehdurchführung besteht aus zwei Ringen mit welchen die Probe azen-trisch und zentrisch gedreht werden kann.

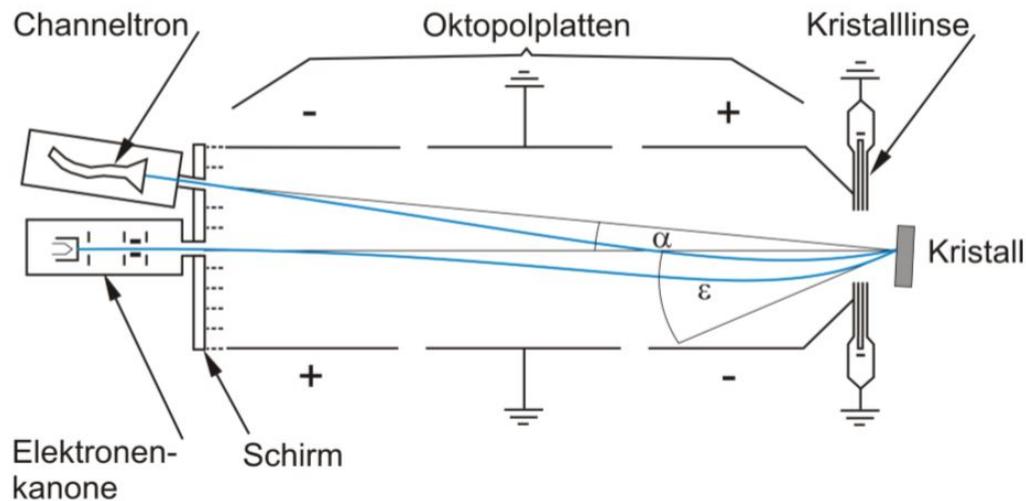


**Abbildung 4.2:** Aufbau der UHV-Kammer. In a) als Bild mit 1) Drehschieber- und Turbopumpe 2) Turbopumpe 3) Pyrometer 4) Schleuse 5) Kleine Ionengetterpumpe 6) Z-Hub 7) X-Y-Verschiebetisch 8) Differenziell gepumpte Drehdurchführung 9) SPA-LEED 10) Auger-Apparat 11) Verdampfer 12) Große Ionengetterpumpe mit Titanstäben. Hinter der UHV-Kammer befindet sich noch eine weitere Drehschieberpumpe. In b) ist der Schematische Aufbau als Draufsicht dargestellt.

## 4.2 Spot Profile Analysis - Low Energy Electron Diffraction (SPA-LEED) - Aufbau

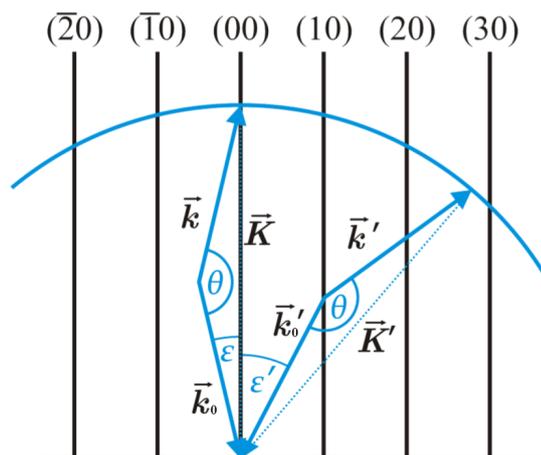
In dieser Arbeit wird eine Spezialform des LEED, das SPA-LEED verwendet. Dieses bietet gegenüber dem LEED den Vorteil, dass man den (00)-Reflex sehen kann, weil dieser nicht durch die Elektronenkanone verdeckt wird. Durch die digitale Erfassung der Daten können zudem Linescans automatisch ausgeführt werden. Abbildung 4.3 stellt den Aufbau eines SPA-LEED dar.

Zum Erzeugen von beschleunigten Elektronen wird eine Elektronenkanone benutzt. Diese besteht aus einem Filament (Kathode), einem Wehnelt-Zylinder und einer Anode. Aus der Kathode werden Elektronen emittiert, welche ein negatives Potential im Bezug zur Masse besitzen. Die kinetische Energie ist proportional zur Wellenlänge und legt somit den Betrag des Wellenvektors der einfallenden Welle  $k_0$  fest. Mithilfe des Wehnelt-Zylinders und der Anode wird der Elektronenstrahl gebündelt. Dieser Strahl durchquert daraufhin die Kanonenlinse. Nach Verlassen des Elektronenstrahls aus der Elektronenkanone folgen drei Oktopole mit jeweils acht Oktopolplatten. An diesen sind die Platten des mittleren Oktopols geerdet und die vorderen und hinteren Platten sind entgegengesetzt gepolt. So ist es möglich durch Anlegen einer Spannung an den Platten den Einfallswinkel des auf den



**Abbildung 4.3:** Schematischer Aufbau eines SPA-LEED. In blau dargestellt ist der Strahlenverlauf eines auf die Probe eintreffenden Strahls. Entnommen aus [11].

Kristall treffenden Strahls zu verändern. Durch die verschiedenen Einfallswinkel  $\epsilon$  kann die Probe Punkt für Punkt abgetastet werden. Nach Auftreffen des Elektronenstrahls auf der Probe, wird der reflektierte Strahl auf den Detektor fokussiert. Zudem sorgen die Oktopole dafür, dass der Elektronenstrahl in Richtung des Detektors abgelenkt wird. Das in dieser Arbeit verwendete SPA-LEED stammt von dem Hersteller "Leybold-Heraeus". Es wird mit einer dafür von der AG Wollschläger und der Elektronikwerkstatt der Universität Osnabrück entwickelten Software betrieben [9]. Ein weiteres besonderes Merkmal der



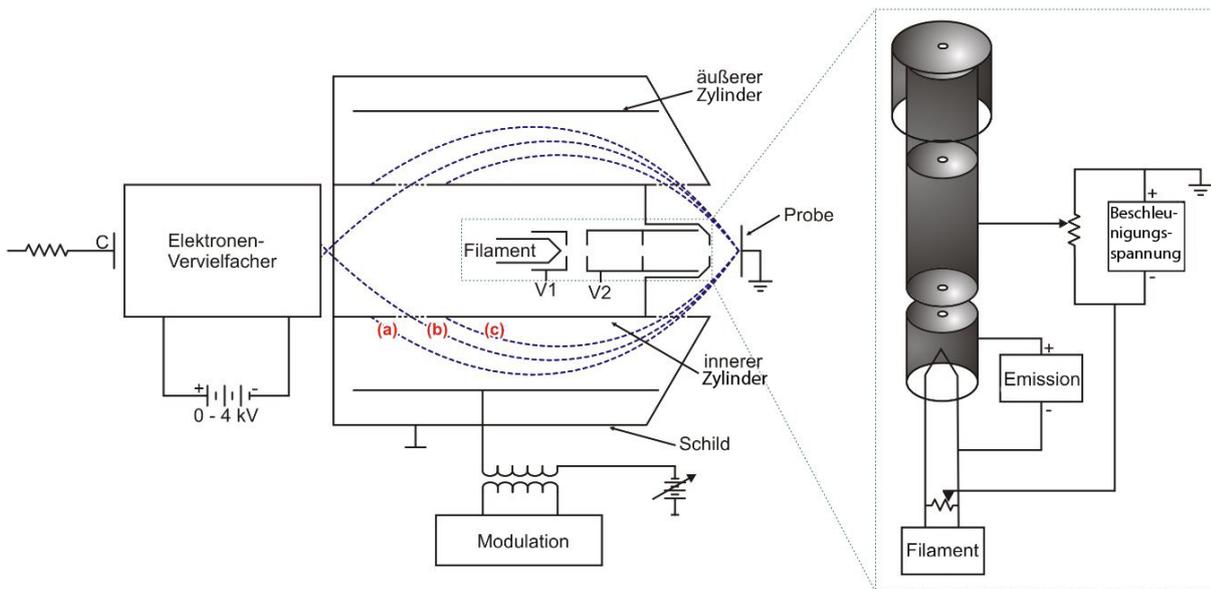
**Abbildung 4.4:** Modifizierte Ewaldkonstruktion beim SPA-LEED. Der Winkel  $\theta$  zwischen dem einfallenden Wellenvektor  $\vec{k}_0$  und dem gestreuten Wellenvektor  $\vec{k}$  ist konstant. Entnommen aus [7] und angepasst.

SPA-LEED-Apparatur ist die modifizierte Ewald-Konstruktion. Wegen des festen Winkels zwischen dem einfallenden Wellenvektor  $\vec{k}_0$  und dem gestreuten Wellenvektor  $\vec{k}$  wird

$\vec{K} = \vec{k}_0 - \vec{k}$  variiert. Er dreht sich im reziproken Raum. Somit entsteht eine vergrößerte Ewald-Kugel mit einem Radius  $|\vec{K}|$  (vgl. Abbildung 4.4).

### 4.3 Auger Electron Spectroscopy (AES) - Aufbau

Für den grundsätzlichen Aufbau eines AUGER-Messsystems sind eine Quelle zur Elektronenanregung und ein Analysator-Detektor-System notwendig. Abbildung 4.5 stellt den Aufbau einer AUGER-Apparatur dar.



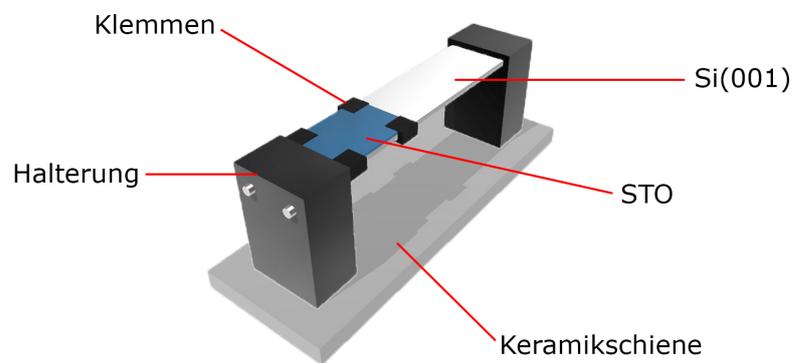
**Abbildung 4.5:** Schematischer Aufbau des Auger-Spektrometers. Entnommen aus [18]. Im linken Teil ist die Elektronenkanone, die Probe, der Zylinderanalysator und der Detektor mit Elektronen-Vervielfacher. Die blauen Linien stellen mögliche Elektronenbahnen durch den Zylinderanalysator dar. Im rechten Teil ist eine vergrößerte Ansicht des Aufbaus der Elektronenkanone mit elektrooptischen Fokussier- und Beschleunigungseinrichtungen zu sehen.

