

Günter

Präzisionsbestimmung von  
Oberflächenstrukturparametern  
mit einem neu entwickelten  
hochauflösenden  
SPA – LEED – Instrument

Vom Fachbereich Physik  
der Universität Hannover  
zur Erlangung des Grades  
Doktor der Naturwissenschaften  
Dr. rer. nat.

genehmigte Dissertation

von

Dipl. Phys. Uwe A. Scheithauer  
geboren am 30. August 1955  
in Meyenfeld / Niedersachsen  
1986

Referent : Prof. Dr. M. Henzler

Korreferent : Prof. Dr. J. Großer

Tag der Promotion : 13.11.86

## Inhaltsverzeichnis

	Seite
Zusammenfassung	
Abkürzungsverzeichnis	
1. Einleitung	1
2. Theoretische Grundlagen	3
2.1 LEED im Rahmen der kinematischen Näherung	3
2.2 Charakteristische Spannungen	6
2.3 Autokorrelation	8
2.4 Instrumentenfunktion und Transferweite	9
3. Experimenteller Aufbau	12
3.1 Vakuumsystem	12
3.2 Manipulator	12
3.3 Weitere Meßmethoden	14
3.4 Bleiverdampfer mit Schwingquarzwaage	14
3.5 Kristallpräparation	15
4. Das SPA-LEED-Instrument	17
4.1 Mechanik	17
4.2 Elektrostatische Ablenkung im realen und reziproken Raum	19
4.3 Elektronenkanone	20
4.4 Datenaufnahme und Steuerung des Experimentes	22
4.5 Test des Systems mit Si (111)	24
4.5.1 Auflösung des Systems	24
4.5.2 Rasterbereich	29
4.4.3 Empfindlichkeit am Beispiel einer Facette	29

	Seite
5. Messung am System Pb auf Si (111)	33
5.1 Pb-Monoschichten bei Raumtemperatur	33
5.1.1 Messung	35
5.1.2 Diskussion der Raumtemperaturmessung	37
5.2 Pb $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ - Überstrukturen	40
5.2.1 Messung	40
5.2.2 Diskussion der $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Strukturen	42
6. Schluß	46
Literaturverzeichnis	48

