

UNIVERSITÄT OSNABRÜCK

BACHELORARBEIT

**Epitaktische Eisenschichten auf
Ag(001)**

Autor: Steffen Jentsch

Prüfer: Prof. Dr. Joachim Wollschläger

Zweitprüfer: Prof. Dr. Manfred Neumann

27. Mai 2010

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

Osnabrück, den 27. Mai 2010

Steffen Jentsch

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	7
1.1	Motivation	7
2	Theorie und Grundlagen	9
2.1	SPA-LEED (Spot Profile Analysis - Low Energy Electron Diffraction) . . .	9
2.2	Kinematische Näherung	10
2.3	Instrumentelle Verbreiterung	12
2.4	Streuphase	13
2.5	Oberflächen- und Überstrukturen	15
2.6	Wachstumsarten	17
2.7	EWALD-Konstruktion	18
2.7.1	EWALD-Konstruktion für das Volumen	18
2.7.2	EWALD-Konstruktion für die Oberfläche	20
2.8	AUGER-Elektronen-Spektroskopie	21
3	Verwendete Materialien	29
3.1	Das Substrat: Silber(001)	29
3.2	Das Adsorbat: Eisen	31
4	Experimentelle Grundlagen	33
4.1	UHV-Kammer	33
4.2	Ultrahochvakuum (UHV) und Vakuumpumpen	37
4.3	Probenhalter	37
4.4	SPA-LEED	38
4.5	Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES)	39
4.6	Verdampfer	40
4.7	Sputterkanone	41
4.8	Substrat- und Probenpräparation	41
5	Messergebnisse und Auswertung	43
5.1	Referenzuntersuchungen des reinen Silber(001)-Substrats	43
5.2	Beschichtungssequenz: Eisen auf Silber(001)	46
5.3	Schichtdickenbestimmung aus Augerdaten	51
5.4	SPA-LEED-Untersuchungen	55
5.4.1	Substrat: Silber(001)	56
5.4.2	Bedeckung: $\theta \approx 3\text{ML}$, Aufdampffrequenz: $f = 200\text{Hz}$	58
5.4.3	Bedeckung: $\theta \approx 6\text{ML}$, Aufdampffrequenz: $f = 400\text{Hz}$	60
5.4.4	Bedeckung: $8\text{ML} < \theta < 9\text{ML}$, Aufdampffrequenz: $f = 600\text{Hz}$	64
5.5	Heizreihe	67
5.5.1	Bedeckung: $\theta \approx 3\text{ML}$	67
5.5.2	Bedeckung: $8\text{ML} < \theta < 9\text{ML}$	68
5.6	$\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Überstruktur	72
6	Zusammenfassung	77

Literatur	80
Abbildungsverzeichnis	84
Danksagung	85

1 Einleitung

1.1 Motivation

Studien zu Systemen aus Eisenschichten auf Silber-Substraten zogen bereits in den letzten zwei Jahrzehnten das Interesse auf sich und sind weit vorangetrieben worden. Silber als Substrat eignet sich sehr gut zur Analyse epitaktischer Eisenfilme. Dies liegt zum Teil an einer geringen Gitterfehlpassung von 0,8% zwischen Eisen und Silber(001). Die Gitterkonstante des Eisens ist etwa um einen Faktor von $\sqrt{2}$ kleiner als die des Silber(001)-Gitters. Das führt zu einem um 45° verdrehten Aufwachsen der Eisen-bcc-Einheitszelle auf dem Silber(001)-fcc-Gitter. Die Untersuchung des morphologischen Verhaltens dünner Eisenfilme auf Silber(001)-Substraten bildet die Grundlage zu weiterführenden Experimenten an Systemen aus Eisenoxid auf Silber(001) und zur Korrelation zwischen Morphologie und magnetischen Eigenschaften. Die durchschnittliche Inselbreite aufwachsenden Eisens ($\approx 30 - 50\text{\AA}$ bei $\theta = 2\text{ML}$ [1]) nimmt beispielsweise mit zunehmender Sauerstoffchemisorption ab. Im Fokus des Interesses für praktische Anwendungen steht Spintronik, die Verflechtung elektronischer Datenspeicherung mit der Ausnutzung einer vollständigen Spinpolarisation am FERMI-Niveau wie im Fall von Magnetit (Fe_3O_4) zur Erhöhung der Informationsdichte (z.B. durch den Bau von Spinfilter [2]).

Um diese Grundlagen zu beleuchten und den Umgang sowie den Charakter dieses Materialsystems kennenzulernen, wurde in dieser Bachelorarbeit das Wachstum und die Epitaxie von Eisen auf Silber(001) mit AUGER-Spektroskopie und **Spot Profile Analysis - Low Energy Electron Diffraction** (SPA-LEED) untersucht. Ein Zusammenhang zwischen Verdampferquarzfrequenz und Schichtdicke wurde erarbeitet. Ebenso wurde die Auswirkung von Heizen nach dem Aufdampfen analysiert und die Ausbildung einer $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R 45° -Überstruktur beobachtet.

Eine Darlegung der nötigen Theorie folgt in Kapitel 2. In Kapitel 3 wird das Materialsystem vorgestellt, worauf die experimentellen Grundlagen in Kapitel 4 behandelt werden. Die Messergebnisse werden schließlich in Kapitel 5 diskutiert und Fehlerquellen erörtert. Im letzten Kapitel ist eine Zusammenfassung angeführt mit Ausblick auf weitere Untersuchungen.

2 Theorie und Grundlagen

Die für diese Bachelorarbeit relevanten oberflächensensitiven Messverfahren sind zum Einen SPA-LEED (**S**pot **P**rofile **A**nalysis - **L**ow **E**nergy **E**lectron **D**iffraction) und zum Anderen AUGER-Elektronen-Spektroskopie. Sie sollen im Folgenden näher beschrieben werden.

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

Die Oberflächenanalysemethode SPA-LEED gründet auf der Entwicklung von LEED, bei der niederenergetische Elektronen ($10\text{eV} < E < 500\text{eV} \Rightarrow 2,74 \text{ \AA} < \lambda < 0,55 \text{ \AA}$, mit Energie: E , Wellenlänge: λ) an Kristalloberflächen gebeugt werden. Beim LEED erfolgt die Abbildung des Beugungsbildes auf einem Fluoreszenzschirm. Das für die elektronische Datenweiterverarbeitung besser geeignete SPA-LEED (Vorteile: digitale Messwerte, verbesserte Auflösung, größerer Scanbereich als beim LEED) hingegen scannt die Abbildungsebene, indem immer nur Elektronenstrahlen eines bestimmten Beugungswinkels über die Oktopol-Ablenkplatten den Weg in den Analysator finden.

Die Oberflächensensitivität der Elektronen-Materiewellen ist im Vergleich zu elektromagnetischen Wellen aufgrund des größeren Streuquerschnitts und der damit verbundenen, bei diesen Energien geringeren Eindringtiefe ($1 \text{ \AA} - 10 \text{ \AA}$) gegeben.

Die einzelnen Spots stellen Intensitätsmaxima der Beugung am Kristall dar und treten bei konstruktiver Interferenz auf. Ein mit der SPA-LEED-Software „Spa4“ erstelltes 2D-Bild ist in Abbildung 2.1 dargestellt.

Die Beugungsbilder des SPA-LEEDs sind eine FOURIER-Transformation des Realraums der Oberfläche. Die so erhaltenen Informationen über die Kristallstruktur sind gemittelte Werte, da zum Beugungsbild die komplette vom Elektronenstrahl erfasste Oberfläche beiträgt. Dies ist sowohl ein Vor- als auch ein Nachteil verglichen mit direkt abbildenden Methoden wie z.B. das STM (**S**canning **T**unneling **M**icroscope). Die dort erlangten Bilder sind lokal begrenzt und erfassen nicht die gesamte Oberfläche. Strukturelle Inhomogenitäten müssten dort also an verschiedenen Positionen nachgeprüft werden. Einzelne positionsbezogene Defekte lassen sich mittels SPA-LEED allerdings nicht lokalisieren.

Mittels SPA-LEED lassen sich Aussagen über die Kristallstruktur sowie die Oberflächenmorphologie treffen. Die exakte Interpretation des Oberflächenbeugungsbildes benötigt die dynamische Beugungstheorie. Aus Gründen der Vereinfachung greift man auf die kinematische Näherung (Abschnitt 2.2) zurück.

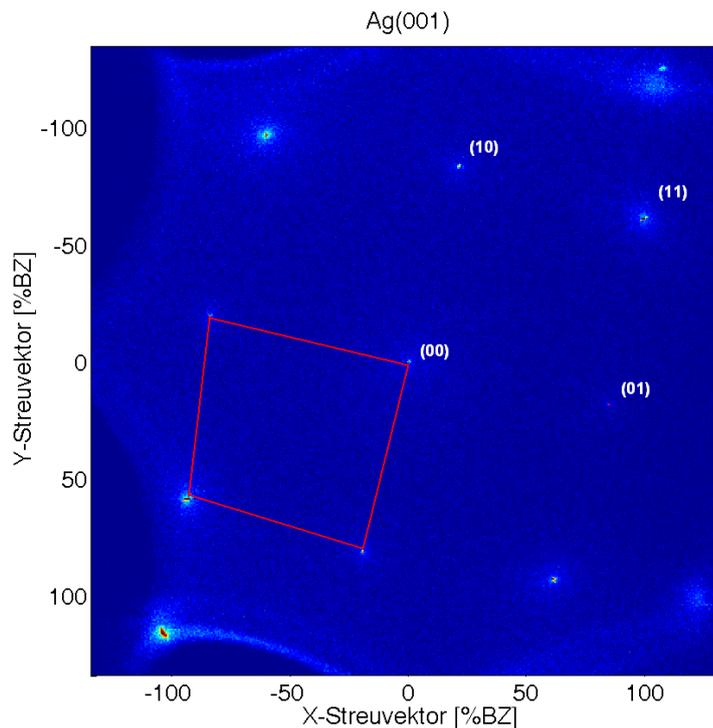


Abbildung 2.1: SPA-LEED 2D-Bild einer reinen Ag(001)-Oberfläche, die quadratische Einheitszelle ist rot markiert

2.2 Kinematische Näherung

Die kinematische Näherung vernachlässigt Mehrfachstreuung und geht modellhaft von einer schwachen Wechselwirkung der Elektronen mit dem Festkörper aus. Die Reduzierung auf Einfach-Streuprozesse hat eigentlich seine Gültigkeit für hochenergetische Röntgenstrahlung und Elektronen, findet aber auch hier bei niederenergetischen Elektronen Anwendung, da sie brauchbare Ergebnisse liefert.

Die säulenförmige Einteilung der Einheitszellen ist in Abbildung 2.2 gezeigt. Mit ihr lassen sich die Positionierung der Einheitszellen und über eine Profilanalyse die Morphologie der Oberfläche beschreiben.

Zusätzlich werden hier ebene Wellen der FRAUNHOFER-Näherung angenommen, da das Verhältnis $\frac{\text{Wellenlänge}}{\text{Probenabstand}}$ sehr klein ist (als Probenabstand sei die Distanz: Elektronenkanone-Probe und Probe-Channeltron bezeichnet).

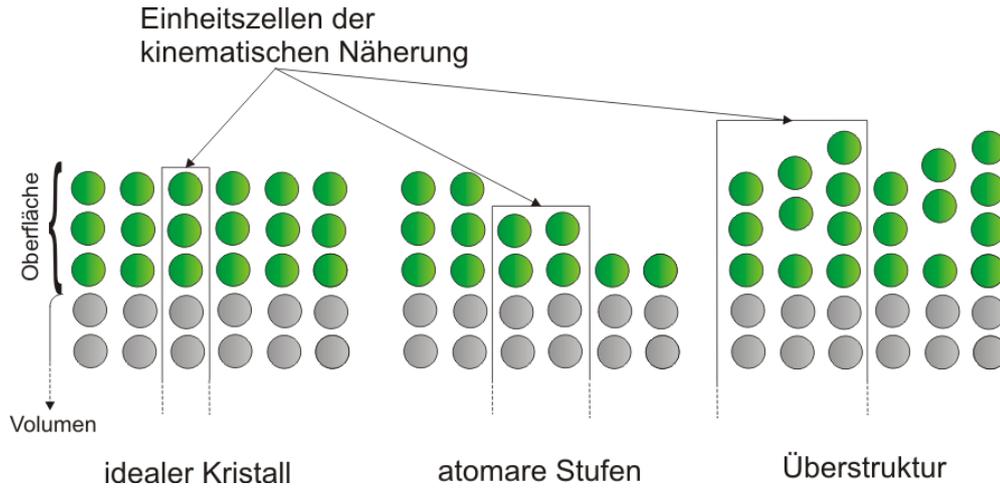


Abbildung 2.2: Säulenförmige Oberflächeneinheitszellen mit identischem Streuverhalten in der kinematischen Beugungstheorie, entnommen aus [3]

Betrachtet man die Streuung der Materiewelle der Elektronen an einem Atom, so gilt:

$$\psi_0(\vec{k}_i, \vec{k}_f, \vec{r}) = f_0(\vec{k}_i, \vec{k}_f) e^{i\vec{k}_f \cdot \vec{r}} \quad (2.1)$$

mit \vec{k}_i : Wellenvektor der einfallenden Welle, \vec{k}_f : Wellenvektor der gestreuten Welle, \vec{r} : Position des an der Streuung beteiligten Atoms, f_0 : atomarer Formfaktor des 0. Atoms

Der atomare Formfaktor ist identisch für Atome desselben Elements. Er hängt von der konkreten Ladungsverteilung eines Atoms und dessen Streuverhalten ab. Ausgeweitet auf ein zweidimensionales Atomgitter bedeutet das eine Abhängigkeit des Formfaktors von der stöchiometrischen Zusammensetzung bzw. der Elektronendichteverteilung des Gitters.

Für die Streuung am n-ten Atom kommt eine Verschiebung \vec{r}_n vom Ursprung zum Atom, an dem aktuell gestreut wird, hinzu. Hier gilt dann eine Phasenverschiebung $\phi = \vec{Q} \cdot \vec{r}_n$, mit dem Streuvektor $\vec{Q} = \vec{k}_f - \vec{k}_i$:

$$\psi_n(\vec{k}_i, \vec{k}_f) = f_n(\vec{k}_i, \vec{k}_f) e^{i\vec{k}_f \cdot \vec{r}} e^{i\vec{Q} \cdot \vec{r}_n} = f_n(\vec{k}_i, \vec{k}_f) e^{i(\vec{k}_f \cdot \vec{r} + \phi)} \quad (2.2)$$

Gemessen wird allerdings die Gesamtintensität der gestreuten Welle (also die Wahrscheinlichkeit, dass die gestreute Welle vom Detektor erfasst wird). Die Aufenthaltswahrscheinlichkeit wird vom Amplitudenquadrat der Materiewelle angegeben. Die Gesamtintensität ist hier daher:

$$I = |\psi_n|^2 = I_0 \cdot \underbrace{\frac{1}{N} \left| e^{i\vec{k}_f \cdot \vec{r}} \right|^2}_{=1} \cdot \left| \sum_{n=0}^N f_n(\vec{k}_i, \vec{k}_f) e^{i\vec{Q} \cdot \vec{r}_n} \right|^2 \quad (2.3)$$

N ist die Gesamtzahl der Atome, an denen gestreut wird.

In der kinematischen Näherung wird nun die Vereinfachung bzw. Zusammenfassung der Einheitszellen zu Säulen ausgenutzt (Abbildung 2.2). So ist die Position des n-ten Atoms

unterteilt in Ortsvektor der zugehörigen Einheitszelle und Position innerhalb der Einheitszelle:

$$\vec{r}_n = \vec{R}_l + \vec{u}_m \quad (2.4)$$

Der atomare Formfaktor bleibt einheitlich für gleiche Streuzentren und variiert nur mit den Atomen innerhalb einer Einheitszelle. Daher lässt sich für die einzelnen atomaren Formfaktoren die Summierung auf den Index m beschränken (Gleichung 2.5).

Damit folgt für die Intensität:

$$\begin{aligned} I &= I_0 \cdot \frac{1}{N} \cdot \left| \sum_{l,m} f_m(\vec{k}_i, \vec{k}_f) e^{i\vec{Q} \cdot (\vec{R}_l + \vec{u}_m)} \right|^2 \\ &= I_0 \cdot \frac{1}{N} \cdot \underbrace{\left| \sum_l e^{i\vec{Q} \cdot \vec{R}_l} \right|^2}_G \underbrace{\left| \sum_m f_m(\vec{k}_i, \vec{k}_f) e^{i\vec{Q} \cdot \vec{u}_m} \right|^2}_F \end{aligned} \quad (2.5)$$

Hierbei beschreibt G als Gitterfaktor die Periodizität und Symmetrie des Beugungsbildes, während F als Strukturfaktor Informationen über die Position der Atome innerhalb der Einheitszellen und die Intensität der Beugungsreflexe enthält.

In der Realität erhält man aber an der SPA-LEED-Messapparatur entgegen obiger Theorie keine unendlich scharf bestimmten Reflexe, die wiederum mit dem Realraumgitter eines idealen Kristalls verbunden sind. Störstellen und Stufen an der Oberfläche sowie thermische Gitterschwingungen führen zu einer Verbreiterung der Reflexe und erhöhtem Untergrundrauschen. Letzteres ist durch den DEBYE-WALLER-Faktor beschrieben. Er besagt, dass die Intensität der kohärent elastisch gestreuten, einfallenden Welle I_0 um den Faktor der e-Funktion zur detektierbaren Intensität vermindert ist. Die exponentielle Abschwächung hängt vom reziproken Gittervektor \vec{G} und der temperaturabhängigen Oszillationsamplitude der Atome $u(T)$ ab:

$$I = I_0 \cdot e^{-\frac{1}{3} |\vec{G}|^2 \overline{u(T)^2}} \quad (2.6)$$

Des weiteren kommt es zu einer Limitierung des Auflösungsvermögens des Beugungsbildes durch die instrumentelle Verbreiterung der Messapparatur (siehe Abschnitt 2.3).

2.3 Instrumentelle Verbreiterung

Das Beugungsbild eines idealen Kristalls kann als Summation über δ -Funktionen dargestellt werden:

$$\begin{aligned} G_{ideal}(\vec{Q}_\perp) &= \sum_n e^{i\vec{Q}_\parallel (\vec{a}_x n_x + \vec{a}_y n_y)} \\ &= \sum_{\vec{G}_\parallel} \delta(\vec{Q}_\parallel - \vec{G}_\parallel) \end{aligned} \quad (2.7)$$

Mit \vec{a}_x, \vec{a}_y als Gittereinheitsvektoren und $n_x, n_y \in \mathbb{N}$ sowie den lateralen reziproken Gittervektoren:

$$\vec{G}_\parallel = \frac{2\pi}{a} (\vec{G}_1, \vec{G}_2) \text{ mit } G_i \in \mathbb{Z} \quad (2.8)$$

Die SPA-LEED-Optik misst demgegenüber aber keine unendlich scharfen Reflexe gemäß der δ -Distribution in zwei Dimensionen des reziproken Raumes. Die im vorigen Abschnitt (2.2) angesprochene instrumentelle Beschränkung des Auflösungsvermögens durch die SPA-LEED-Optik verbreitert zwangsläufig die δ -Funktionen. Für die exakte Analyse der Messergebnisse muss diese Unschärfe näher quantifiziert werden. Mathematisch beschreibt dies eine Faltung des idealen Reflexprofils mit der Instrumentenfunktion $T(\vec{Q})$:

$$I_{real} = I_{ideal} \otimes T(\vec{Q}) \quad (2.9)$$

Die Instrumentenfunktion lässt sich durch eine Gaußfunktion nähern. Die Transferweite gibt den maximalen Strukturabstand der Oberfläche an, dessen zugehöriger Reflex dieselbe Verbreiterung erfährt, wie es bei ideal fokussiertem Elektronenstrahl (möglichst großer Bereich kohärent wechselwirkender Elektronen) und idealem, unendlich großen Kristall der Fall wäre. Zu dessen Bestimmung kann die minimal mögliche Halbwertsbreite des (00)-Reflexes an einer sehr glatten Oberfläche (z.B. Si(111)) bei In-Phase genutzt werden. Die Verbreiterung des Reflexes bei In-Phasen für eine ideal glatte Oberfläche ist allein durch das endliche Auflösungsvermögen der SPA-LEED-Optik gegeben. Über den Kehrwert der Halbwertsbreite lässt sich so Aufschluss über die Transferweite erlangen:

$$T = a_0 \frac{\Delta k_x}{k_{10}} \quad (2.10)$$

Es ist Δk_x die Halbwertsbreite des (00)-Reflexes, k_{10} der Abstand zweier Beugungsreflexe und a_0 der Atom- bzw. Reihenabstand.

2.4 Streuphase

Die Streuphase S ist eine dimensionslose Größe, die eine Aussage über konstruktives oder destruktives Interferenzverhalten von Elektronenwellen zulässt. Sie koppelt die Elektronenenergie E mit dem Lagenabstand d bzw. der Gitterkonstante a . Abbildung 2.3 zeigt die Beugung mehrerer parallel zu einander verlaufender, kohärenter Elektronenwellen an einem idealen Kristall. Der Gangunterschied ist dabei

$$\Delta g = n \cdot 2d \sin(\theta) \quad , \quad (2.11)$$

wobei n die Anzahl bzw. Tiefe der an der Beugung beteiligten Schichten ist. Somit gilt für die BRAGG-Bedingung:

$$S \cdot \lambda = 2d \sin(\theta) \quad (2.12)$$

Die BRAGG-Bedingung betrachtet den Gangunterschied im Realraum. Für die Streuphase mit Bezug zum \vec{k} -Raum gilt die LAUE-Bedingung:

$$\phi = 2\pi \cdot S = \vec{Q} \cdot \vec{a} \quad (2.13)$$

$$= (\vec{Q}_{\parallel} + \vec{Q}_{\perp}) \cdot a\vec{e}_{\parallel} = aQ_{\parallel} \quad (2.14)$$

Hier ist der Streuvektor $\vec{Q} = \vec{k}_f - \vec{k}_i$ und \vec{e}_{\parallel} der Einheitsvektor in Richtung der Gittervektoren: $\vec{a} = a\vec{e}_{\parallel}$. Der Betrag von \vec{k}_f ist

$$|\vec{k}_f| = |\vec{k}_i| = k = \frac{2\pi}{\lambda_{el.}} . \quad (2.15)$$

Entsprechend ist $|\vec{Q}_{\parallel}|$ des von \vec{k}_f und \vec{k}_i aufgespannten Streuvektors \vec{Q} vom Betrag

$$|\vec{Q}_{\parallel}| = Q_{\parallel} = k \cdot (\sin(\theta_f) + \sin(\theta_i)) . \quad (2.16)$$

Somit erhält man für die Streuphase:

$$S = \frac{aQ_{\parallel}}{2\pi} \quad (2.17)$$

Anschaulich zählt die Streuphase, wie oft die Wellenlänge in den Gangunterschied bzw. in die Gitterkonstante passt. Ganzzahlige Streuphasen (Phasendifferenz: $\Delta\phi = 2\pi \cdot n$, Gangunterschied: $\Delta g = n \cdot \lambda$, $n \in \mathbb{N}$) stehen für konstruktive Interferenz und werden „In-Phasen“ genannt, halbzahlige Streuphasen (Phasendifferenz: $\Delta\phi = \pi \cdot (2n + 1)$, Gangunterschied: $\Delta g = (\frac{1}{2} + n) \cdot \lambda$, $n \in \mathbb{N}$) hingegen sind destruktive „Out-Phasen“. Die DE-BROGLIE-Wellenlänge der Elektronen lässt sich aus der Energiebeziehung für Materiewellen herleiten:

$$\lambda_{el.} = \frac{h}{p} = \frac{h}{\sqrt{2m_{el.}E}} \quad (2.18)$$

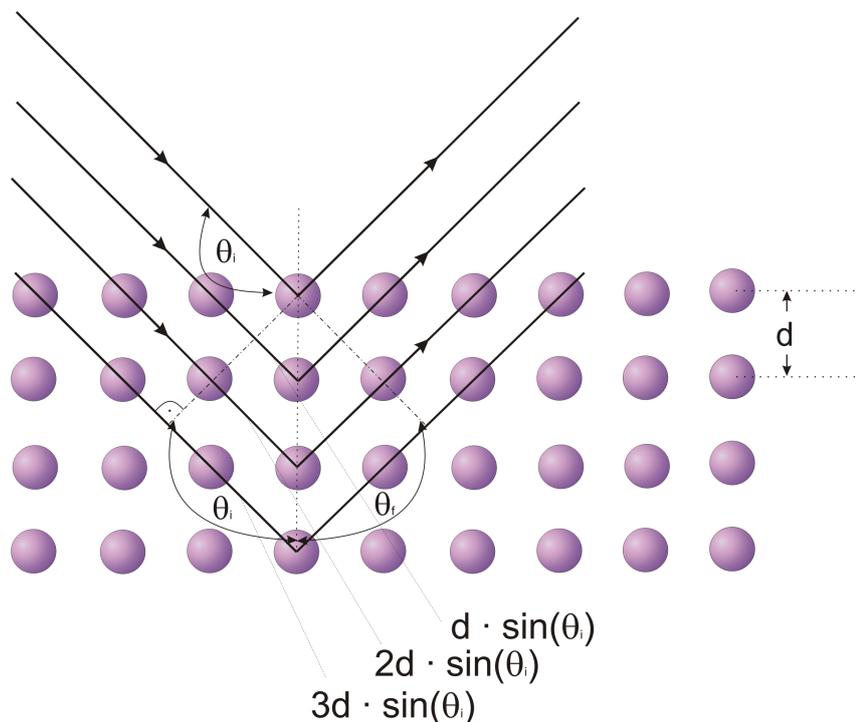


Abbildung 2.3: Gangunterschied von zwei Elektronenwellen bei BRAGG-Reflexion (Beugung) an unterschiedlich tiefen Schichten, mit Lagenabstand d und Glanzwinkel θ

2.5 Oberflächen- und Überstrukturen

Das Thema dieser Bachelorarbeit gehört zum Fachgebiet der Oberflächenphysik. Bei der Untersuchung von Festkörpern erhalten Oberflächen eine eigene Kategorie. Der Grund sind unterschiedlich physikalische und chemische Eigenschaften in Bezug zum Kristallvolumen. Man spricht von halb-unendlichen Kristallen mit der Oberfläche als Grenzfläche. Die Oberfläche umfasst so viele Atomlagen, wie sie sich noch charakteristisch vom Volumen abhebt. Als Kompensation für fehlende Bindungspartner an der Oberfläche führen Relaxationen und Rekombinationen zu energetisch günstigeren Zuständen und einer erniedrigten freien Oberflächenenergie. Bei der Rekonstruktion wird zusätzlich zur Relaxation noch die Translationssymmetrie verändert. Ist eine Oberfläche rekonstruiert, kommt es zur Bildung einer Überstruktur. Mit den fünf zweidimensionalen BRAVAIS-Gittern lassen sich sowohl die Oberfläche als auch die darunterliegende Kristall- bzw. Substratvolumenstruktur beschreiben (Abbildung 2.4).

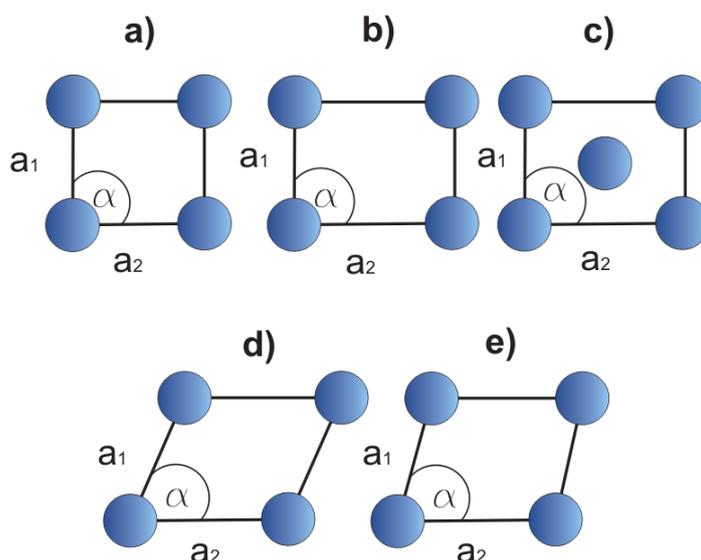


Abbildung 2.4: Die fünf 2D-BRAVAIS-Gitter: **a)** quadratisch ($a_1 = a_2$, $\alpha = 90^\circ$), **b)** rechteckig-primitiv ($a_1 \neq a_2$, $\alpha = 90^\circ$), **c)** rechteckig-zentriert ($a_1 \neq a_2$, $\alpha = 90^\circ$), **d)** hexagonal ($a_1 = a_2$, $\alpha = 60^\circ$), **e)** schiefwinklig ($a_1 \neq a_2$, $\alpha \neq 90^\circ$); Übersicht entnommen aus [3]

Die Überstrukturbasisvektoren sind eine Linearkombination der Gittervektoren der darunterliegenden Substratgitterstruktur. Es seien \vec{a}_1 und \vec{a}_2 die Basisvektoren des Substratgitters. Die Basisvektoren werden dann durch

$$\vec{b}_1 = G_{11}\vec{a}_1 + G_{12}\vec{a}_2 \quad (2.19)$$

$$\vec{b}_2 = G_{21}\vec{a}_1 + G_{22}\vec{a}_2 \quad (2.20)$$

dargestellt. Hier sind G_{ij} mit $i, j \in \{1, 2\}$ die Matrixelemente der Transformationsmatrix G . Die inverse Matrix G^{-1} von G ist analog die Transformationsmatrix der reziproken Gitterbasisvektoren zur Überstruktur.

In Abschnitt 5.6 wird die $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Ag-Überstruktur auf Eisenfilmen behandelt, die im Laufe der notwendigen Maßnahmen zur Probenpräparation entstanden ist, behandelt. Hier soll nun auf die Basisvektoren der Überstruktur eingegangen werden. Die Basisvektoren des quadratischen Silber-Substrats seien:

$$\vec{a}_1 = \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} \text{ und } \vec{a}_2 = \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \end{pmatrix} \quad (2.21)$$

Die Koeffizientenmatrix G ist:

$$G = \begin{pmatrix} G_{11} & G_{12} \\ G_{21} & G_{22} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & -1 \\ 1 & 1 \end{pmatrix} \quad (2.22)$$

Die $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Überstruktur erhält somit folgende Basisvektoren:

$$\vec{b}_1 = \begin{pmatrix} 1 \\ -1 \end{pmatrix} \text{ und } \vec{b}_2 = \begin{pmatrix} 1 \\ 1 \end{pmatrix} \quad (2.23)$$

Die Beugungsbilder des SPA-LEEDs bilden den reziproken Raum ab. Überstrukturen werden also auch als reziprokes Gitter dargestellt. Um Informationen über die Realraumstruktur zu erhalten, muss rücktransformiert werden. Modellberechnungen im Realraum müssen dementsprechend auch transformiert werden, damit sie im reziproken Raum wiedergefunden werden können. Der Darstellungswechsel von Realraum in den reziproken Raum erfolgt über

$$\vec{b}_1^* = \frac{2\pi}{\det B} \begin{pmatrix} b_{22} \\ -b_{21} \end{pmatrix} \quad , \quad (2.24)$$

$$\vec{b}_2^* = \frac{2\pi}{\det B} \begin{pmatrix} -b_{12} \\ b_{11} \end{pmatrix} \quad , \quad (2.25)$$

mit $B = (b_{ij}) = \begin{bmatrix} b_{11} & b_{21} \\ b_{12} & b_{22} \end{bmatrix}$.

Weiterhin stehen die reziproken Basisvektoren immer senkrecht auf den Realraum-Basisvektoren der zweiten (ersten) Gitterrichtung:

$$\vec{a}_i^* \cdot \vec{a}_j = 2\pi\delta_{i,j} \quad \text{mit } i, j = 1, 2 \quad (2.26)$$

2.6 Wachstumsarten

Das Schichtwachstum ist nicht für alle Materialkombinationen identisch. Man unterscheidet zwischen drei Wachstumsformen, in welcher Art und Weise sich der Wachstumsprozess von Adsorbaten auf Substraten fortsetzt. Dabei gibt es zwei Extreme von Modellen, zwischen denen sich in der Realität das entsprechende Wachstum bzw. die Schichtbeschaffenheit bewegt. Diese Extreme sind zum Einen durch das Lage-für-Lage-Wachstum (FRANK-VAN-DER-MERVE-Wachstum, siehe a) 2.5) markiert. Zum Anderen gibt es das Insel-Wachstum (VOLMER-WEBER-Wachstum, siehe b) 2.5). Beim FRANK-VAN-DER-MERVE-Wachstum ist die Oberflächenenergie bzw. die Adhäsion des Adsorbat ungefähr gleich der des Substrats. Das VOLMER-WEBER-Wachstum hingegen hat am Adsorbat eine wesentlich höhere Oberflächenenergie und Adhäsion als am Substrat. Das inselförmige Wachstum produziert im Vergleich die größte Oberfläche. Ist die Oberflächenenergie des Adsorbats nur leicht größer als die des Substrats, findet STRANSKI-KRASTANOV-Wachstum statt (siehe c) 2.5). Der Charakter dieser Wachstumsart befindet sich zwischen den beiden Extremen. Hier benetzt das Adsorbat die Substratoberfläche mit zunächst einer Monolage (*wetting layer*). Anschließend bilden sich von dort aus Inseln weiter fort.