Zur Erzeugung eines Elektronenstrahles wird eine Elektronenkanone, entsprechend Abschnitt 4.2, benötigt. Diese sorgt dafür, dass Elektronen beschleunigt und anschließend fokussiert werden. Die von der Probe emittierten Augerelektronen durchlaufen auf dem Weg, in Richtung Detektor, einen Zylinderanalysator (cylindrical mirror analysator - CMA). Dieser besteht aus einem inneren sowie einem äußeren Zylinder. Der innere Zylinder liegt auf Masse und zum äußeren Zylinder besteht eine Potentialdifferenz. So entsteht zwischen den beiden Zylindern ein elektrisches Feld welches dafür sorgt, dass nur Elektronen einer bestimmten Energie zu dem Detektor gelangen können. Abbildung 4.5 ist zu entnehmen, dass bei einer zu großen kinetischen Energie der Elektronen diese zu schnell sind um zum Detektor zu gelangen (a). Bei einer zu geringen Energie sind die Elektronen zu langsam (c). Nur im Fall der passenden Energie werden die Elektronen so abgelenkt, dass sie auf den Detektor (Channeltron) treffen können (b). Am Channeltron kann durch anlegen einer Spannung das Signal verstärkt werden. Um ein differenziertes Spektrum aufnehmen

zu können, wird die Spannung des äußeren Analysator Zylinders durch eine periodische Funktion mit hoher Frequenz moduliert. So werden nur bestimmte Elektronen eines Energiebereichs in den Detektor gelenkt. Diese können dann durch einen Lock-In-Verstärker verarbeitet werden und führen so zu einem differenzierten Signal, welches am Computer betrachtet werden kann.

#### 4.4 Probenpräparation

Um die Probe in die UHV-Kammer einschleusen und untersuchen zu können wird ein Probenhalter entsprechend Abbildung 4.6 benötigt.

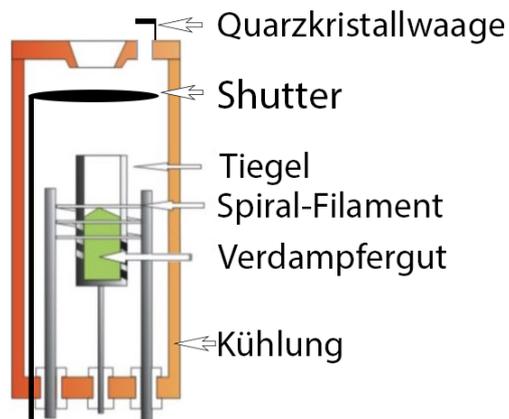


**Abbildung 4.6:** Schematische Darstellung des Probenhalters mit eingebundener STO-Probe.

Um die STO-Probe auf dem Probenhalter zu befestigen, muss zunächst eine Silizium-Probe eingespannt werden, da die STO-Probe in kleinen  $10\text{ mm} \times 10\text{ mm}$  Plättchen geliefert wird, welche für den Probenhalter zu klein sind. Aus diesem Grund müssen die STO-Plättchen mit Tantal-Klemmen auf dem Silizium befestigt werden. Daraufhin kann die Probe in die UHV-Kammer eingeschleust werden. In der UHV-Kammer kann durch das Anlegen von Strom durch das Silizium die STO-Probe indirekt erhitzt werden. Die Probe kann bei einer Temperatur von  $600\text{ }^\circ\text{C}$  und einem Sauerstoffpartialdruck von  $1 \cdot 10^{-4}$  mbar für eine Dauer von einer Stunde gereinigt werden. Um Magnetit auf die Probe zu dampfen und die einzelnen bedampften Phasen zu untersuchen wird bei einer Temperatur von  $500\text{ }^\circ\text{C}$  und einem Sauerstoffpartialdruck von  $5 \cdot 10^{-6}$  mbar das Magnetit sukzessiv per RMBE (Reactive Molecular Beam Epitaxy) aufgedampft.

Für das Aufdampfen wird ein Verdampfer bestehend aus einem Filament, Verdampfergut, Kühlung, einem Shutter und einer Quarzkristallwaage genutzt (vgl. Abbildung 4.7).

Durch Anlegen von Strom an das Filament treten, aufgrund des glühelektrischen Effektes, Elektronen aus. Diese werden zu dem Verdampfergut (Eisenpatrone), welches auf positiver Hochspannung liegt, beschleunigt. Beim Auftreffen auf das Verdampfergut geben die Elektronen ihre kinetische Energie ab, was dazu führt, dass sich die Eisenpatrone erwärmt und anfängt zu sublimieren. Mithilfe der Quarzkristall-Mikrowaage kann nun überprüft werden, wie viel Eisen verdampft wird. Dazu misst man zunächst die Eigenfrequenz  $f_0$  der Quarzkristall-Mikrowaage. Diese liegt in einem Bereich von 10 MHz. Wenn sich nun Eisen



**Abbildung 4.7:** Aufbau eines Verdampfers. Entnommen aus [25] und bearbeitet.

auf der Waage absetzt, verändert sich die Masse um  $\Delta m$  und somit auch die Frequenz um

$$\Delta f = -\frac{f_0^2 \cdot \Delta m}{A \cdot \rho_Q \cdot N} \quad (4.1)$$

nach [26]. Hierbei ist  $A$  die Quarzfläche,  $\rho_Q$  die Dichte der Quarzplatte und  $N$  eine Konstante welche sich aus  $N = f_0 \cdot d$  ergibt, wobei  $d$  die Dicke ist. Sobald  $\Delta f$  einen konstanten Wert ( $3 \text{ Hz/s}$  bis  $5 \text{ Hz/s}$ ) erreicht hat, wird der Shutter geöffnet und die Probe kann verdampft werden. Um eine Überhitzung des Verdampfers zu verhindern, wird dieser durch einen Wasserzulauf gekühlt.

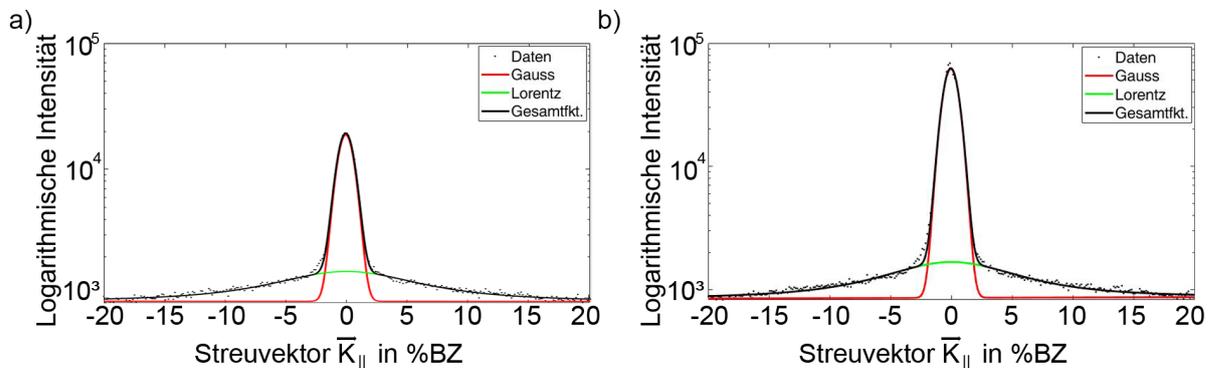
## 5 Messergebnisse & Auswertung

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der SPA-LEED und der AES Untersuchungen präsentiert und ausgewertet. Zunächst werden die SPA-LEED-Ergebnisse für die gereinigte Probe ausgewertet und dann für die Bedeckungsreihen. Im Anschluss werden die Ergebnisse der AES Messung betrachtet. Das Ziel der Untersuchung ist das Wachstum von Magnetit auf dem Substrat zu beobachten und auf Besonderheiten bei den verschiedenen Reflexen und Schichtdicken zu untersuchen.

### 5.1 SPA-LEED Untersuchung vom Substrat

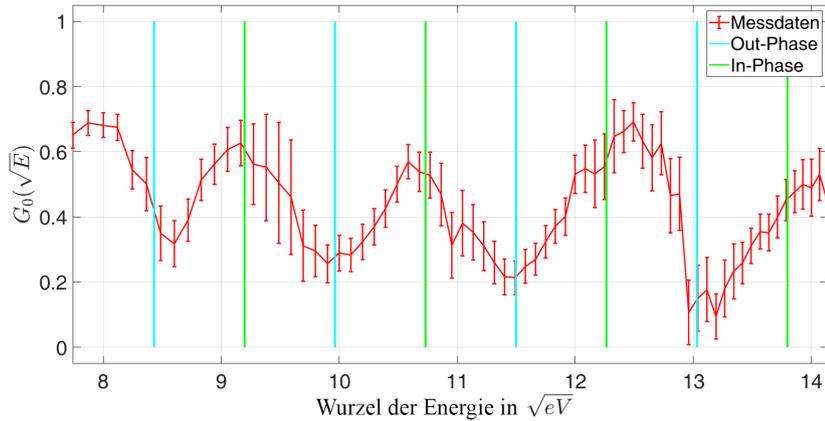
Bevor das Substrat bedampft wurde, wurde das gereinigte Substrat vermessen und die Position des (10)- und des (11)-Reflexes für verschiedene Energien bestimmt. Dies bietet den Vorteil, dass Verzerrungen des Bildes korrigiert werden und eine Skalierung des reziproken Raumes in %BZ vorgenommen werden kann, sodass 100%BZ einem Abstand von  $a_{STO} = 3.905 \text{ \AA}$  entsprechen. Somit können alle anderen Reflexe mit den Referenzpunkten der STO-Probe korrigiert werden.

Daraufhin wurde der (00)-Reflex der gereinigten STO-Probe untersucht. Zunächst werden Line Scans im Energiebereich von 62 bis 200 eV durchgeführt. Abbildung 5.1 stellt Linescans bei zwei verschiedenen Energien für eine In- und eine Out-Phase dar.



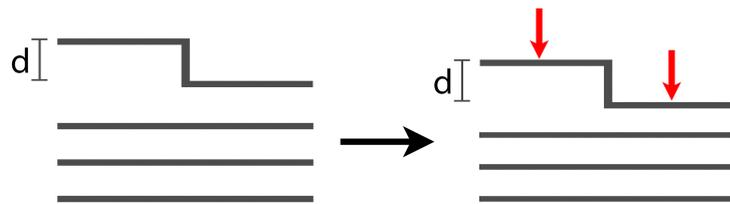
**Abbildung 5.1:** Darstellung einer Out-Phase bei 100 eV (a) und einer In-Phase bei 114 eV (b). Die Messdaten wurden mit einer Gauss- und eine Lorentzkurve angefitet.