## Zusammenfassung

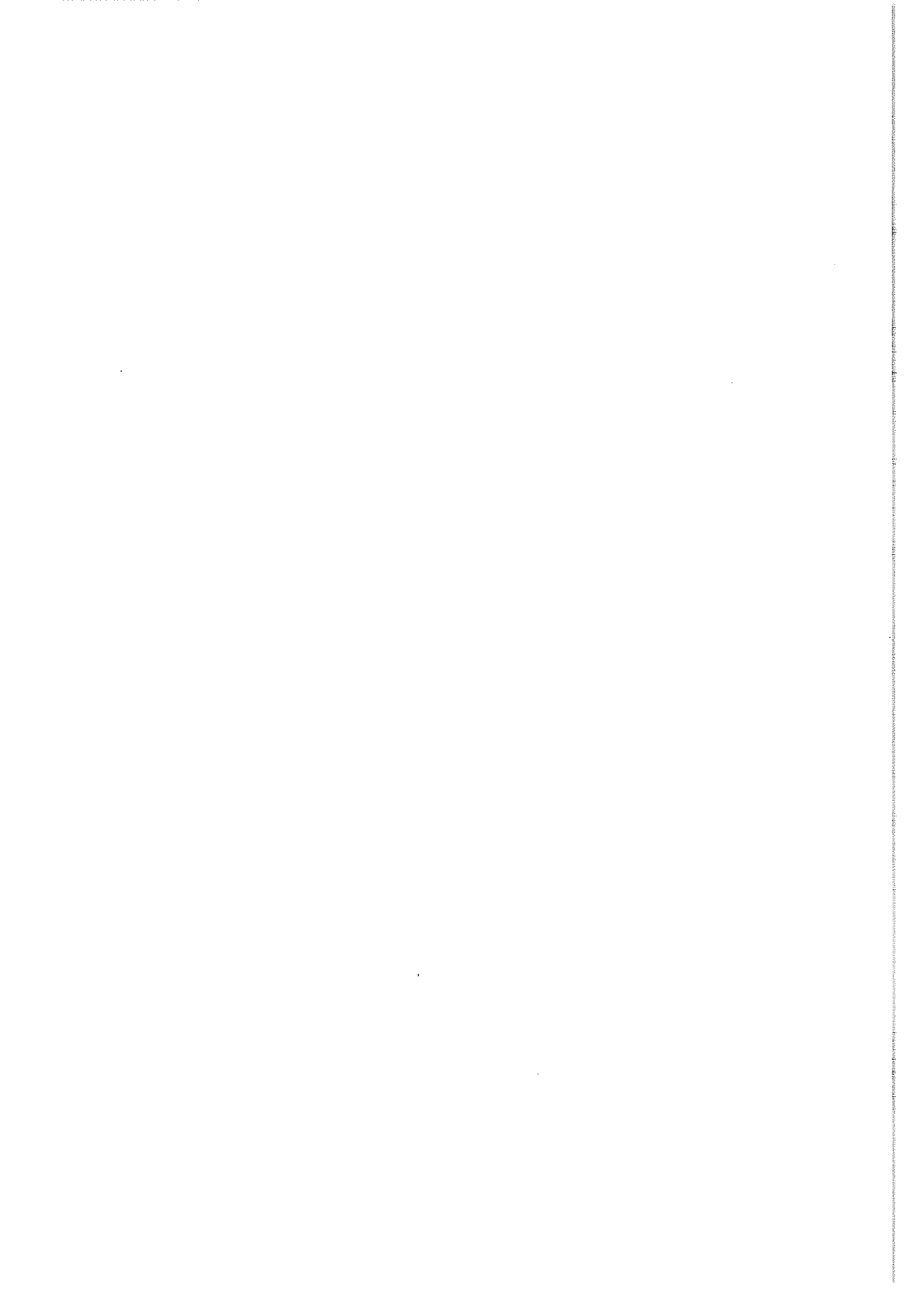
Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein SPA-LEED-Meßgerät, das die hochauflösende Reflexprofilanalyse des Elektronenbeugungsbildes einer Kristalloberfläche ermöglicht, aufgebaut. Strukturparameter der Oberfläche können so mit hoher Genauigkeit bestimmt werden. Mittels eines transparenten Leuchtschirmes kann das LEED-Bild visuell beurteilt werden, in der Hauptanwendung wird die von der Kristalloberfläche zurückgestreute Intensität mit einem Channeltron nachgewiesen. Um ein Beugungsbild zu erhalten, wird dann mit 2 x 8 Ablenkplatten die zurückgestreute Intensität elektrostatisch über die Eintrittsblende des feststehenden Channeltrons geschwenkt. Die elektrostatische Ablenkung überstreicht im reziproken Raum einen Winkel von  $30^\circ$ , die Intensität kann mit einem Dynamikverhältnis von  $1 : 10^6$  aufgenommen werden. Die Spezifikationen des Systems wurden an einer Si (111) 7x7 - Oberfläche nachgewiesen. Eine Reflexhalbwidthbreite von 0.17% bezogen auf den Normalreflexabstand und damit verbunden eine Transferweite des Systems von 200 nm wurde erreicht.

Mit dem SPA-LEED-Instrument wurde die Heteroepitaxie von Pb auf Si (111) 7x7 untersucht. Auf der reinen Siliziumoberfläche wächst bei Raumtemperatur die erste Bleischicht mit komprimierter Gitterkonstante auf, zusätzlich aufgebrachtes Blei zeigt epitaktisches Wachstum. Von den beiden nach Tempern auftretenden  $\sqrt{3}$  - Strukturen wurde die  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$  R $30^\circ$  Pb(I)-Überstruktur eingehender betrachtet. Eine Reflexaufspaltung konnte durch die Anordnung von Bleidomänen auf der Oberfläche erklärt werden.