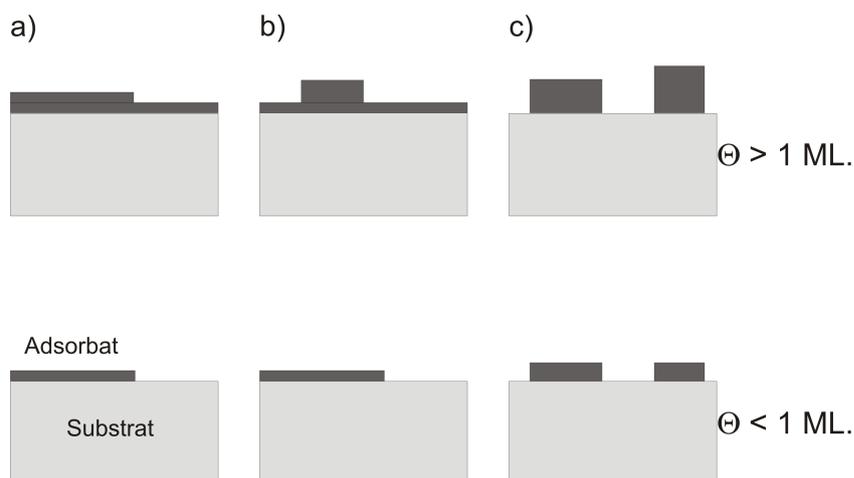


Abbildung 2.5: Unterschiedliche Wachstumsarten bei verschiedenen Bedeckungen; **a)** FRANK-VAN-DER-MERVE-Wachstum, **b)** STRANSKI-KRASTANOV-Wachstum, **c)** VOLMER-WEBER-Wachstum

Die genauen Voraussetzungen für eine Tropfenbildung des Adsorbats auf der Oberfläche ist in Abbildung 2.6 gezeigt. γ_{SV} ist hier die freie Oberflächenenthalpie des Substrats gegenüber dem Vakuum, γ_{SF} die freie Oberflächenenthalpie zwischen Substrat und dem Film sowie γ_{FV} die freie Oberflächenenthalpie vom Film zum Vakuum, deren Parallelanteil in die Gewichtung miteingeht. Überwiegt die laterale Kraftwirkung von $\gamma_{SF} + \gamma_{FV} \cdot \cos(\theta)$ kommt es zur Tropfenbildung. Andernfalls benetzt der Film die Oberfläche, was eine Bedingung in Hinblick auf ein geordnetes Lage-für-Lage-Wachstum ist. Die Oberflächenenergie von Eisen ist $\sigma_{Fe} = 2,550 \frac{J}{m^2}$ und von Silber $\sigma_{Ag} = 1,250 \frac{J}{m^2}$ [1]. In σ ist jeweils das Vakuum als Kontaktmedium berücksichtigt, nicht die Enthalpie zwischen Substrat und Adsorbat γ_{SF} . Die Oberflächenenergie σ deutet allerdings alleine schon auf Inselwachstum bzw. in nicht ganz so extremer Form auf ein statistisch verteiltes Lagewachstum hin.

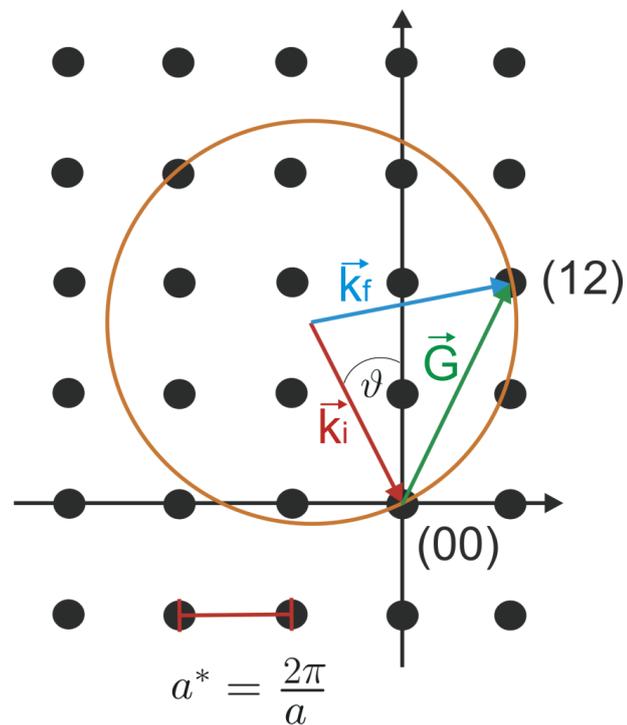


Abbildung 2.7: EWALD-Konstruktion für ein kubisch-primitives Kristallgitter mit \vec{k}_i als der Wellenvektor der einfallenden und \vec{k}_f als der Wellenvektor der gestreuten Welle. \vec{G} ist der reziproke Gittervektor, a^* die reziproke Gitterkonstante und ϑ der Einfallswinkel von \vec{k}_i ; Grafik entnommen aus [3]

2.7.2 Ewald-Konstruktion für die Oberfläche

Die obige Darstellung der EWALD-Kugel (Abschnitt 2.7.1) bedarf einer Anpassung, wenn es um die Betrachtung von Oberflächen geht. Hier gibt es zwar in Richtung des Kristallvolumens weitere Streuzentren, entgegengesetzt in Richtung Vakuum allerdings liegen diese verglichen mit der Transferweite der Elektronen idealisiert unendlich weit weg. Die Reflexe rücken also hier unendlich nah zusammen und es entstehen Beugungsstangen (Abbildung 2.8).

Während die EWALD-Kugel im Volumen diskrete Werte annehmen muss, um in vertikaler Richtung die einzelnen Streuzentren zu erfassen, schneiden die Beugungsstangen an der Oberfläche die Kugelschale für kontinuierliche Werte des Wellenvektors bzw. der Energie. Je größer die Energie bzw. die EWALD-Kugel ist, umso mehr Stangen können geschnitten werden und desto mehr Reflexe treten auf, die dann weiter zum Zentrum der BRILLOUIN-Zone, dem (00)-Reflex zusammenlaufen. Die SPA-LEED-Software skaliert in $\%BZ$. Wobei BZ für BRILLOUIN-Zone steht, die FOURIER-Transformierte der WIGNER-SEITZ-Zelle im reziproken Raum. Dadurch wird der Ausschnitt des Beugungsbildes einheitlich gehalten.

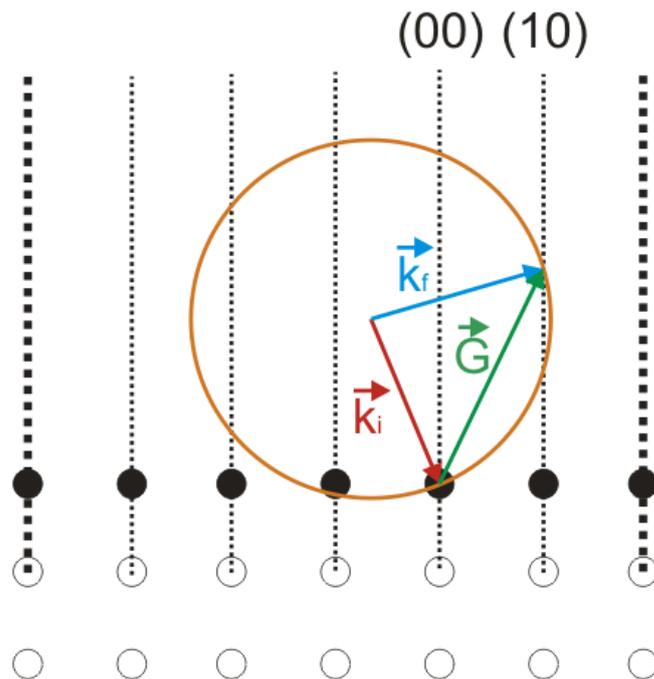


Abbildung 2.8: EWALD-Konstruktion für eine Oberfläche mit Beugungsstangen. \vec{k}_i ist der Wellenvektor der einfallenden und \vec{k}_f der Wellenvektor der gestreuten Welle. \vec{G} ist der reziproke Gittervektor, a^* die reziproke Gitterkonstante und ϑ der Einfallswinkel von \vec{k}_i ; Grafik entnommen aus [3]

2.8 Auger-Elektronen-Spektroskopie

Der AUGER-Effekt geht auf PIERRE VICTOR AUGER zurück, der 1926 bei Untersuchungen zur Auswirkung von Röntgenstrahlen auf Festkörper den nach ihm benannten Effekt entdeckte. Gegenstand der Untersuchungsmethode ist hier, wie bei anderen Elektronenspektroskopien auch, die elektronische Struktur eines Materials (bzw. der Oberfläche des Materials).

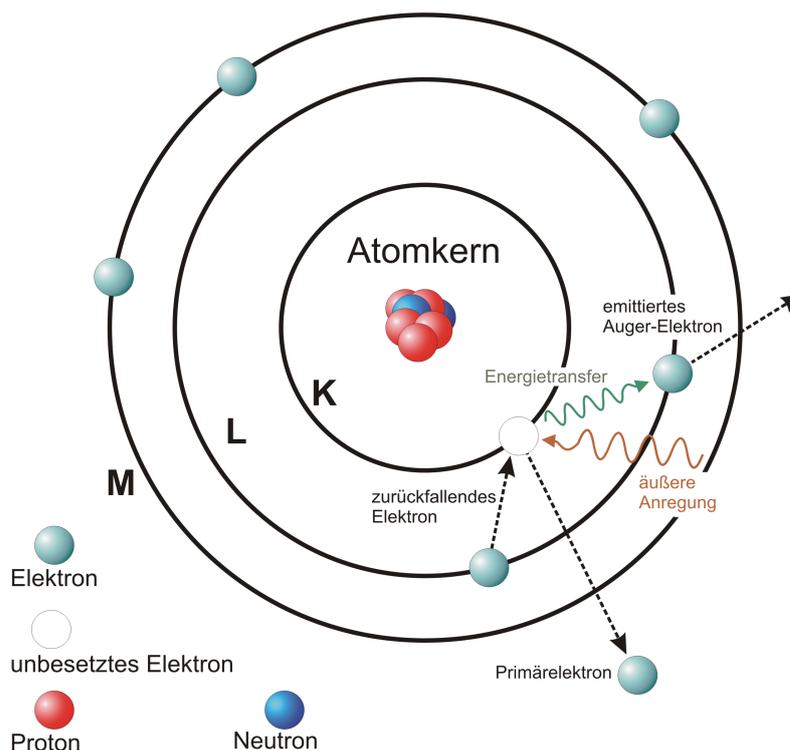


Abbildung 2.9: Schematische Darstellung des AUGER-Effekts anhand des KLL -Übergangs

Wird ein Festkörper von Photonen oder Elektronen ausreichender Energie getroffen, so dass ein kernnahes Primärelektron emittiert wird und ein Loch in tiefer Schale entsteht, treten unterschiedliche Effekte auf:

Zunächst rekombiniert ein Elektron aus einem höheren Niveau mit dem frei gewordenem Platz. Die überschüssige Potentialdifferenz kann nun über die Emission von RÖNTGEN-Fluoreszenz (die Wahrscheinlichkeit hierfür überwiegt bei schweren Elementen) oder die Erzeugung eines AUGER-Elektrons (vornehmlich leichte Elemente) kompensiert werden (siehe Abbildung 2.9). Das AUGER-Elektron erhält bei seiner strahlungsfreien Emission eine dem Übergang und dem Element charakteristische kinetische Energie. Die Energiebilanz sieht für den $KL_1L_{2,3}$ -Übergang wie folgt aus:

$$E_{Kin} = E_K - E_{L_1} - E_{L_{2,3}} - \Phi \quad (2.29)$$

Hierbei ist E_{Kin} die kinetische Energie des emittierten AUGER-Elektrons und Φ die Austrittsarbeit. E_K ($1s$ -Elektron) ist das Energieniveau des herausgeschlagenen Primärelek-

trons, dessen Platz das E_{L_1} -Elektron ($2s$ -Elektron) einnimmt. Vom $E_{L_{2,3}}$ -Energieniveau ($2p_{\frac{1}{2},\frac{3}{2}}$ -Elektronen) aus wird das AUGER-Elektron herausgelöst. Die Bezeichnungskonvention der Übergänge, hier KLL -Übergang, ist nach dieser Sprechweise strukturiert. Der charakteristische Peak des untersuchten Substrats Silber liegt bei 351eV und ist ein MNN -Übergang (siehe Spektrum 2.14). Das Adsorbat Eisen hat seinen charakteristischen Peak bei 703eV . Dies ist ein LMM -Übergang. Eine Übersicht der elementspezifischen Übergänge mit deren detektierbaren Energien in Abhängigkeit von der Ordnungszahl ist in Abbildung 2.11 gezeigt.

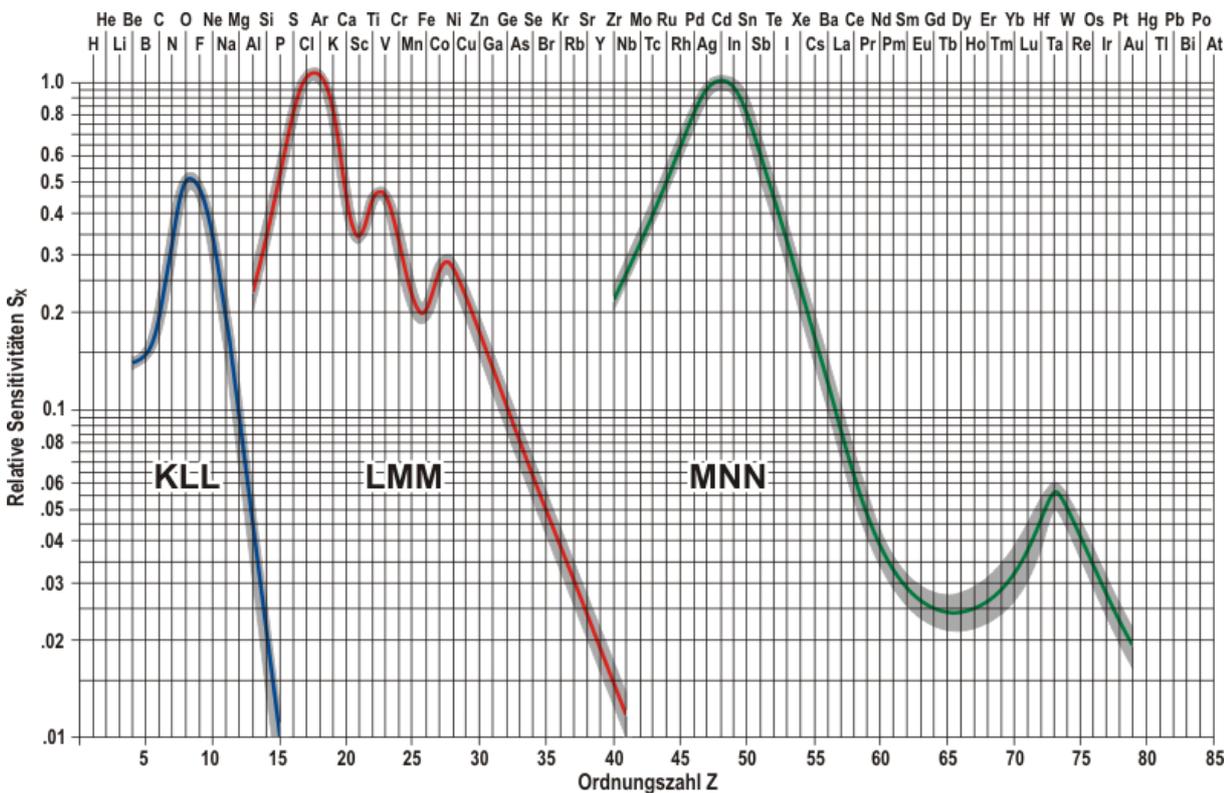
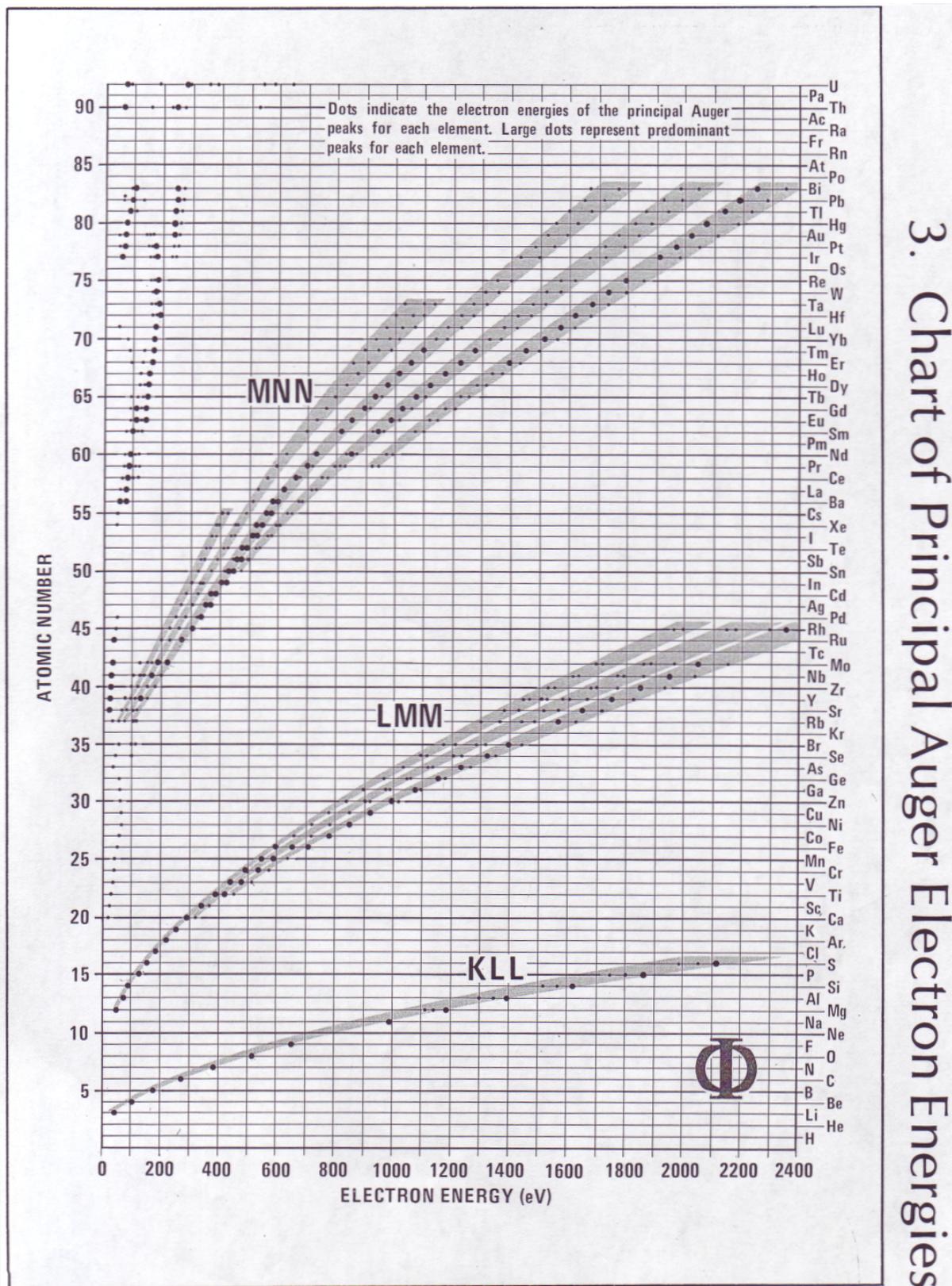


Abbildung 2.10: Übersicht der elementspezifischen Sensitivitäten, (Grafik aus [4], bearbeitet in [5])

Diese kinetische Energie der AUGER-Elektronen kann dann am Analysator detektiert und ein Spektrum aufgezeichnet werden. Sie ist aufgrund der Energiedifferenz des Übergangs unabhängig von der Energie des primären Elektronenstrahls. Typische Beschleunigungsenergien der Elektronenkanone sind $2000\text{eV} - 3000\text{eV}$. Detektierbare kinetische Energien der AUGER-Elektronen am Analysator liegen bei $0\text{eV} < E < 2000\text{eV}$ [4]. Diese Energiebandbreite begrenzt die mittlere freie Weglänge der Elektron ($1 \text{ \AA} - 100 \text{ \AA}$, vergleiche Abbildung 2.12) und somit auch die Ausdringtiefe aus dem Material. Da die Primärenergie des Elektronenstrahls beliebig größer sein kann, abgesehen von technischen Limitierungen, dringen diese auch tiefer in die Materie ein, als AUGER-Elektronen herausgelöst werden. Die Intensitäten der gemessenen Signale sind abhängig von der Intensität der Elektronenkanone, der Akzeptanz des Detektors, des elementspezifischen Anregungsquerschnitts, der



3. Chart of Principal Auger Electron Energies

Abbildung 2.11: Übersicht der verschiedenen Energien der charakteristischen Peaks in Abhängigkeit von der Ordnungszahl Z , (Grafik aus [4])

gesuchten Elementmenge und der Atompositionen (die Lage muss im Bereich der Ausdringtiefe der Elektronen sein). Der mit den Elementen variierende Anregungsquerschnitt erfordert zusätzliche Berücksichtigung, um Aussagen über die chemische Schichtzusammensetzung und das Anteilsverhältnis der Elemente treffen zu können. Sinkt nämlich bei steigender Ordnungszahl die Wahrscheinlichkeit der Emission von AUGER-Elektronen in Reaktion auf eine externe Anregung, wird die Aussendung von RÖNTGEN-Quanten wahrscheinlicher. Die Folge wäre am Detektor ein vermindertes AUGER-Signal trotz gleicher Bedeckungsmenge gegenüber einem leichteren Element. Die elementspezifischen Sensitivitätsfaktoren sind in Abbildung 2.10 gelistet.

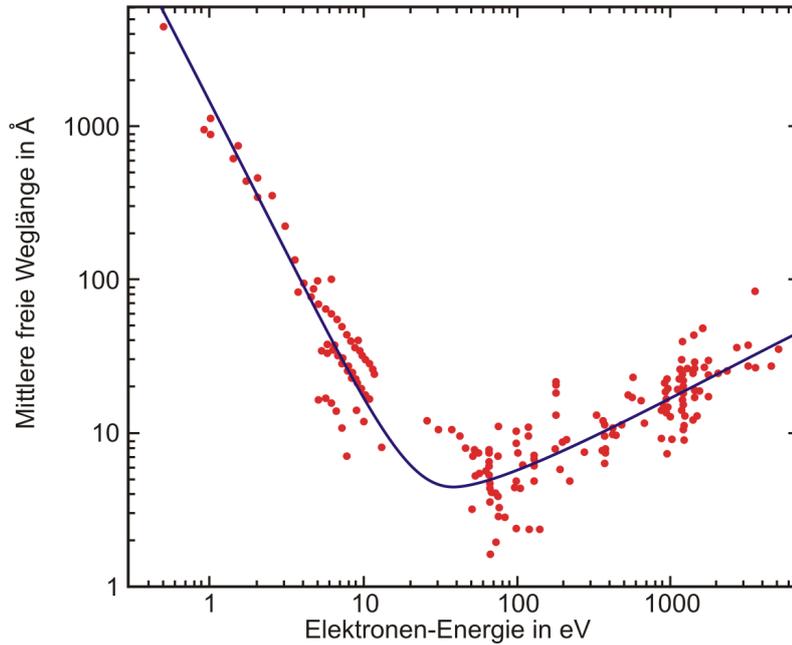


Abbildung 2.12: Interpolation experimenteller Daten der mittleren freien Weglänge inelastischer Elektronen für verschiedene Materialien in Abhängigkeit der Energie oberhalb des FERMI-Niveaus, (aus [5], nach [6])

Der durch Rauschen dominierte Untergrund einer jeden Messung stört zum Einen das lokalisieren der AUGER-Peaks. Zum Anderen legt sich dieser aber auch im Mittel als additive Konstante auf die Signalintensitäten und stört somit das Folgern eines Konzentrationsverhältnisses aus dem Verhältnis der Signalintensitäten. Mit dem Konzentrationsverhältnis C_{Verh} und I_X , I_Y als den Signalintensitäten der Elemente X und Y (Peak-to-Peak-Höhe) sowie S_X , S_Y als den Sensitivitätsfaktoren gilt:

$$C_{Verh} = \frac{I_X}{I_Y} \cdot \frac{S_Y}{S_X} \quad (2.30)$$

Um diesen zwangsläufig mit die Rechnung einfließenden Untergrund zu umgehen, lässt man sich die Ableitung der Energieverteilung $\frac{dN(E)}{dE}$ im AUGER-Spektrum anzeigen. Hier von lassen sich analog die Peak-to-Peak-Verhältnisse bilden und die Stoffkonzentrationen

schlussfolgern.

Das Verhältnis der Signalintensitäten gibt Aufschluss über den Bedeckungsgrad der aufgedampften Schicht. Hierzu berücksichtigt man die exponentielle Dämpfung der Intensität des einfallenden Primärstrahls gegenüber der der ausdringenden und detektierten AUGER-Elektronen. Die Intensität des Primärstrahls ergibt sich in Abhängigkeit zur tatsächlich durchschrittenen Tiefe zu:

$$I_0(z) = I_0 \cdot e^{-\alpha_0 \cdot z} \quad (2.31)$$

mit $\frac{1}{\alpha_0} = \lambda_0 =$ Eindringtiefe des Primärstrahls

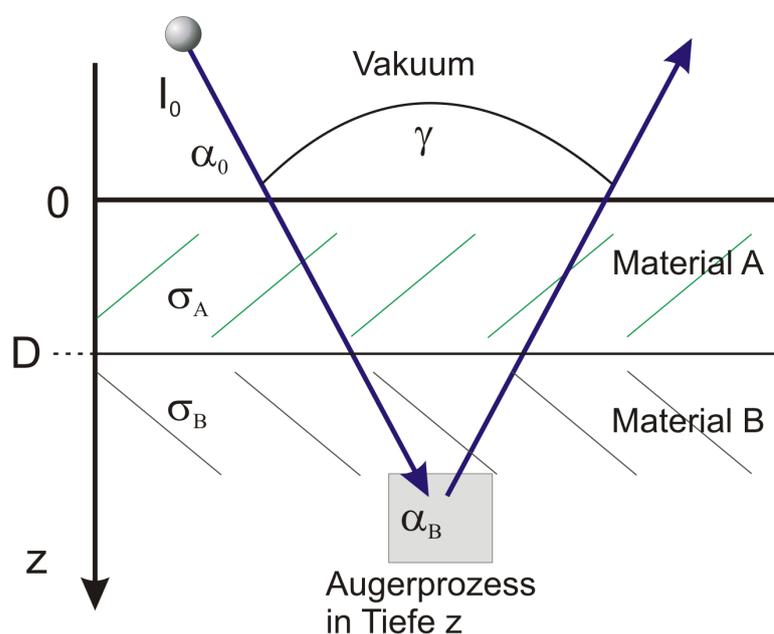


Abbildung 2.13: Strahlenverlauf (in unserem Fall ist $\gamma = 0^\circ$, d.h. zurückgelegter Weg des Strahls = $z =$ Eindringtiefe) und Kennzeichnung der Wirkungsquerschnitte für unterschiedliche Materialien (σ_A/σ_B) sowie der elementspezifischen Ausdringtiefen (α_B) beim AUGER-Prozess

Da der AUGER-Prozess in unterschiedlich tiefen Schichten bestehend aus verschiedenen Materialien stattfindet, müssen noch weitere Berücksichtigungen gemacht werden. Spezifiziert werden muss, welche maximal mögliche Ausdringtiefe die entsprechend ausgelösten AUGER-Elektronen besitzen. Hier ergeben sich für den „Rückweg“ bzw. den Transport der AUGER-Elektronen zur Oberfläche andere Ausdring- als Eindringtiefen. Desweiteren mit einbezogen werden muss der materialspezifische Wirkungsquerschnitt σ_A in Tiefe z , mit dem sowohl der Primärstrahl als auch die austretenden AUGER-Elektronen wechselwirken.

Diese Betrachtung führt zur Intensität bei Übergang ins Vakuum:

$$I_A(z) = I_A^0 \cdot \sigma_A \cdot e^{-\alpha_A \cdot z} = I_0 \cdot \sigma_A \cdot e^{-(\alpha_0 + \alpha_A) \cdot z} \quad (2.32)$$

mit $\frac{1}{\alpha_A} = \lambda_A =$ Ausdringtiefe des elementspezifischen AUGER-Elektrons mit Energie E_A , $\frac{1}{\alpha_0} = \lambda_0 =$ Eindringtiefe bei Primärenergie und dem materialspezifischen Wirkungsquerschnitt σ_A

Für ein System aus zwei Materialien, wie es in dieser Arbeit Anwendung findet, berechnet sich der Koeffizient $\bar{\alpha}_A$ bei Annahme eines Lage-für-Lage-Wachstums aus:

$$\text{Allgemein : } \bar{\alpha}_A = \alpha_0 + \alpha_A = \frac{1}{\lambda_0} + \frac{1}{\lambda_A} \quad (2.33)$$

$$\text{Substrat : } \bar{\alpha}_S = \alpha_0 + \alpha_S = \frac{1}{\lambda_0} + \frac{1}{\lambda_S} \quad (2.34)$$

$$\text{Film : } \bar{\alpha}_F = \alpha_0 + \alpha_F = \frac{1}{\lambda_0} + \frac{1}{\lambda_F} \quad (2.35)$$

mit $\lambda_0 =$ Eindringtiefe des Primärstrahls und $\lambda_A =$ Ausdringtiefe des AUGER-Elektrons (aus dem Substrat: λ_S , aus dem Film/Adsorbat: λ_F)

Bei Annahme eines Wachstums mit statistisch verteilten Schichten berechnet sich $\tilde{\alpha}_{Fe}$ zu:

$$\tilde{\alpha}_{Fe} = \frac{1 - e^{-\bar{\alpha}_{Fe} \cdot d_{Fe}}}{d_{Fe}} \quad (2.36)$$

mit $d_{Fe} = 1,45 \text{ \AA} =$ Lagenabstand von Eisen

Um diese Intensitäten für unterschiedliche Materialschichten ins Verhältnis setzen und Auskunft über die Schichtdicke D erhalten zu können, muss für $I(D)$ über die Schichttiefe z integriert werden. Für das Substrat gilt:

$$I_S(D) = \int_D^\infty I_S(z) dz = I_0 \cdot \sigma_S \int_D^\infty e^{-\bar{\alpha}_S \cdot z} dz = -I_0 \cdot \frac{\sigma_S}{\bar{\alpha}_S} [e^{-\bar{\alpha}_S \cdot z}]_D^\infty = I_0 \cdot \frac{\sigma_S}{\bar{\alpha}_S} e^{-\bar{\alpha}_S \cdot D} \quad (2.37)$$

Analog beim Adsorbat:

$$I_F(D) = \int_0^D I_F(z) dz = I_0 \cdot \sigma_F \int_0^D e^{-\bar{\alpha}_F \cdot z} dz = -I_0 \cdot \frac{\sigma_F}{\bar{\alpha}_F} [e^{-\bar{\alpha}_F \cdot z}]_0^D = I_0 \cdot \frac{\sigma_F}{\bar{\alpha}_F} (1 - e^{-\bar{\alpha}_F \cdot D}) \quad (2.38)$$

Zur Auswertung und um experimentelle Ergebnisse mit dieser Theorie vergleichen und die unbekannt Parameter anfiten zu können, bildet man auch hier das Anteilsverhältnis des Adsorbats zur Gesamtbedeckung:

$$\frac{I_F(D)}{I_S(D) + I_F(D)} = \frac{I_0 \cdot \frac{\sigma_F}{\bar{\alpha}_F} (1 - e^{-\bar{\alpha}_F \cdot D})}{I_0 \cdot \frac{\sigma_F}{\bar{\alpha}_F} (1 - e^{-\bar{\alpha}_F \cdot D}) + I_0 \cdot \frac{\sigma_S}{\bar{\alpha}_S} \cdot e^{-\bar{\alpha}_S \cdot D}} \quad (2.39)$$

$$= \frac{1}{1 + \frac{\sigma_S}{\sigma_F} \cdot \frac{\bar{\alpha}_F}{\bar{\alpha}_S} \cdot \frac{e^{-\bar{\alpha}_S \cdot D}}{1 - e^{-\bar{\alpha}_F \cdot D}}} \quad (2.40)$$

$$= \frac{1}{1 + \frac{\sigma_S}{\sigma_F} \cdot \frac{\bar{\alpha}_F}{\bar{\alpha}_S} \cdot \frac{e^{-\bar{\alpha}_S \cdot C \cdot \Delta f}}{1 - e^{-\bar{\alpha}_F \cdot C \cdot \Delta f}}} \quad (2.41)$$

mit $\sigma = \frac{\sigma_S}{\sigma_F} \cdot \frac{\bar{\alpha}_F}{\bar{\alpha}_S}$, $D = C \cdot \Delta f$ und $C = \text{const.}$

Durch die Regressionskurve, die über die Methode der kleinsten Quadrate ermittelt wird, erhält man einen Wert für den Fit-Parameter C , der gleichzeitig Proportionalitätsfaktor zwischen Aufdampfmengenäquivalent f und tatsächlicher Schichtdicke D ist.

Die AUGER-Spektroskopie findet in dieser Arbeit zweierlei Anwendung. Zum Einen dient sie der qualitativen Reinheitsanalyse der Oberfläche des Ag(001)-Substrats nach Sputter-Heiz-Vorgängen. Zum Anderen wird sie herangezogen, um quantitative Aussagen über den Bedeckungsgrad und das Aufwachsverhalten des verdampften Eisens auf dem Ag(001)-Substrat treffen zu können. Hier werden die Peak-to-Peak Intensitäten ins Verhältnis gesetzt, wodurch sich auch die Intensitätsangabe in willkürlichen Einheiten relativiert. Bei steigendem Wachstum aufgedampfter Schichten wird durch die zunehmende Bedeckung und die beschränkte Ausdringtiefe der Elektronen die Sichtbar- bzw. Erreichbarkeit des Substrats verringert.