Es ist bei beiden Energien eine scharfe Spitze und eine diffuse Schulter zu erkennen. Anhand der Intensitäten und der Halbwertsbreiten lässt sich eine  $G(\sqrt{E})$ -Kurve nach Gleichung 2.16 berechnen. Trägt man den G-Faktor gegen die Wurzel der Energie auf, so ergibt sich Abbildung 5.2. Es ist deutlich eine Oszillation zu erkennen. Dies könnte auf atomare Stufen auf der Oberfläche hindeuten. Zudem ist auffällig, dass bei den Out-Phasen nicht der Nullwert und bei den In-Phasen kein Maximum von 1 erreicht wird, also



**Abbildung 5.2:**  $G(\sqrt{E})$ -Kurve. Mit eingezeichnet sind die In- und Out-Phasen.

verschwindet die Schulter bei Out-Phasen nicht vollständig und bei In-Phasen verschwindet die Spitze nicht vollständig. Eine mögliche Erklärung hierfür könnten verschieden hohe Stufen auf der Oberfläche oder andere Defekte sein. Nach Gleichung 2.15 lässt sich mittlere Stufenhöhe auf  $d = (3.7897 \pm 0.22) \text{ \AA}$  bestimmen. Vergleicht man diesen Wert mit dem Literaturwert für die Gitterkonstante von STO mit  $d = 3.905 \text{ \AA}$ , so fällt auf, dass der in dieser Arbeit bestimmte Wert etwas geringer ist als der Literaturwert. Dies könnte darauf zurückzuführen sein, dass sich die oberen Lagen aufgrund von ungesättigten Bindungen an der Oberfläche zusammenziehen. Allerdings dürfte sich die Stufenhöhe aus diesem Grund nicht verändern, da sich die verschiedenen Stufenebenen alle zusammenziehen würden und so letztendlich die Stufenhöhe gleich bleiben müsste (vgl. Abbildung 5.3).



**Abbildung 5.3:** Zusammengezogene Ebenen aufgrund ungesättigter Bindungen.

Mit dem Programm Reflex-Fit kann die  $G(\sqrt{E})$ -Kurve nach Kapitel 2.5.3 für mehrere In-Phasen bei circa  $9.1 \sqrt{eV}$ ,  $10.7 \sqrt{eV}$  und  $12.4 \sqrt{eV}$  mithilfe einer Gaussfunktion angenähert werden. Für die genäherten Funktionen können mit MatLab die Halbwertsbreiten bestimmt werden. Nach Gleichung 2.21 kann die RMS-Rauheit bestimmt werden und beträgt  $\Delta = (1.4887 \pm 0.22) \text{ \AA}$ , wobei für das  $\alpha$  aufgrund der SPA-LEED Geometrie  $4^\circ$  verwendet wird.

In Abbildung 5.4 wurde die Halbwertsbreite der Schulter gegen die Wurzel der Energie aufgetragen.

Es ist keine klare Oszillation, aber ein Trend zu erkennen, dass bei den In-Phasen Minima

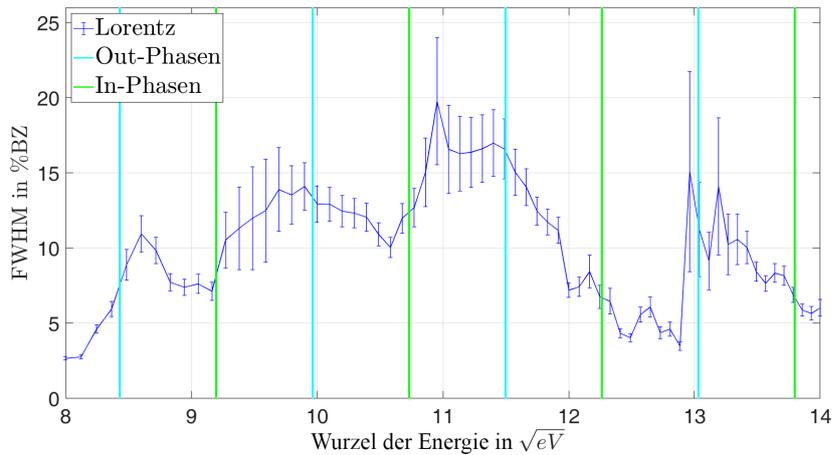


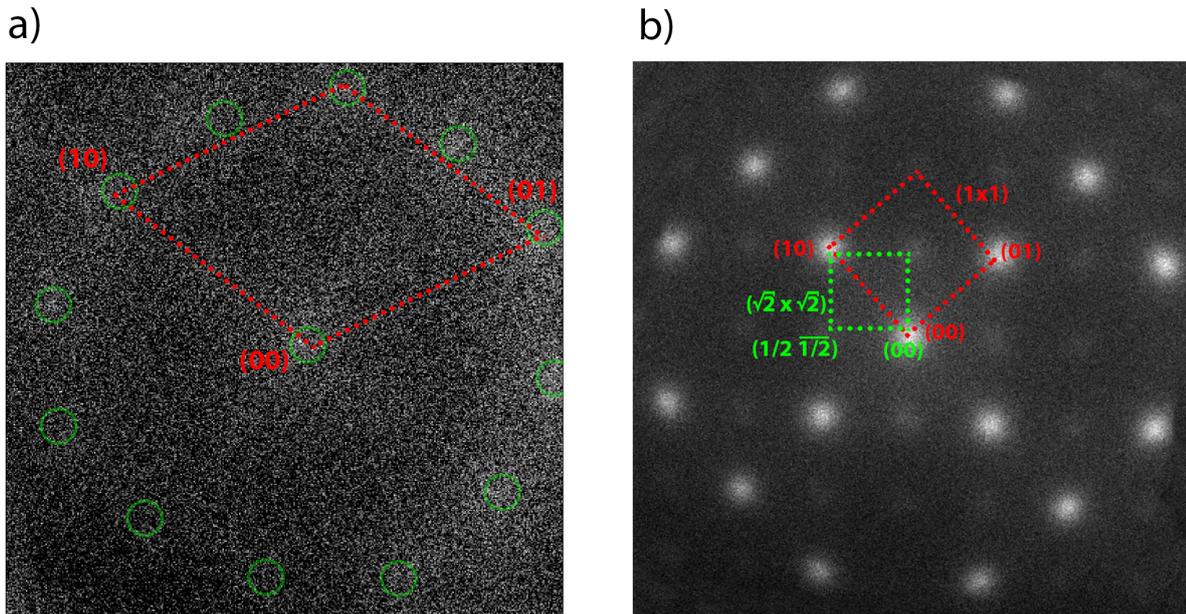
Abbildung 5.4: Halbwertsbreite FWHM gegen die Wurzel der Energie  $E$ .

und bei den Out-Phasen Maxima vorliegen. Ab Energien über  $12 \sqrt{eV}$  sind die Beugungsbilder aber nicht mehr aussagekräftig, da das Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu hoch ist. Aus diesem Grund werden diese Werte nicht in die Auswertung einbezogen. Die Berechnung der mittleren Terrassenlänge nach Gleichung 2.30 ergibt  $\langle \Gamma \rangle = (27.22 \pm 3.26) \text{ \AA}$ . Des Weiteren ist eine konstante Verbreiterung der Halbwertsbreite des Reflexes bei In-Phasen zu erkennen. Dies lässt darauf schließen, dass Domänen vorliegen könnten. Für die mittlere Domänengröße erhält man nach Gleichung 2.31 den Wert  $\langle D \rangle = (25.77 \pm 3.13) \text{ \AA}$ . Diese ist folglich kleiner als die mittlere Terrassenlänge. Somit befindet sich auf den Domänen meist eine Stufe, welche jedoch nicht immer vorhanden sein muss.

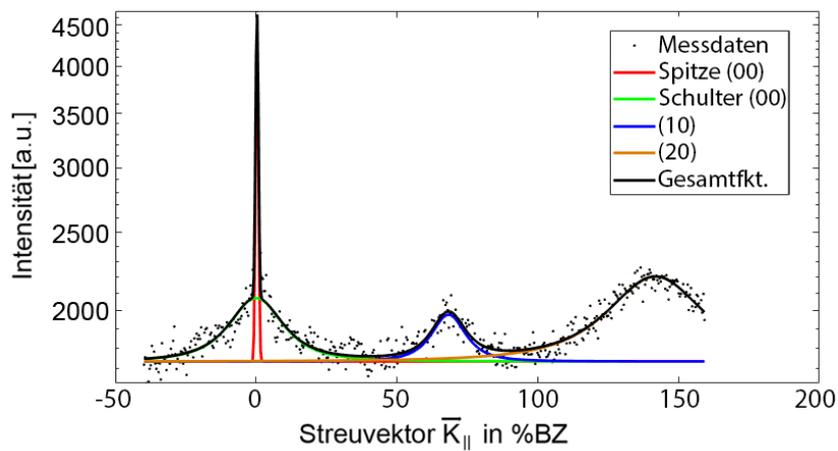
## 5.2 Messung der Bedeckungsreihe

In diesem Abschnitt wird das Wachstum von Magnetit untersucht. Hierfür wird eine Bedeckungsreihe bei einer Temperatur von  $500^\circ C$  erstellt. Zunächst werden kleinere Bedeckungsschritte in Höhe von 2 kHz bis zu einer Bedeckung von 15 kHz gewählt. Danach wird in 5 kHz Schritten bis 40 kHz aufgedampft. Die verschiedenen Bedeckungen werden zunächst mit AES und dann mit SPA-LEED untersucht. Mit AES wird überprüft, ob mehr Magnetit auf der Oberfläche ist und ob Verunreinigungen auf der Oberfläche sind. Bei der Elektronenbeugung entstehen je nach Bedeckung unterschiedliche Strukturen von  $Fe_3O_4$  (vgl. Abbildung 5.5).