## Abkürzungsverzeichnis

$a$	: Gitterkonstante
$\vec{a}_1, \vec{a}_2$	: Vektoren, die die Lage der Basis beschreiben
$c_F$	: Schichtwägeempfindlichkeit
cps	: counts per second
$d, d_{\max}$	: Länge im realen Raum
$e$	: Elementarladung
$\vec{e}_1, \vec{e}_2$	: Vektoren innerhalb der Basis
$f_j$	: Rückstreufaktor
$f_0$	: Frequenz
$\Delta f$	: Frequenzänderung
$F$	: Strukturamplitude
$F$	: Fläche
FWHM	: full width at half maximum
$g(r)$	: Def. vgl. S. 8
$G$	: Gitteramplitude
$h$	: Planck - Konstante
$h$	: ganze Zahl
$h_m$	: gemessene Reflexhalbwidthsbreite
$h_I$	: kristallbedingte Reflexhalbwidthsbreite
$h_T$	: instrumentell bedingte Reflexhalbwidthsbreite
$I(\Delta k)$	: zurückgestreute Intensitätsverteilung
$J(\Delta k)$	: gemessene Intensitätsverteilung
$k$	: ganze Zahl
$\vec{k}_0$	: Wellenvektor der einfallenden Welle
$\vec{k}_1$	: Wellenvektor der auslaufenden Welle
$\Delta k$	: Impulsübertrag
$k_{10}$	: Abstand (00) - (10)-Reflex im reziproken Raum
$k_{  }$	: Impulsübertrag parallel zur Oberfläche
LEED	: low energy electron diffraction
$m$	: Elektronenmasse
$\Delta m$	: Massenzunahme
$M_1, M_2$	: Kristall besteht aus $M_1 \cdot M_2$ streuenden Einheiten

$n, n_1, n_2$  : ganze Zahlen  
 $N$  : Anzahl der Atome innerhalb einer Basis  
 $N$  : ganze Zahl  
 $p$  : ganze Zahl  
 $r, r'$  : Ortsvektoren  
 $\vec{r}_j$  : Abstand einer streuenden Einheit zum  
Koordinatenursprung  
 $\vec{R}$  : Abstand des Beobachtungspunktes zum  
Koordinatenursprung  
SPA : spot profile analysis  
 $t(x)$  : Transferfunktion  
 $t_w$  : Halbwertsbreite der Transferfunktion  
 $T(\Delta k)$  : Instrumentenfunktion  
 $U$  : Beschleunigungsspannung  
 $x$  : Differenzvektor  
  
 $\vartheta, \varphi$  : Winkel  
 $\eta$  : Massenbelegung  
 $\lambda$  : Wellenlänge  
 $\Phi$  : Austrittsarbeit  
 $\Phi(x)$  : Autokorrelation  
 $\Psi, \Psi_0$  : Wellenfunktion





## 1. Einleitung

Die Beugung niederenergetischer Elektronen ( LEED = Low Energy Electron Diffraction ) hat sich seit der Entdeckung durch Davidson und Germer im Jahr 1927 (1) bis heute zu einer weit verbreiteten Methode der Oberflächenanalyse entwickelt. In fast allen UHV-Apparaturen wird unter Benutzung einer 4-Gitter-Optik an Hand von LEED-Bildern die Kristallinität und Reproduzierbarkeit der Oberfläche überprüft. Allein die Existenz von Beugungsreflexen ermöglicht quantitative Aussagen über die Oberfläche. Die Volumenperiodizität führt zu sogenannten Normalreflexen, zusätzliche Reflexe weisen auf Oberflächenrekonstruktionen oder die Anordnung von Adsorbaten auf der Oberfläche in einer veränderten Periodizität hin (2,3).

Im Rahmen der dynamischen LEED-Theorie wird die experimentell ermittelte integrale Reflexintensität mit der berechneten verglichen. Auf diese Weise kann die Position der Oberflächenatome in der Einheitsmasche bestimmt werden, vorausgesetzt diese ist nicht zu groß und die Oberfläche ist ideal periodisch (4,5,6). Sind im LEED-Bild die Reflexe scharf und ist die Untergrundintensität gering, so gilt die letzte Bedingung als erfüllt.