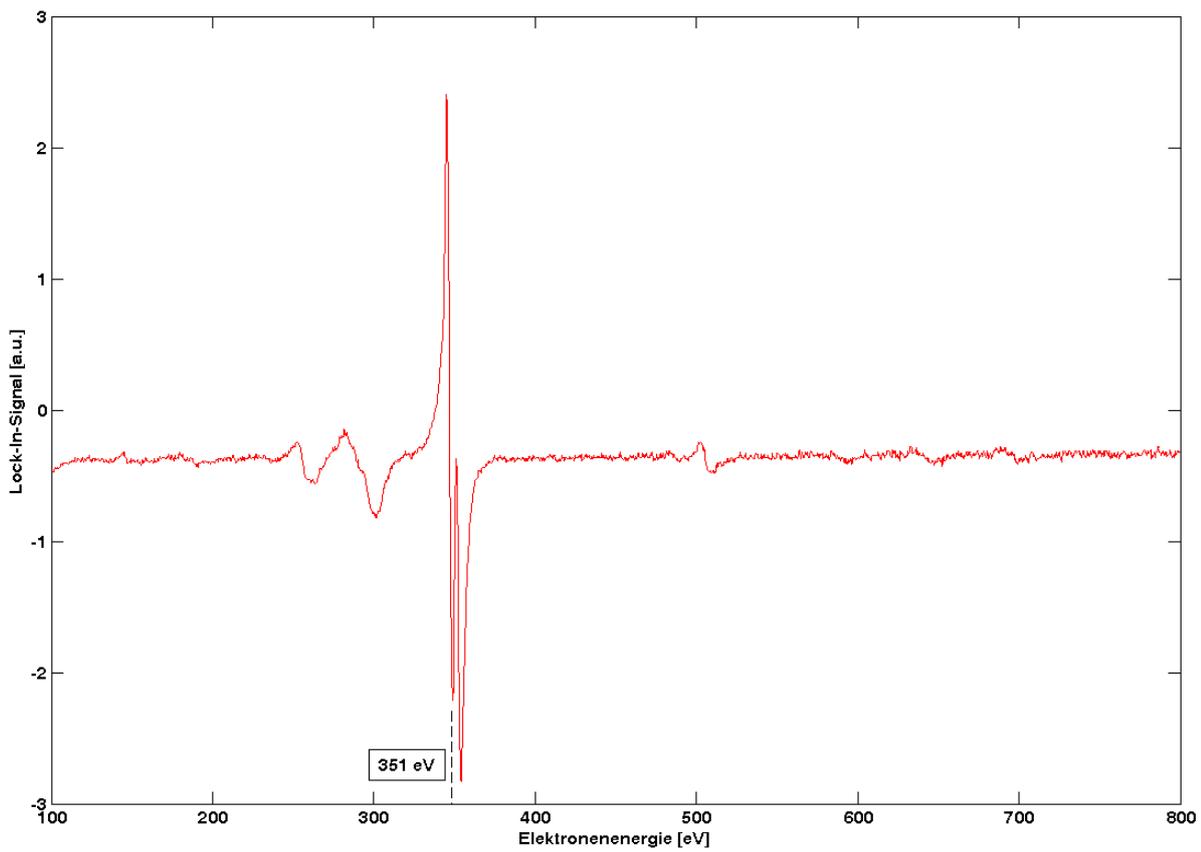


Abbildung 2.14: AUGER-Spektrum eines gereinigten Silber-Substrats. Der charakteristische *MNN*-Übergang liegt bei 351eV .

3 Verwendete Materialien

In diesem Kapitel wird nun auf das verwendete Materialsystem eingegangen. Es folgt zunächst das Substrat Silber(001), wonach das Adsorbat Eisen behandelt wird. In dieser Arbeit wird ausschließlich reines Eisen verdampft und als Eisenschichten auf Silber untersucht.

3.1 Das Substrat: Silber(001)

In dieser Arbeit dient ein Silber-Einkristall mit (001)-Orientierung als Substrat. Er kristallisiert in kubisch-flächenzentrierter Struktur (fcc) mit einer Volumengitterkonstante von $a_0 = 4,09 \text{ \AA}$. Die bearbeitete Fläche ist glänzend, spiegelnd poliert mit einer Rauhtiefe $< 0,03 \mu\text{m}$. Die Orientierungsgenauigkeit wird vom Lieferanten mit $< 0,1^\circ$ angegeben. Er hat einen Durchmesser von 10mm und eine Dicke von 2mm - 3mm. Das Edelmetall Silber hat die Ordnungszahl 47 und besitzt von allen Metallen die größte elektrische ($\sigma = 61,35 \cdot 10^6 \frac{\text{A}}{\text{Vm}}$) und thermische ($\kappa = 429 \frac{\text{W}}{\text{Km}}$) Leitfähigkeit. Der Schmelzpunkt liegt bei $T = 1234,93\text{K} \hat{=} 961,78^\circ\text{C}$.

Abbildung 3.1 stellt die dreidimensionale Einheitszelle des Silber-Kristalls mit Markierung der Raumrichtungen dar. Die Draufsicht von oben auf den Silberkristall gibt die (001)-Orientierung der Oberfläche mit quadratischer Einheitszelle wieder.

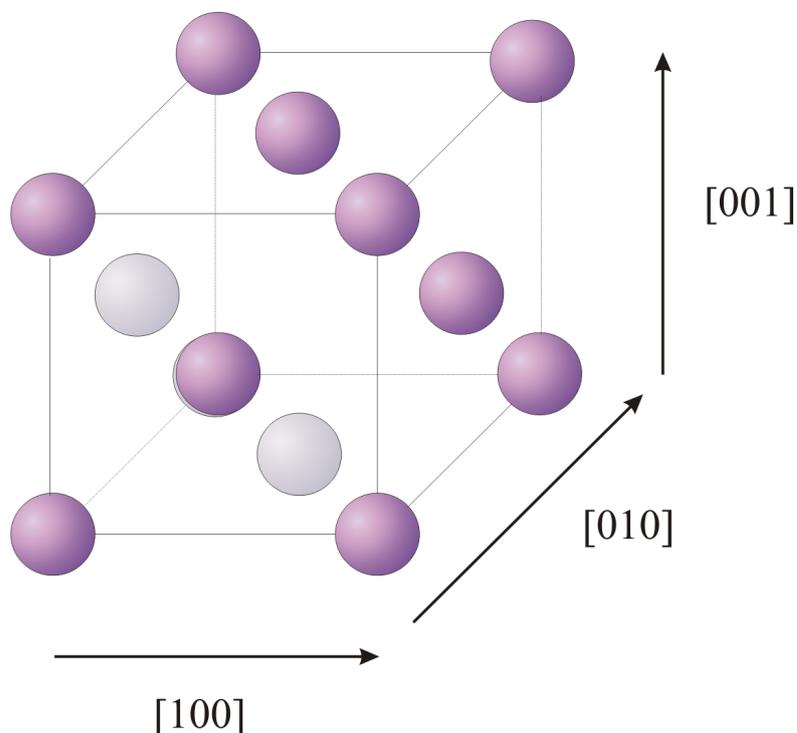


Abbildung 3.1: Einheitszelle eines Silber- bzw. fcc-Kristalls

Die Oberflächenstruktur ist in Abbildung 3.2 gezeigt und ein Querschnitt des Kristalls ist in Abbildung 3.3 zu sehen. Der Lagenabstand ist $d = \frac{a_0}{2} = 2,05 \text{ \AA}$. Der Abstand zum nächsten Nachbarn beträgt $a = \frac{a_0}{\sqrt{2}} = 2,89 \text{ \AA}$.

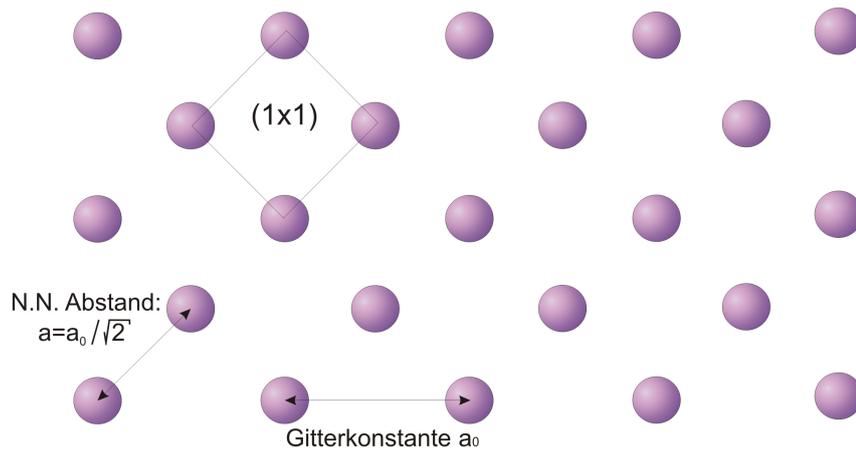


Abbildung 3.2: Draufsicht einer Silber(001)-Oberfläche

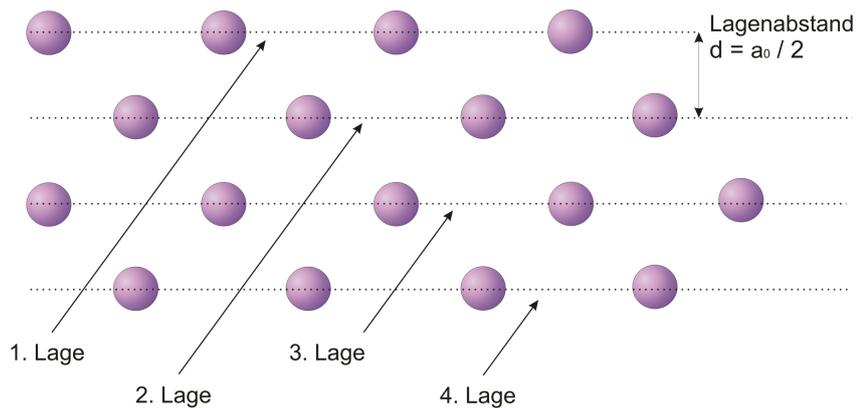


Abbildung 3.3: Querschnitt eines Silber-(fcc)-Kristalls mit (001)-Orientierung.

3.2 Das Adsorbat: Eisen

Eisen wird in dieser Arbeit in Form von Eisenfilmen als Adsorbat verwendet. Das Eisen wird mit einem thermischen Verdampfer auf das Silbersubstrat aufgebracht. Dieser wird in Abschnitt 4.7 noch näher behandelt.

Eisen hat die Ordnungszahl 26 und ist in der 4. Periode, 8. Nebengruppe zu finden.

In Abhängigkeit von der Temperatur existieren drei Formen von reinem Eisen. Alpha-, Gamma- und Delta-Eisen.

Alpha-Eisen (α -Fe) ist eine polymorphe Form des Eisens, die unter 906°C stabil ist. Diese Form von Eisen, und damit auch die in dieser Arbeit behandelte, kristallisiert in einer kubisch-raumzentrierten Struktur (bcc) und ist bis 768°C (CURIE-Temperatur) ferromagnetisch.

Gamma-Eisen (γ -Fe) ist ebenfalls polymorph und liegt bei Temperaturen zwischen $T = 906^\circ\text{C}$ und $T = 1403^\circ\text{C}$ vor. Es hat eine fcc-Struktur und ist nicht-magnetisch.

Delta-Eisen (δ -Fe oder auch oft als δ -Ferrit bezeichnet) kommt in polymorpher Form zwischen $T = 1403^\circ\text{C}$ und dem Schmelzpunkt vor und hat wieder eine bcc-Struktur.

Die Volumengitterkonstante von α -Fe ist $a_0 = 2,87 \text{ \AA}$. Eisen schmilzt bei $T = 1811\text{K} \hat{=} 1538^\circ\text{C}$. Die elektrische Leitfähigkeit des Metalls ist $\sigma = 1 \cdot 10^7 \frac{\text{A}}{\text{Vm}}$ und die Wärmeleitfähigkeit $\kappa = 80 \frac{\text{W}}{\text{Km}}$.

Element	Gitterkonstante a_0 [in Å]	N.N. Abstand a [in Å]	Lagenabstand d [in Å]
Ag	4,09	2,89	2,05
Fe	2,87	2,87	1,44

Tabelle 1: Gegenüberstellung der geometrischen Abstände der (001)-Orientierung von Silber und Eisen

Wie der obigen Tabelle entnehmbar (1), stimmen die Gitterkonstanten von Silber und Eisen nicht überein. Die Abweichung zwischen den Atomabständen beträgt den Faktor $\sqrt{2}$ (bis auf eine verbleibende Gitterfehlpassung von 0,7%). Daher liegt es nahe, dass Eisen auf Silber um 45° verdreht aufwächst, was sich im weiteren Verlauf dieser Arbeit anhand der SPA-LEED-Bilder bestätigen lässt.

In der Abbildung 3.4 ist die Kopplung der bcc-Eisenseinheitszelle mit der des fcc-Silbers zu sehen. Der Übersicht halber sind nur die bei frontaler Sicht zu erkennenden Atome und die der Eisen-Einheitszelle eingezeichnet.

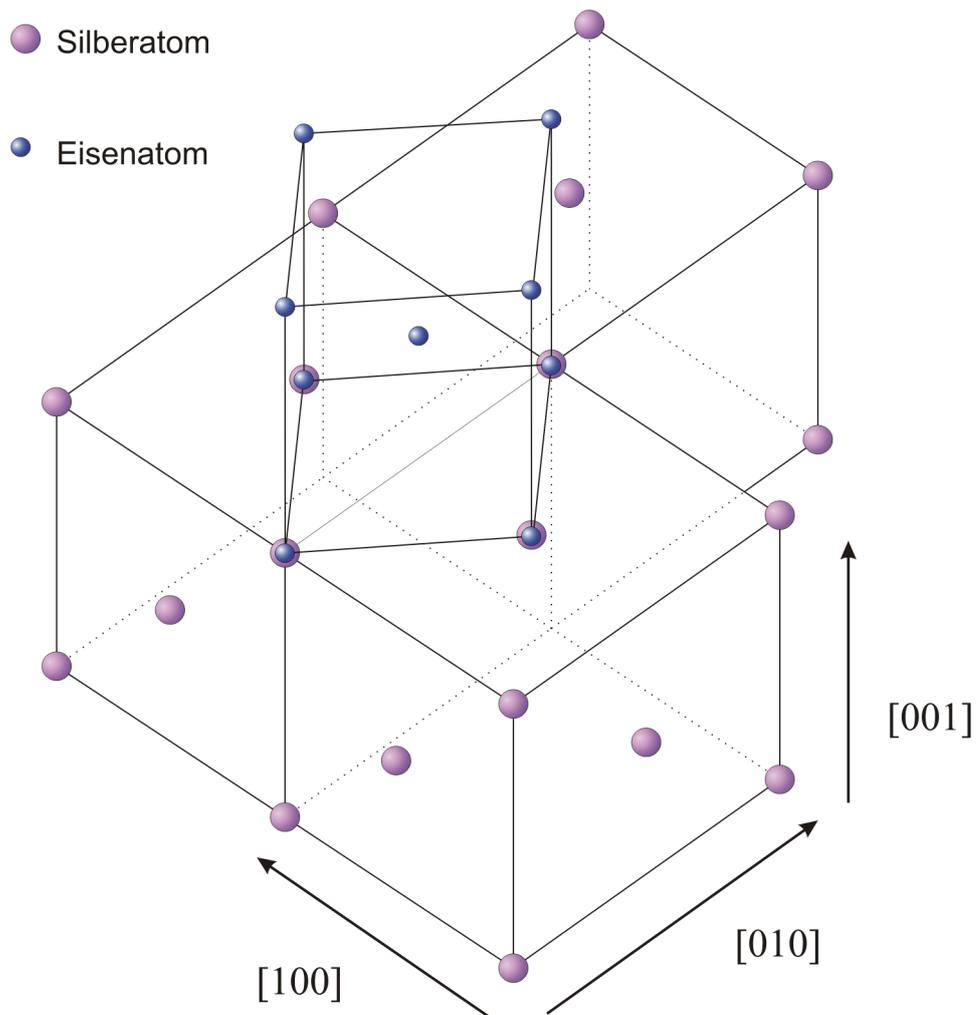


Abbildung 3.4: Räumliche Ansicht der Aufwachsform von Eisen auf Silber(001). Die Einheitszellen von Eisen wachsen um 45° verdreht auf.

4 Experimentelle Grundlagen

Um dem Titel dieser Bachelorarbeit nach die Epitaxie (griech.: „epi“ - „auf“, „über“ und „taxis“ im Sinne von „ordnen“ bzw. „ausrichten“) von Eisen auf Silber(001) untersuchen zu können, ist eine Verunreinigung der Substratoberfläche durch beispielsweise Restgasatome zu vermeiden. Aus diesem Grund werden die Experimente unter Ultrahochvakuum-Bedingungen (UHV: $p \approx 1 \cdot 10^{-10}$ mbar) durchgeführt. Bei Raumtemperatur beträgt die Verunreinigungszeit der Oberfläche in diesem Druckbereich durch Bildung von ca. einer Monolage an Fremdatomen mehrere Stunden.

Im folgenden Abschnitt wird die UHV-Apparatur mit ihren Peripheriegeräten wie Pumpensystem und Verdampfer näher erläutert. Ebenso finden hier die SPA-LEED- und AUGER-Messanlage nähere Betrachtung.

4.1 UHV-Kammer

Die UHV-Apparatur (Abb. 4.1) ist grob gesehen ein Zylinder aus Edelstahl mit mehreren Anschluss- und Durchführungsmöglichkeiten. Die für diese Arbeit relevanten, angeschlossenen Geräte sind:

- Turbomolekularpumpe mit vorgeschalteter Drehschieberpumpe zur Erzeugung des Vakuums
- Ionen-Getter-Pumpe mit integriertem Titansublimator unterstützend zum mechanischen Pumpensystem
- Sputterkanone zur Säuberung des Substrats
- Massenspektrometer zur Restgasanalyse
- Eisenverdampfer zum Aufbringen des Adsorbats
- AUGER-Elektronenspektrometer zur Analyse der chemischen Zusammensetzung der Oberfläche
- SPA-LEED-Optik zur Analyse der Morphologie der aufgewachsenen Schichten

Die Anordnung der einzelnen Instrumente ist in einem horizontalen Querschnitt im Schema 4.3 skizziert.

Die Positionierung der Probe bzw. des Probenhalters im Rezipienten erfolgt über den Manipulator, der von oben auf die Kammer aufgesetzt ist (siehe Abb. 4.1). Der ca. 1,5m lange Justagestab des Manipulators ist in einem Sockel fixiert, welcher sich über Verstellerschrauben in X- und Y-Raumrichtung verkippen lässt. Eine Handkurbel verstellt den Z-Hub. Zusätzlich kann der Probenhalter am Justagestab mit einem Handrad entlang der Stabachse um 360° in horizontaler Ebene verdreht werden. Ein Seilzug neigt den Probenhalter entlang einer horizontalen Achse. Dies ergibt zusammen fünf Freiheitsgrade. Die Neigung, die der Probenhalter nach verkippen in X- oder Y-Richtung durch die unterschiedlichen Stellungen des Justagestabs eingenommen hat, muss nachträglich mit den beiden Winkelverstellern korrigiert werden.

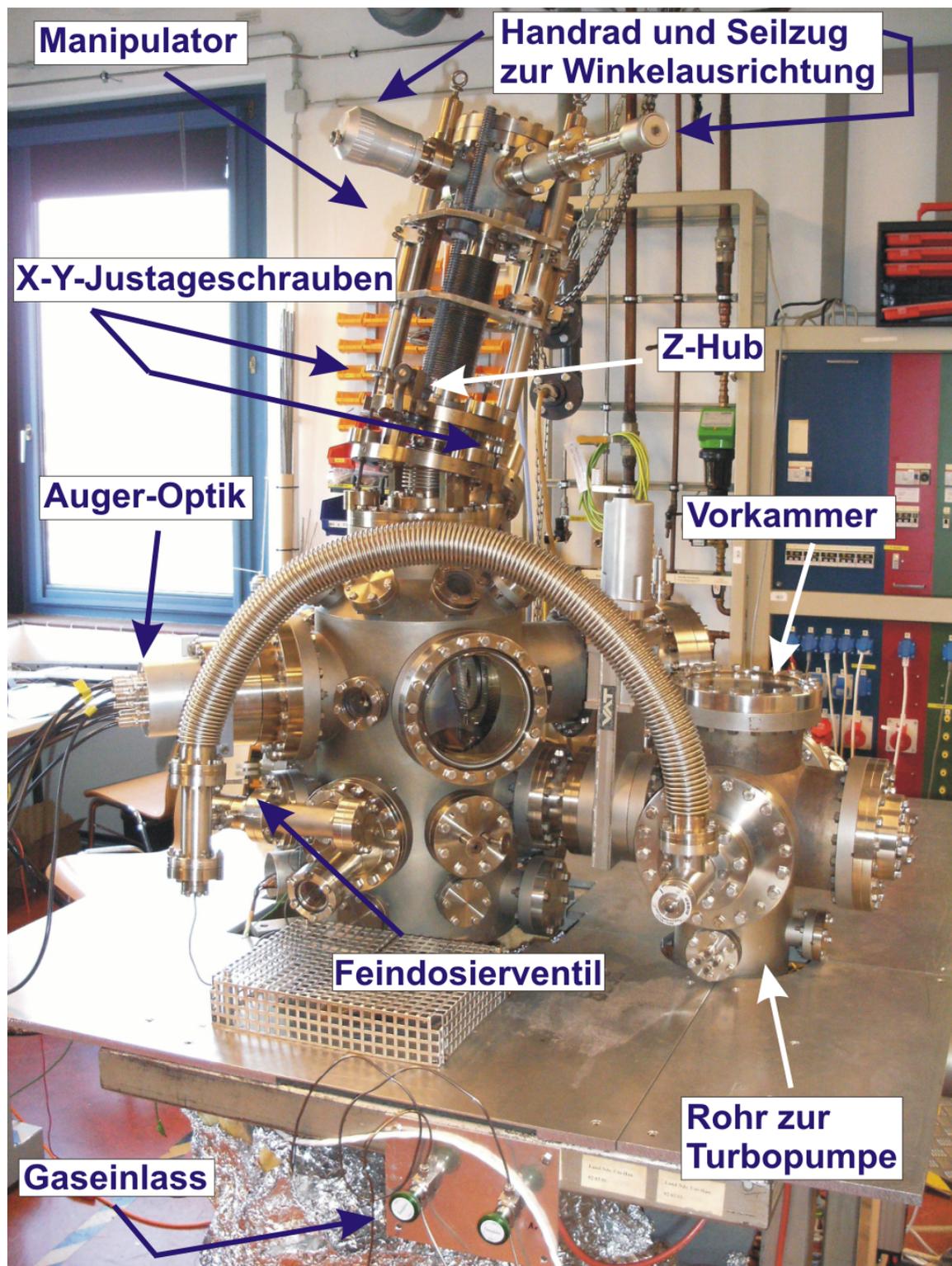


Abbildung 4.1: UHV-Kammer mit Manipulator (oben), Schaufenster zur Sichtkontrolle und angekoppelter AUGER-Optik (links). Das Wellrohr (vorne) dient zum Abpumpen von Argon- oder Sauerstoff-Gas in den Leitungen, welches zuvor über ein Feindosierventil in die Kammer eingelassen wurde

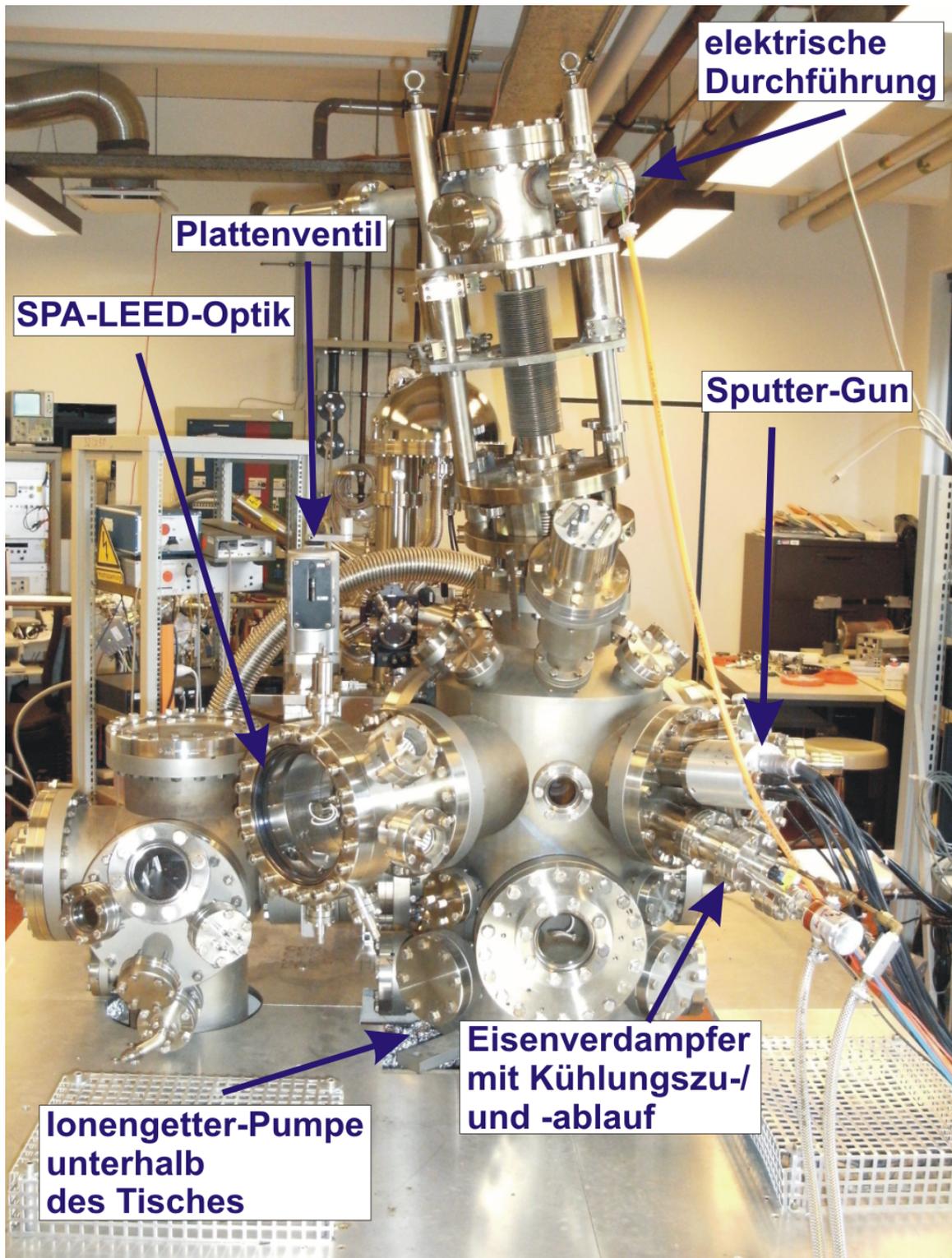


Abbildung 4.2: Rückseite der UHV-Kammer mit thermischen Verdampfern, Sputter-Gun und SPA-LEED-Optik. Die für die Probenheizung (Elektronenstoßheizung) benötigte Spannung wird an den Zuleitungen der elektrischen Durchführung (oben) angelegt.

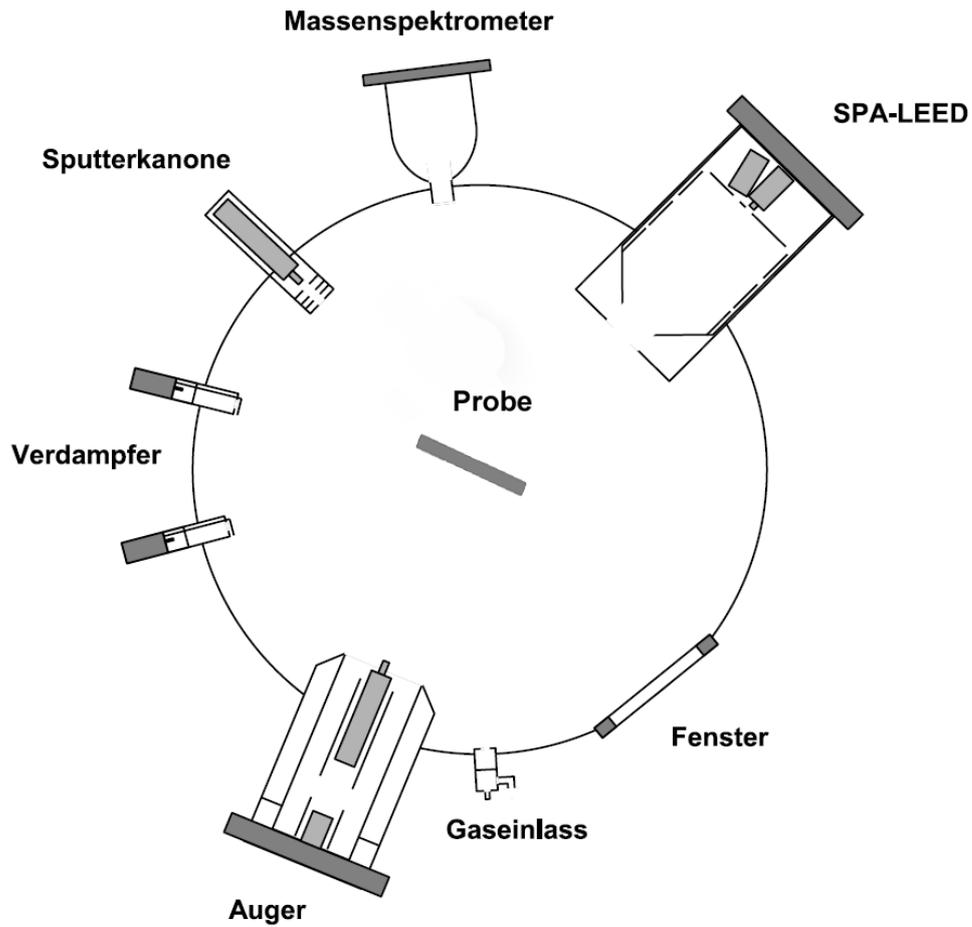


Abbildung 4.3: Querschnitt entlang horizontaler Ebene der UHV-Kammer mit Positionen einzelner Mess- und Manipulationsinstrumente, entnommen aus [7]

4.2 Ultrahochvakuum (UHV) und Vakuumpumpen

Die für die Messungen, Probenpräparationen und generell zur Minimierung von Verunreinigungen nötige Vakuumatmosphäre wird am Rezipienten durch zwei Pumpensysteme bereitgestellt. Zum Einen ist mit der Vorkammer, die sich mittels Plattenventil auch von der Hauptkammer abkoppeln lässt, eine Reihenschaltung aus Vor- und Turbopumpe verbunden. Die vorgeschaltete Drehschieberpumpe hat einen Abgasdruck von $7 \cdot 10^{-3}$ mbar und sorgt für den Vordruck, ab dem die Turbomolekularpumpe eingesetzt werden kann. Diese pumpt die Kammer bis auf einen Druck von ca. $7 \cdot 10^{-10}$ mbar. Zum Anderen ist eine Ionengetter-Pumpe mit integriertem Titansublimator von unten über einen Flansch mit der Kammer verbunden. Zusammen mit den beiden mechanischen Pumpen lässt sich an unserer Kammer ein dauerhafter Druck von $1 \cdot 10^{-10}$ mbar realisieren. Eine Übersicht der Arbeitsbereiche der verschiedenen Pumpentypen ist in Abbildung 4.4 gezeigt.

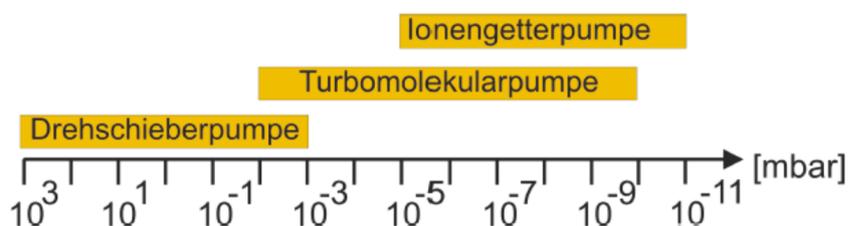


Abbildung 4.4: Arbeitsbereiche der verschiedenen Pumpentypen, Darstellung entnommen aus [3]

4.3 Probenhalter

Am Justagestab des Manipulators ist der Probenhalter angebracht. Der Silber-Einkristall ist dort zwischen zwei Lagen von Molybdänblechen eingefasst. Zwischen diesen beiden Blechen verhindert eine rechteckige Molybdänzarge um das Silber-Substrat herum mechanische Verspannungen auf den Kristall beim Einbau. Ebenso ist zwischen den Blechen und dem Substrat noch soviel Platz, dass sich das Material ohne mechanischen Stress bei Erhitzen ausdehnen kann. Das vordere Blech hat entsprechend der Rundung des zylindrischen Silber-Substrats eine Aussparung. Somit ist die Oberfläche des Substrats manipulier- und analysierbar. Dicht am Kristall, mit dem Molybdänblech verschraubt, ist ein Thermoelement zum Erfassen der Proben temperatur angebracht.

Der Probenhalter ist über einen Kupferblock mit dem Justagearm des Manipulators verbunden, an welchem die Seilzüge und Zugstreben angreifen und der die Bewegungen ausführt.

Zum Heizen der Probe sind elektrische Leitungen vom Probenhalter über den Manipulator aus der Kammer herausgeführt. Der Probenhalter, und damit auch das Substrat, sind mit einer Saphirplatte verbunden, die die Halterung elektrisch vom Rest der Kammer isoliert. Das Filament, das für die Heizung die thermischen Elektronen liefert, ist durch Keramiken vom Probenhalter isoliert, liegt selbst aber auf einer Seite auf Masse. Durch

diesen Aufbau kann eine Spannung an die Probe angelegt (typischerweise $200\text{V} < U < 700\text{V}$) und ein Strom durch das Filament geschickt werden. Die Probe wird dann durch die Wärmestrahlung des Filaments und die Stöße der auf die Oberfläche auftreffenden Elektronen geheizt.