Ab einer Bedeckung von 6 kHz ist ein Ring aus Reflexen um den (00)-Reflex zu beobachten. Bei dieser Struktur könnte es sich nach [27] um die hexagonale  $(1 \times 1)$ -Struktur von  $Fe_3O_4$  (111) handeln. Die Reflexe sind allerdings aufgrund des starken Rauschens schwer zu erkennen. Bei einer Bedeckung von 40 kHz ist die voll ausgebildete  $(\sqrt{2} \times \sqrt{2})$  Überstruktur von  $Fe_3O_4$  (001) zu erkennen, welche typisch für Magnetit ist. Mit dem SPA-LEED werden Linescans in (100) und (110) Richtung von  $Fe_3O_4$  (001) bei verschiedenen Energien durchgeführt, dabei werden die Reflexe mit Gauss- und Lorentzkurven angefitet (vgl. Abbildung 5.6), dann vermessen und anhand der Intensität, Halbwertsbreite und Position ausgewertet



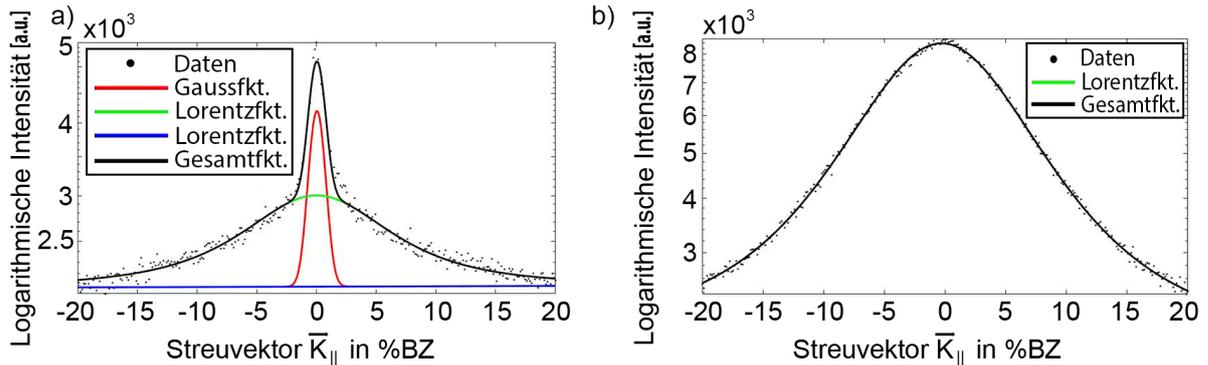
**Abbildung 5.5:** (a) Hexagonale  $(1 \times 1)$ -Struktur von  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (111) bei einer Energie von 120 eV und einer Bedeckung von 6 kHz . Da die Reflexe nur schwer zu erkennen sind wurden diese in grün eingekreist. (b) Quadratische  $(1 \times 1)$  Struktur und die voll ausgebildete  $(\sqrt{2} \times \sqrt{2})$  Überstruktur von  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (001) bei einer Bedeckung von 40 kHz und einer Energie von 140 eV.



**Abbildung 5.6:** Aufnahme des (20)-, (10)- und (00)-Reflexes bei einer Bedeckung von 8 kHz und einer Energie von 116 eV. Reflexspitzen werden mit einer Gauss- und Schultern mit einer Lorentzkurve angefitet.

### 5.2.1 Untersuchung des (00)-Reflexes

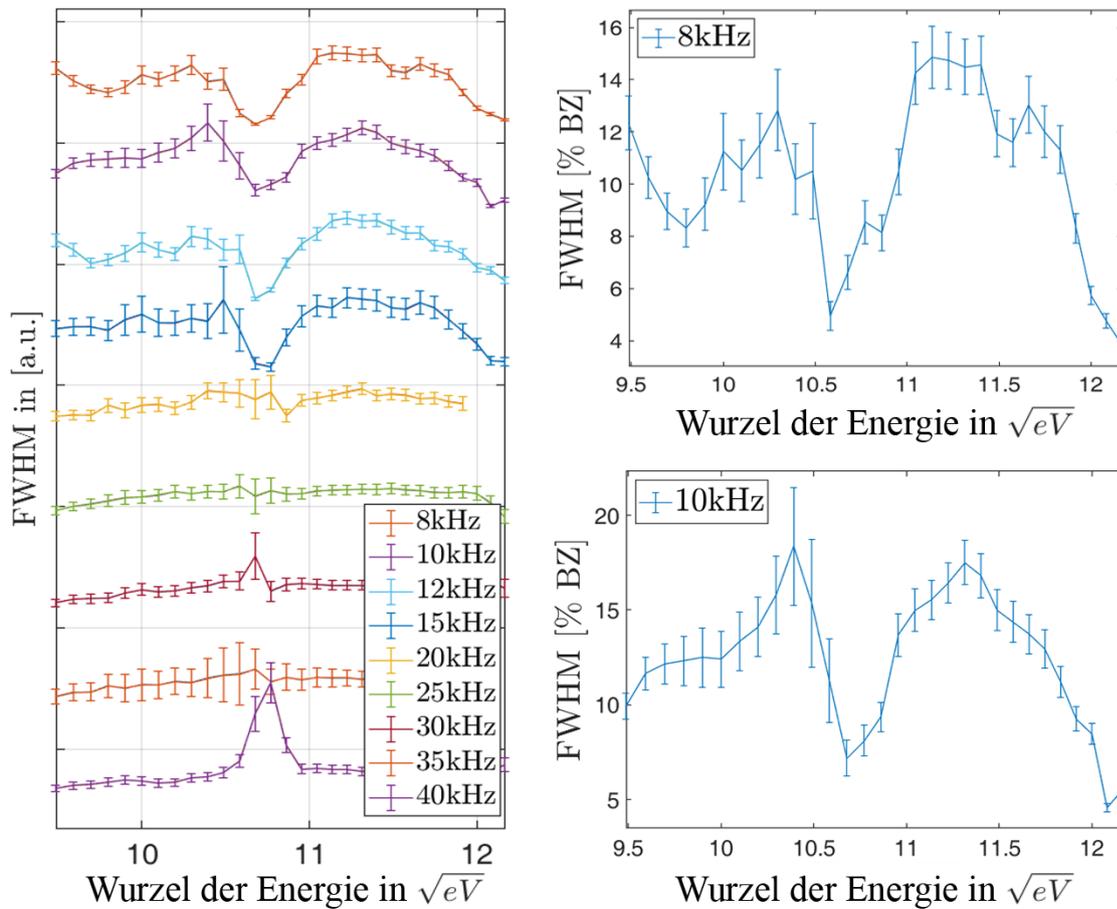
In diesem Abschnitt wird zunächst der (00)-Reflex untersucht. Ähnlich dem sauberen Substrat ist am Anfang der Bedeckungsserie eine Aufspaltung in eine Spitze und eine Schulter zu erkennen. Je höher die Bedeckung allerdings ist, umso mehr verschwindet der Anteil der Spitze. Ab einer Bedeckung von 30 kHz verschwindet der Gaussanteil komplett, sodass die Kurve nur mit einer Lorentzfunktion angepasst werden kann (vgl. Abbildung 5.7). Betrachtet man die Halbwertsbreite der Schulter bei verschiedenen Bedeckungen (siehe



**Abbildung 5.7:** Fitting des (00)-Reflexes bei einer Bedeckung von 8 kHz bei 120 eV (a). Fitting des (00)-Reflexes bei einer Bedeckungen von 40 kHz bei 120 eV (b).

Abbildung 5.8), so kann man erkennen, dass bei niedrigen Bedeckungen bis circa 12 kHz eine Oszillation zu erkennen ist. Bei diesen Bedeckungen können atomare Stufen angenommen werden. Bei geringeren Bedeckungen als 8 kHz war eine vernünftige Auswertung aufgrund eines schlechten Signal-zu-Rausch-Verhältnisses nicht möglich. Die 8 kHz und der 10 kHz Kurve wurde mit einer Kosinusfunktion angepasst. Bei der 12 kHz Kurve ist dies nicht möglich, da die Oszillation hier nicht mehr gut zu erkennen ist. Die Stufenhöhe bei einer Bedeckung von 8 kHz ergibt nach Gleichung 2.15  $d = (4.99 \pm 0.16) \text{ \AA}$  und bei 10 kHz ergibt diese  $d = (5.12 \pm 0.15) \text{ \AA}$ . Vergleicht man diese Werte mit dem Literaturwert der Stufenhöhe von  $\text{Fe}_3\text{O}_4(111)$  mit  $4.848 \text{ \AA}$ , so könnte es sich bei den Bedeckungen um  $\text{Fe}_3\text{O}_4(111)$  handeln. Die Berechnung der mittleren Terrassenweite der beiden Bedeckungen nach Gleichung 2.30 ergibt  $\langle \Gamma \rangle_{8 \text{ kHz}} = (28.35 \pm 2.56) \text{ \AA}$  und  $\langle \Gamma \rangle_{10 \text{ kHz}} = (30.89 \pm 2.66) \text{ \AA}$ . Für die Domänengröße erhält man nach Gleichung 2.31  $\langle D \rangle_{8 \text{ kHz}} = (28.834 \pm 2.48) \text{ \AA}$  und  $\langle D \rangle_{10 \text{ kHz}} = (26.499 \pm 2.44) \text{ \AA}$ . Die mittlere Terrassenweite der 8 kHz-Bedeckung entspricht in etwa der mittleren Domänengröße. Das bedeutet, dass sich bei dieser Bedeckung im Schnitt ein bis zwei Stufen auf einer Domäne befinden. Bei der 10 kHz-Bedeckung ist die Domänengröße wieder kleiner als die Terrassenweite, weshalb hier pro Domäne nur eine Stufe, oder keine Stufe auftreten kann. Im weiteren Verlauf ist allerdings keine Oszillation mehr zu erkennen, sodass keine atomaren Stufen mehr angenommen werden können. Bei den Bedeckungen 30 kHz und 40 kHz sind zudem Peaks bei  $10.7 \sqrt{\text{eV}}$  und  $10.8 \sqrt{\text{eV}}$  vorzufinden. Diese sind möglicherweise auf dynamische Effekte zurückzuführen.