Doch gerade mit der nicht idealen Oberfläche sind interessante Phänomene verknüpft. Für Kristallwachstum, die Anordnung von Adsorbaten auf der Oberfläche, Phasenübergänge oder heterogene Katalyse können Abweichungen von der idealen Oberfläche wie Punktdefekte, Stufen, Domänengrenzen oder Facetten von durchaus großer Bedeutung sein. Oberflächenrauigkeiten beeinflussen z.B. die Leitfähigkeit von MOS-Strukturen (7). Es konnte gezeigt werden, daß die Information über die Abweichungen von der idealen Oberfläche in den LEED-Reflexprofilen enthalten sind ( SPA - LEED = Spot Profil Analysing LEED ) und daß für eine fast perfekte Ober-

fläche die Reflexprofile theoretisch im Rahmen der kinematischen Näherung (vgl. Kap. 2) beschrieben werden können (8,9,10).

Eine normale 4-Gitter-Optik ist wegen Elektronenkanone und Leuchtschirm in Auflösung und Dynamik begrenzt. Die Transferweite und damit verbunden die maximale Größe noch sichtbarer Strukturen ist auf einige 10 nm beschränkt. Um die Auflösung, die Handhabung oder die Geschwindigkeit der Datenaufnahme zu verbessern, wurden in den verschiedenen Laboratorien die unterschiedlichsten Entwicklungen vorangetrieben (11,12,13,14,15,16).

Das hier vorgestellte SPA-LEED-Meßsystem ist durch seine gute Auflösung, das heißt durch die geringe instrumentell bedingte Reflexhalbwidthsbreite und die damit verbundene große Transferweite gekennzeichnet (17). Laterale Strukturen mit einer maximalen Größe von bis zu 700 nm können nachgewiesen werden. Eine neu entwickelte Elektronenkanone wurde mit dem von Teich (18) und Gronwald (5,6) vorgestellten Ablenkplattensystem kombiniert. Das Beugungsbild einer Kristalloberfläche wird ohne mechanische Bewegungen mittels elektrostatischer Ablenkung über die Eintrittsblende des feststehenden Detektors geschwenkt und so mit einem Channeltron aufgenommen. Ein zusätzlicher Leuchtschirm erlaubt die visuelle Beurteilung des LEED-Bildes.

Das Meßgerät selbst und Messungen an Si(111) 7x7, die die Spezifikationen des Gerätes demonstrieren, werden im Kapitel 4 vorgestellt. Messungen an dem System Pb auf Si(111) 7x7 (Kapitel 5) zeigen die Möglichkeit auf Grund eines verbesserten Meßgerätes neue Aussagen zu machen.

## 2. Theoretische Grundlagen

In der Oberflächenphysik ist die Untersuchung mit LEED, das heißt die Beugung langsamer Elektronen an periodischen Strukturen, eine seit langem weit verbreitete Methode. Die de Broglie-Wellenlänge der Elektronen läßt sich in einfacher Weise über die Primärenergie der Elektronen einstellen :

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meU}} \quad \text{F 1.1}$$

Auf Grund der geringen Eindringtiefe der Elektronen bei Energien zwischen 30 eV und 500 eV bzw. 0.22 nm bis 0.055 nm Wellenlänge ist die mit LEED gewonnene Aussage äußerst oberflächenspezifisch (2).

### 2.1 LEED im Rahmen der kinematischen Näherung

Für die Berechnung der gestreuten Intensität werden nur Einfachstreuprozesse zwischen Elektronen und Kristall, der durch eine periodische Anordnung von streuenden Einheiten beschrieben wird, berücksichtigt. Geht man von einer schwachen Wechselwirkung aus, so tragen Vielfachstreuprozesse nur unwesentlich bei. Eine ebene Welle fällt ein, streut elastisch an einem Element der periodischen Anordnung und die gestreute Welle läuft dann unbeeinflusst weiter (19). Ebene Welle :

$$\psi = \psi_0 e^{i(\vec{k}_0 \vec{r} - \omega t)} \quad \text{F 1.2}$$

dabei ist :