4.4 SPA-LEED

Das SPA-LEED-System an unserem Rezipienten ist eine von HENZLER et. al. [8] weiterentwickelte LEED-Apparatur. Der Aufbau der SPA-LEED-Optik ist im Schema 4.5 zu sehen.

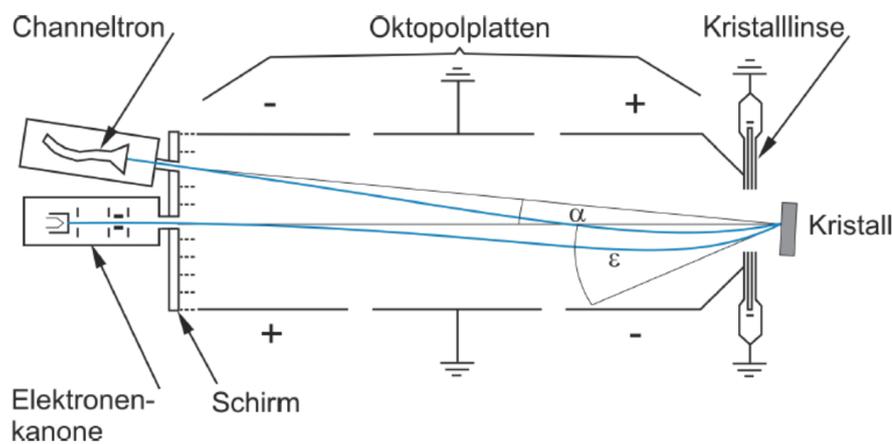


Abbildung 4.5: Querschnitt der SPA-LEED-Optik an der Kammer. Mögliche Strahlengänge sind blau eingezeichnet. Grafik entnommen aus [9]

Die interne Elektronenkanone beschleunigt thermische Elektronen in Richtung Probe durch eine Anordnung von Kathode, WEHNELT-Zylinder und Anode (Triodensystem). Die Kathode, ein Wolfram-Filament, liegt auf negativem Potential zur Masse. Die kinetische Energie der Elektronen, und damit auch der Betrag des Wellenvektors der einfallenden Welle $|\vec{k}_i|$, sind durch diese Potentialdifferenz bestimmt. Der WEHNELT-Zylinder und die Anode bündeln den Elektronenstrahl zur Erzeugung einer punktförmigen Quelle. Bevor der Strahl die Elektronenkanone verlässt, wird dessen Durchmesser von einer aus zwei Teillinsen bestehenden Kanonenlinse auf die Probe abgestimmt (Durchmesser = wenige Millimeter). Zusammen mit einer Kristalllinse entsteht eine Fokussierung auf die Detektorebene. Zwischen Elektronenkanone und Kristall sorgen drei Oktopol-Ablenkplatten, von denen die mittlere geerdet ist, für eine Variation des Einfallswinkels ϵ des Elektronenstrahls auf die Probe, wodurch der laterale \vec{k} -Raum durchgescannt werden kann. Der vordere und hintere Oktopol sind wechselseitig gepolt und minimieren eine Verzerrung des Strahlengangs. Dies schafft einen konstanten Auftreffpunkt des Strahls auf die Probe und somit einen gleichbleibenden Untersuchungsbereich. Der gebeugte Strahl passiert danach ein zweites Mal die Kristalllinse, wird hier fokussiert und läuft durch die Oktopole zum Detektor. Inelastisch gestreute Elektronen werden vor der Detektion anhand ihrer geringeren

Energie an einem Suppressor herausgefiltert. Der Detektor selbst ist ein Elektronenvervielfacher (*channeltron*), der das Messsignal erfasster Elektronen hier noch verstärkt. Der PC zählt diese Messimpulse und verarbeitet sie mit den Programmen SPA4/SPA5.

4.5 Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES)

Das AUGER-System besteht aus einer AUGER-Optik, die, wie in Abbildung 4.1 zu sehen, mit der Kammer verschraubt ist, und einer externen AUGER-Elektronik, die die Kontrolleinheit zur Steuerung der Elektronenkanone (*electron gun control*), des Elektronenvervielfachers (*electron multiplier supply*) und des Analysators (*Auger system control*) darstellt.

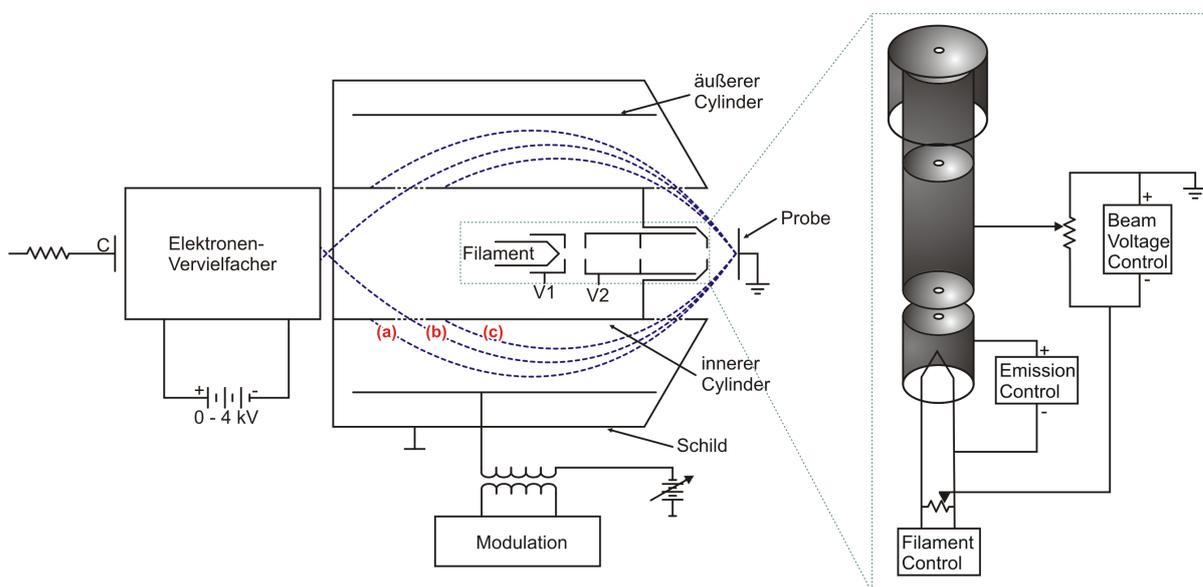


Abbildung 4.6: Aufbau einer AUGER-Apparatur nach [10]. Gezeigt ist die Anordnung aus Filament (Elektronenquelle), Probe (Beschussobjekt) und Analysator-Detektor-System. Die blau-gestrichelt markierten Elektronenbahnen durch den Zylinder-Analysator (*cylindrical mirror analyser* (CMA)) sind eingezeichnet für die Fälle: Kinetische Energie der Elektronen zu groß (a), zu den Analysatorparametern passende Energie (b) und zu geringe kinetische Energie (c). Die vergrößerte Ansicht (rechts) enthält den Aufbau der elektrooptischen Fokussier- und Beschleunigungseinrichtung der Elektronenkanone. Grafik entnommen aus [5]

Die Elektronenkanone fokussiert den Primärstrahl mit den Ablenk- und Fokussierelektroden auf einen Durchmesser von $d \approx 0,9\text{mm}$ und schickt ihn mit einer Stromstärke von $I \leq 200\mu\text{A}$ auf die Probe. Dabei beträgt die eingestellte kinetische Energie der Elektronen üblicherweise $U = 2\text{kV}$. Maximal kann die Beschleunigungsspannung jedoch $U = 5\text{kV}$ betragen. Um bei der Messung ein besseres Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erlangen, wird das gemessene Spektrum differenziert und der verrauschte Untergrund schlägt weniger ins Gewicht. Es können mit der AUGER-Spektroskopie weitestgehend alle Elemente auf

Oberflächen nachgewiesen werden. Entscheidend für die Güte des gemessenen Spektrums ist allerdings eine geringe Rauigkeit, ein hoher Reinheitsgrad der Oberfläche und eine gut justierte Position der Probe vor der AUGER-Optik. Aus diesem Grund wird vor jeder Messung der Peak der elastisch rückgestreuten Elektronen neu kalibriert.

Der innere Aufbau der AUGER-Optik sieht wie in Abbildung 4.6 dargestellt aus. Eine Elektronenkanone, deren Strahl von Lochanoden fokussiert wird, beschießt die zu untersuchende Probe. Zum Teil werden die auftreffenden Elektronen dort gestreut oder erzeugen Sekundärelektronen, die durch ein Gitter in den Analysator gelangen. Der Analysator selbst ist ein Zylinderanalysator (*cylindrical mirror analyser* (CMA)). Hier liegt der innere Zylindermantel wie die Probe auf Masse und zum äußeren Zylinder besteht eine Potentialdifferenz, welche ein elektrisches Feld ausbildet. In Abhängigkeit der Geschwindigkeit der zu detektierenden AUGER-Elektronen wird die elektrische Feldstärke entsprechend geregelt, so dass durch die Ablenkung unterschiedliche Bahnradien über eine Detektion oder Nicht-Detektion entscheiden und dementsprechend nach AUGER-Energien selektiert werden kann (siehe auch Abb. 4.6). Der Detektor (*channeltron*) ist zugleich ein Sekundärelektronenvervielfacher. An ihm liegt eine so große Spannung an (Kilovolt-Bereich), dass durch das Auftreffen der AUGER-Elektronen die herausgeschlagenen Sekundärelektronen aus dem Channeltron so stark beschleunigt werden, dass sie ihrerseits wiederum eine Kaskade an Elektronenvervielfachung auslösen. Ein Lock-In-Verstärker moduliert mit einem externen Frequenzgenerator das Messsignal und verstärkt dieses noch zusätzlich.

4.6 Verdampfer

Das Eisenadsorbat wird mit einem thermischen Verdampfer auf das Silber-Substrat aufgebracht. Das Verdampfergut ist von einem Wolfram-Filament umgeben. Schickt man durch dieses einen Strom (typischerweise $I \approx 2\text{A}$) und legt an die Eisenpatrone eine Spannung (bei uns: $U = 1000\text{V}$) an, wird sie durch Elektronenstöße so stark erhitzt, dass das Eisen sublimiert (Verdampferleistung an der Eisenpatrone bei uns: $P = 26\text{W}$, Umgebungsdruck: $p \approx 5 \cdot 10^{-9}\text{mbar}$). Damit das Metallgehäuse des Verdampfers nicht selbst sublimiert, wird dieser wassergekühlt. Ein Querschnitt des Verdampfers ist in Abbildung 4.7 gezeigt.

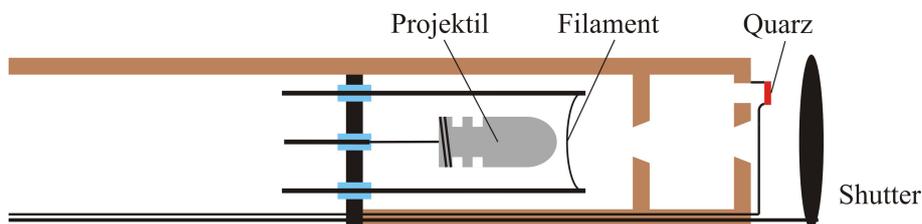


Abbildung 4.7: Querschnitt eines thermischen Verdampfers, entnommen aus [11]

Vor die Öffnung, aus der der Molekularstrahl des verdampften Eisens austritt, kann man einen Shutter drehen, der dann die Probe abschirmt und weiteres Bedampfen abrupt verhindert. Die Schichtdicke des aufgetragenen Adsorbats lässt sich mittels eines Schwingquarzes abschätzen, der ebenfalls parallel an einer zweiten, kleinen Öffnung mitbedampft wird. Die Grund-Eigenfrequenz des eingebauten Quarzes liegt bei $f_0 = 10\text{ MHz}$. Die

Frequenzänderung Δf ist proportional zur Bedeckungsmasse bzw. zur Flächendichte des bedampften Quarzes.

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

mit f_0 : Eigenfrequenz, A : bedampfte Quarzfläche, $K = \text{const.} \approx 1$, Δm : Masse der aufgedampften Schicht, ρ_Q : Quarzdichte, $N = 1,67 \cdot 10^6 \text{ Hz} \cdot \text{mm}$

Dies ist auch der Grund, warum bei anfänglichem Aufdampfvorgang die Frequenz am Quarz nicht abnimmt, da sich die Quarzfläche durch die Erwärmung noch ausdehnt.

4.7 Sputterkanone

Die Probenpräparation macht zum Reinigen des Substrats und zum Glätten der Oberfläche Sputter-/Heizzyklen unerlässlich. Hierfür ist an der Kammer eine Sputterkanone angebracht. Impulsträger sind Argon-Ionen, die auf die Oberfläche beschleunigt werden und durch Stoßkaskaden Schmutzpartikel und/oder Adsorbatatome lösen. Argon-Gas kann über ein Feindosierventil in die Kammer eingelassen und der gewünschte Partialdruck exakt eingestellt werden. In der Sputterkanone werden dann durch Glühemission erzeugte, freie Elektronen in einem elektrischen Feld beschleunigt und ionisieren durch Stöße die Argon-Atome.

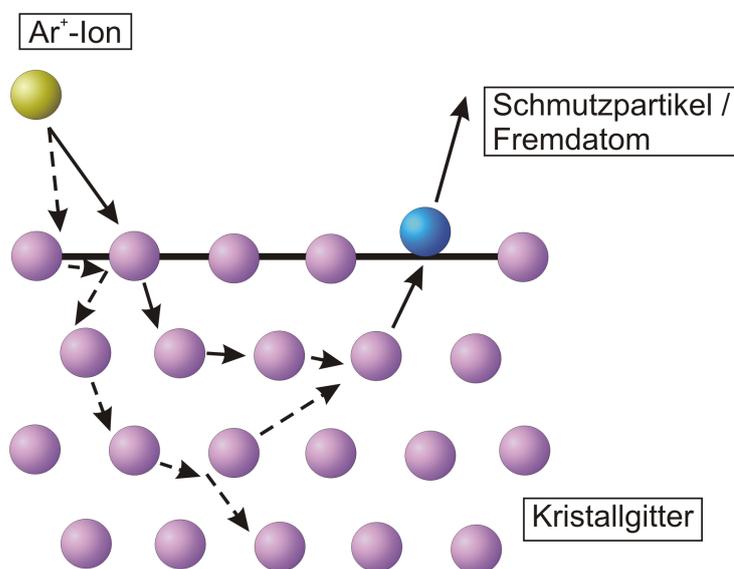


Abbildung 4.8: Schemenhafte Darstellung einer Stoßkaskade beim Sputtervorgang

4.8 Substrat- und Probenpräparation

Nach Einbau des Silber(001)-Substrats zeigten die ersten, testweisen Beugungsbilder des SPA-LEEDs keine oder nur schlecht erkennbare Reflexe. Um eine kristalline Struktur zu

erhalten und Verunreinigungen von der Oberfläche zu lösen nahmen wir mehrere Sputter-/Heizzyklen vor. Bei einem Argondruck von $p = 3 \cdot 10^{-5}$ mbar und einer Beschleunigungsspannung von $U = 2$ kV an der Sputter-Kanone wurde die Probe jeweils ca. eine Stunde lang gesputtert. Beim Heizvorgang stellten wir eine Temperatur von $500^\circ < T < 600^\circ$ für eine Dauer von ca. zwei Stunden ein. Der Abkühlvorgang läuft über eine halbe Stunde mit $\frac{\Delta T = 20^\circ}{\text{min}}$ zum langsamen Herunterkühlen, damit sich die Oberfläche entsprechend dem energetisch günstigsten Zustand rekonstruieren kann, der fcc-Kristallstruktur des Silbers mit quadratischer Flächenelementarzelle und einer Gitterkonstante von $a_0 = 4,09 \text{ \AA}$. Schärfer werdende Reflexe am SPA-LEED und ein AUGER-Spektrum, welches anschließend ausschließlich Silber aufweist, bestätigen eine erfolgreiche Durchführung. Dieses Vorgehen wenden wir auch zur Säuberung des von Eisen beschichteten Substrats an.

5 Messergebnisse und Auswertung

In diesem Abschnitt werden die Messergebnisse aus AUGER-Spektroskopie und SPA-LEED ausgewertet und diskutiert.

Zunächst werden die Messungen und Auswertungen am reinen Silber(001)-Substrat vorgenommen. Im Anschluss folgt eine Aufdampfsequenz von Eisen auf dem Silber(001)-Substrat, dessen Verlauf sowohl mit AUGER als auch mit SPA-LEED untersucht wird.

Im Laufe der Arbeit haben wir festgestellt, dass Eisen bei Raumtemperatur aufgedampft nicht sofort eine kristalline Struktur ausbildet, was uns zu Nachheizen bewegte und eine $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Überstruktur erzeugte. Dieses Verhalten soll ebenfalls erörtert werden.

5.1 Referenzuntersuchungen des reinen Silber(001)-Substrats

Nachdem das Substrat, wie in Abschnitt 4.8 erläutert, geheizt und gesputtert wurde, haben wir dessen Reinheit mittels AUGER-Spektroskopie verifiziert (siehe Spektrum 5.1).

Das Spektrum der reinen Ag(001)-Oberfläche zeigt deutlich die charakteristischen Silber-Signale. Verunreinigungen sind nicht mehr zu erkennen, da sie entweder nicht vorhanden sind oder die Größenordnung des Untergrundrauschens haben.

Den im Verlauf dieser Arbeit nachfolgenden AUGER-Spektren unterschiedlicher Eisenbedeckungen kann man entnehmen, dass das Signal-zu-Rausch-Verhältnis teils merklich schwankt. Dieses unerwünschte Verhalten ist sehr wahrscheinlich auf verschiedene, wenn auch nur marginal voneinander abweichende, Stellungen der Probe vor der AUGER-Optik zurückzuführen. Es ist leider nicht möglich nach jedem Bedampfungsdurchgang exakt dieselbe Position der vorangegangenen Untersuchung einzunehmen. In diesem Zusammenhang stehen unterschiedlich mögliche Detektionsraten an AUGER-Elektronen, auch selbst dann, wenn die Probe zwischenzeitlich nicht weiter behandelt wurde.

Ein Bild eines 2D-SPA-LEED-Scans mit einer Elektronenenergie von $E = 80,5\text{eV}$ ($\lambda = 1,37\text{\AA}$ Streuphase: $S_{\text{Silber}} = 3$) ist in Abbildung 5.2 gezeigt. Dieses Bild wurde wie die AUGER-Messung nach Reinigung des Substrats gemacht. Hier ist eine In-Phase zu sehen. Alle Scans, sowohl 1D als auch 2D, wurden entlang eines Drehwinkels von $\alpha = -11^\circ$ bzw. $\alpha = 79^\circ$ durchgeführt. Die Anpassung der Scans an diese Verdrehung beim Einbau des Substrats sorgt dafür, dass die Reflexe auf senkrechten und horizontalen Achsen liegen. Alle folgenden 1D- und 2D-SPA-LEED-Scans wurden mit dieser Einstellung vermessen. Die Auswertung der 1D-Scans beschränkt sich auf die Scan-Richtung um 79° verdreht, also entlang $\vec{k}_{\parallel,y}$, welcher von der SPA4/SPA5-Software in den Scan-Dateien mit „Y-Streuvektor“ bezeichnet wird.

Die Auswertung der Profile erfolgt mit dem auf Matlab basierenden Fitprogramm „ReflexFit“, das von Sebastian Gevers geschrieben wurde, und der Freeware „fityk“.

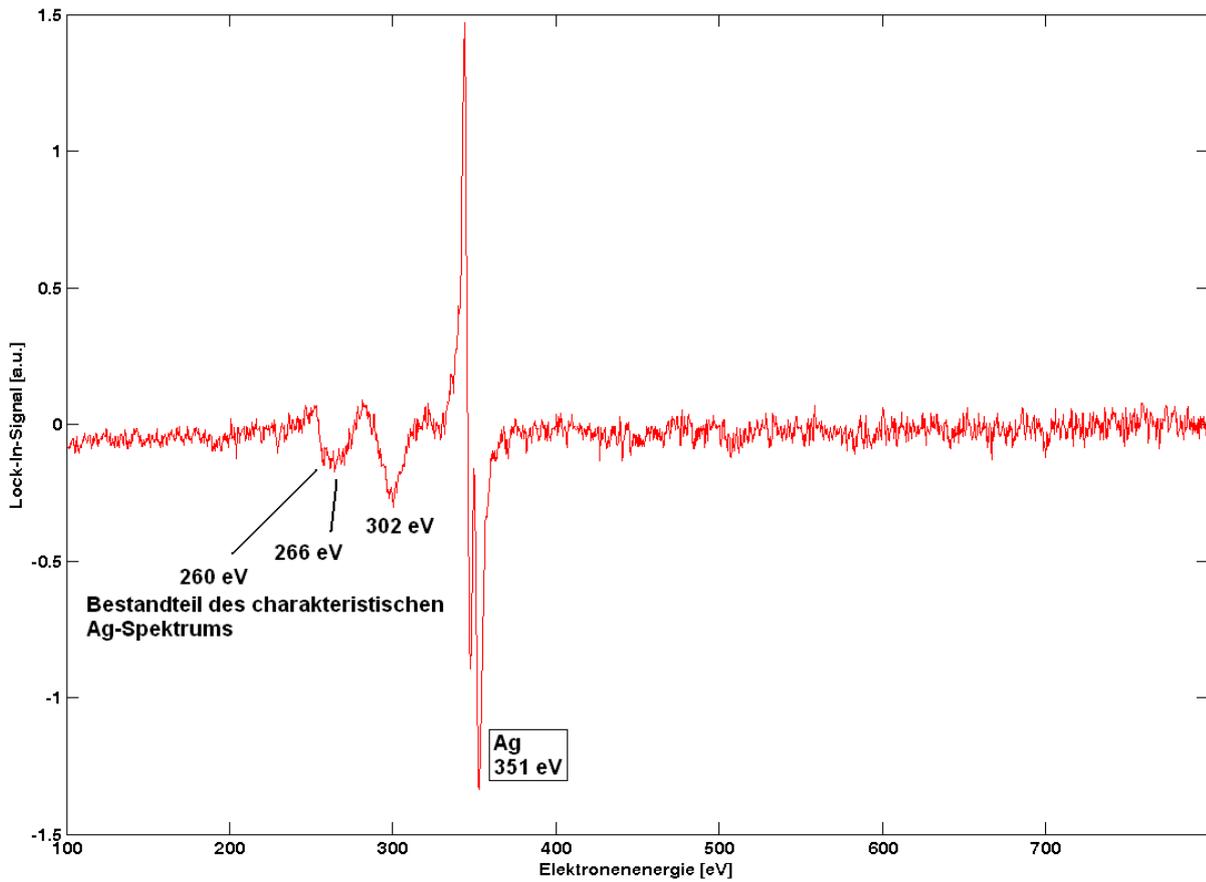


Abbildung 5.1: AUGER-Spektrum der reinen Silber(001)-Oberfläche

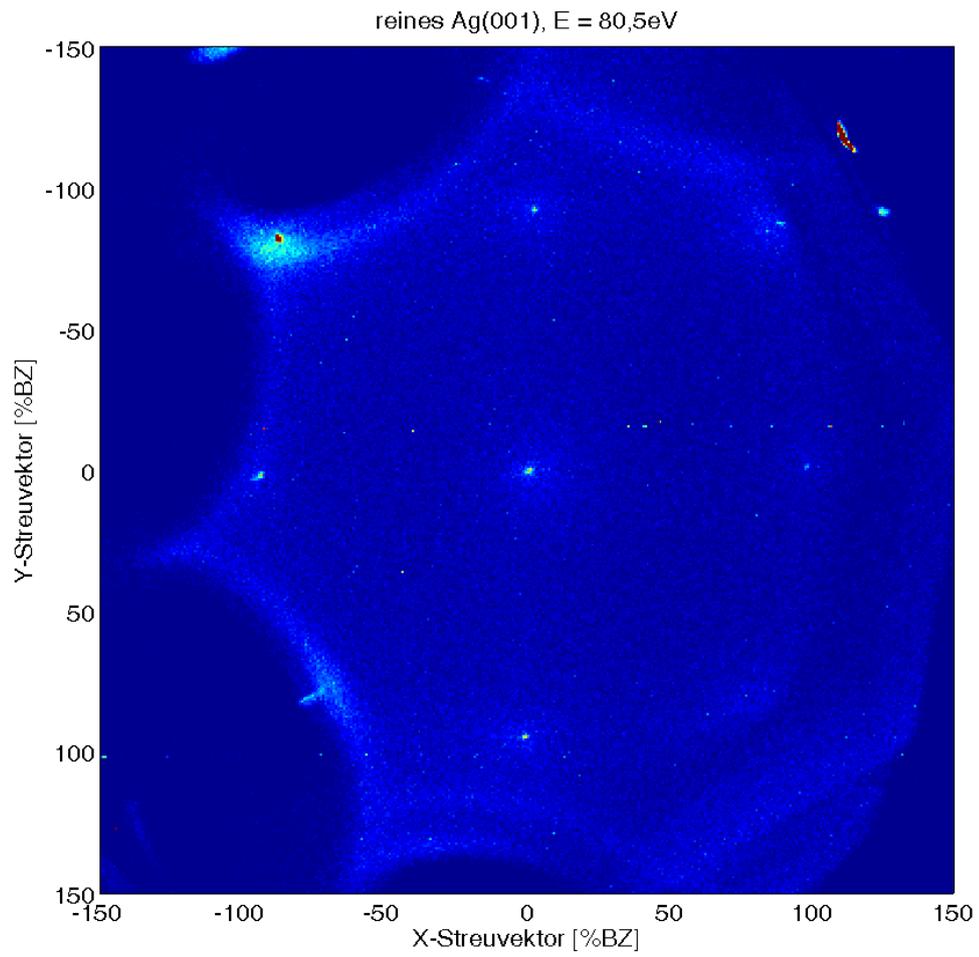


Abbildung 5.2: 2D-SPA-LEED Scan bei $E = 80,5\text{eV}$, $\lambda = 1,37\text{\AA}$, $S = 3$ der reinen Silber(001)-Oberfläche

5.2 Beschichtungssequenz: Eisen auf Silber(001)

In diesem Abschnitt wird eine inkrementelle Aufdampfreihe von Eisen auf Silber(001) analysiert. Hierbei wurde als Schichtdickenäquivalent jeweils $\Delta f = 50\text{Hz}$ aufgetragen und eine AUGER-Messung vorgenommen. In 13 aufeinanderfolgenden Schritten wurden auf diese Weise insgesamt 650Hz aufgedampft. Diese Messreihe wurde bei Raumtemperatur vorgenommen ohne nachträgliches Tempern.

Im Zentrum des Interesses steht der Verlauf des Bedeckungsgrades des Eisenfilms auf dem Silber(001)-Substrat. Zur Analyse werden die Signalintensitäten der einzelnen AUGER-Spektren ins Verhältnis gesetzt. Man erhält einen exponentiellen Verlauf, der einer Ladekurve ähnlich ist (siehe Grafik 5.3), für das Konzentrationsverhältnis der Schichtzusammensetzung:

$$\frac{c(\text{Fe})}{c(\text{Fe}) + c(\text{Ag})} \quad (5.1)$$

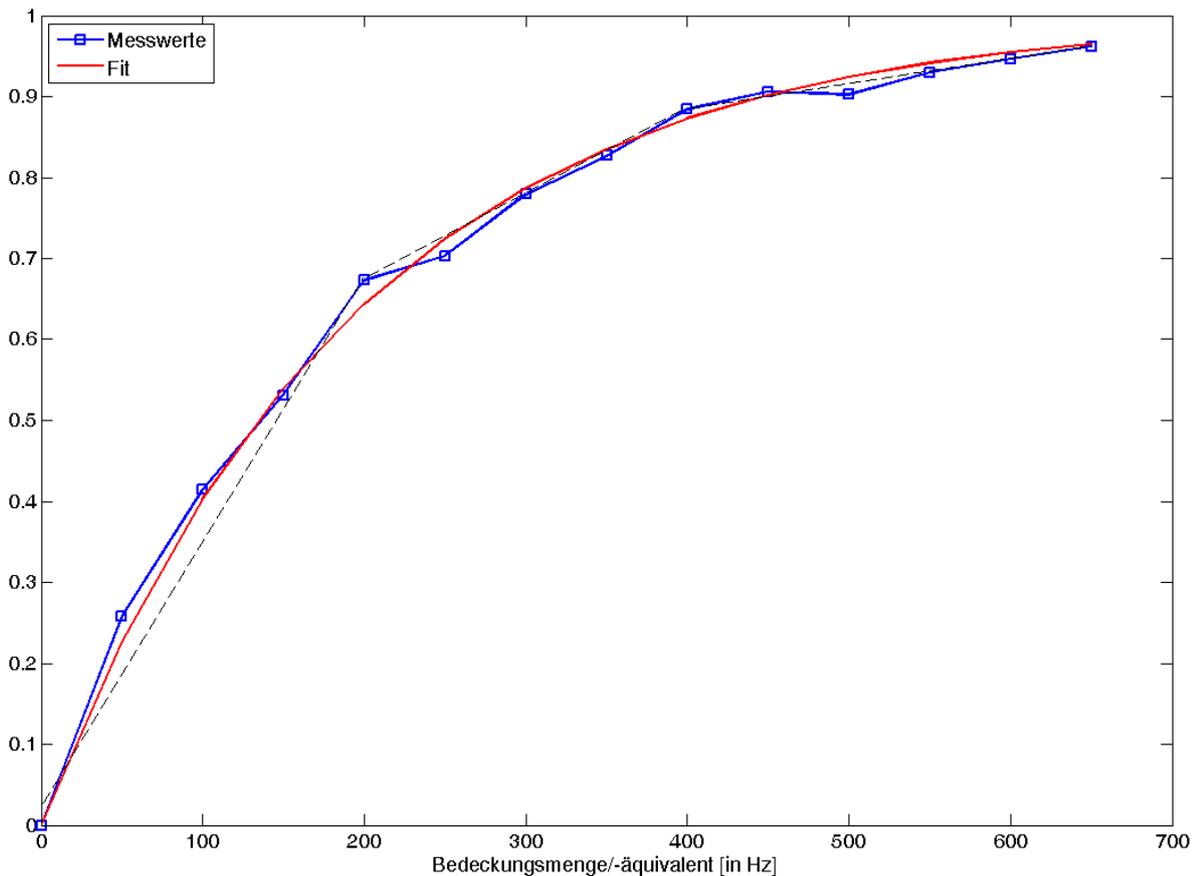


Abbildung 5.3: Bedeckungsgradverhältnis der Oberfläche im detektierbaren Bereich der Ausdringtiefe der AUGER-Elektronen $\frac{c(\text{Fe})}{c(\text{Fe}) + c(\text{Ag})}$. Die gestrichelten Linien verbinden Punkte, an denen die Kurve etwas stärker abknickt. Diese wurden später bei den SPA-LEED-Messungen separat betrachtet ($f = 200\text{Hz}$, 400Hz , 600Hz)

Der Fit der Exponentialfunktion läuft über lediglich einen freien Parameter a im Exponenten.

$$y = 1 - e^{-a \cdot x} \quad (5.2)$$

Die Interpolation liefert $a = 0,0052 \frac{1}{\text{Hz}}$.

Die mögliche Detektionstiefe bzw. „Sichtweite“ bei dieser Untersuchungsmethode der Schichtzusammensetzung entspricht der, der Ausdringtiefe der AUGER-Elektronen. Diese liegt im Bereich weniger Nanometer.

Die Erstellung dieser Messreihe wurde mit konstanten Einstellungen an der AUGER-Steuereinheit vorgenommen: Spannung an der Elektronenkanone: $U = 3\text{kV}$, Filament: $I \leq 1\text{mA}$, Elektronenvervielfacher: $U = 2,6\text{kV}$.

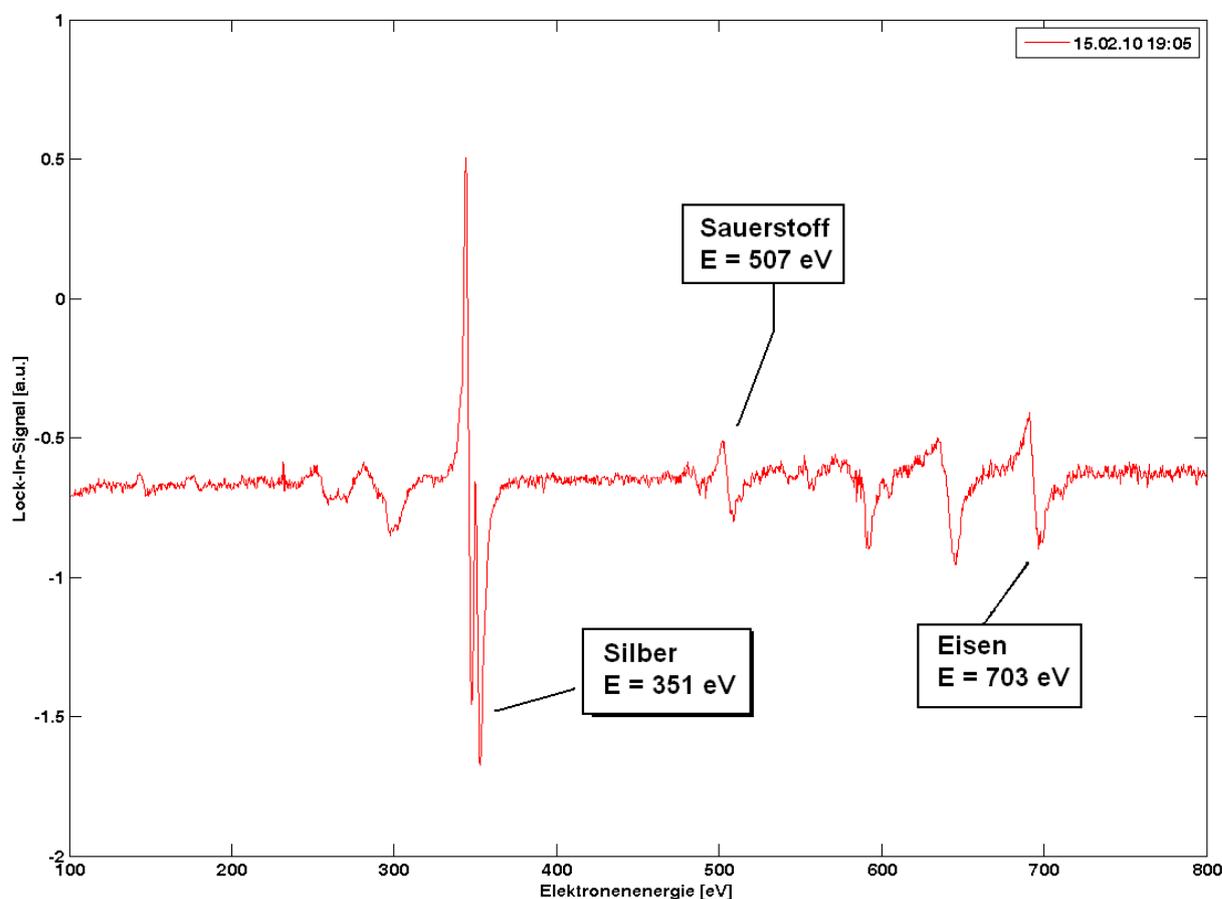


Abbildung 5.4: AUGER-Spektrum bei einem Aufdampfmengenäquivalent von 150Hz

Die AUGER-Spektren bzw. die Rohdaten, die dieser Schichtdickenbetrachtung zugrunde liegen, sind in Abbildung 5.6 gezeigt. Man sieht deutlich ein abnehmendes Silber-Signal bei $E = 351\text{eV}$, während der charakteristische Eisen-Peak bei $E = 703\text{eV}$ dominierend wird. Bei der Auswertung zur Schichtdickenbestimmung bzw. bei der Betrachtung des Intensitätenverhältnisses der AUGER-Peaks wurden deren Intensitäten „per Hand“ ermittelt, um

zu verhindern, dass größere Anteile des in Abbildung 5.6 ersichtlichen und mit zunehmender Eisen-Bedeckung stärker werdenden Rauschens einfließen. Dies könnte (und hat sich durch Testen auch bestätigt) bei bloßer Anwendung eines Min-Max-Such-Algorithmuses der Fall sein.