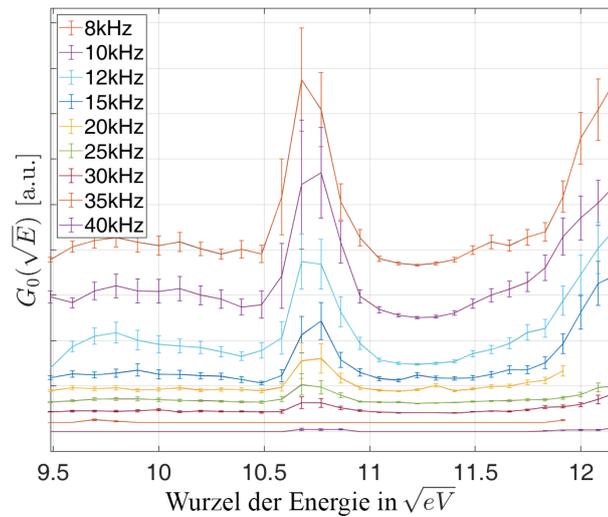
Eine Analyse der  $G(S)$ -Kurve (vgl. Abbildung 5.9) zeigt, dass selbst bei geringen Bedeckungen keine Oszillation erkennbar ist. Bei steigender Bedeckung wird die  $G(S)$ -Kurve



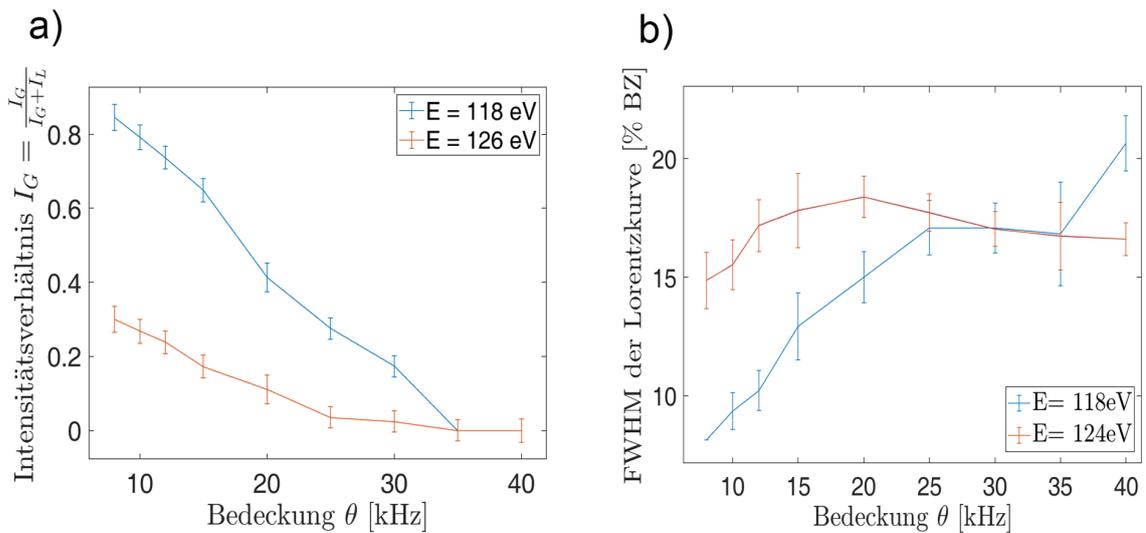
**Abbildung 5.8:** Halbwertsbreite der Lorentzkurve gegen die Wurzel der Energien, bei verschiedenen Bedeckungen (a). Die Kurven sind hierbei zur Übersicht vertikal verschoben. Separat wird eine Bedeckung von 8 kHz (b) und 10 kHz (c) betrachtet.

zudem immer flacher und ab 35 kHz ist kein Maximum mehr zu erkennen. Dies unterstützt die Vermutung, dass bei höheren Bedeckungen keine atomaren Stufen vorliegen.

Abbildung 5.10 a) zeigt das Intensitätsverhältnis  $I_G/(I_G+I_L)$  gegen die Bedeckung  $\theta$  und in 5.10 b) die Halbwertsbreite der Lorentzfunktion in Abhängigkeit der Bedeckung  $\theta$ . Hierbei wurde eine Energie mit einer minimalen Lorentzkurve und mit einer maximalen Lorentzkurve betrachtet. Es ist zu erkennen, dass der Anteil der Spitze bei höherer Bedeckung immer weiter abnimmt, bis sie bei einer Bedeckung von circa 35 kHz vollständig verschwindet. Bei b) unterscheidet sich die Halbwertsbreite bei 118 eV und 124 eV zunächst. Bei höheren Bedeckung nähern sich die Halbwertsbreiten an, bis sich die Kurven unter Beachtung der Fehler zwischen einer Bedeckung von  $\theta = 30$  kHz bis  $\theta = 35$  kHz angleichen. Dies deutet darauf hin, dass die Oberfläche bei geringen Bedeckungen zunächst inhomogen ist und bei steigender Bedeckungen homogener wird.



**Abbildung 5.9:**  $G(\sqrt{E})$  in Abhängigkeit der Wurzel der Energie für verschiedene Bedeckungen. Die Kurven wurden für die Übersicht vertikal verschoben.



**Abbildung 5.10:** Normiertes Intensitätsverhältnis gegen die Bedeckung bei den Energien 118 eV und 126 eV (a). Halbwertsbreite der Schulter gegen die Bedeckung  $\theta$  bei 118 eV und 124 eV (b).

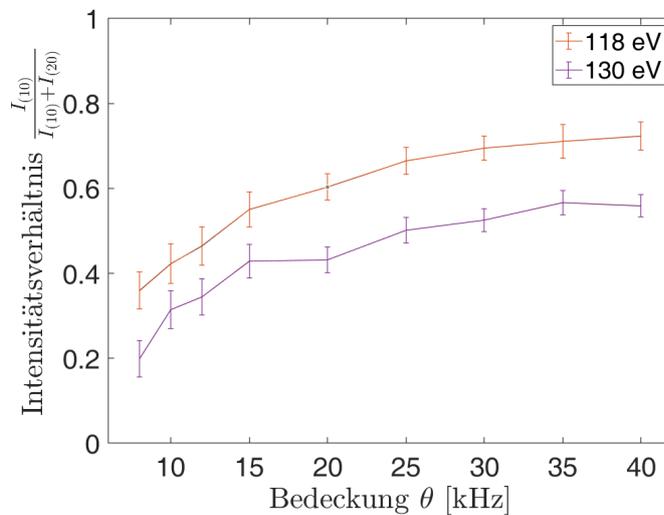
### 5.3 Untersuchung der weiteren Reflexe

Zur weiteren Untersuchung der Oberflächenstruktur und des Oberflächenaufbaus werden die restlichen Reflexe bei unterschiedlichen Bedeckungen betrachtet. Zunächst wird die Intensität, dann die Halbwertsbreite und zuletzt die Position der Reflexe untersucht.

### 5.3.1 Intensität

Bei einer Bedeckung von 8 kHz kann der (10)- und der (20)-Peak durch Lorentzfunktionen beschrieben werden. Zu diesem Zeitpunkt sind die Reflexe in (11)-Richtung noch nicht gut zu erkennen. In dieser Arbeit werden die Reflexe aber erst ab einer Bedeckung von 8 kHz untersucht. Bei geringeren Bedeckungen als 8 kHz war ein sehr starkes Rauschen vorhanden und es konnten bis auf den (00)-Reflex nur sehr schwache und verrauschte Reflexe gesehen werden, sodass keine genaue Aussage über diese Reflexe getroffen werden konnte.

Die Abbildung 5.11 stellt das Intensitätsverhältnis des (10)-Reflexes zum (20)-Reflex dar, dieses ist zunächst kleiner und steigt bei höherer Bedeckung an.

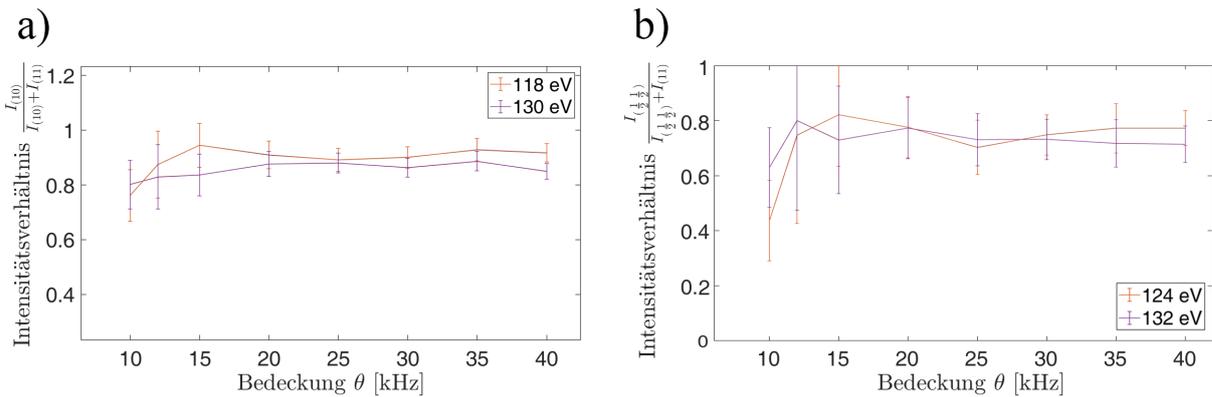


**Abbildung 5.11:** Normiertes Intensitätsverhältnis des (10)-Reflex zum (20)-Reflex für zwei verschiedene Energien.

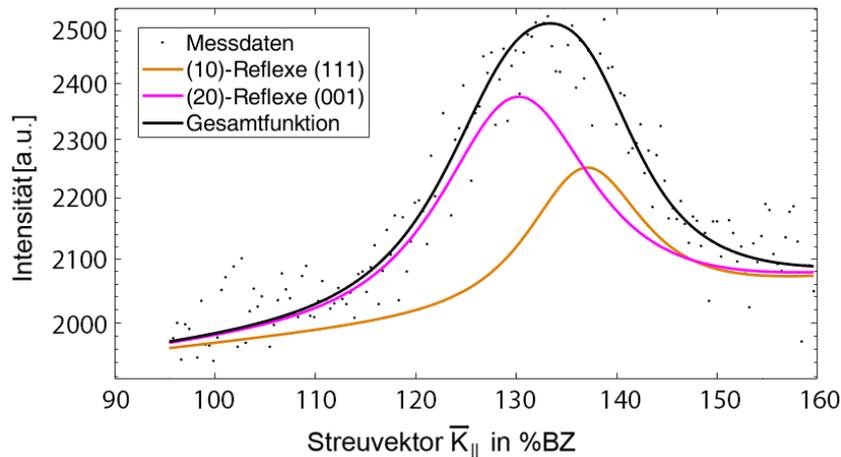
Betrachtet man das Intensitätsverhältnis des (10)-Reflex zum (11)-Reflex (vgl. Abbildung 5.12 a)) so ist zu erkennen, dass das Intensitätsverhältnis bei den Bedeckungen im Rahmen des Fehlers gleich bleibt.

Ähnlich hierzu bleibt das Intensitätsverhältnis des  $(\frac{1}{2} \frac{1}{2})$ -Reflexes zum (11)-Reflex auch gleich (vgl. Abbildung 5.12 b)). Die (10), (11) und  $(\frac{1}{2} \frac{1}{2})$  Reflexe deuten darauf hin, dass sie zur selben Struktur gehören, da die Intensitätsverhältnisse zueinander gleichbleibend sind. Nur beim (20)-Reflex ist zu beobachten, dass dieser zunächst eine höhere Intensität besitzt. Eine mögliche Erklärung hierfür könnte eine Überlagerung des (20)-Reflexes der  $(1 \times 1)$ -Struktur von  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (001) mit dem (10)-Reflexes der  $(1 \times 1)$ -Struktur von  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (111) sein. Dies könnte dazu führen, dass die Reflexe nicht unterschieden werden können, sodass sie so aussehen wie ein einziger Reflex (vgl. Abbildung 5.13). Bei höherer Bedeckung läuft das Intensitätsverhältnis bei beiden Energien gegen einen Grenzwert. Dies deutet darauf hin, dass der (10)-Reflex der  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (111)-Struktur verschwindet.