$$|\vec{k}_0| = \frac{2\pi}{\lambda} \quad \text{F 1.3}$$

Betrachtet wird in hinreichend großer Entfernung  $\vec{R}$  zum Koordinatenursprung einer periodischen Anordnung die an dieser Anordnung gestreute Intensität. Jedes Element der Anordnung

liefert :

$$\Psi_j = \Psi_0 \frac{e^{i(\vec{k}_0 \vec{r}_j - \omega t)}}{R} \cdot f_j(\vec{k}_0, \vec{k}_1) \cdot e^{-i(\vec{k}_1 - \vec{k}_0) \vec{r}_j} \quad \text{F 1.4}$$

Die an dem j-ten Element gestreute Intensität setzt sich zusammen aus einer Kugelwelle, einem Rückstreufaktor  $f_j$  und einer Phasenverschiebung, die vom Abstand  $\vec{r}_j$  der streuenden Einheit vom gewählten Koordinatenursprung abhängt. Der Impulsübertrag  $\Delta \vec{k}$  beträgt :

$$\Delta \vec{k} = \vec{k}_1 - \vec{k}_0 \quad \text{F 1.5}$$

Die Summation über alle streuenden Einheiten liefert :

$$\Psi \sim \sum_j f_j(k_0, k_1) e^{-i \Delta \vec{k} \vec{r}_j} \quad \text{F 1.6}$$

Im allgemeinen Fall ist jedes Atom gekennzeichnet durch seine Zugehörigkeit zu einer streuenden Einheit - Basis - und seinen Platz innerhalb der Basis. In zwei Dimensionen :

$$\vec{r}_j = n_1 \vec{a}_1 + n_2 \vec{a}_2 + l_1 \vec{e}_1 + l_2 \vec{e}_2 \quad \text{F 1.7}$$

Die Vektoren  $\vec{a}_1$  und  $\vec{a}_2$  beschreiben jede Basis, die Vektoren  $\vec{e}_1$ ,  $\vec{e}_2$  die Orte der einzelnen Atome innerhalb der Basis. Für eine Anordnung von  $M_1 \cdot M_2$  streuenden Einheiten, N Atomen pro Basis, und einsetzen dieser Werte in F 1.6 erhält man :

$$\Psi \sim \sum_{n_1=0}^{M_1-1} e^{-i \Delta \vec{k} n_1 \vec{a}_1} \sum_{n_2=0}^{M_2-1} e^{-i \Delta \vec{k} n_2 \vec{a}_2} \sum_{p=1}^N f_p(\vec{k}_0, \vec{k}_1) e^{-i \Delta \vec{k} (l_{1,p} \vec{e}_1 + l_{2,p} \vec{e}_2)} \quad \text{F 1.8}$$

Man bezeichnet als Strukturamplitude, die die einzelne

streuende Einheit beschreibt :

$$F = \sum_{p=1}^N f_p(\vec{k}_0, \vec{k}_1) e^{-i\Delta\vec{k}(l_{1,p}\vec{e}_1 + l_{2,p}\vec{e}_2)} \quad F \ 1.9$$

und als Gitteramplitude, die nur von der Anordnung der streuenden Einheiten, das heißt der Periodizität der Oberfläche, und  $\Delta\vec{k}$  abhängt :

$$G = \sum_{n_1=0}^{M_1-1} e^{-i\Delta\vec{k}n_1\vec{a}_1} \sum_{n_2=0}^{M_2-1} e^{-i\Delta\vec{k}n_2\vec{a}_2} \quad F \ 1.10$$

Der Messung ist nun nicht die Fouriertransformierte der Oberfläche zugänglich, sondern es wird die Intensität gemessen, die Phaseninformation geht verloren :

$$I \sim \Psi \cdot \Psi^* \sim |F|^2 \cdot |G|^2 \quad F \ 1.11$$

Unter Benutzung von  $\sum_{m=0}^{N-1} x^m = (1-x)^N / (1-x)$  kann  $|G|^2$  umgeschrieben werden :

$$|G|^2 = \frac{\sin^2(\frac{1}{2} M_1 \vec{a}_1 \Delta\vec{k})}{\sin^2(\frac{1}{2} \vec{a}_1 \Delta\vec{k})} \cdot \frac{\sin^2(\frac{1}{2} M_2 \vec{a}_2 \Delta\vec{k})}{\sin^2(\frac{1}{2} \vec{a}_2 \Delta\vec{k})} \quad F \ 1.12$$