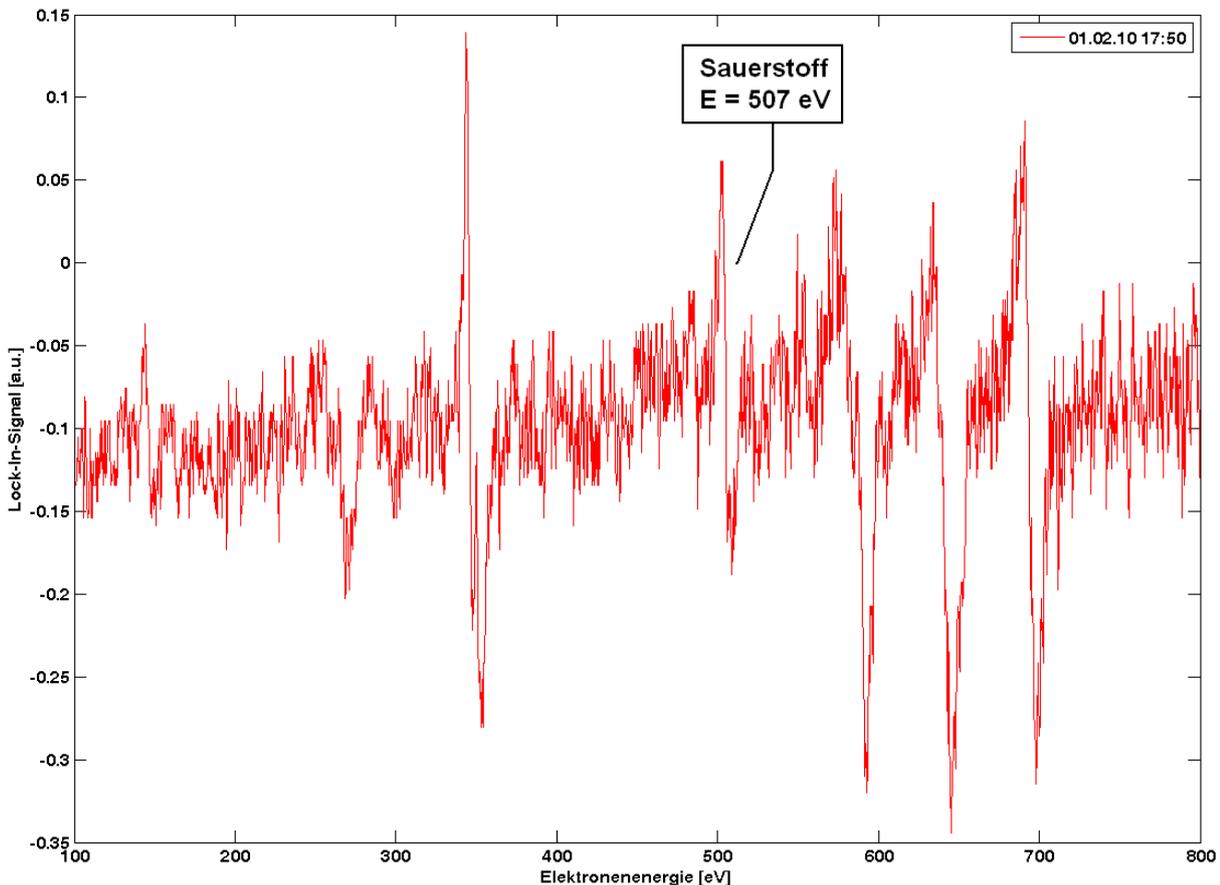


Abbildung 5.5: AUGER-Spektrum bei einem Aufdampfmengenäquivalent von 350Hz

Zu erkennen ist hier auch, dass (gesondert aufgeführt in Abbildung 5.4 und 5.5) ein Sauerstoff-Signal registriert wird. Nach der 150Hz-Messung und nach der 350Hz-Messung wurde aufgrund dieser unerwünschten „Verunreinigung“ (Eisenoxide sollten in dieser Arbeit keine Betrachtung finden) die Probe durch Sputtern und Heizen gereinigt. Man sieht aber, dass bei fortschreitender Aufdampfsequenz erneut Sauerstoff auf der Oberfläche ist (5.6). Da zwischen den einzelnen Beschichtungs- und Messdurchgängen die Kammer nicht belüftet wurde, ist zu vermuten, dass Sauerstoff aus dem Verdampfer kommt und die Eisenpatrone in diesem durch frühere Belüftungsmaßnahmen zum Teil oxidiert ist. Die Oxidschicht auf der Eisenpatrone haben wir bereits im Vorfeld der Beschichtungssequenz durch mehrstündiges Vorwärmen und Verdampfen versucht vom eigentlichen Eisenkern zu desorbieren. Möglich ist, dass dennoch Eisenoxid restantilig mit auf die Probe gelangt ist.

Eine weitere mögliche Quelle des Sauerstoffs kann das in Abbildung 4.1 zu sehene Well-

rohr sein. Bei den Sputter-/Heizzyklen war auffällig, dass sich in der Zwischenzeit von Abpumpen des Wellrohrs und erneutem Befüllen des Rohrs mit Argon-Gas für einen weiteren Sputterdurchgang der Druck in dem Rohr erhöht hat. Dies kann man nur auf von außen durch ein minimales Leck eindringende Atmosphärenluft zurückführen.

5.2 Beschichtungssequenz: Eisen auf Silber(001)

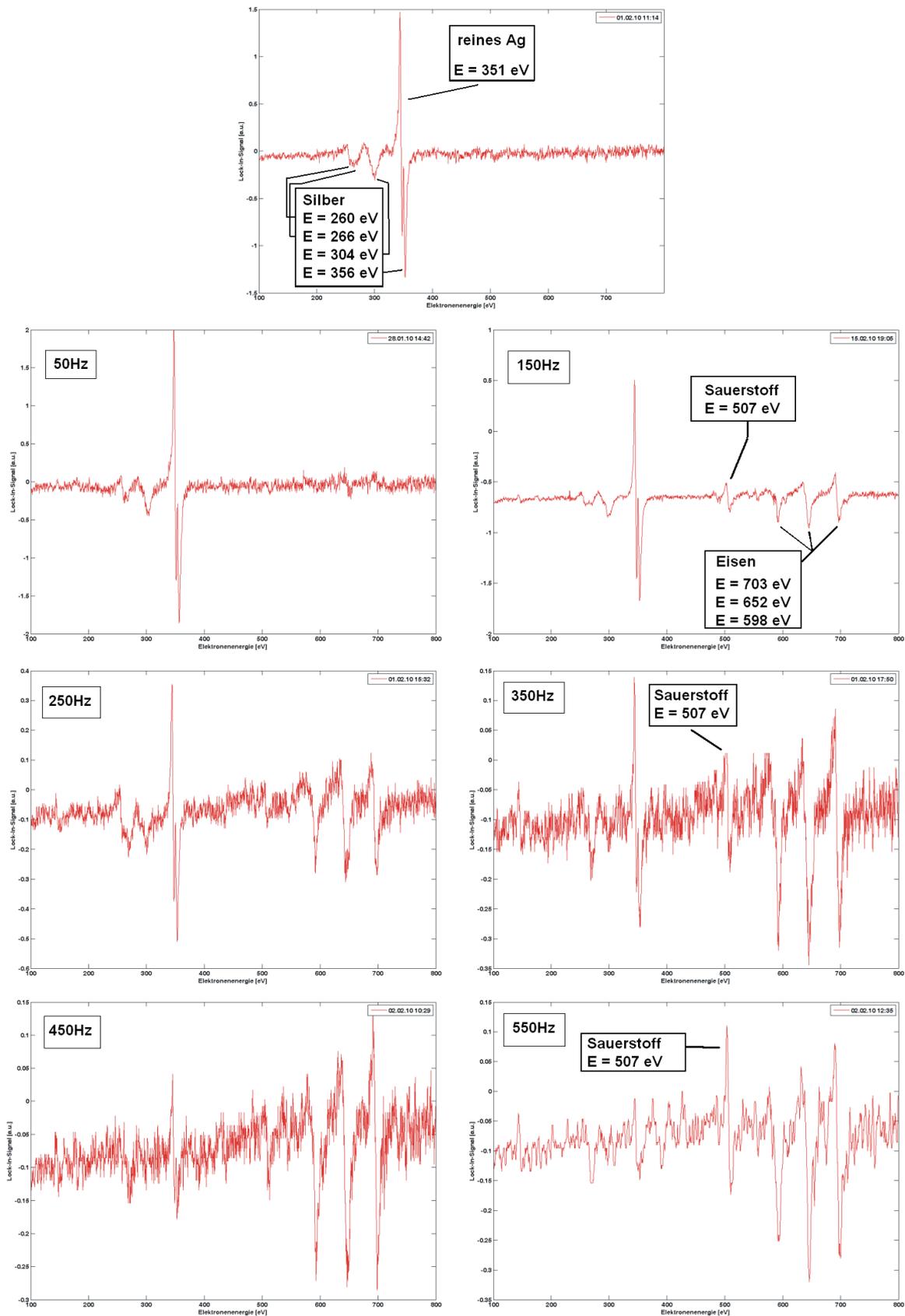


Abbildung 5.6: AUGER-Spektren für verschiedene Fe-Schichtdicken

5.3 Schichtdickenbestimmung aus Augerdaten

Aus dem Verlauf des Konzentrationsverhältnisses lässt sich nach genauerer Betrachtung die Schichtdicke des aufgedampften Eisens bestimmen (Theorie: 2.8). Durch anfitzen der Messpunkte mit einer Regressionskurve wird dazu der Proportionalitätsfaktor C aus $D = C \cdot \Delta f$ bestimmt. Dabei werden zwei Modelle als Extremfälle berücksichtigt: Zum Einen ein geordnetes Lage-für-Lage-Wachstum (Abb. 5.7) und zum Anderen statistisch verteilte Schichten (Abb. 5.8).

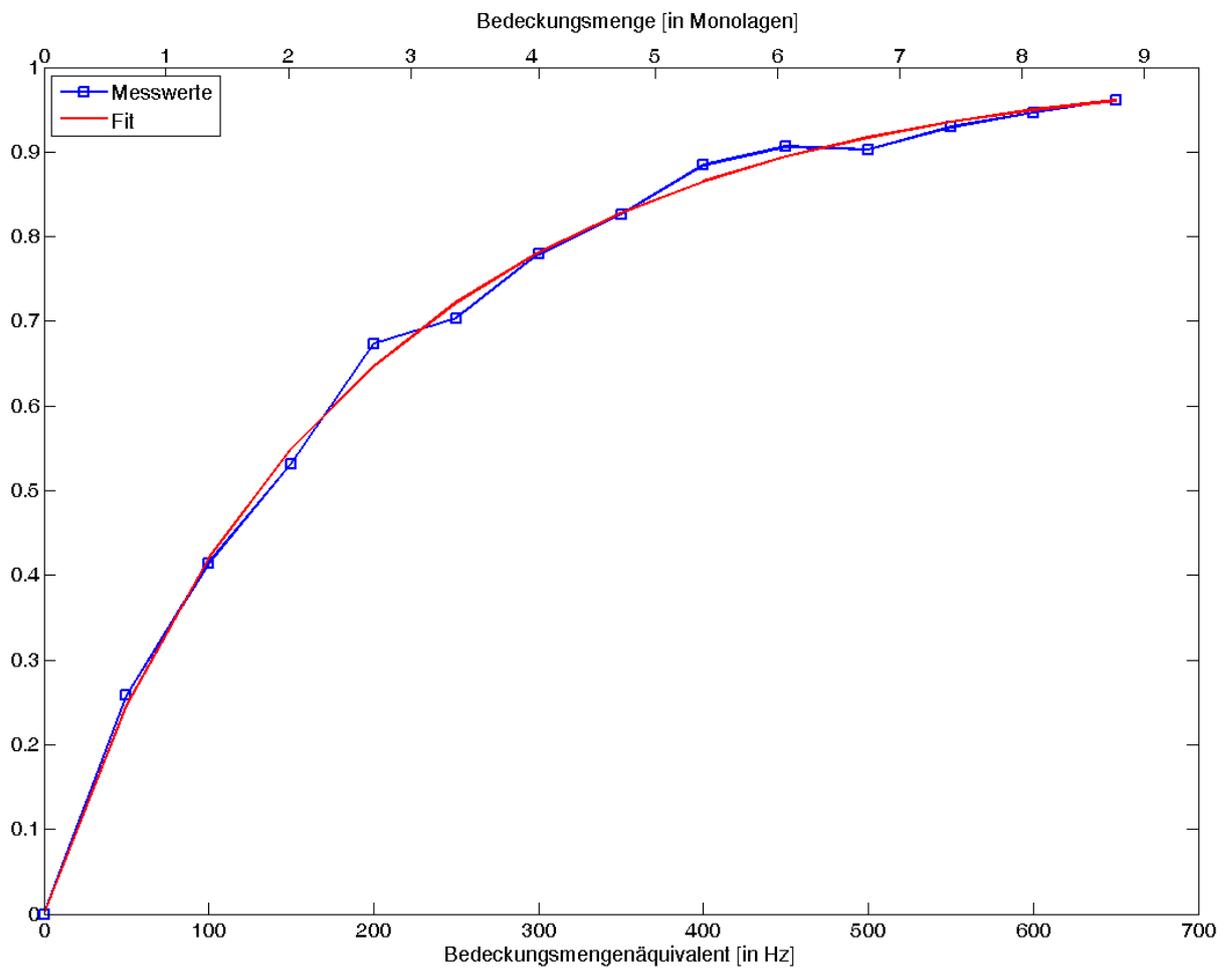


Abbildung 5.7: Regressionskurve des Konzentrationsverhältnisses $\frac{c(\text{Fe})}{c(\text{Fe})+c(\text{Ag})}$ der Oberfläche bei Annahme eines Lage-für-Lage-Wachstums

Ergebnis des Fits:

	Lage-für-Lage-Wachstum	statistisch verteiltes Lagewachstum
C	$0,00386 \frac{\text{nm}}{\text{Hz}}$	$0,00418 \frac{\text{nm}}{\text{Hz}}$
Schichtdicke D bei $f = 650\text{Hz}$	2,509nm	2,717nm
Abweichung		7,66 %

Tabelle 2: Ergebnisse der Regression des Konzentrationsverhältnisses

Wir erhalten mit den Fitparametern eine Schichtdicke D , die sich im Bereich 2,509nm (Lage-für-Lage) $< D_{\text{real}} < 2,717\text{nm}$ (statistisch) bewegt (Bedeckungsgrad: $8,74\text{ML} < \theta < 9,47\text{ML}$). Dies entspricht einer Abweichung zwischen diesen beiden Modellen von ungefähr 8%. In der Realität liegt die tatsächliche Schichtdicke zwischen diesen beiden ermittelten Werten, wobei die Tendenz wahrscheinlich zu einem statistisch verteiltem, anstatt zu einem geordnetem Lage-für-Lage-Wachstum geht. Dieses Phänomen wurde bereits durch STM-Aufnahmen von D. E. Bürgler [12] beobachtet, der sowohl bei Raumtemperatur als auch durch Nachtempern eine würfelförmige und clusterbildende Struktur feststellen konnte. Weitere STM-Untersuchungen von I. Dézsi [13] zeigten eine Korn- bzw. Clustergröße von 0,75nm bis 1,38nm bei einem Bedeckungsgrad von 2ML bis 6ML, was für ein statistisch verteiltes Wachstum bei uns spricht.

Die ermittelten Konstanten C für den linearen Zusammenhang zwischen Aufdampfmenge [in Hz] und tatsächlicher Schichtdicke d sind hier beschränkt auf die experimentelle Anordnung, insbesondere Verdampfer- und Probenposition. Da die Aufdampfrate pro Fläche bzw. Bedeckungsrate mit $\frac{1}{r^2}$ ($r =$ Abstand zwischen Probe und Verdampfer) abnimmt, muss auch C bei variiertem Proben-Verdampfer-Abstand neu untersucht werden.

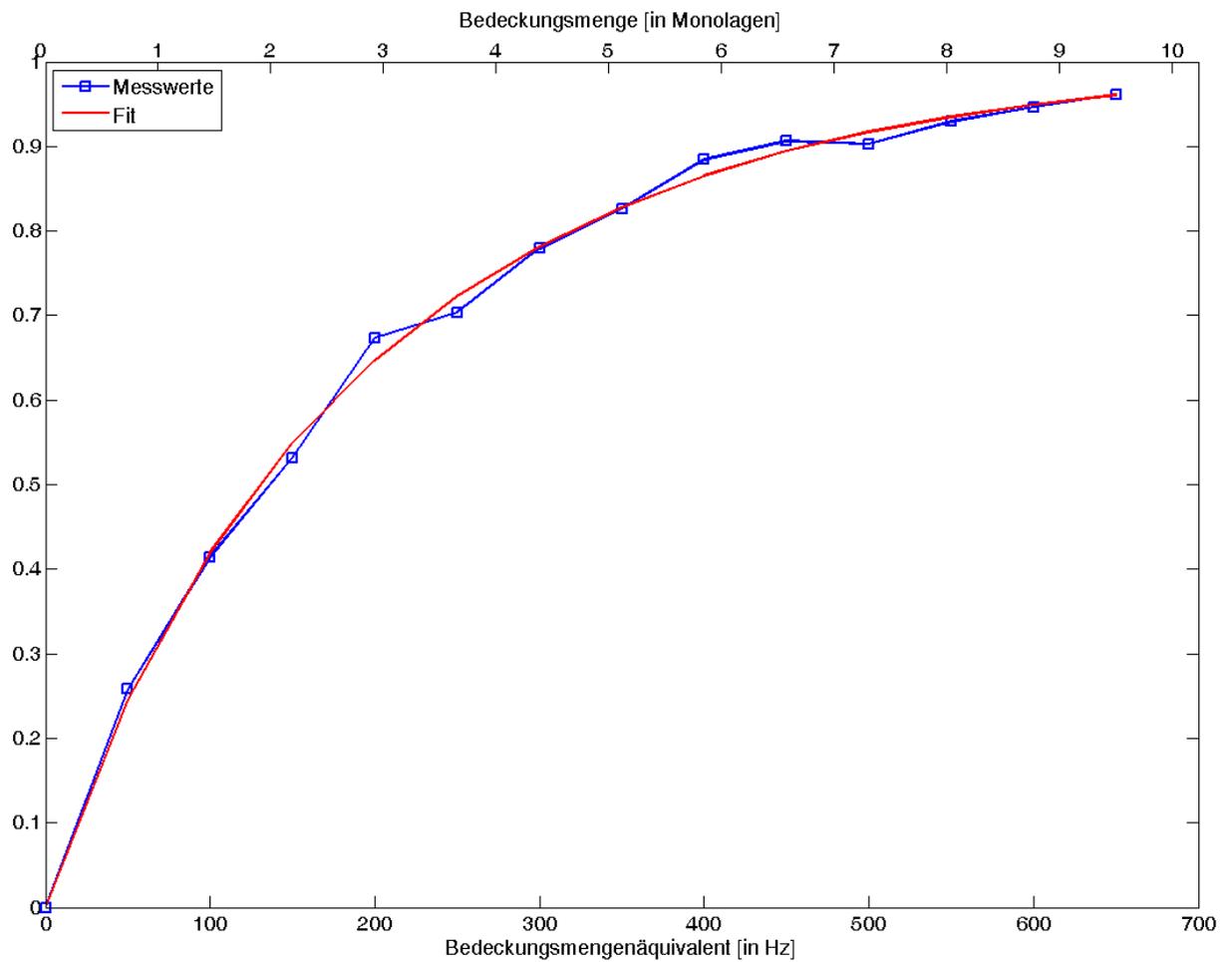


Abbildung 5.8: Regressionskurve des Konzentrationsverhältnisses $\frac{c(\text{Fe})}{c(\text{Fe})+c(\text{Ag})}$ der Oberfläche bei Annahme eines statistischen Lagewachstums

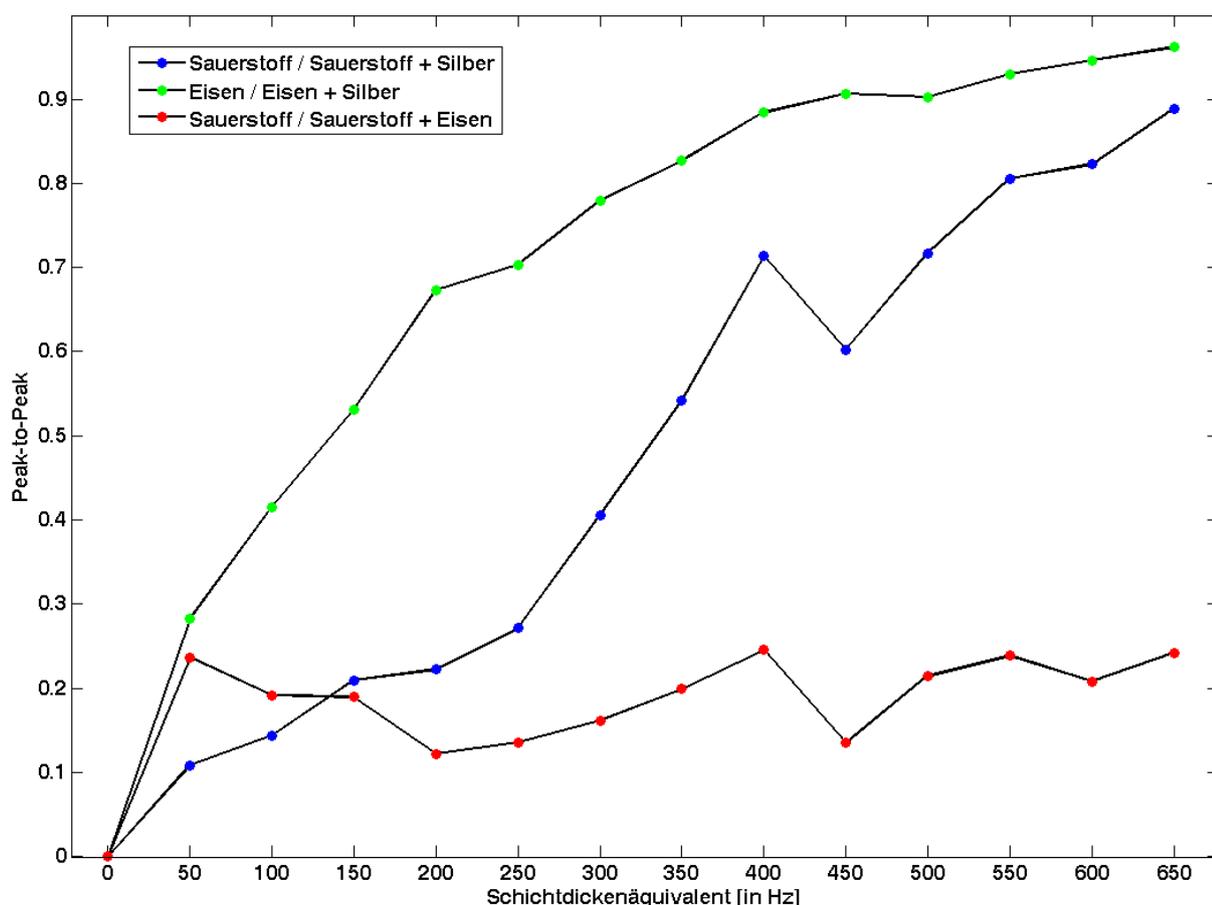


Abbildung 5.9: Konzentrationsverhältnis im Vergleich: $\frac{c(\text{Fe})}{c(\text{Fe})+c(\text{Ag})}$, $\frac{c(\text{O})}{c(\text{O})+c(\text{Ag})}$ und $\frac{c(\text{O})}{c(\text{O})+c(\text{Fe})}$

Um zu verifizieren, dass es sich bei der erzeugten Schicht auch um Eisen und nicht Eisenoxid handelt, sind in Abbildung 5.9 zusätzlich zum Verhältnis $\frac{c(\text{Fe})}{c(\text{Fe})+c(\text{Ag})}$ noch $\frac{c(\text{O})}{c(\text{O})+c(\text{Ag})}$ und $\frac{c(\text{O})}{c(\text{O})+c(\text{Fe})}$ aufgetragen. Ins Auge sticht, dass Sauerstoff auch das Verhältnis $\frac{c(\text{O})}{c(\text{O})+c(\text{Ag})}$ zu dominieren scheint, was aber in erster Linie am abnehmenden Silber-Signal mit zunehmender Eisenbedeckung liegt, als an größeren Mengen von Sauerstoff auf der Oberfläche. Diesen Umstand erkennt man am Verhältnis $\frac{c(\text{O})}{c(\text{O})+c(\text{Fe})}$. Es schwankt um einen Wert von ca. 0,2. Das direkte Verhältnis von $\frac{c(\text{O})}{c(\text{Fe})}$ wäre damit ungefähr 0,25. Für eine stöchiometrische Zusammensetzung eines Eisenoxids wäre dies ein zu geringer Anteil an Sauerstoff, hingegen muss dieser Wert auch als Durchschnitt aller am AUGER-Prozess beteiligter Eisen- und Sauerstoffverbindungen sowie elementarem Eisen und Sauerstoff betrachtet werden. XPS-Untersuchungen wurden zur Verifizierung im Rahmen dieser Bachelorarbeit leider nicht vorgenommen. Lokal können also durchaus Eisenoxide auftreten.

5.4 SPA-LEED-Untersuchungen

Die in diesem Abschnitt untersuchten Beugungsprofile von reinem Silber, $f = 200Hz$ Eisen ($\approx 3ML$), $f = 400Hz$ Eisen ($\approx 6ML$) und $f = 600Hz$ Eisen ($8ML < \theta < 9ML$) werden durchweg mit LORENTZ-Funktionen angefitet, um Aussagen über die Morphologie und Epitaxie treffen zu können. GAUSS-Funktionen liefern eine schlechtere *goodness of fit*, also eine schlechtere Passgenauigkeit. Dieser Umstand spricht für eine erhöhte Wahrscheinlichkeit, dass im Durchschnitt kleine Terrassen vorhanden sind.

Den Fitfunktionen liegt folgende Grundfunktion der Intensität zugrunde:

$$I(k) = I_0 \cdot \frac{\kappa^2}{(k - k_0)^2 + \kappa^2} \quad (5.3)$$

mit dem Betrag des reziproken Wellenvektors k , I_0 als der Maximalintensität des Peaks, κ als der Halbwertsbreite der Profile und k_0 ist die Position des Peaks

Das in dieser Arbeit verwendete ReflexFit-Analyse Tool arbeitet wahlweise mit GAUSS- oder LORENTZ-Funktionen. Für die durchgeführten H(S)-Analysen bringen LORENTZ-Funktionen für sich allein genommen zufriedenstellende Ergebnisse. In der Realität handelt es sich bei den Fits dieser Profile um Voigt-Funktionen, die eine Faltung aus GAUSS- und LORENTZ-Anteil sind. Die instrumentelle Verbreiterung sorgt für einen GAUSS-Anteil von ca. 0,5 %BZ. Der Vollständigkeit halber sind die auf diese Weise aufgeschlüsselten Halbwertsbreiten (GaussianFWHM, LorentzianFWHM) bei den Profil-Analysen auszugsweise angegeben.

Aus den oszillierenden Halbwertsbreiten $\Delta K_{\parallel, \text{Gesamt}}$ der H(S)-Analyse lassen sich anhand der Fitfunktion folgende Parameter bestimmen: Lagenabstand: d , Mosaikwinkelvarianz: $\Delta\vartheta$, mittlere Terrassenbreite $\bar{\Gamma}$ und instrumentelle Verbreiterung i .

Die Fitfunktion der H(S)-Analyse mit den freien Parametern d , $\Delta\vartheta$, $\bar{\Gamma}$ und i ist:

$$\Delta K_{\parallel, \text{Gesamt}} = 100\%BZ \left[\frac{1}{\pi} \cdot \frac{1 - \cos(2\pi \cdot S)}{\bar{\Gamma}} + \sqrt{2} \cdot \Delta\vartheta \cdot S + i \right] \quad (5.4)$$

Die Schichtdicke d steckt in der Beziehung zwischen der materialspezifischen Streuphase und dem Wellenvektor \vec{k} , für den (00)-Reflex gilt $|\vec{Q}| = 2 \cdot k_{\perp}$:

$$S = \frac{k_{\perp} \cdot d}{\pi} \quad (5.5)$$

Die oszillierende H(S)-Kurve allerdings lässt sich besser anpassen, wenn nicht von einer instrumentellen Verbreiterung von 0,5 %BZ ausgegangen wird. Dies kann unterschiedliche Gründe haben, die sich aber zum Teil gegenseitig bedingen. Auf der einen Seite kam es wegen recht hohem und nicht behebbarem Grundrauschens zu Messungenauigkeiten (Spannungsversorgung des Vorverstärkers überlagert das Messsignal mit Pulsen oder lässt das Signal ganz zusammenbrechen; das Verbindungs coaxialkabel vom Channeltron zur Elektronik scheint statische Aufladungs-Effekte auf die geringen Detektionsströme zu haben), was sich entsprechend als Fehler auf die Reflexanalysen überträgt. Auf der

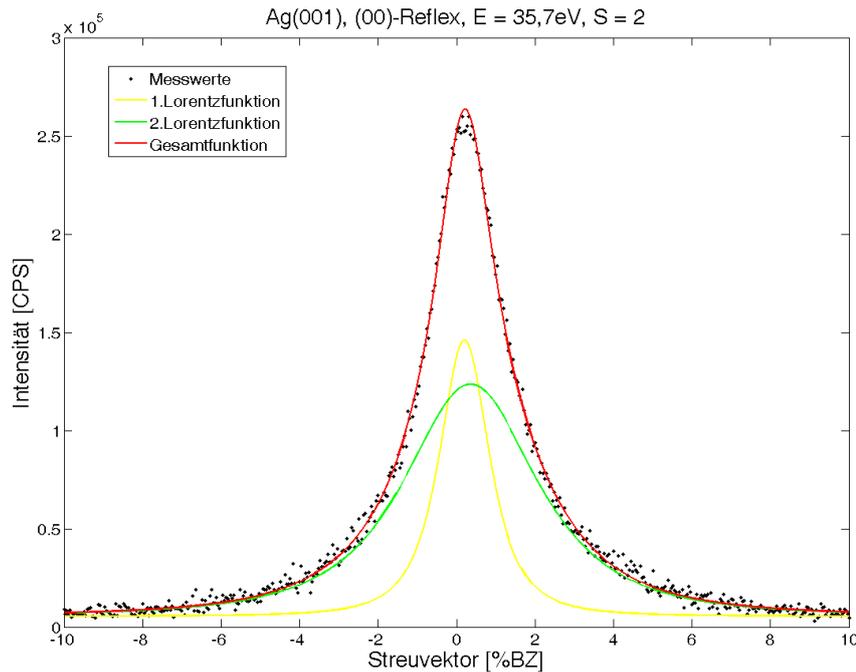


Abbildung 5.10: Reflex-Profil des (00)-Reflexes des reinen Silber-Kristalls bei $E = 35,7\text{eV}$, $S = 2$, $\text{FWHM} = 1,536\text{ \%BZ}$, $\text{GaussianFWHM} = 0,500\text{ \%BZ}$, $\text{LorentzianFWHM} = 1,362\text{ \%BZ}$

anderen Seite kann die tatsächliche instrumentelle Verbreiterung durch Alterungserscheinungen der SPA-LEED-Optik einen erhöhten Wert angenommen haben. Das Channeltron des SPA-LEEDs wird mit $U = 4\text{kV}$ betrieben, um am Ratemeter für ausreichende Detektionssignale zu sorgen. Üblich sind weit geringere Werte um $U = 2\text{kV}$.