Beim  $(\frac{1}{2} \frac{1}{2})$ -Reflex ist zudem noch Auffällig, dass bei geringeren Bedeckungen ein großer Fehler zu sehen ist. Dies ist möglicherweise auf ein schlechtes Signal-zu-Rausch-Verhältnis zurückzuführen.



**Abbildung 5.12:** Normiertes Intensitätsverhältnis des (10)-Reflex zum (11)-Reflex für zwei verschiedene Energien. Normiertes Intensitätsverhältnis des  $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2})$ -Reflex zum (11)-Reflex für zwei verschiedene Energien.

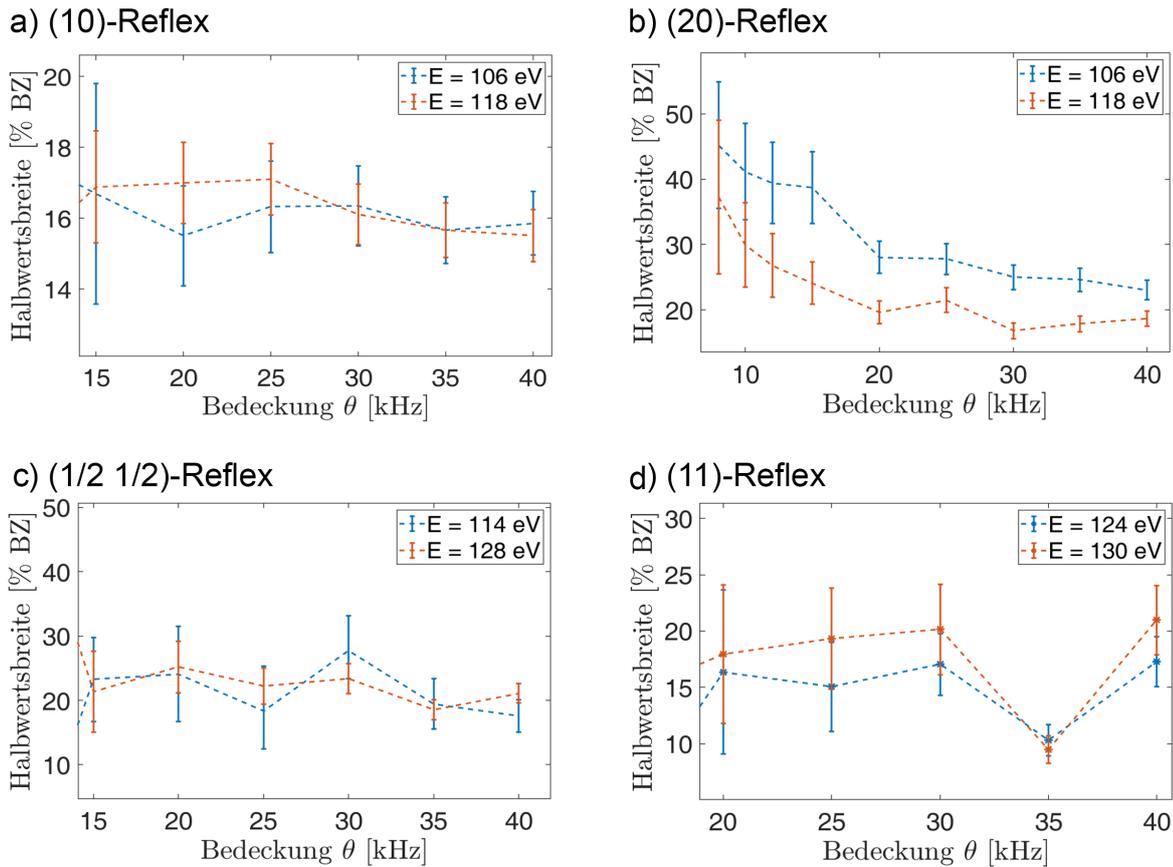


**Abbildung 5.13:** Fitting des (10)  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (111) bzw. (20)  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (001) Reflexes mit zwei Lorentzkurven.

### 5.3.2 Halbwertsbreite

Abbildung 5.14 zeigt die Halbwertsbreiten der Reflexe bei verschiedenen Bedeckungen und Energien.

Bei allen Reflexen bis auf den (20)-Reflex bleibt bei den verschiedenen Bedeckungen die Halbwertsbreite im Rahmen des Fehlers konstant. Dies deutet daraufhin, dass die Kristallinität der Oberfläche sich nicht ändert. Beim (11)-Reflex ist allerdings auffällig, dass dieser bei einer Bedeckung von 35 kHz einbricht und dann wieder auf die vorherige Halbwertsbreite ansteigt. Eine Erklärung hierzu konnte nicht gefunden werden und es ist nicht klar was genau bei dem Reflex zu diesem Zeitpunkt passiert ist. Aus diesem Grund werden die Punkte nicht mit in die Auswertung einbezogen. Eine mögliche Erklärung, warum sich die Halbwertsbreite des (20)-Reflexes ändert, könnte wie in Abschnitt 5.3.1 auf die Überlagerung des (10)-Reflex der  $(1 \times 1)$ -Struktur von  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (111) mit dem (20)-Reflex



**Abbildung 5.14:** Abhängigkeit der verschiedenen Reflexe in Bezug auf die Bedeckung bei jeweils zwei verschiedenen Energien.

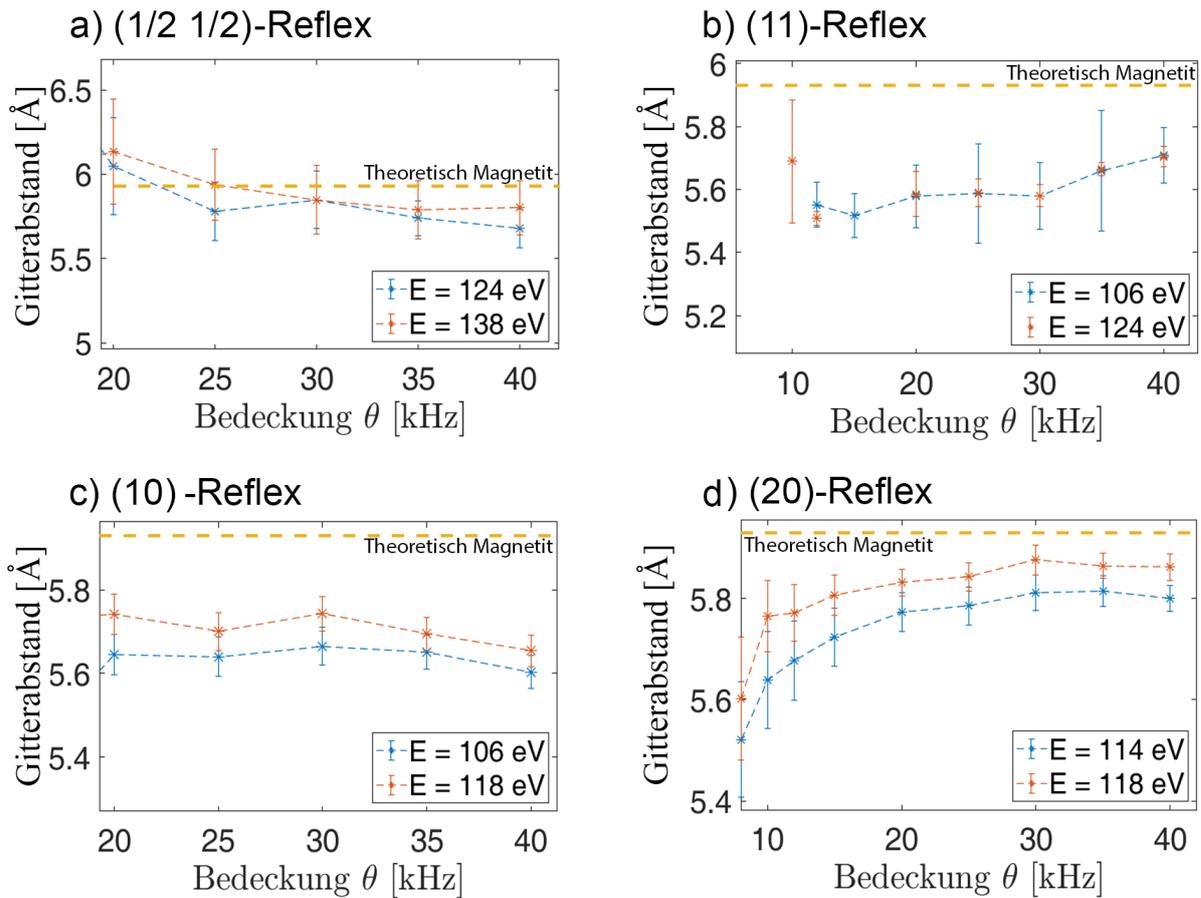
der  $(1 \times 1)$ -Struktur von  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (001) zurückzuführen sein. Die Überlagerung der beiden Reflexe könnte zu einer Verbreiterung der Halbwertsbreite führen. Da die Halbwertsbreite bei höheren Bedeckungen schmaler wird, könnte auf ein Verschwinden des (10)-Reflexes zurückzuführen sein.

Bei der Betrachtung des  $(\frac{1}{2} \frac{1}{2})$ -Reflex fällt auf, dass dieser im Vergleich zum (10)-Reflex etwas breiter ist. Dies könnte auf Antiphasendomänen hindeuten.

### 5.3.3 Position

In diesem Abschnitt wird die Position der Reflexe in Bezug auf die Bedeckung und Energie überprüft. In einem ersten Schritt wurden hierfür die einzelnen Positionen der Reflexe in die Gitterabstände umgerechnet und dann in Abbildung 5.15 gegen die Bedeckung aufgetragen.

Der Gitterabstand für alle Reflexe bis auf den (20)-Reflex bleibt im Rahmen des Fehlers gleich, womit keine Relaxation stattfindet. Nur bei dem (20)-Reflex nähert sich der Gitterabstand dem theoretischen Wert von Magnetit(001) mit  $5.936 \text{ \AA}$  an. Im Gegensatz zu den anderen Reflexen deutet der (20)-Reflex folglich auf eine Relaxation der Oberfläche hin. Allerdings könnte auch hier eine Überlagerung des (20)-Reflexes der  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (001)-



**Abbildung 5.15:** Gitterabstand aus der Reflexposition berechnet. Zusätzlich ist der theoretische Gitterabstand von Magnetit angegeben.

Struktur mit dem (10)-Reflex der  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (111)-Struktur vorliegen, da die Überlagerung der Reflexe das Maximum des Gesamtreflexes verschieben könnte und somit ein geringerer Gitterabstand zustande kommen kann.

Bei der Betrachtung des  $(\frac{1}{2}\frac{1}{2})$  und (10)-Reflexes muss jedoch beachtet werden, dass sich in der Nähe der Reflexe keine Referenzpunkte (vgl. Abschnitt 5.1) von STO befinden mit welchen eine Korrektur der Position vorgenommen werden konnte. Aus diesem Grund ist nicht genau klar, wie Aussagekräftig die Werte sind, weshalb sie als kritisch zu betrachten sind.

Betrachtet man die Abweichung der Gitterabstände aller Reflexe bei einer Bedeckung von 40 kHz mit dem theoretischen Gitterabstand von  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (001) mit  $5.936 \text{ \AA}$ , so ergibt sich Tabelle 5.1.

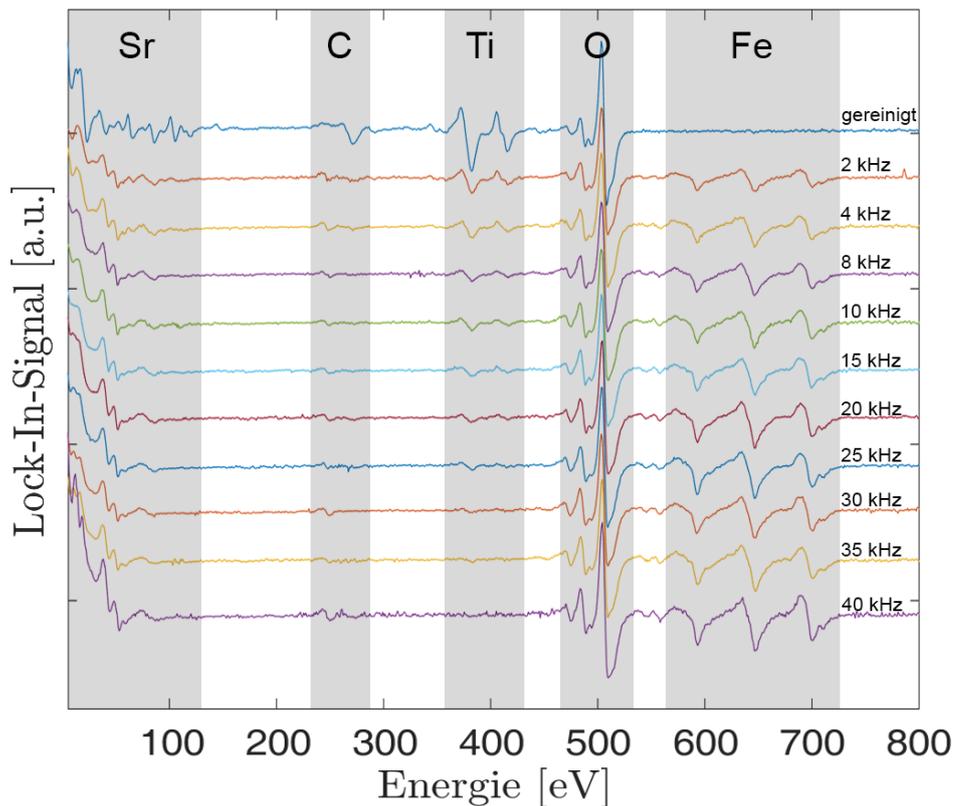
Die Gitterabstände der einzelnen Reflexe liegen alle in einem Bereich zwischen dem theoretischen Gitterabstand der Einheitszelle von STO mit  $5.52 \text{ \AA}$  und  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (001). Dies könnte durch Gitterfehlanspassungen zustande kommen, welche zu einer Verzerrung der Gitterabstände von Magnetit führen könnten.

Reflex	Gitterabstand [ $\text{\AA}$ ]	Abweichung zu $\text{Fe}_3\text{O}_4(001)$ [%]
(10)	$5.629 \pm 0.040$	$5.12 \pm 0.02$
(20)	$5.831 \pm 0.028$	$1.7689 \pm 0.04$
$(\frac{1}{2}\frac{1}{2})$	$5.741 \pm 0.137$	$3.2850 \pm 2.308$
(11)	$5.706 \pm 0.062$	$3.8747 \pm 1.0277$

**Tabelle 5.1:** Abweichung der Gitterabstände der Reflexe zu dem theoretischen Gitterabstand von  $\text{Fe}_3\text{O}_4(001)$ .

### 5.4 Auswertung der AES

Um die chemischen Zusammensetzung der Probe zu untersuchen, wird eine AUGER-Spektroskopische Untersuchung durchgeführt. Dabei werden AUGER-Scans bei unterschiedlichen Bedeckungen erstellt und die vorhandenen Peaks betrachtet (vgl. Abbildung 5.16).

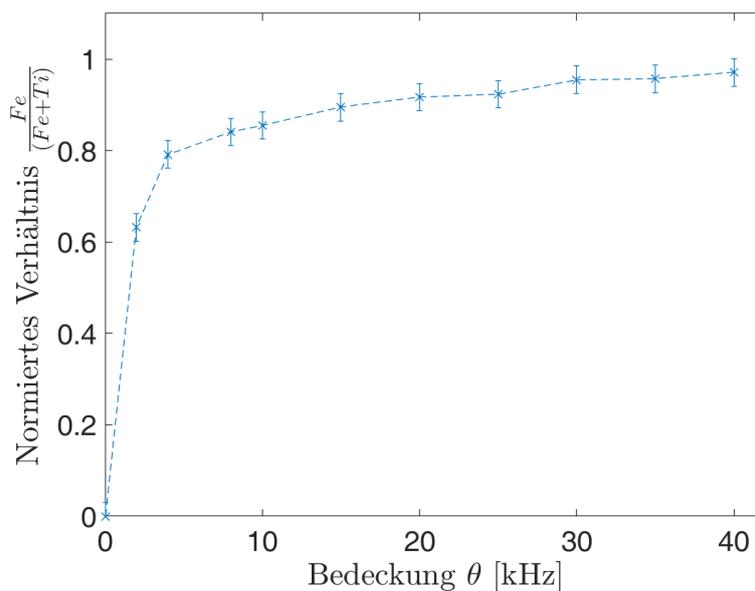


**Abbildung 5.16:** Verschiedene AUGER-Scans bei unterschiedlichen Bedeckungen gegen die Energie. Die einzelnen AUGER-Scans wurden zur Übersicht vertikal verschoben.

Bei der gereinigten Probe ist ein deutlicher Peak bei einer Energie zwischen 250 eV und

300 eV zu erkennen. Bei diesem Peak handelt es sich nach [19] um Kohlenstoff. Auffällig ist zudem ein kleiner Peak im Bereich um 150 eV, welcher dort nicht erwartet wurde. Hierbei könnte es sich um Tantal handeln. Tantal selbst, sollte nicht auf der Probe vorhanden sein. Da die Probe allerdings mit Tantal-Klemmen auf dem Probenhalter befestigt wurde, könnte es sein, dass mit dem Elektronenstrahl ein Stück der Tantal-Klemmen getroffen wurde. Bei einer Bedeckung von 2 kHz sind schon deutliche Eisen-Peaks zu erkennen. Des Weiteren ist der Peak des Kohlenstoffs kleiner geworden und es ist kein Tantal mehr zu erkennen. Im weiteren Verlauf verschwindet der Kohlenstoffpeak fast vollständig. Ein ähnliches Verhalten ist auch bei Titan zu erkennen. Zunächst sind bei 2 kHz noch deutliche Peaks zu erkennen, im weiteren Verlauf nehmen diese jedoch immer weiter ab. Bei 40 kHz ist kein Titan mehr zu erkennen. Das spricht dafür, dass die Magnetitschicht das Titansignal überdeckt. Auffällig ist zudem, dass das Strontiumsignal bei höheren Bedeckungen schwächer wird. Dies ist möglicherweise darauf zurückzuführen, dass in dem selben Bereich auch Eisenpeaks vorliegen, welche das Strontiumsignal überdecken könnten.

Abbildung 5.17 stellt das normierte Verhältnis von Eisen gegen Titan dar. Es ist zu



**Abbildung 5.17:** Normiertes Verhältnis von Eisen zu Titan.

erkennen, dass schon bei einer recht niedrigen Bedeckung der Eisenanteil schnell ansteigt. Folglich ist immer mehr Eisen auf der Oberfläche vorhanden. Das Titansignal ist auch bei einer Bedeckung von 40 kHz noch schwach vorhanden. Eine mögliche Erklärung hierfür könnte sein, dass die Magnetitschicht dünn genug ist um das Substrat noch im AUGER-Spektrum zu sehen. Eine Berechnung der Schichtdicke nach Gleichung 2.37 ergibt  $88.7 \text{ \AA}$ , was ein plausibler Wert für die Schichtdicke ist. Allerdings ist die Ausdringtiefe bei AES circa  $10 \text{ \AA}$ , also viel geringer als die bestimmte Schichtdicke. Der bestimmte Wert stellt allerdings nur eine Näherung der Schichtdicke dar und ist nicht aussagekräftig. Zur genaueren Bestimmung der Schichtdicke müsste eine XRR-Messung durchgeführt werden.

Eine weitere Erklärung für das Titansignal könnte darauf zurückzuführen sein, dass das Titan beim Erhitzen diffundiert und auf der Oberfläche segregiert ist [28]. Außerdem könnte die Oberfläche aus mehreren Inseln bestehen, zwischen welchen das Substrat noch zu erkennen ist.

## 6 Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurde Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) bei einer Temperatur von  $500^\circ\text{C}$  auf Strontium-Titanat ( $\text{SrTiO}_3$ ) sukzessiv aufgedampft und nach jedem Aufdampfschritt untersucht. Zum einen wurden bei jedem Bedampfschritt mithilfe von SPA-LEED die Oberflächenmorphologie und zum anderen mit AES die chemische Zusammensetzung untersucht.

Ziel der Arbeit war die Untersuchung der hexagonalen  $(1 \times 1)$ -Struktur von  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (111), jedoch war bei geringen Bedeckungen das Signal-zu-Rausch-Verhältnis nicht gut genug, um die Struktur analysieren zu können, zudem gab es möglicherweise eine Überlagerung des (10)-Reflex von  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ (111) und dem (20)-Reflex von  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ (100), sodass die beiden Reflexe nicht unterschieden werden könnten und eine Analyse der  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ (111) Struktur nicht möglich war. Die Untersuchung der verschiedenen Bedeckungen ergaben für den (00)-Reflex, dass bei geringen Bedeckungen Stufen vorlagen und die Oberfläche zunächst sehr inhomogen war. Bei höheren Bedeckungen wurde die Oberfläche homogener. Bei den weiteren Reflexen wurde beobachtet, dass die Kristallinität der Oberfläche bei verschiedenen Bedeckungen gleich bleibt. Auch die Gitterabstände haben gezeigt, dass die Oberfläche sich nicht verändert. Des Weiteren könnte die AES Analyse darauf hindeuten, dass bei hohen Bedeckungen möglicherweise Inseln vorliegen könnten, da selbst bei einer Bedeckung von 40 kHz noch ein Titansignal auf der Oberfläche zu erkennen ist.