Eine Möglichkeit, die diesen Offset in den Halbwertsbreiten nicht an der instrumentellen Verbreiterung festmacht, sind Punktdefekte des Substrats. Sie sind Abweichungen der ansonsten homogenen Gitterstruktur, im Allgemeinen Gitterfehler (Leerstellen, Zwischengitteratome, Versetzungen). Die möglichen technischen Verbreiterungseffekte vermengen sich hier mit denen des Kristallgitters.

5.4.1 Substrat: Silber(001)

Die Halbwertsbreiten des Spitzenprofils 5.10 werden über die Streuphase aufgetragen 5.11. Aus dem Ergebnis kann sowohl der Lagenabstand und die mittlere Terrassenbreite als auch die Mosaikwinkelvarianz bestimmt werden.

Die $H(S)$ -Analyse in Abbildung 5.11 wurde am (00)-Reflex bei einem Energieintervall von $35,8\text{eV} < E < 223,7\text{eV}$ vorgenommen und ergab folgende Ergebnisse:

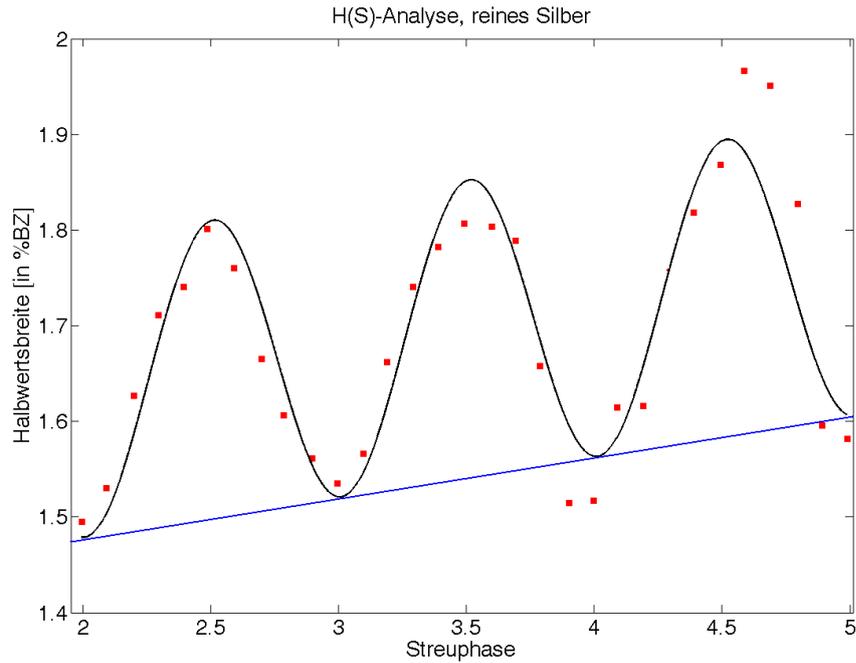


Abbildung 5.11: H(S)-Analyse für das reine Silber-Substrat. Aufgetragen ist die Halbwertsbreite des (00)-Reflexes gegen die Streuphase.

$$d = 2,04 \cdot 10^{-10} \text{ m} \quad (5.6)$$

$$\bar{\Gamma} = 205 \cdot 10^{-10} \text{ m} \quad (5.7)$$

$$\Delta\vartheta = 0,02^\circ \quad (5.8)$$

$$i = 1,39 \text{ \%BZ} \quad (5.9)$$

mit d = Lagenabstand, $\bar{\Gamma}$ = mittlere Terrassenbreite, $\Delta\vartheta$ = Mosaikwinkelvarianz, i = instrumentelle Verbreiterung

Die instrumentelle Verbreiterung i ergibt sich im Graphen 5.11 aus dem y-Achsenabschnitt der linearen Steigung (Mosaikwinkelvarianz $\Delta\vartheta$) der Halbwertsbreiten.

Der Lagenabstand des fcc-Kristalls Silber beträgt $2,045 \text{ \AA}$. Die Abweichung zwischen Messung und Literaturwert beträgt $\Delta d = 0,35\% \cdot d_{\text{Literatur}}$. Sie ist erstaunlich gering in Anbetracht der angesprochenen Fehlerquellen und der Maximalabweichung zwischen den aufgetragenen Werten für H(S) und der Regression. Die Mosaikwinkelvarianz ohne Vorzugsrichtung ist mit $\Delta\vartheta = 0,02^\circ$ so gering, dass man im Rahmen der Messgenauigkeit von einer glatten, mosaikfreien Oberfläche sprechen kann. Die mittlere Terrassenlänge $\bar{\Gamma}$ ist eine bezeichnende Größe für das System Eisen auf Silber(001). Sie ist mit $\bar{\Gamma} = 205 \text{ \AA}$ relativ groß und wird durch das aufgedampfte Eisen maßgeblich verringert, so dass

hieran ein keimbildender Charakter des Wachstums von Eisen auf Silber(001) deutlich wird [12] (siehe Abschnitt 5.4.3). Für diesen Fit kommt eine instrumentelle Verbreiterung von $i = 1,39$ %BZ heraus. Eine Abweichung um $\Delta i = 0,89$ %BZ zum angenommenen Wert der SPA-LEED-Optik.

5.4.2 Bedeckung: $\theta \approx 3\text{ML}$, Aufdampffrequenz: $f = 200\text{Hz}$

Die 200Hz-Eisenschicht wurde in einem Schritt aufgebracht und ähnlich wie in Abschnitt 5.5 beschrieben getempert, um aus dem anfangs amorphen Film (Abb. 5.12) eine kristalline Struktur zu schaffen. Der Umgebungsdruck war hierbei $p = 5 \cdot 10^{-9}\text{mbar}$ und die Verdampfungsdauer betrug ca. $t = 15$ min.

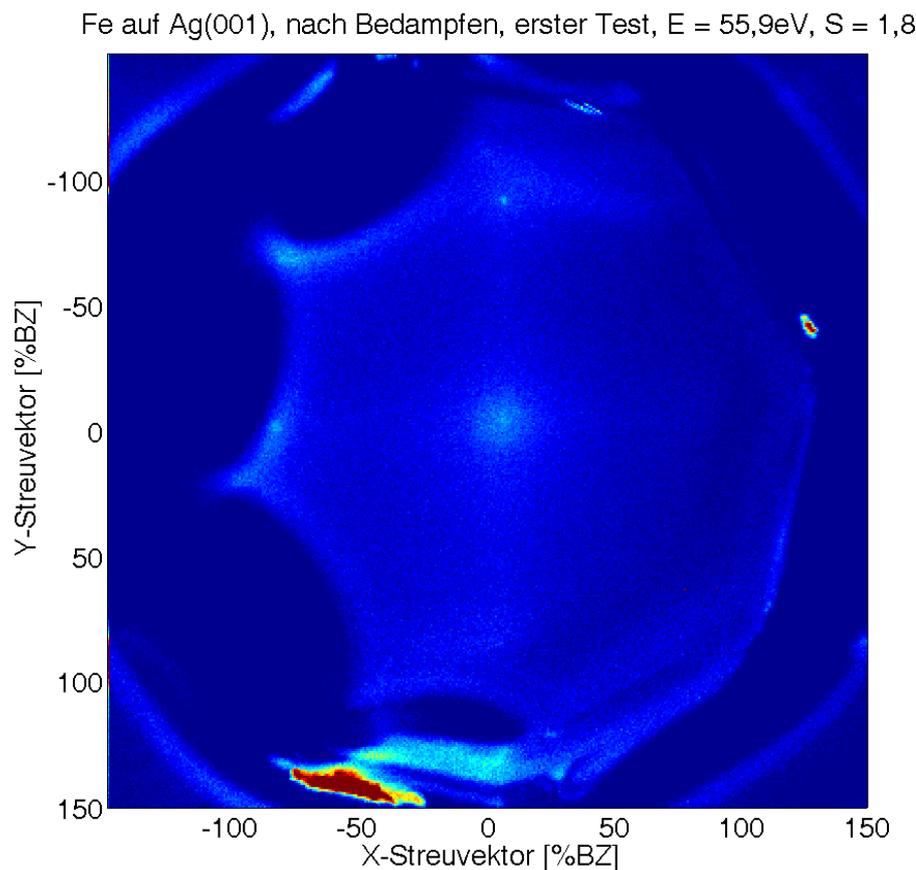


Abbildung 5.12: 2D-SPA-LEED-Scan des amorphen Eisenfilms mit einer Bedeckung von $\theta \approx 3\text{ML}$ direkt nach dem Aufdampfen. $E = 55,9\text{eV}$, $S = 1,8$

Nach dem Heizen der Probe für eine Dauer von $t = 45\text{min.}$ wurde erneut ein 2D-SPA-LEED-Scan aufgenommen: Abbildung 5.13. Auch wenn die Beugungsreflexe schärfer definiert sein könnten, so erkennt man doch deutlich den Erfolg durch das Tempern. Aufgrund der von außen zugeführten thermischen Energie als Aktivierungsenergie für die Rekonstruktion hin zu einer kristallinen Gitterstruktur sieht man in Abbildung 5.13 das

Beugungsbild der 3ML-Eisenschicht.

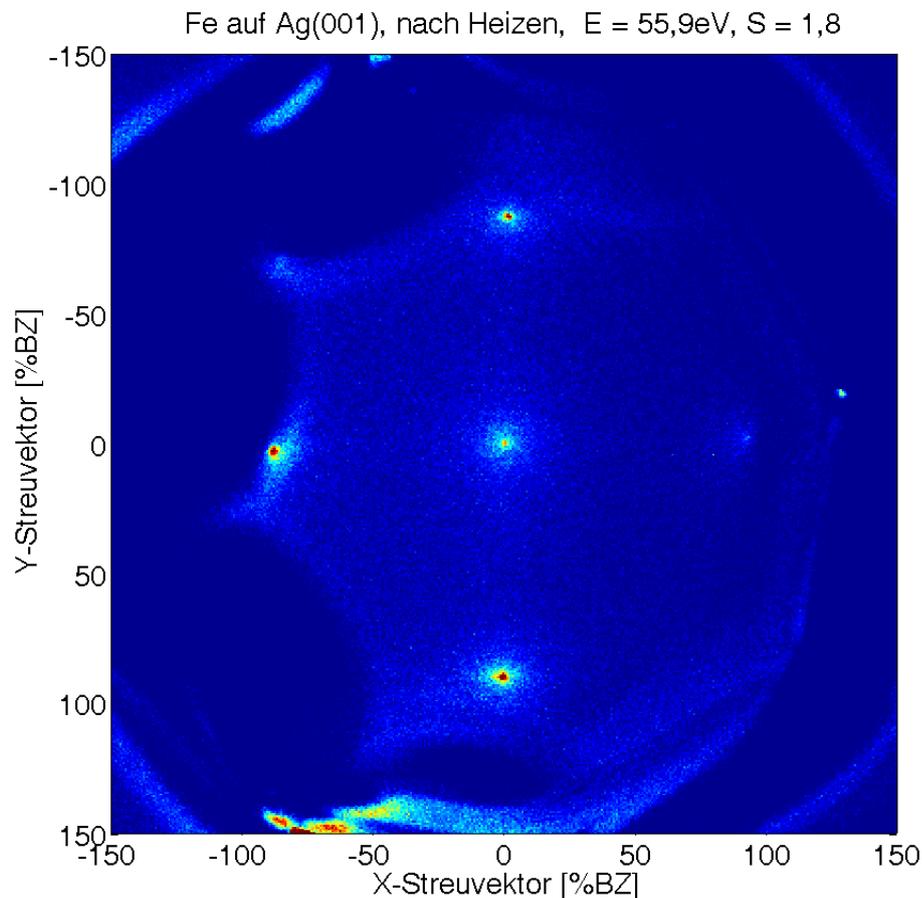


Abbildung 5.13: 2D-SPA-LEED-Scan des Eisenfilms mit einer Bedeckung von $\theta \approx 3\text{ML}$ nach dem Heizen über eine Dauer von $t = 45\text{min}$. $E = 55,9\text{eV}$, $S = 1,8$

Auffällig ist, dass die VOIGT-Funktion, die mit dem Programm „fityk“ ins Profil gelegt wird, eine ähnlich größere instrumentelle Verbreiterung im GAUSS-Anteil $i \approx 1\text{ %BZ}$ liefert wie der H(S)-Fit, falls man diesen Parameter frei lässt anstatt auf $i = 0,5\text{ %BZ}$ festzuhalten. Allerdings muss auch berücksichtigt werden, dass versucht wird, alle Profile mit nur zwei Funktionen anzufitten. Je mehr Funktionen man hinzunähme, umso passgenauer wird der Fit und desto geringer fallen Kompensationsanteile des Parameters i pro Funktion aus.

Die H(S)-Analyse in Abbildung 5.22 wurde am (00)-Reflex bei einem Energieintervall von $35,8\text{eV} < E < 223,7\text{eV}$ aufgenommen. Ab der 3. Streuphase ($E = 165,4\text{eV}$) jedoch waren die Beugungsbilder so diffus, dass sie nicht mehr verwertbar waren. Deshalb fehlt dieses Intervall in der H(S)-Analyse 5.22.

Hieraus erhält man folgende Ergebnisse:

$$d = 1,47 \cdot 10^{-10} \text{ m} \quad (5.10)$$

$$\bar{\Gamma} = 89,1 \cdot 10^{-10} \text{ m} \quad (5.11)$$

$$\Delta\vartheta = 0,09^\circ \quad (5.12)$$

$$i = 1,36 \text{ \%BZ} \quad (5.13)$$

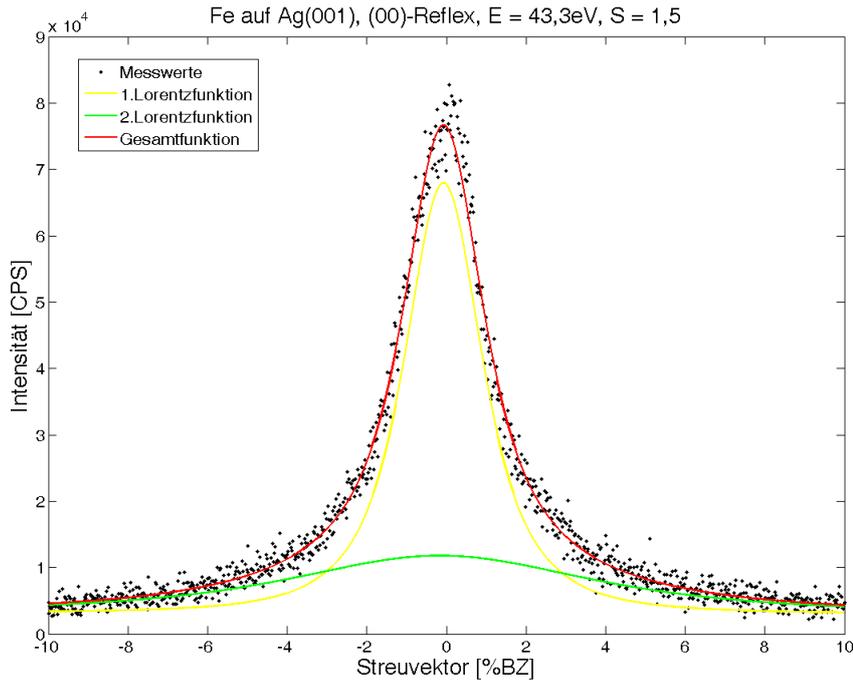


Abbildung 5.14: Reflex-Profil des (00)-Reflexes bei einer Eisen-Bedeckung von $\theta \approx 3\text{ML}$. $E = 43,3\text{eV}$, $S = 1,5$, $\text{FWHM} = 2,569 \text{ \%BZ}$, $\text{GaussianFWHM} = 0,500 \text{ \%BZ}$, $\text{LorentzianFWHM} = 2,465 \text{ \%BZ}$

Der Literaturwert für den Lagenabstand des bcc-Kristalls Eisen beträgt $d = 1,435\text{\AA}$. Der hier ermittelte Wert weicht um 2,4% davon ab. Die mittlere Terrassenbreite $\bar{\Gamma}$ hat sich bereits mehr als halbiert im Vergleich zur reinen Silber-Oberfläche. Dies spricht für das clusterbildende Verhalten des Eisenfilms [13] contra abgeschlossene Lagen mit größeren Terrassen bei der Silber-Oberfläche. Die Mosaikwinkelvarianz $\Delta\vartheta$ hat sich ungefähr vervierfacht in Bezug zum reinen Silber-Substrat, bleibt aber auf niedrigem Niveau. Die mitgefittete instrumentelle Verbreiterung i wird hier fast identisch berechnet wie zuvor beim Silber (Abweichung: $\Delta i = 2,2\% \cdot i_{\text{Silber}}$).

5.4.3 Bedeckung: $\theta \approx 6\text{ML}$, Aufdampffrequenz: $f = 400\text{Hz}$

Das Szenario zur Erstellung der 400Hz-Eisenschicht ist dasselbe wie bei der vorangegangenen Messung zur 200Hz-Eisenschicht ($\theta \approx 3\text{ML}$). Auch hier musste der anfangs amorphe Film durch Heizen in eine kristalline Struktur gebracht werden. Hinzu kommt

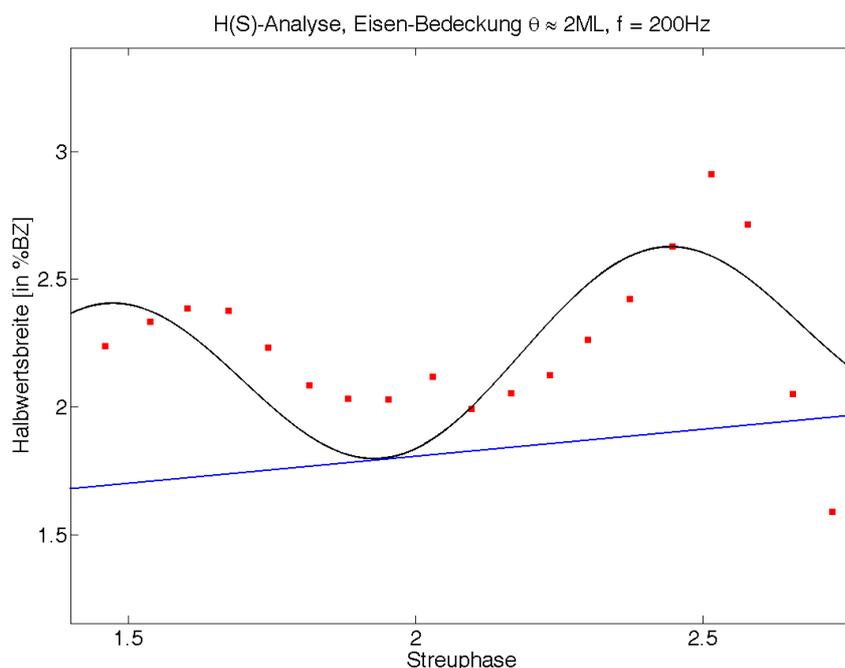


Abbildung 5.15: H(S)-Analyse für eine Eisen-Bedeckung von $\theta \approx 3\text{ML}$. Aufgetragen ist die Halbwertsbreite des (00)-Reflexes gegen die Streuphase.

bei den 400Hz- und 600Hz-Eisenschichten nach dem Tempern die Ausbildung einer $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Überstruktur. Diese wird in Abschnitt 5.6 gesondert behandelt. Ein 2D-Beugungsbild der 6ML-Eisenschicht nach dem Heizen bei $E = 80,5\text{eV}$ und $S = 2,1$ ist in Abbildung 5.16 gezeigt.

Für die H(S)-Analyse der Eisenschicht mit einer Bedeckung von $\theta \approx 6\text{ML}$ wird die diffuse Schulter angefitet. Die instrumentelle Verbreiterung ist bei diesem Fit auf 0,5 %BZ festgehalten, da die Interpolation ansonsten negative Werte für i liefern würde, diese untere Schranke aber durch die SPA-LEED-Optik gegeben ist.

Aus dem Fit ergeben sich folgende Parameter:

$$d = 1,37 \cdot 10^{-10}\text{m} \quad (5.14)$$

$$\bar{\Gamma} = 20,6 \cdot 10^{-10}\text{m} \quad (5.15)$$

$$\Delta\vartheta = 1,12^\circ \quad (5.16)$$

$$i = 0,5\% \text{BZ} \quad (5.17)$$

Die ermittelte Schichtdicke weicht hier stärker vom Literaturwert ab, als bei der 200Hz-Bedeckung (Abweichung $\Delta d = 4,5\% \cdot d_{\text{Literatur}}$). Drastischer Veränderung unterliegen die mittlere Terrassenbreite $\bar{\Gamma}$ und die Mosaikwinkelvarianz $\Delta\vartheta$. $\bar{\Gamma}$ ist nur noch rund $\frac{1}{10}$ so groß wie die Terrassenbreite des Ag(001)-Substrats. Die von Dézsi [13] als *island size* oder *grain size* mit dem STM untersuchten Terrassenbreiten für Eisen auf Silber(001)

haben dieselbe Größenordnung. Für eine 6ML-dicke Eisenschicht ergaben die Messungen dort $\bar{\Gamma} = 1,39\text{nm}$. Die Mosaikwinkelvarianz $\Delta\vartheta$ hat sich ungefähr verzehnfacht zum 3ML-Eisenfilm und ist nun nicht mehr vernachlässigbar. Bei Clustern bzw. Würfeln von maximal $h = 1,7\text{nm}$ Höhe (6ML-Fe) und einer mittleren Terrassenbreite von $\bar{\Gamma} = 2,1\text{nm}$ lassen sich die Mosaikwinkel als Verkippungen der Cluster zueinander erklären. Ihr Verlauf wäre dann entlang der Stufenkanten denkbar (Abbildung 5.30) und ihr Vorkommen wäre stochastisch mit der Lage und Anzahl der Cluster verteilt, was wiederum die Varianz der Mosaikwinkel ausmacht. Der Parameter i der instrumentellen Verbreiterung ergibt bei diesem Fit negative Werte, weshalb er bei 0,5 %BZ festgehalten wird. Zusammenhängen könnte dieser Effekt mit einer stark zurückgegangenen Punktdefektdichte im Bereich der bei der Beugung beteiligten Schichten durch die angewachsene Eisenbedeckung.

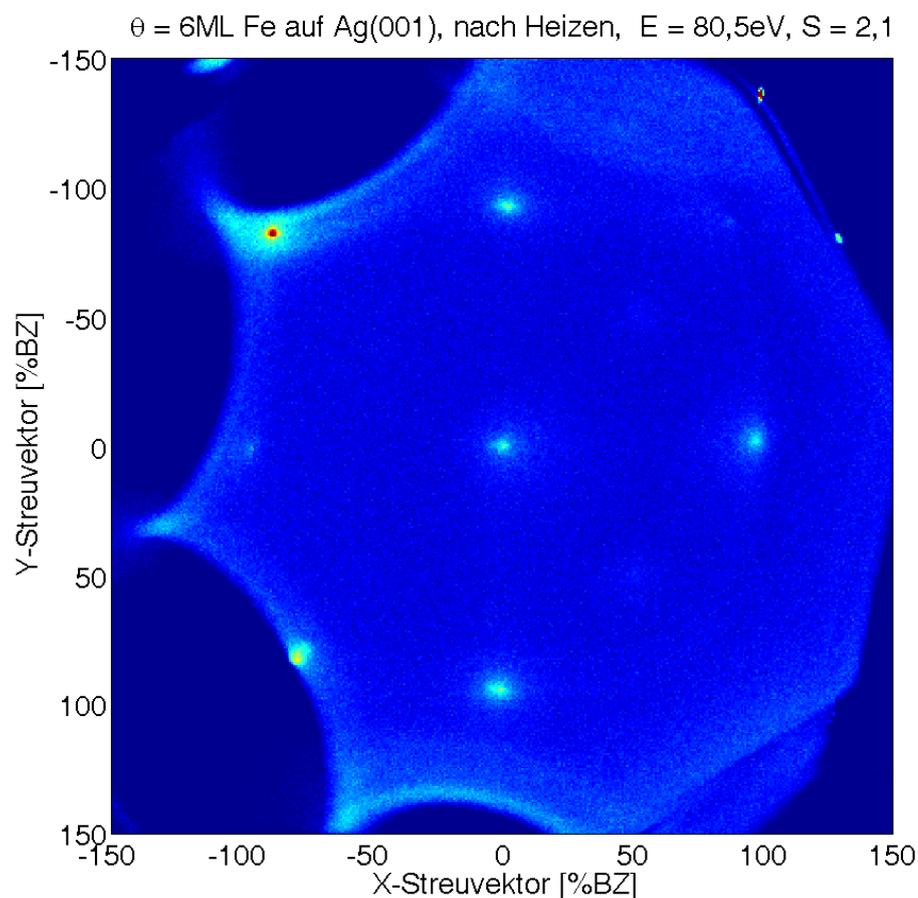


Abbildung 5.16: 2D-SPA-LEED-Scan des Eisenfilms mit einer Bedeckung von $\theta \approx 6\text{ML}$ nach dem Heizen über eine Dauer von $t = 45\text{min}$. $E = 80,5\text{eV}$, $S = 2,1$

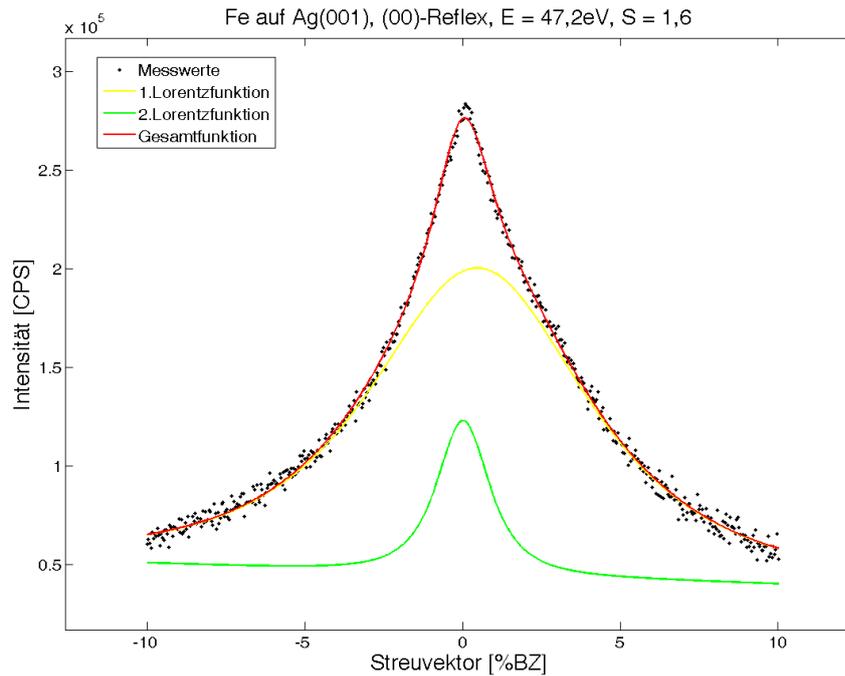


Abbildung 5.17: Reflex-Profil des (00)-Reflexes bei einer Eisen-Bedeckung von $\theta \approx 6\text{ML}$. $E = 47,3\text{eV}$, $S = 1,6$, $\text{FWHM} = 7,834\text{ \%BZ}$, $\text{GaussianFWHM} = 0,500\text{ \%BZ}$, $\text{LorentzianFWHM} = 7,799\text{ \%BZ}$

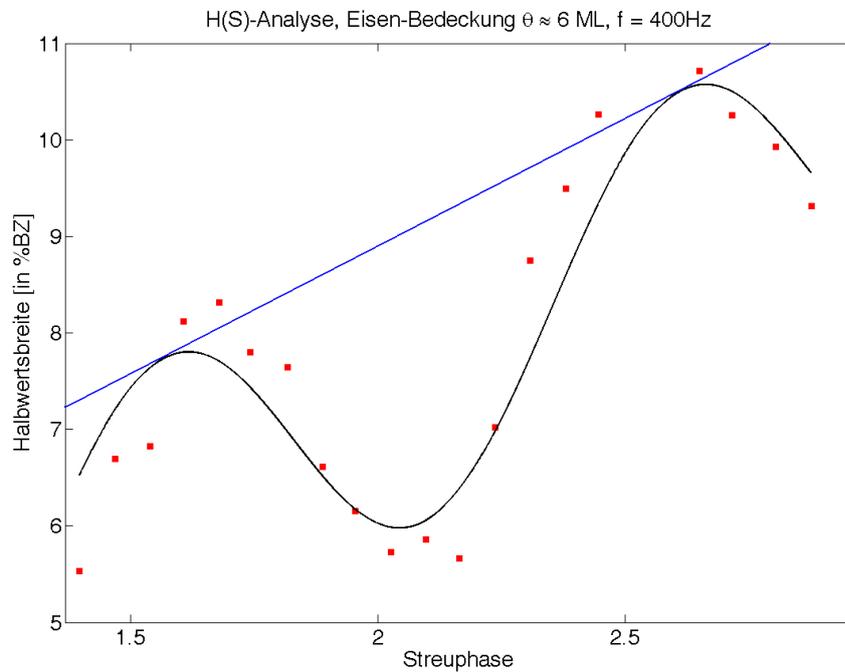


Abbildung 5.18: H(S)-Analyse für eine Eisen-Bedeckung von $\theta \approx 6\text{ML}$. Aufgetragen ist die Halbwertsbreite der diffusen Schulter des (00)-Reflexes gegen die Streuphase.

5.4.4 Bedeckung: $8\text{ML} < \theta < 9\text{ML}$, Aufdampffrequenz: $f = 600\text{Hz}$

Ähnlich wie zuvor beim Bedampfen der $f = 400\text{Hz}$ -Eisenschicht, war der Eisenfilm bei dieser Messreihe anfangs amorph (SPA-LEED-2D-Scan: 5.19) und musste nachgetempert werden (Dokumentation: Abschnitt 5.26). Dabei bildete sich auch hier eine $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Überstruktur (siehe Abschnitt). Ein 2D-SPA-LEED-Scan nach der 45-minütigen Heizreihe bei $T = 250^\circ\text{C}$ ist in Abbildung 5.20 angefügt.

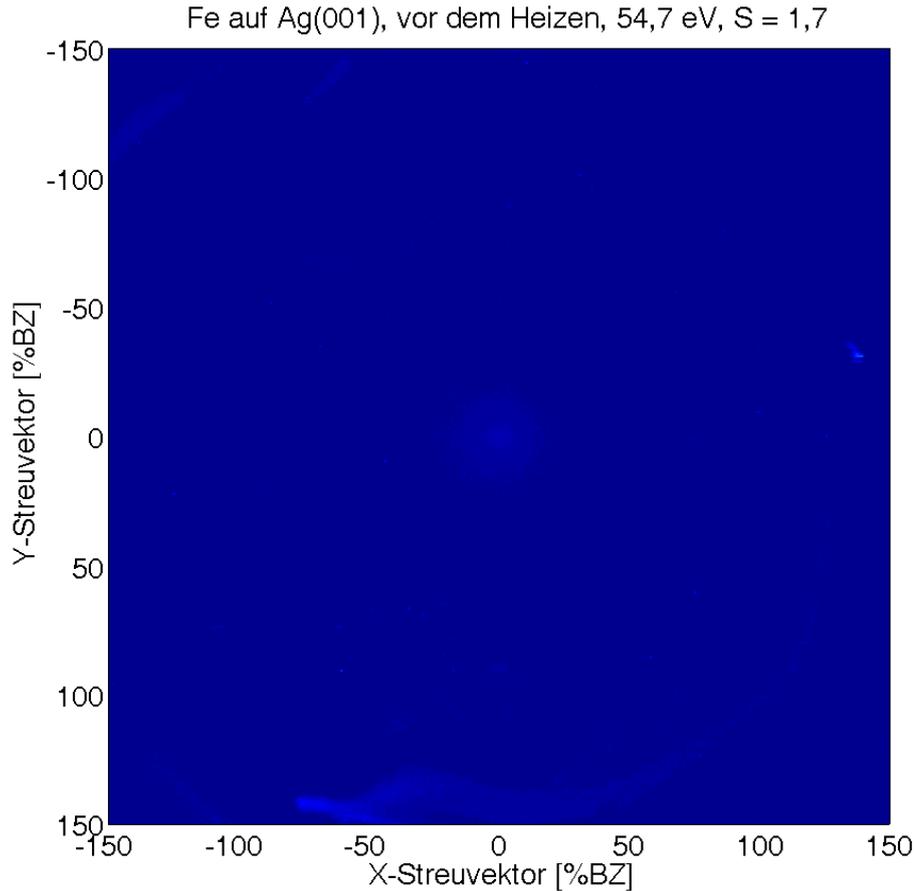


Abbildung 5.19: 2D-SPA-LEED-Scan des amorphen Eisenfilms mit einer Bedeckung von $\theta \approx 9\text{ML}$ direkt nach dem Aufdampfen. $E = 54,7\text{eV}$, $S = 1,7$

Aus dem Fit ergeben sich folgende Parameter:

$$d = 1,40 \cdot 10^{-10}\text{m} \quad (5.18)$$

$$\bar{\Gamma} = 19,6 \cdot 10^{-10}\text{m} \quad (5.19)$$

$$\Delta\vartheta = 1,09^\circ \quad (5.20)$$

$$i = 0,5\% \text{BZ} \quad (5.21)$$

Die bei dieser Bedeckung bestimmte Gitterkonstante weicht um $\Delta d = 2,4\% \cdot d_{\text{Literatur}}$ vom Literaturwert ab. Die mittlere Terrassenbreite $\bar{\Gamma}$ sowie die Mosaikwinkelvarianz $\Delta\vartheta$ erge-

ben im Vergleich zur 6ML-Eisenschicht und im Rahmen einer Fittoleranz unter Berücksichtigung von Messfehlern diesselben Werte. Es sind also auch hier Mosaike vorhanden, die zusammen mit der geringen mittleren Terrassenbreite aus einer „Würfelförmigkeit“ des Wachstumsverhaltens des Eisensfilms herrührt.

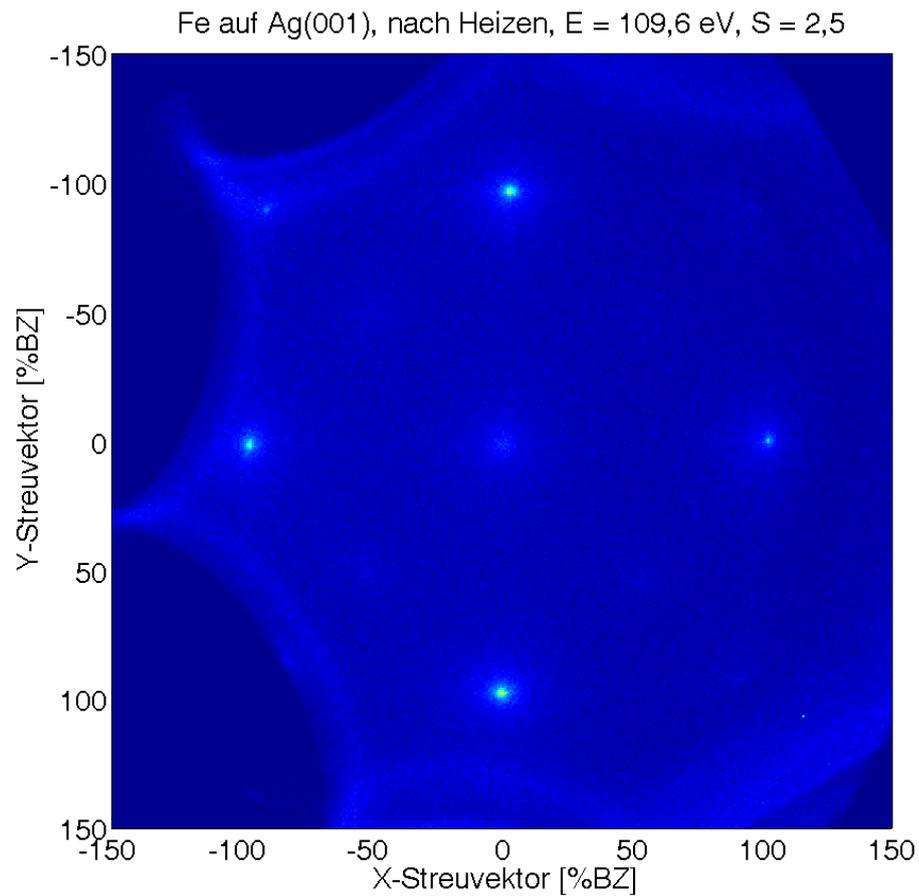


Abbildung 5.20: 2D-SPA-LEED-Scan des Eisenfilms mit einer Bedeckung von $\theta \approx 9\text{ML}$ nach dem Heizen über eine Dauer von $t = 45\text{min}$. $E = 109,6\text{eV}$, $S = 2,5$

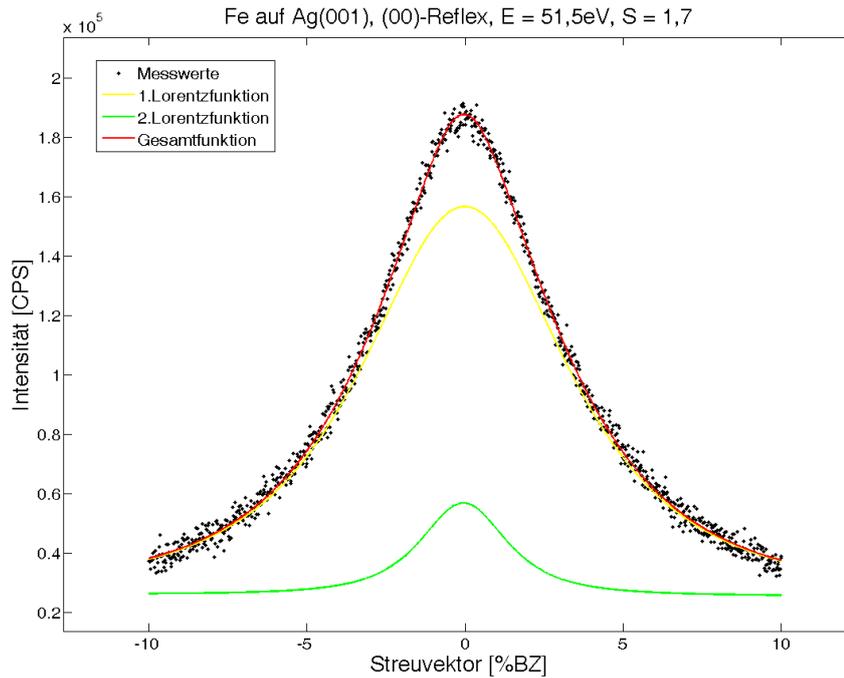


Abbildung 5.21: Reflex-Profil des (00)-Reflexes bei einer Eisen-Bedeckung von $\theta \approx 9\text{ML}$. $E = 51,5\text{eV}$, $S = 1,7$, FWHM = $7,668\text{ \%BZ}$, GaussianFWHM = $0,500\text{ \%BZ}$, LorentzianFWHM = $7,633\text{ \%BZ}$

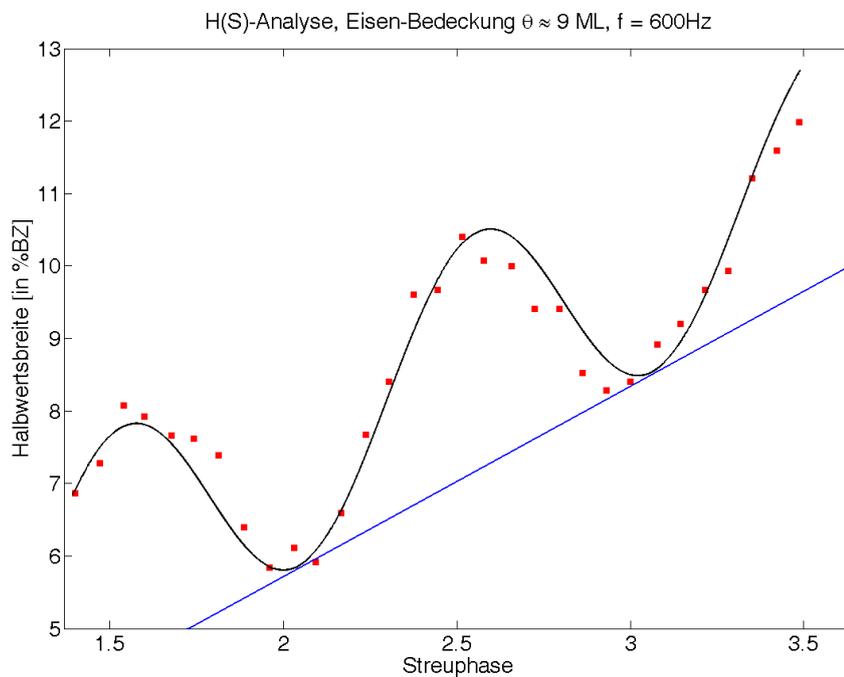


Abbildung 5.22: H(S)-Analyse für eine Eisen-Bedeckung von $\theta \approx 9\text{ML}$. Aufgetragen ist die Halbwertsbreite der diffusen Schulter des (00)-Reflexes gegen die Streuphase.

5.5 Heizreihe

5.5.1 Bedeckung: $\theta \approx 3\text{ML}$

In diesem Abschnitt sind die unternommenen und dokumentierten Heizreihen angeführt, die in Reaktion auf den nicht kristallinen Eisenfilm nach Bedampfen unternommen wurden. Der SPA-LEED-Scan lief parallel, während die Probe auf $T = 250^\circ \text{C}$ für $t = 45\text{min.}$ erwärmt wurde. Aufgenommen wurde ein Scanbereich von $300\% \text{BZ}$. Die Auflösung bei diesem Scan über den großen Bereich ist daher betrachtet für kleine $\Delta\% \text{BZ}$ zu schlecht, um die Spitze des Peaks, wie sonst in dieser Arbeit über $10\% \text{BZ}$ angewandt, auszumessen. Daher kommt es hier generell zu größeren Werten für die Halbwertsbreite der Reflexe. Die Tendenz und der kristallisierende Effekt sind hier aber gut erkennbar. Der SPA-LEED-Scan wurde bei $E = 73,3 \text{ eV}$ aufgenommen (Abbildung 5.24). Dies entspricht sowohl für Eisen als auch für Silber ungefähr einer In-Phase ($S_{\text{Eisen}} = 2, S_{\text{Silber}} = 2, 9$). Die Intensität erhöht sich während der Heizperiode stetig (innerhalb 45 min. um Faktor 4) und die Halbwertsbreite des betrachteten (01)-Reflexes verringert sich auf ca. die Hälfte ($26,19\% \text{BZ} \rightarrow 12,50\% \text{BZ}$), was für die Ausbildung einer definierten Gitterstruktur und größere Terrassen spricht als Effekt der thermisch angeregten Diffusion (dieser Effekt betrifft gleichermaßen die Out-Phasen). Nach 45 Minuten waren keine merklichen Veränderungen durch den Heizprozess mehr erkennbar und die Probe wurde über eine Dauer von 15 Minuten auf Raumtemperatur heruntergekühlt.

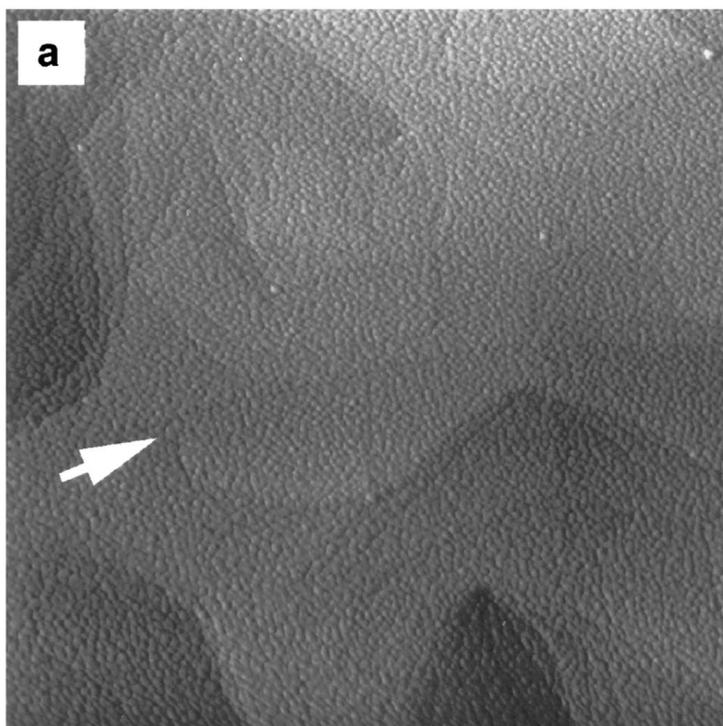


Abbildung 5.23: STM-Aufnahme [12] einer bei Raumtemperatur gewachsenen Fe-Schicht auf Ag(001). Für die Schicht wird eine Dicke (*vertical range*) von 4nm angegeben. Der Bildausschnitt ist $400 \times 400 \text{nm}^2$.

5.5.2 Bedeckung: $8\text{ML} < \theta < 9\text{ML}$

Bei höherer Bedeckung ($f = 600\text{Hz}$) ließ sich ebenfalls nach dem Bedampfen kein Reflex finden und einjustieren, weshalb auch hier nach demselben Prozedere beim Heizen verfahren wurde (Abbildung 5.26). Die Temperatur war $T = 250^\circ\text{C}$ und wurde für eine Dauer von $t = 50\text{min.}$ gehalten. Die Elektronenenergie E entspricht hier beim Substrat einer Out-Phase: $E = 54,7\text{ eV}$, ($S_{\text{Eisen}} = 1,75$, $S_{\text{Silber}} = 2,5$). Der Effekt beim Heizen war hier, ebenfalls wie bei der 200Hz -Probe mit einer Bedeckung von $\theta \approx 3\text{ML}$, eine zunehmende Rekonstruktion der Oberfläche und die Ausbildung einer Kristallstruktur aus dem amorphen Film heraus, allerdings gestaltete sich der Ablauf leicht unterschiedlich:

Die Intensität der gemessenen Beugungsreflexe steigt auch hier stetig an (Faktor 2,5 Veränderung während $t = 50\text{min.}$). Die Halbwertsbreite des (01)-Reflexes vergrößert sich anfangs hingegen leicht von ungefähr 5%BZ auf 8%BZ mit zunehmender Intensität, um dann zum Ende der Heizreihe auf 6,3BZ% wieder abzufallen. Auch die angefittete LOR-ENTZ-Funktion des Spitzenprofils des (00)-Reflexes steigt von ungefähr 7%BZ auf 13%BZ und fällt zum Schluss der Heizreihe auf ca. 10%BZ ab. Dieses Verhalten kann mehrere Gründe haben.

Nicht ausgeschlossen werden kann zum Einen, dass während des Heizens durch thermische Verspannungen z.B. Mosaike entstanden sind, die die Halbwertsbreite verbreitern.

Ein anderer Grund wäre der Ablauf des Formierungsprozesses der Eisenatome. Es könnte sein, dass der amorphe Eisenfilm zunächst in Lagen mit größeren, mittleren Terrassenbreiten abgeschlossen ist, die wir aber mit den Methoden der Beugung nicht bestimmen können (Abbildung 5.23).

Mit erhöhter Temperatur und Diffusion der Atome auf der Oberfläche ordnen diese sich nun neu an, so dass erstmals durch den kristallisierenden Effekt eine Struktur im SPA-LEED erkennbar ist (Zeitpunkt $t < 10\text{min.}$, obere Bilder 5.26), das Zeitfenster aber noch zu klein ist, um diese lokal begrenzten, abgeschlossenen Lagen zu energetisch bevorzugtem Inselwachstum bzw. statistisch verteiltem Wachstum zu durchbrechen und Cluster zu formen.

Setzt die Clusterbildung mit fortschreitender Zeit dann ein, könnte dies zu einer temporär geringeren Fernordnung führen durch lateral verwinkelt zueinander ausgerichtete und stochastisch verteilte Cluster ($10\text{min.} < t < 20\text{min.}$, mittlere Bilder 5.26).

Bei $20\text{min.} < t < 50\text{min.}$ ist dann genügend Zeit verstrichen, so dass die Inseln sich durch Diffusion zu Würfeln (Bedingung: Adsorbierte Atome haben genug Diffusionsenergie, um die Energiebarrieren an Stufenkanten zu überwinden (*step crossing*)) formen und sich entlang der $\text{bcc-Fe}(001)\langle 100 \rangle$ -Richtung auf der $\text{fcc-Ag}(001)\langle 110 \rangle$ -Achse ausrichten können (STM-Scan: (5.25) Bürgler [12]). Vereinzelt vagabundierende Eisen-Atome könnten dabei etwaige Zwischenräume und Leerstellen auffüllen, so dass die Struktur geordneter wird. Der Ordnungsprozess wäre an dieser Stelle abgeschlossen und die Reflexe in Abbildung 5.26, untere Bilder, erreichen eine Schärfe, die sich für dieses System nicht mehr merklich erhöht und einen Grenzwert darzustellen scheint.

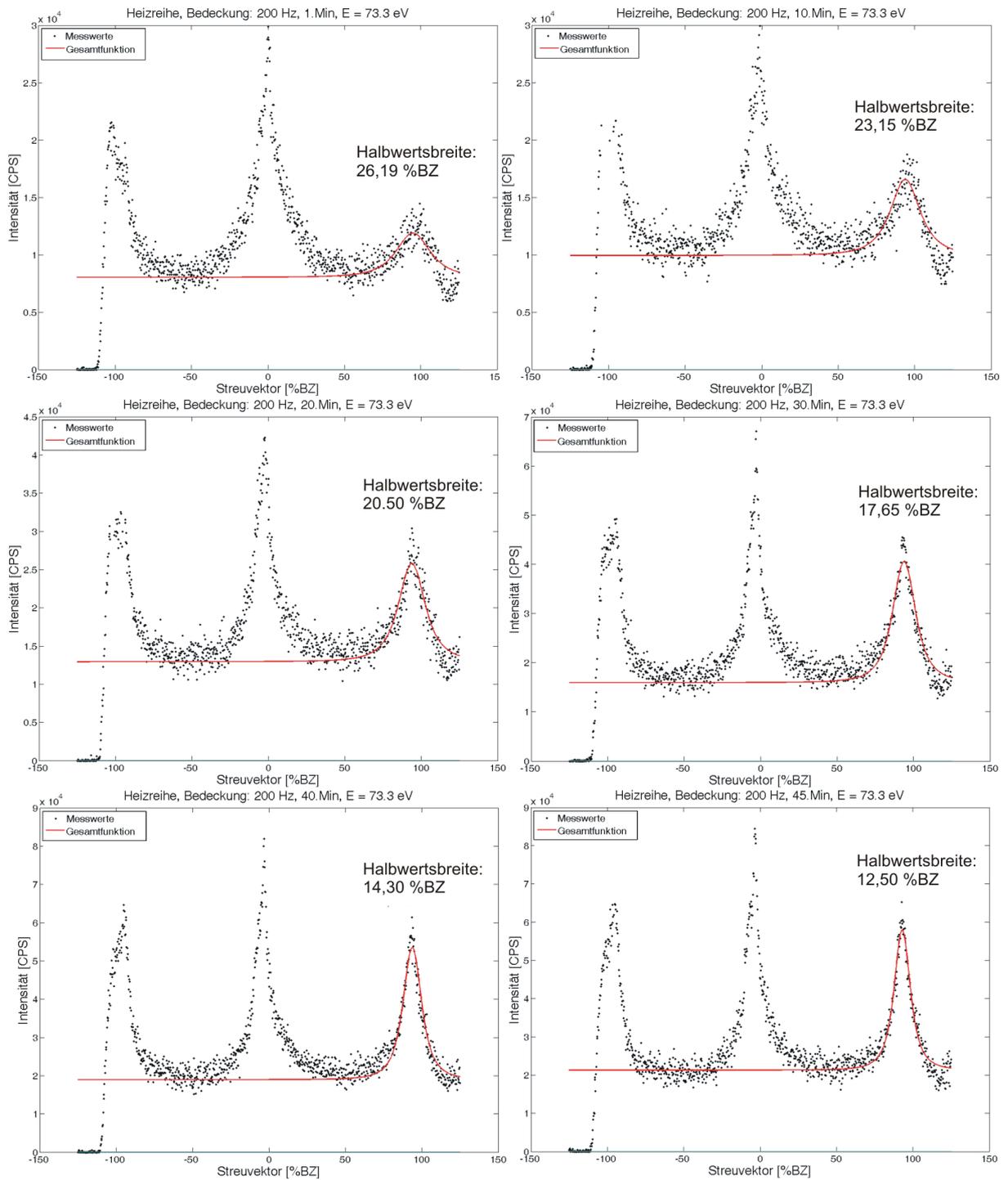


Abbildung 5.24: Permanenter SPA-LEED-Linescan während 45-minütiger Heizreihe bei $T = 250^\circ \text{C}$, Bedeckung: $f = 200\text{Hz}$, $\theta \approx 3\text{ML}$, $E = 73,3\text{eV}$, In-Phase für Adsorbat ($S = 2$) und Substrat ($S = 2, 9$)

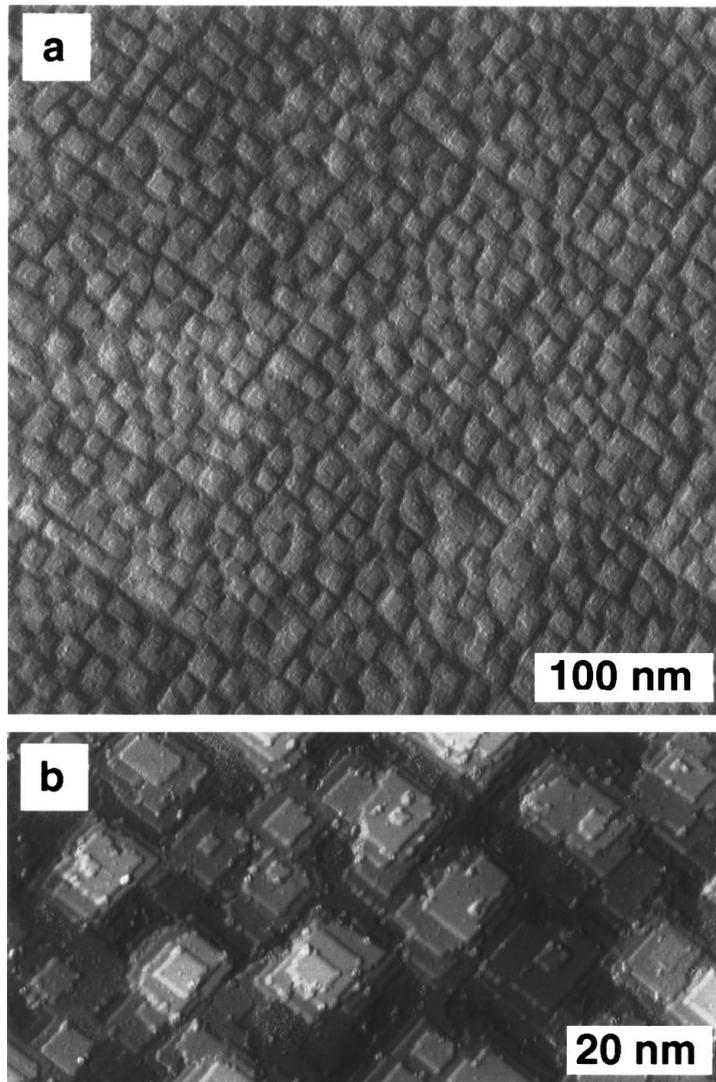


Abbildung 5.25: STM-Aufnahme [12] einer bei $T = 200^\circ\text{C}$ getemperten Fe-Schicht auf Ag(001). Der Bedeckungsgrad ist nicht angegeben. Für die Würfel wird eine Höhe h (*vertical range*) zwischen $1\text{nm} < h < 2\text{nm}$ gemessen. Der Bildausschnitt ist für (a) $400 \times 400 \text{nm}^2$ und für (b) $100 \times 50 \text{nm}^2$.

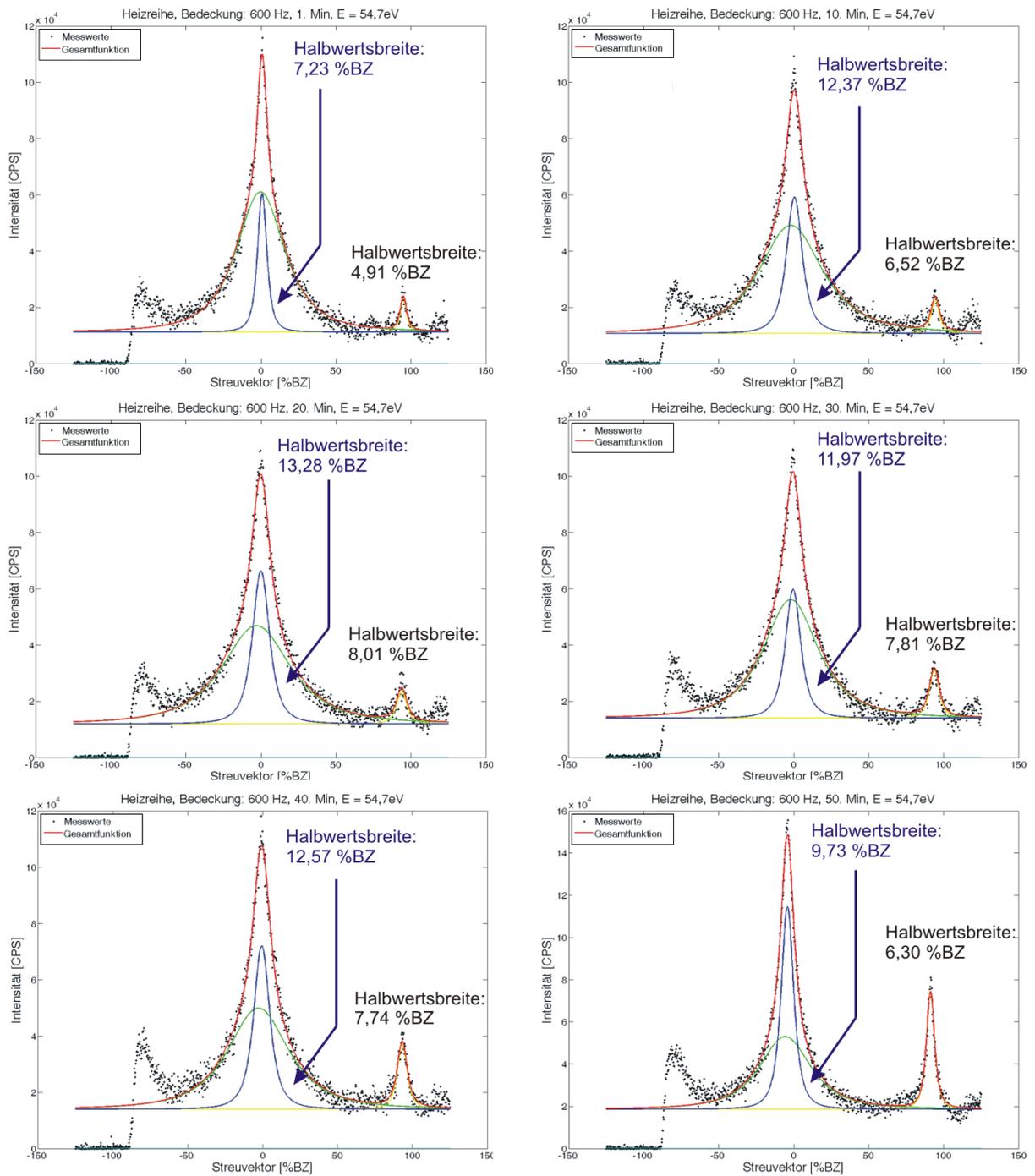


Abbildung 5.26: Permanenter SPA-LEED-Linescan während 50-minütiger Heizreihe bei $T = 250^\circ \text{C}$, Bedeckung: $f = 600\text{Hz}$, $8\text{ML} < \theta < 9\text{ML}$, $E = 54,7\text{eV}$, Adsorbat ($S = 1, 7$) und Out-Phase für das Substrat ($S = 2, 5$)

5.6 $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Überstruktur

Nach der Durchführung der Heizreihen über eine Dauer von 45-50 Minuten zur Herstellung einer kristallinen Schicht aus dem ursprünglich amorphen Film, stellten wir fest, dass sich zusätzlich eine $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Überstruktur ausgebildet hat. Dies ist sowohl für die 400Hz-Messung (5-6 ML) (Abbildung 5.27) als auch bei der 600Hz-Messung (8-9 ML) (Abbildung 5.28) der Fall. Besonders deutlich sichtbar ist sie bei hohen Energien, aber auch für geringe Streuphasen ist sie bereits schwach erkennbar.

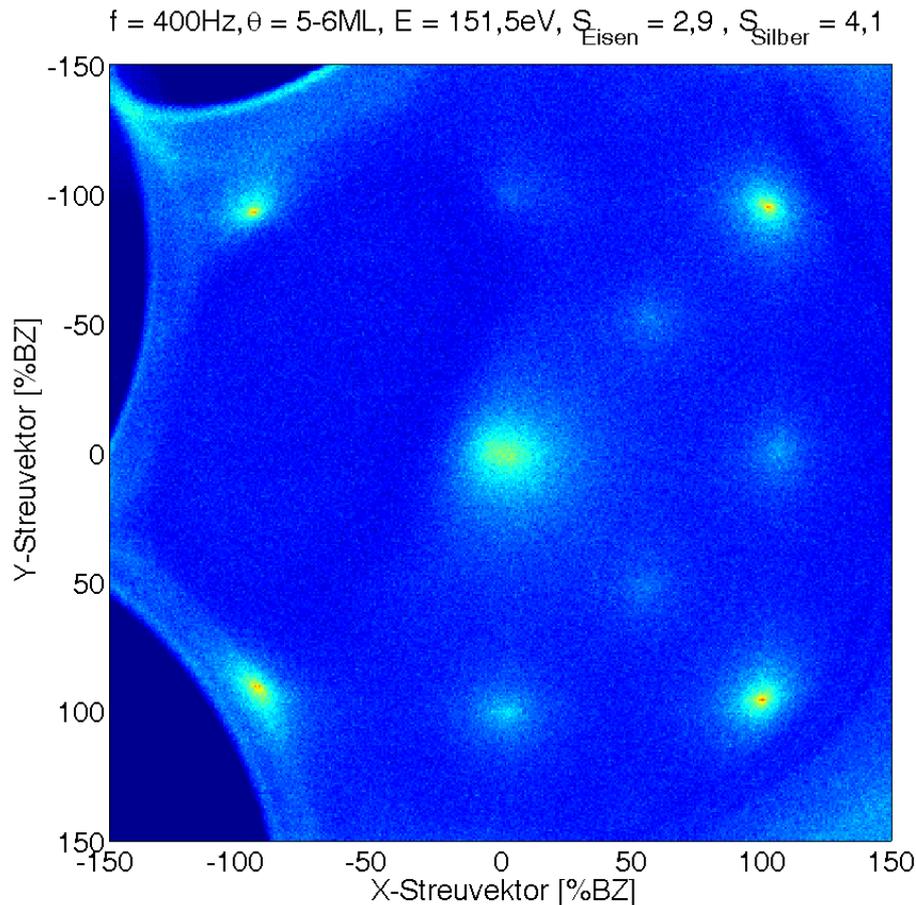


Abbildung 5.27: 2D-SPA-LEED-Scan des getemperten 400Hz-Eisenfilms ($5 \text{ ML} < \theta < 6 \text{ ML}$) auf Silber(001) bei $E = 151,5\text{eV}$ ($S_{\text{Eisen}} = 2,9, S_{\text{Silber}} = 4,1$). Zusätzliche Reflexe einer $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Überstruktur sind erkennbar

Zu vermuten ist, dass diese Überstruktur durch vom Bulk an die Oberfläche segregiertes Silber hervorgerufen wird. Dieser Effekt wurde bereits durch TERRENI nach Annealing bei $T = 280^\circ\text{C}$ beobachtet [14] gleichfalls wie ein „eingraben“ der Eisen-Atome ins Silber-Substrat. Andererseits könnte dieser Effekt aber auch auf einen Rekonstruktionsprozess der Eisenatome schließen, die erst durch Anregung mit thermischer Energie zustande kommt. Für eine Silber-Überstruktur spricht das jeweils vor und nach dem Tempern aufgenommene AUGER-Spektrum 5.29. Hier ist das direkte Verhältnis von Eisen zu Silber vor dem Heizen $\frac{c(\text{Fe})}{c(\text{Ag})} = 2,61$ und nachher $\frac{c(\text{Fe})}{c(\text{Ag})} = 1,16$. Die Abnahme des Eisen-Signals

bei gleichzeitiger Zunahme des Silber-Peaks könnte allerdings auch mit der Inselbildung des Adsorbats zusammenhängen [12], so dass durch diese Formierung das Substrat für die Detektion durchs AUGER „sichtbarer“ wird. Folgert man auf diese Art und Weise, bleibt aber zu erklären, woher die Überstruktur kommt. Bei der Annahme, es handelt sich bei der Überstruktur um eine reine Eisen-Rekonstruktion, müsste auch gelten, dass die Intensität der Überstruktur-Reflexe diesselbe Größenordnung hat wie zumindest eine Teilmenge der übrigen Reflexe des Eisenadsorbats (abhängig von der jeweiligen In-/Out-Phase alternieren die (0X)-Reflexe und (XX)-Reflexe in der Intensität). In Wirklichkeit sind diese aber schwächer und verschmierter. Würden sich die Eisenatome zu energetisch günstigeren Positionen neu ordnen, sollte man mit schärfer definierten Überstruktur-Reflexen rechnen können.