Zur weiteren Untersuchung wäre eine Analyse der Schichtdicke mit Röntgenreflektometrie (XRR) sinnvoll, um die Schichtdicke der Probe bei unterschiedlichen Bedeckungen herauszufinden. Zudem könnte die Oberfläche des Substrats anders präpariert werden, um bessere Ausgangsbedingungen für das Magnetit zu schaffen. Des Weiteren wäre eine Analyse der Oberfläche bei anderen Aufdampftemperaturen interessant, da sich in dieser Arbeit möglicherweise die  $(1 \times 1)$ -Struktur von  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (111) mit der  $(1 \times 1)$ -Struktur von  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (001) überlagert und aus diesem Grund nicht gut untersucht werden konnte. Zudem wäre eine mikroskopische Analyse der Oberfläche mit zum Beispiel einem Rasterkraftmikroskop (AFM) interessant, um die Oberfläche auf Inseln zu untersuchen.



## 7 Summary

In this bachelor thesis magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) was successively evaporated at a temperature of  $500^\circ\text{C}$  on strontium titanate ( $\text{SrTiO}_3$ ) and examined after each evaporation step. On the one hand, the surface morphology of each deposition step was investigated by SPA-LEED and on the other hand the chemical composition was investigated by AES.

The aim of this bachelor thesis was to study the hexagonal ( $1 \times 1$ ) structure of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (111), but at low coverage the signal-to-noise ratio was not good enough to analyze the structure. In addition, there could be an overlapping of the (10) reflex of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ (111) and the (20) reflex of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ (100), so that the two reflexes could not be distinguished and an analysis of the  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ (111) structure was not possible. The examination of the different occultations showed for the (00)-reflex that there were steps at low coverages and the surface was initially very inhomogeneous. At higher coverages the surface became more homogeneous. For the other reflexes it was observed that the crystallinity of the surface remained the same at different coverages. Also the lattice distance showed that the surface did not change. Furthermore, the AES analysis might indicate that islands might be present at high coverages, because even at an coverage of 40 kHz a titanium signal is still visible on the surface.

For further investigation an analysis of the layer thickness with X-ray reflectometry (XRR) would be useful to get the layer thickness coverages. In addition, the surface of the substrate could be prepared differently to provide better initial conditions for the magnetite. Furthermore, an analysis of the surface at different evaporation temperatures would be interesting, because in this thesis, the ( $1 \times 1$ )-structure of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (111) might overlap with the ( $1 \times 1$ )-structure of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (001) and therefore could not be investigated. Additionally, a microscopic analysis of the surface with, for example, an atomic force microscope (AFM) would be interesting to examine the surface on islands.



---

## Literaturverzeichnis

- [1] Konrad Zuse. *Der Computer - Mein Lebenswerk*. Springer-Verlag GmbH (2010).
- [2] Akira Yanase, Kiiti Siratori. *Band Structure in the High Temperature Phase of  $Fe_3O_4$* . Journal of the Physical Society of Japan **53**, 312–317 (1984).
- [3] Sakae Todo, Kiiti Siratori, Shigeyuki Kimura. *Transport Properties of the High Temperature Phase of  $Fe_3O_4$* . Journal of the Physical Society of Japan **64**, 2118–2126 (1995).
- [4] Ce-Wen Nan, M. I. Bichurin, Shuxiang Dong, D. Viehland, G. Srinivasan. *Multiferroic magnetoelectric composites: Historical perspective, status, and future directions*. Journal of Applied Physics **103**, 031101 (2008).
- [5] O. Kuschel, R. Buß, W. Spiess, T. Schemme, J. Wöllermann, K. Balinski, A. T. N Diaye, T. Kuschel, J. Wollschläger, K. Kuepper. *From  $Fe_3O_4/NiO$  bilayers to  $NiFe_2O_4$ -like thin films through Ni interdiffusion*. Physical Review B **94** (2016).
- [6] Y. Gao, Y. J. Kim, S. A. Chambers. *Preparation and characterization of epitaxial iron oxide films*. Journal of Materials Research **13**, 2003–2014 (1998).
- [7] Andreas Alexander. *SPA-LEED Untersuchungen zum Wachstum von  $Fe_3O_4$  auf  $SrTiO_3(001)$* . Masterarbeit, Universität Osnabrück, 2019.
- [8] SPA-LEED. [https://www.uni-due.de/ag-hvh/mspa-leed\\_de.php](https://www.uni-due.de/ag-hvh/mspa-leed_de.php) (2018). Eingesehen am 30.04.2019.
- [9] Tim Röewkamp. *Entwicklung einer Software für eine SPA-LEED-Oktolpolansteuerung*. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2013.
- [10] Hanno Dietrich Goldbach. *Epitaktisches Wachstum von Metall- und Oxidschichten*. Universität Hannover, 2001.
- [11] Sebastian Gevers. *SPA-LEED-Untersuchungen von Praseodymoxidschichten auf  $Si(111)$ -Substraten*. Masterarbeit, Universität Osnabrück, 2007.
- [12] Sören Lindemann. *Charakterisierung dünner Eisenoxidschichten auf  $Ag(111)$* . Bachelorarbeit, Universität Osnabrück, 2012.
- [13] Irena Kiesel. *SPA-LEED Untersuchung von Eisenoxidschichten auf  $Ag(001)$* . Masterarbeit, Universität Osnabrück, 2010.
- [14] J. Wollschläger, J. Falta, M. Henzler. *Electron diffraction at stepped homogeneous and inhomogeneous surfaces*. Applied Physics A Solids and Surfaces (1990).

- [15] Lars Böwer. *Wachstum von Multi - Oxidschichtenauf Silber - Substraten*. Diplomarbeit, Uni Osnabrück, 2007.
- [16] Joachim Wollschläger. *Ordnungsvorgänge in einatomaren Metallschichten auf Hochindizierten Metallflächen*. Universität Hannover, 1990.
- [17] Joachim Wollschläger. *SPA-LEED-Untersuchungen an der Grenzfläche Silizium Siliziumdioxid*. Diplomarbeit, Universität Hannover, 1986.
- [18] Thomas Langer. *Untersuchung ultradünner Schichten mit AUGER Spektroskopie*. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2008.
- [19] Lawrence E. Davis, Noel C. MacDonald, Paul W. Palmberg, Gerald E. Riach, Roland E. Weber. *Handbook of Auger Electron Spectroscopy*. Physical Electronics Division (1976).
- [20] Stefan Mróz. *Physical foundation of quantitative Auger analysis*. Progress in Surface Science **46**, 377–437 (1994).
- [21] Markus Franz Kessel. *Anionen- und Kationendiffusion in Barium- und Strontiumtitanat*. RWTH Aachen University zur Erlangung, 2012.
- [22] Jeannis-Nicos Leist. *Echtzeit-Untersuchungen der ferroelektrischen Phasenumwandlungen in  $K_2SeO_4$  und  $SrTiO_3$  unter dem Einfluss eines elektrischen Feldes*. Göttingen University Press (2009).
- [23] Florian Bertram. *Röntgenstrukturanalyse von Oxidschichten*. Masterarbeit, Universität Osnabrück, 2009.
- [24] Wolfgang Kaiser. *Spinabhängiger Transport in Magnetit*. Diplomarbeit, TU München, 2006.
- [25] Daniel Bruns. *SPA-LEED-Untersuchungen zur Epitaxie von Praseodymoxidschichten auf  $Si(111)$* . Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2008.
- [26] Günter Sauerbrey. *Verwendung von Schwingquarzen zur Wägung dünner Schichten und zur Mikrowägung*. Zeitschrift für Physik **155**, 206–222 (1959).
- [27] Ryota Takahashi, Hikaru Misumi, Mikko Lippmaa. *Self-Template Growth of Orientation-Controlled  $Fe_3O_4$  Thin Films*. Crystal Growth & Design **12**, 2679–2683 (2012).
- [28] Ralph Buß. *Studies on the Epitaxial Growth of Ultrathin Metal Oxide Films*. Masterarbeit, Universität Osnabrück, 2015.





## Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich ganz herzlich bei **Prof. Dr. Joachim Wollschläger** bedanken. **Prof. Dr. Wollschläger** machte diese Bachelorarbeit erst möglich und war immer hilfsbereit und gab mir das Gefühl durch seine sympathische Art willkommen in der Arbeitsgruppe zu sein.

Zudem möchte ich mich bei Herrn **Karsten Küpper** bedanken, der sich bereiterklärt hat die Position als Zweitprüfer einzunehmen.

Ein ganz besonderer Dank gilt vor allem meinem Betreuer **Andreas Alexander**, der sich immer viel Zeit für mich genommen hat und mir mit Rat und Tat zur Seite stand und in Rekordzeit die Bachelorarbeit des öfteren Korrektur gelesen hat.

Des Weiteren danke ich der Arbeitsgruppe für die freundliche Aufnahme und die Hilfsbereitschaft mir bei allen Fragen zu jederzeit zu helfen.

Außerdem danke ich den Menschen, welche mit mir das Büro geteilt haben. Dazu zählen **Tobias Pollenske, Simon Spiller** und **Kristina Sprenger**. Ihr habt durch eure sympathische Art und lustigen Sprüche, sowie ein immer offenes Ohr für Fragen sehr geholfen und die Stimmung aufgelockert, auch wenn es mal sehr stressig war.

Zudem möchte ich noch meinen Freunden innerhalb und außerhalb der Uni danken, welche während des Studiums für Ablenkung gesorgt haben, sodass man den Kopf wieder frei bekommen hat.

Zuletzt gilt mein besonderer Dank meinen Eltern **Ewald** und **Marita**, dem Rest meiner Familie **Björn, Thorben, Jörg, Katrin, Ingeborg** und **Robert** und meiner Freundin **Deborah**. Ohne euch und eure Unterstützung, sowie eure unglaubliche Hilfsbereitschaft und Art und Weise immer zuzuhören wäre ich nicht der, der ich heute bin und hätte ich diese Bachelorarbeit nicht schreiben können. Vielen Dank euch für alles!



Ich versichere, dass ich diese Bachelorarbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe.

Osnabrück, 13. März 2020

---

Sören Schmitz