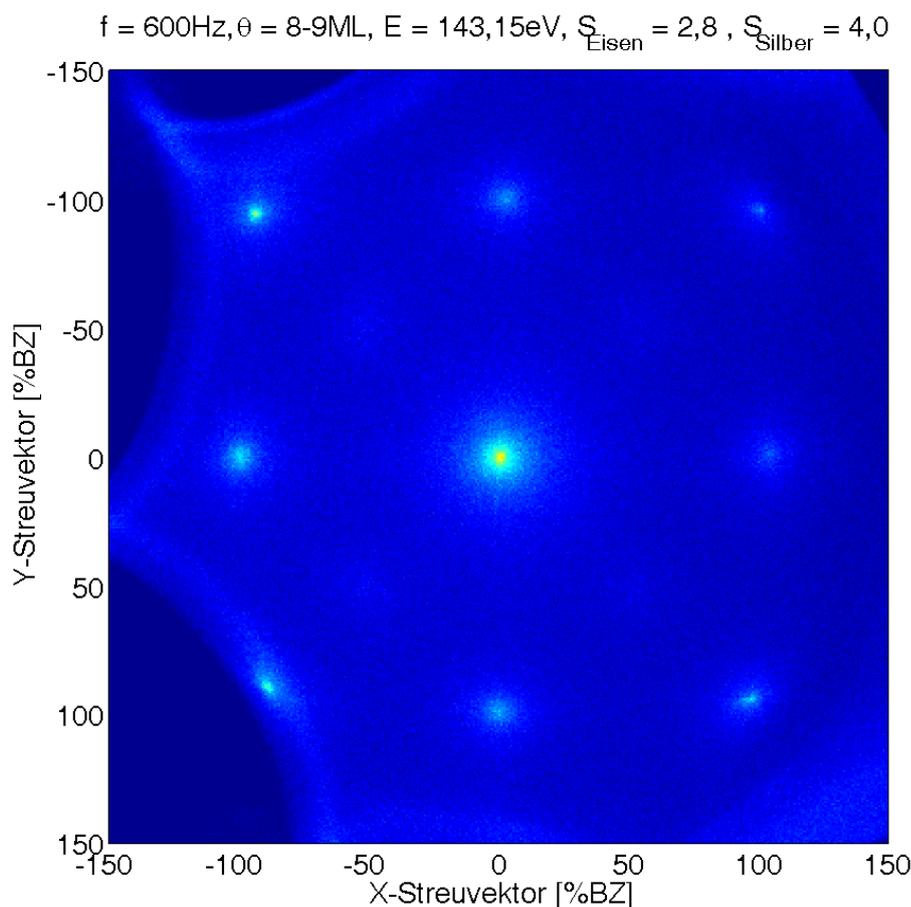


Abbildung 5.28: 2D-SPA-LEED-Scan des getemperten 600Hz-Eisenfilms ($8 \text{ ML} < \theta < 9 \text{ ML}$) auf Silber(001) bei $E = 143,2\text{eV}$ ($S_{\text{Eisen}} = 2,8, S_{\text{Silber}} = 4,0$). Zusätzliche Reflexe einer $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Überstruktur sind erkennbar

Weiterhin könnte man hinter dem Phänomen eine Verbindung aus Sauerstoff und Eisen festmachen, die erst beim Tempern entstanden ist. Hiergegen spricht allerdings, dass es nur ein Eisenoxid gibt, welches man beim SPA-LEED durch die im Vergleich zu Silber größere Gitterkonstante und Zwischenreflexe nicht sofort als solches ausmachen würde. Wüstit, FeO , ist dagegen unter $T = 580^\circ\text{C}$ nicht stabil und Herstellungsmaßnahmen

erfordern einen Sauerstoffdruck von $p_{O_2} = 1 \cdot 10^{-7}$ mbar sowie $T = 600^\circ C$ Annealing-Temperatur [15]. FeO kristallisiert in der Steinsalzstruktur (fcc) und hat eine Gitterkonstante von 4,33Å, welche um 6% von der des Silbers abweicht. Auch wenn das aus den AUGER-Daten gewonnene Verhältnis $\frac{c(O)}{c(Fe)} \approx 0,25$ aufgrund von Mittelungseffekten nicht als stöchiometrisches anzusehen ist, so sollte jedoch in der Kammer nicht genug Sauerstoff gewesen sein, um Wüstit entstehen lassen zu können. Nach LOPES [15] bildet FeO auf Ag(001) keine $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Überstruktur.

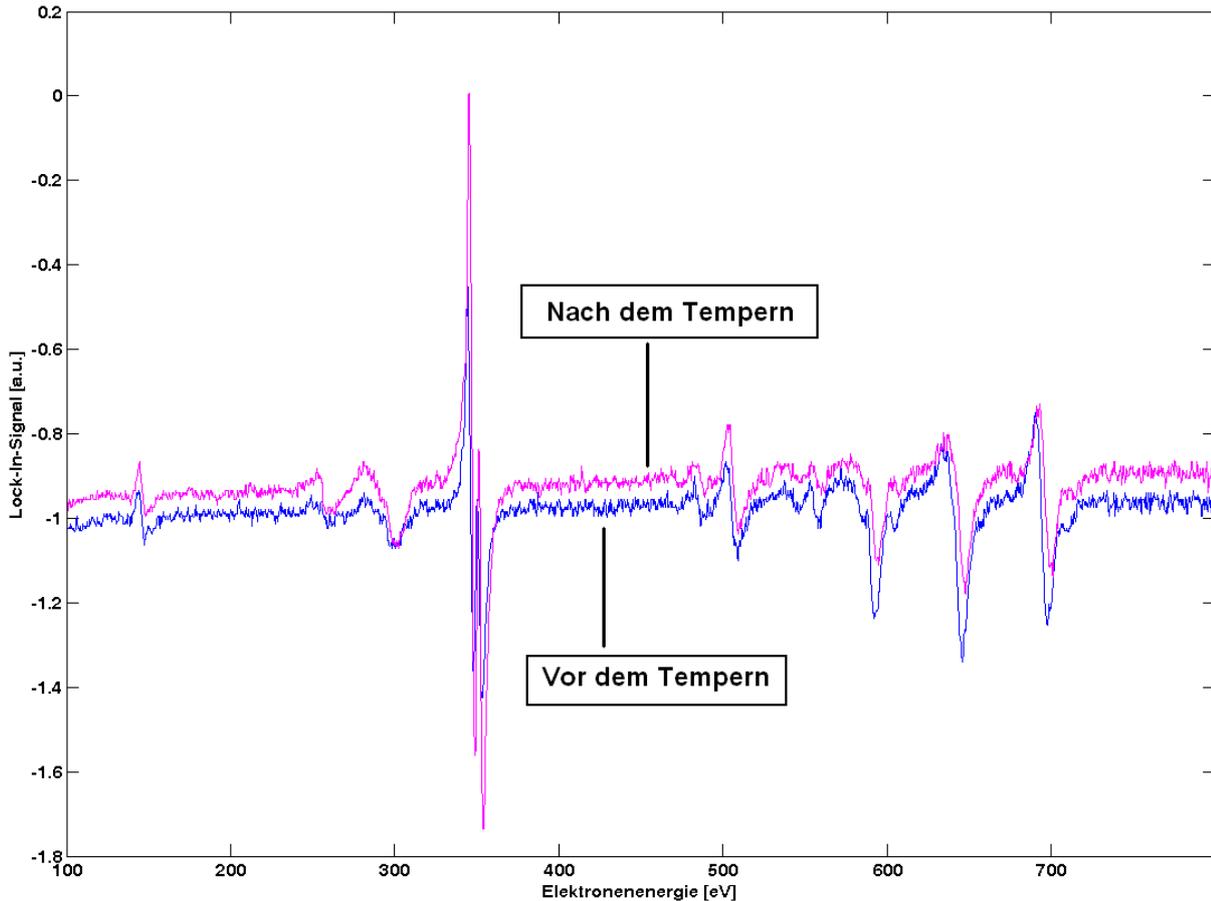


Abbildung 5.29: AUGER-Spektrum vor und nach dem Heizvorgang des 5-6ML dicken Eisenfilms. Während des Temperns wird eine $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Überstruktur ausgebildet

Um die These zu untermauern, es handele sich bei den Überstruktur-Reflexen um an die Oberfläche segregiertes Silber, ist in Abbildung 5.30 ein Modell gezeigt. Bei gleichzeitiger Annahme, dass ein statistisches Wachstum des Adsorbats vorliegt [12], kommt es zu einer Auffächerung bzw. Verbreiterung der Überstruktur-Reflexe durch eine in gleichem Maße statistische Verteilung der Silber-Atome auf $\sqrt{2}$ -Plätzen. Deren Ausdringtiefen variieren mit dem Grad der Ausprägung einer Inselförmigkeit der Oberfläche. Aus diesem Grund sinkt die Wahrscheinlichkeit einer Positionierung auf $\sqrt{2}$ -Plätzen mit der Höhe der obersten Lage. Die geringere Intensität und die Verschmierung der $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Überstruktur-Reflexe hängt dann damit zusammen, dass mit höheren Lagen nicht alle

$\sqrt{2}$ -Plätze belegt sind und Silber-Atome aufgrund von Stufenkanten, die ihre Diffusion in lateraler Richtung begrenzen, auch auf nicht $\sqrt{2}$ -Plätze verrückt sind.

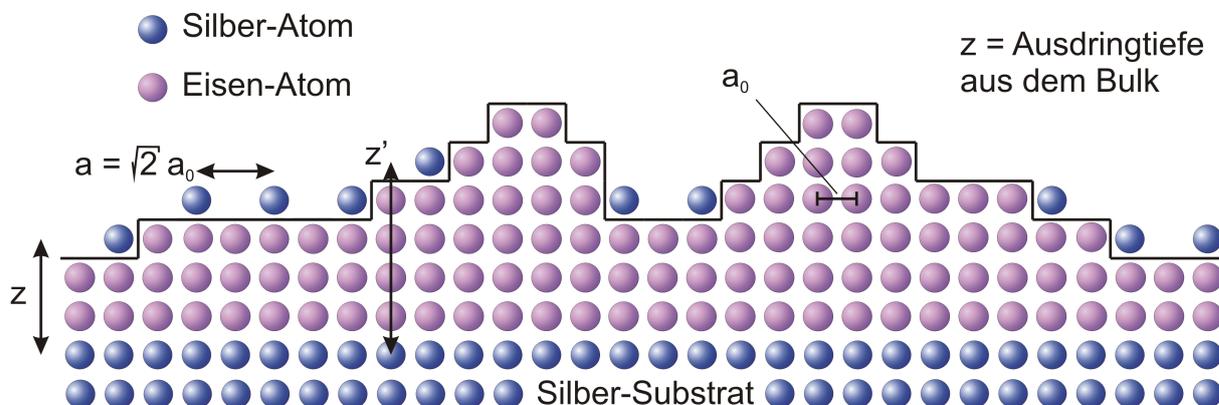


Abbildung 5.30: Querschnitt des statistischen Lagewachstums von Eisen auf Silber(001), die aus dem Bulk nach oben segregierten Silber-Atome bilden eine $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Überstruktur

Der Umstand, dass die $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Überstruktur erst bei höheren Energien deutlicher zum Vorschein tritt, könnte mit der Veränderung des atomaren Formfaktors zusammenhängen. Bei einheitlicher Schichtzusammensetzung wird zunächst gemäß der kinematischen Beugungstheorie die Oberfläche in säulenförmige Einheitszellen unterteilt. Diese vereinfachende Annahme für die Umgebung und das Streuverhalten aller Einheitszellen gilt nun bei mit Silber „verunreinigten“ Oberschichten nicht mehr. Ein identischer atomarer Formfaktor für jedes Streuzentrum liegt nicht mehr vor. Daher kann dieser, stark von der Elektronenenergie abhängige Formfaktor, für die Überstruktur einen anderen Charakter zeigen als für die übrigen Atome zusammengefasster Streuzentren im Adsorbatgitter.

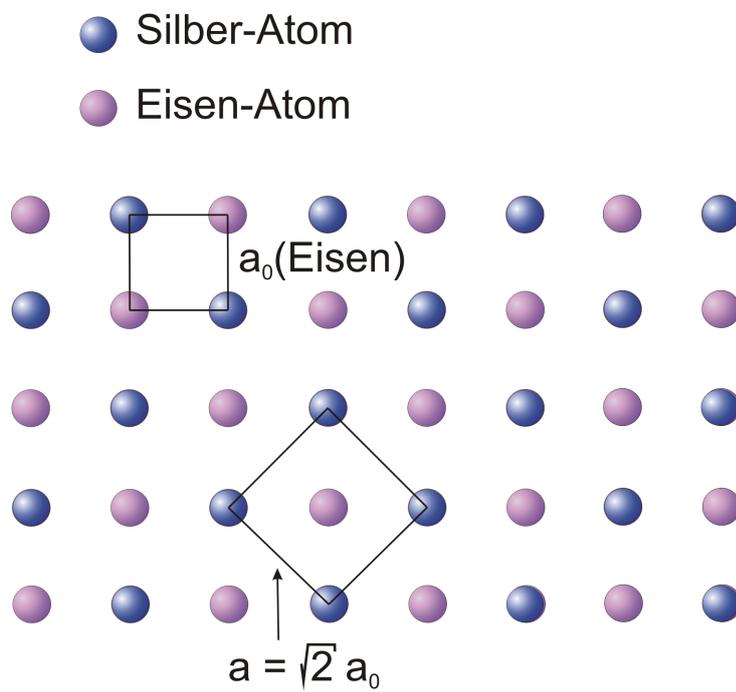


Abbildung 5.31: Draufsicht des Eisenfilms mit aus dem Bulk nach oben segregierte Silber-Atome. Sie bilden eine $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Überstruktur

6 Zusammenfassung

Der Focus dieser Arbeit liegt dem Titel nach auf dem epitaktischem Wachstum von Eisen auf Silber(001). Hierzu werden ausgewählte Schichtdicken mit SPA-LEED und AUGER-Elektronen-Spektroskopie untersucht.

Den Einstieg in die Arbeit stellt die Aufnahme einer Bedeckungssequenz dar. Sie dient der Charakterisierung und Quantifizierung des Wachstums selbst, sowie um den linearen Zusammenhang zwischen Verdampfer-Quarzfrequenz und der tatsächlichen Schichtdicke d zu bestimmen.

Hierbei zeigen sich im Verlauf der experimentellen Arbeit Schwierigkeiten, auf die wir genauer eingehen. So sind die per thermischer Verdampfung aufgebrauchten Eisenfilme zunächst nicht kristallin. Nachtempern bei $T = 250^\circ\text{C}$ sorgt für thermische Diffusion der Eisenatome und Rekonstruktion des amorphen Films, so dass mittels SPA-LEED Beugungsbilder der Kristallstruktur aufgenommen werden können.

Nebeneffekt des Heizens ist eine $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Überstruktur, die bei allen mit SPA-LEED vermessenen Schichtdicken vorhanden ist und sich während der Probenpräparationen in dieser Arbeit nicht vermeiden lässt. Die Überstruktur lässt auf Silberatome schließen, die aus dem Substrat an die Oberfläche segregiert sind. Dieses Phänomen wurde für ähnliche Temperaturen ($T > 130^\circ\text{C}$) schon in anderen Arbeiten festgestellt [16].

Die SPA-LEED-Scans des (00)-Reflexes der reinen Silber-Oberfläche und die anschließende H(S)-Analyse bestätigen den Literaturwert für die Gitterkonstante von Silber bis auf 0,35%.

Bei der Bestimmung der Gitterkonstante von Eisen bei unterschiedlich dicken Eisenfilmen erhalten wir zum Literaturwert Abweichungen bis zu 4,5%.

Das bereits in anderen Arbeiten herausgestellte Inselwachstum von Eisen auf Silber(001) [12] können wir anhand der H(S)-Analyse aus den SPA-LEED-Scans bestätigen. Hier sind deutliche Unterschiede in den mittleren Terrassenbreiten $\bar{\Gamma}$ von Silber(001) und den 3ML-, 6ML-, 9ML-Eisenschichten zu verzeichnen. Diese sinkt von $\bar{\Gamma} = 20,5\text{nm}$ für Silber(001) auf ca. 2nm für die höheren Eisenbedeckungen. Clusterbildung kann auch ein Grund für die erhöhte Mosaikwinkelvarianz $\Delta\vartheta$ sein, die wir mit zunehmender Eisenschichtdicke bestimmen können.

Erwähnt werden muss, dass wir auf das Inselwachstum erst durch die SPA-LEED-Analyse schließen können und diese allerdings nur für getemperte Eisenfilme möglich ist. Daher können wir hier nicht abschließend klären, ob Eisen auf Silber(001) bereits inselförmig aufwächst oder erst durchs Tempern diese Form annimmt.

Literatur

- [1] CHEN, J., M. DRAKAKI und J.L. ERSKINE: *Chemisorption-induced change in thin-film spin anisotropy - oxygen adsorption on the p(1 X 1)Fe/Ag(100) system*. Physical Review B, 45(7):3636–3643, FEB 15 1992.
- [2] GROBLI, JC, D GUARISCO, S FRANK und F MEIER: *SPIN-DEPENDENT TRANSMISSION OF POLARIZED ELECTRONS THROUGH A FERROMAGNETIC IRON FILM*. PHYSICAL REVIEW B, 51(5):2945–2949, FEB 1 1995.
- [3] BRUNS, D.: *SPA-LEED-Untersuchungen zur Epitaxie von Praseodymoxidschichten auf Si(111)*. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2008.
- [4] DAVIS, LAWRENCE E., NOEL C. MACDONALD PAUL W. PALMBERG GERALD E. RIACH und ROLAND E. WEBER: *Handbook of Auger Electron Spectroscopy*. Physical Electronics Division, Perkin-Elmer Corporation, February 1976.
- [5] LANGER, T.: *Untersuchung ultradünner Schichten mit Auger-Spektroskopie*. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2008.
- [6] OECHSNER, H. (editor): *Thin Film and Depth Profile Analysis*. Springer-Verlag, 1984.
- [7] BÖWER, L.: *Wachstum von Multi-Oxidschichten auf Silber-Substraten*. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2007.
- [8] SCHEITHAUER U., MEYER G., HENZLER M.: *A new LEED instrument for quantitative spot profile analysis*. Surface Science, 178, 1986. 441.
- [9] GEVERS, S.: *SPA-LEED-Untersuchungen von Praseodymoxidschichten auf Si(111)-Substraten*. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2007.
- [10] DIVISION, PHYSICAL ELECTRONICS: *Technical Manual Model 10-155 Cylindrical-Auger Electron Optics*. Perkin-Elmer Corporation. Technischer Bericht, 6509 Fyling Cloud Drive, Eden Prairie, MN 55344.
- [11] BECKER, T.: *MOKE-Untersuchungen an ferromagnetischen Metallschichten*. Diplomarbeit, Universität Osnabrück, 2008.
- [12] BURGLER, D.E., C.M. SCHMIDT, D.M. SCHALLER, F. MEISINGER, R. HOFER und H.-J. GUNTHERODT: *Optimized epitaxial growth of Fe on Ag(001)*. Physical Review B, 56(7):4149–4158, AUG 15 1997.
- [13] DEZSI, I., Cs. FETZER, I. SZUCS, B. DEGROOTE, A. VANTOMME, T. KOBAYASHI und A. NAKANISHI: *Ultrathin Fe layers on Ag (100) surface*. Surface Science, 601(12):2525–2531, JUN 15 2007.
- [14] TERRENI, S, A COSSARO, G GONELLA, L MATTERA, L DUO, F CICCACCI, D CVETKO, L FLOREANO, A MORGANTE, A VERDINI und M CANEPA: *Surfactant effect and dissolution of ultrathin Fe films on Ag(001)*. PHYSICAL REVIEW B, 70(11), SEP 2004.

- [15] LOPES, E. L., G. J. P. ABREU, R. PANIAGO, E. A. SOARES, V. E. DE CARVALHO und H. D. PFANNES: *Atomic geometry determination of FeO(001) grown on Ag(001) by low energy electron diffraction*. SURFACE SCIENCE, 601(5):1239–1245, MAR 1 2007.
- [16] CANEPA, M, P CANTINI, O RICCIARDI, S TERRENI und L MATTERA: *Temperature effects on morphology and composition of ultrathin heteroepitaxial films: Fe on Ag(100)*. SURFACE SCIENCE, 429(1-3):34–45, JUN 10 1999.

Abbildungsverzeichnis

2.1	SPA-LEED 2D-Bild einer reinen Ag(001)-Oberfläche, die quadratische Einheitszelle ist rot markiert	10
2.2	Säulenförmige Oberflächeneinheitszellen mit identischem Streuverhalten in der kinematischen Beugungstheorie, entnommen aus [3]	11
2.3	Gangunterschied von zwei Elektronenwellen bei BRAGG-Reflexion (Beugung) an unterschiedlich tiefen Schichten, mit Lagenabstand d und Glanzwinkel θ	14
2.4	Die fünf 2D-BRAVAIS-Gitter: a) quadratisch ($a_1 = a_2, \alpha = 90^\circ$), b) rechtwinklig-primitiv ($a_1 \neq a_2, \alpha = 90^\circ$), c) rechwinklig-zentriert ($a_1 \neq a_2, \alpha = 90^\circ$), d) hexagonal ($a_1 = a_2, \alpha = 60^\circ$), e) schiefwinklig ($a_1 \neq a_2, \alpha \neq 90^\circ$); Übersicht entnommen aus [3]	15
2.5	Unterschiedliche Wachstumsarten bei verschiedenen Bedeckungen; a) FRANK-VAN-DER-MERVE-Wachstum, b) STRANSKI-KRASTANOV-Wachstum, c) VOLMER-WEBER-Wachstum	17
2.6	Kräftegleichgewicht bzw. Oberflächenspannung als Voraussetzung für Tropfenbildung	18
2.7	EWALD-Konstruktion für ein kubisch-primitives Kristallgitter mit \vec{k}_i als der Wellenvektor der einfallenden und \vec{k}_f als der Wellenvektor der gestreuten Welle. \vec{G} ist der reziproke Gittervektor, a^* die reziproke Gitterkonstante und ϑ der Einfallswinkel von \vec{k}_i ; Grafik entnommen aus [3]	19
2.8	EWALD-Konstruktion für eine Oberfläche mit Beugungsstangen. \vec{k}_i ist der Wellenvektor der einfallenden und \vec{k}_f der Wellenvektor der gestreuten Welle. \vec{G} ist der reziproke Gittervektor, a^* die reziproke Gitterkonstante und ϑ der Einfallswinkel von \vec{k}_i ; Grafik entnommen aus [3]	20
2.9	Schematische Darstellung des AUGER-Effekts anhand des KLL -Übergangs	21
2.10	Übersicht der elementspezifischen Sensitivitäten, (Grafik aus [4], bearbeitet in [5])	22
2.11	Übersicht der verschiedenen Energien der charakteristischen Peaks in Abhängigkeit von der Ordnungszahl Z , (Grafik aus [4])	23
2.12	Interpolation experimenteller Daten der mittleren freien Weglänge inelastischer Elektronen für verschiedene Materialien in Abhängigkeit der Energie oberhalb des FERMI-Niveaus, (aus [5], nach [6])	24
2.13	Strahlenverlauf (in unserem Fall ist $\gamma = 0^\circ$, d.h. zurückgelegter Weg des Strahls = $z =$ Eindringtiefe) und Kennzeichnung der Wirkungsquerschnitte für unterschiedliche Materialien (σ_A/σ_B) sowie der elementspezifischen Ausdringtiefen (α_B) beim AUGER-Prozess	25
2.14	AUGER-Spektrum eines gereinigten Silber-Substrats. Der charakteristische MNN -Übergang liegt bei 351eV	28
3.1	Einheitszelle eines Silber- bzw. fcc-Kristalls	29
3.2	Draufsicht einer Silber(001)-Oberfläche	30
3.3	Querschnitt eines Silber-(fcc)-Kristalls mit (001)-Orientierung.	30
3.4	Räumliche Ansicht der Aufwachsform von Eisen auf Silber(001). Die Einheitszellen von Eisen wachsen um 45° verdreht auf.	32

4.1	UHV-Kammer mit Manipulator (oben), Schaufenster zur Sichtkontrolle und angekoppelter AUGER-Optik (links). Das Wellrohr (vorne) dient zum Abpumpen von Argon- oder Sauerstoff-Gas in den Leitungen, welches zuvor über ein Feindosierventil in die Kammer eingelassen wurde	34
4.2	Rückseite der UHV-Kammer mit thermischen Verdampfern, Sputter-Gun und SPA-LEED-Optik. Die für die Probenheizung (Elektronenstoßheizung) benötigte Spannung wird an den Zuleitungen der elektrischen Durchführung (oben) angelegt.	35
4.3	Querschnitt entlang horizontaler Ebene der UHV-Kammer mit Positionen einzelner Mess- und Manipulationsinstrumente, entnommen aus [7]	36
4.4	Arbeitsbereiche der verschiedenen Pumpentypen, Darstellung entnommen aus [3]	37
4.5	Querschnitt der SPA-LEED-Optik an der Kammer. Mögliche Strahlengänge sind blau eingezeichnet. Grafik entnommen aus [9]	38
4.6	Aufbau einer AUGER-Apparatur nach [10]. Gezeigt ist die Anordnung aus Filament (Elektronenquelle), Probe (Beschussobjekt) und Analysator-Detektor-System. Die blau-gestrichelt markierten Elektronenbahnen durch den Zylinder-Analysator (<i>cylindrical mirror analyser</i> (CMA)) sind eingezeichnet für die Fälle: Kinetische Energie der Elektronen zu groß (a), zu den Analysatorparametern passende Energie (b) und zu geringe kinetische Energie (c). Die vergrößerte Ansicht (rechts) enthält den Aufbau der elektrooptischen Fokussier- und Beschleunigungseinrichtung der Elektronenkanone. Grafik entnommen aus [5]	39
4.7	Querschnitt eines thermischen Verdampfers, entnommen aus [11]	40
4.8	Schemenhafte Darstellung einer Stoßkaskade beim Sputtervorgang	41
5.1	AUGER-Spektrum der reinen Silber(001)-Oberfläche	44
5.2	2D-SPA-LEED Scan bei $E = 80,5\text{eV}$, $\lambda = 1,37\text{\AA}$, $S = 3$ der reinen Silber(001)-Oberfläche	45
5.3	Bedeckungsgradverhältnis der Oberfläche im detektierbaren Bereich der Ausdringtiefe der AUGER-Elektronen $\frac{c(\text{Fe})}{c(\text{Fe})+c(\text{Ag})}$. Die gestrichelten Linien verbinden Punkte, an denen die Kurve etwas stärker abknickt. Diese wurden später bei den SPA-LEED-Messungen separat betrachtet ($f = 200\text{Hz}$, 400Hz , 600Hz)	46
5.4	AUGER-Spektrum bei einem Aufdampfmengenäquivalent von 150Hz	47
5.5	AUGER-Spektrum bei einem Aufdampfmengenäquivalent von 350Hz	48
5.6	AUGER-Spektren für verschiedene Fe-Schichtdicken	50
5.7	Regressionskurve des Konzentrationsverhältnisses $\frac{c(\text{Fe})}{c(\text{Fe})+c(\text{Ag})}$ der Oberfläche bei Annahme eines Lage-für-Lage-Wachstums	51
5.8	Regressionskurve des Konzentrationsverhältnisses $\frac{c(\text{Fe})}{c(\text{Fe})+c(\text{Ag})}$ der Oberfläche bei Annahme eines statistischen Lagewachstums	53
5.9	Konzentrationsverhältnis im Vergleich: $\frac{c(\text{Fe})}{c(\text{Fe})+c(\text{Ag})}$, $\frac{c(\text{O})}{c(\text{O})+c(\text{Ag})}$ und $\frac{c(\text{O})}{c(\text{O})+c(\text{Fe})}$	54
5.10	Reflex-Profil des (00)-Reflexes des reinen Silber-Kristalls bei $E = 35,7\text{eV}$, $S = 2$, $\text{FWHM} = 1,536\text{ \%BZ}$, $\text{GaussianFWHM} = 0,500\text{ \%BZ}$, $\text{LorentzianFWHM} = 1,362\text{ \%BZ}$	56

5.11	H(S)-Analyse für das reine Silber-Substrat. Aufgetragen ist die Halbwertsbreite des (00)-Reflexes gegen die Streuphase.	57
5.12	2D-SPA-LEED-Scan des amorphen Eisenfilms mit einer Bedeckung von $\theta \approx 3\text{ML}$ direkt nach dem Aufdampfen. $E = 55,9\text{eV}$, $S = 1,8$	58
5.13	2D-SPA-LEED-Scan des Eisenfilms mit einer Bedeckung von $\theta \approx 3\text{ML}$ nach dem Heizen über eine Dauer von $t = 45\text{min}$. $E = 55,9\text{eV}$, $S = 1,8$	59
5.14	Reflex-Profil des (00)-Reflexes bei einer Eisen-Bedeckung von $\theta \approx 3\text{ML}$. $E = 43,3\text{eV}$, $S = 1,5$, FWHM = 2,569 %BZ, GaussianFWHM = 0,500 %BZ, LorentzianFWHM = 2,465 %BZ	60
5.15	H(S)-Analyse für eine Eisen-Bedeckung von $\theta \approx 3\text{ML}$. Aufgetragen ist die Halbwertsbreite des (00)-Reflexes gegen die Streuphase.	61
5.16	2D-SPA-LEED-Scan des Eisenfilms mit einer Bedeckung von $\theta \approx 6\text{ML}$ nach dem Heizen über eine Dauer von $t = 45\text{min}$. $E = 80,5\text{eV}$, $S = 2,1$	62
5.17	Reflex-Profil des (00)-Reflexes bei einer Eisen-Bedeckung von $\theta \approx 6\text{ML}$. $E = 47,3\text{eV}$, $S = 1,6$, FWHM = 7,834 %BZ, GaussianFWHM = 0,500 %BZ, LorentzianFWHM = 7,799 %BZ	63
5.18	H(S)-Analyse für eine Eisen-Bedeckung von $\theta \approx 6\text{ML}$. Aufgetragen ist die Halbwertsbreite der diffusen Schulter des (00)-Reflexes gegen die Streuphase.	63
5.19	2D-SPA-LEED-Scan des amorphen Eisenfilms mit einer Bedeckung von $\theta \approx 9\text{ML}$ direkt nach dem Aufdampfen. $E = 54,7\text{eV}$, $S = 1,7$	64
5.20	2D-SPA-LEED-Scan des Eisenfilms mit einer Bedeckung von $\theta \approx 9\text{ML}$ nach dem Heizen über eine Dauer von $t = 45\text{min}$. $E = 109,6\text{eV}$, $S = 2,5$	65
5.21	Reflex-Profil des (00)-Reflexes bei einer Eisen-Bedeckung von $\theta \approx 9\text{ML}$. $E = 51,5\text{eV}$, $S = 1,7$, FWHM = 7,668 %BZ, GaussianFWHM = 0,500 %BZ, LorentzianFWHM = 7,633 %BZ	66
5.22	H(S)-Analyse für eine Eisen-Bedeckung von $\theta \approx 9\text{ML}$. Aufgetragen ist die Halbwertsbreite der diffusen Schulter des (00)-Reflexes gegen die Streuphase.	66
5.23	STM-Aufnahme [12] einer bei Raumtemperatur gewachsenen Fe-Schicht auf Ag(001). Für die Schicht wird eine Dicke (<i>vertical range</i>) von 4nm angegeben. Der Bildausschnitt ist $400 \times 400 \text{nm}^2$	67
5.24	Permanenter SPA-LEED-Linescan während 45-minütiger Heizreihe bei $T = 250^\circ \text{C}$, Bedeckung: $f = 200\text{Hz}$, $\theta \approx 3\text{ML}$, $E = 73,3\text{eV}$, In-Phase für Adsorbat ($S = 2$) und Substrat ($S = 2,9$)	69
5.25	STM-Aufnahme [12] einer bei $T = 200^\circ\text{C}$ getemperten Fe-Schicht auf Ag(001). Der Bedeckungsgrad ist nicht angegeben. Für die Würfel wird eine Höhe h (<i>vertical range</i>) zwischen $1\text{nm} < h < 2\text{nm}$ gemessen. Der Bildausschnitt ist für (a) $400 \times 400 \text{nm}^2$ und für (b) $100 \times 50 \text{nm}^2$	70
5.26	Permanenter SPA-LEED-Linescan während 50-minütiger Heizreihe bei $T = 250^\circ \text{C}$, Bedeckung: $f = 600\text{Hz}$, $8\text{ML} < \theta < 9\text{ML}$, $E = 54,7\text{eV}$, Adsorbat ($S = 1,7$) und Out-Phase für das Substrat ($S = 2,5$)	71
5.27	2D-SPA-LEED-Scan des getemperten 400Hz-Eisenfilms ($5 \text{ML} < \theta < 6\text{ML}$) auf Silber(001) bei $E = 151,5\text{eV}$ ($S_{\text{Eisen}} = 2,9$, $S_{\text{Silber}} = 4,1$). Zusätzliche Reflexe einer $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Überstruktur sind erkennbar	72

5.28	2D-SPA-LEED-Scan des getemperten 600Hz-Eisenfilms (8 ML < θ < 9ML) auf Silber(001) bei E = 143,2eV ($S_{\text{Eisen}} = 2,8$, $S_{\text{Silber}} = 4,0$). Zusätzliche Reflexe einer $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Überstruktur sind erkennbar	73
5.29	AUGER-Spektrum vor und nach dem Heizvorgang des 5-6ML dicken Eisenfilms. Während des Temperns wird eine $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Überstruktur ausgebildet	74
5.30	Querschnitt des statistischen Lagewachstums von Eisen auf Silber(001), die aus dem Bulk nach oben segregierten Silber-Atome bilden eine $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Überstruktur	75
5.31	Draufsicht des Eisenfilms mit aus dem Bulk nach oben segregierte Silber-Atome. Sie bilden eine $\sqrt{2} \times \sqrt{2}$ -R45°-Überstruktur	76

Danksagung

Hier seien die Personen erwähnt, die mir am Unmittelbarsten bei der Erstellung dieser Bachelorarbeit zur Seite standen.

Prof. Dr. Wollschläger möchte ich zum Einen dafür danken, dass er sich immer Zeit nahm, wenn ich mit Fragen zu ihm kam, und mich bei dieser Arbeit unterstützte. Zum Anderen möchte ich aber auch die Menschlichkeit und die angenehme Atmosphäre hervorheben, die sich innerhalb der gesamten Arbeitsgruppe überträgt.

Bedanken möchte ich mich besonders bei Daniel Bruns (Doktorand, AG Wollschläger), der sich nicht nur unentwegt meinen Fragen stellte und diese kompetent zu beantworten wusste, sondern sich auch als bester Teamkamerad erwies, den ich haben konnte, da er auch Vorschlägen und Anregungen meinerseits stets aufgeschlossen gegenüberstand.

Daniel, danke dafür!

Auch geht ein Dankeschön an die restlichen Mitglieder der Arbeitsgruppe Wollschläger, wie Sebastian Gevers, Dr. Thomas Weisemöller, Bernd Zimmermann, Gregor Steinhoff, Timo Kuschel, Martin Suendorf, Alexander Knobeler und Henrik Wilkens, deren schier unerschöpfliche Hilfsbereitschaft und Kooperationswille mich sehr beeindruckten und auch abseits dieser Arbeit in Erinnerung bleiben wird.

Ein großer Dank geht natürlich auch an meine Eltern, ohne deren, nicht nur finanzielle Unterstützung, dieser Hochschulabschluss nicht möglich gewesen wäre. Der liebevolle Empfang zuhause war mir stets eine Rückenstärkung. In diesem Sinne möchte ich auch meinen Freunden im Allgemeinen einen Dank aussprechen.

Und wie es etwa bei einem wissenschaftlichen Paper der Fall ist, steht auch hier die wichtigste Person an letzter Stelle. Vielen Dank, Swaantje, für die Zeit, die ich bis jetzt mit dir verbringen durfte. Die moralische Unterstützung ist grundlegend in Form von Motivation in diese Arbeit eingeflossen.