Man erhält Maxima der Intensität (vgl. auch F 1.10), wenn die Lauebedingungen erfüllt sind :

$$\Delta\vec{k} \vec{a}_1 = 2\pi h$$

$$\Delta\vec{k} \vec{a}_2 = 2\pi k$$

F 1.13

h und k sind ganze Zahlen. Die Breite der Beugungsmaxima in Richtung  $\vec{a}_1$  bzw.  $\vec{a}_2$  ist proportional zu  $1/M_1$  bzw.  $1/M_2$ . Die

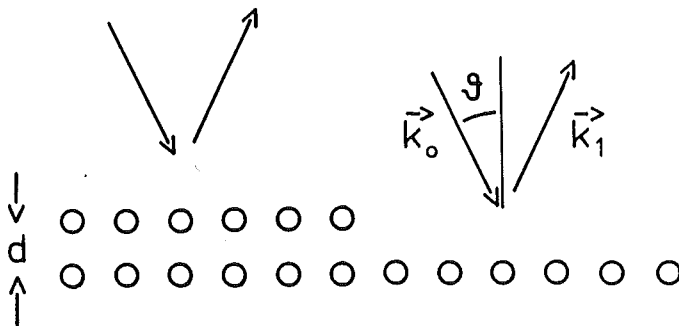
Form der Beugungsmaxima enthält somit Information über die Größe von Strukturen beschrieben durch  $M_1$  bzw.  $M_2$ .

Die gesamte zurückgestreute Intensität (F 1.8) wird in eine Strukturamplitude (F 1.9), die die Information über die einzelne streuende Einheit enthält, und eine Gitteramplitude (F 1.10) zerlegt, die die Information über die Anordnung dieser Einheiten zueinander beinhaltet. Da die Elektronen bei LEED-Energien eine gewisse Eindringtiefe (2) haben, läßt sich die Beschreibung nicht in einem wirklich zweidimensionalen Modell entwickeln. Die Beiträge tieferer Schichten werden in einer veränderten Strukturamplitude berücksichtigt, so daß die Gitteramplitude unverändert beibehalten werden kann. Jeder Einheitsmasche werden die tiefer liegenden Atome zugeordnet, der Kristall wird in "Säulen" aufgeteilt (9). Diese Beschreibung bleibt ohne Einschränkung gültig, solange die Oberfläche streng periodisch ist.

Bei z.B. einer gestuften Fläche stößt dieser Ansatz auf Schwierigkeiten. Die an der Kante liegenden streuenden Einheiten haben wegen ihrer Lage eventuell eine andere Strukturamplitude als auf der Terrasse liegende Einheitsmaschen. Ähnliche Überlegungen sind anzustellen, wenn zusätzlich auf die Oberfläche des Kristalls aufgebrachte Atome nicht die Periodizität der Unterlage annehmen, also nicht eindeutig einer streuenden Einheit zuzuordnen sind. Auch in solchen Fällen liefert die kinematische Näherung erstaunlich gute Ergebnisse, so daß auf diese Weise ihr Einsatz gerechtfertigt ist (23). Außerdem besteht noch die Möglichkeit neue, größere Einheitsmaschen zu definieren.

## 2.2 Charakteristische Spannungen

An dieser Stelle erfolgt die Ableitung nur für den Fall einer Stufe auf einer ansonst regelmäßigen Oberfläche und nur für den (00)-Reflex. Ein allgemeinerer Ansatz ist in Ref. (20) diskutiert.



Die Stufe hat keinen Einfluß auf die Streuamplitude, falls der Gangunterschied ein Vielfaches der Wellenlänge beträgt, also konstruktive Interferenz auftritt.

$$d = \frac{\sqrt{2emU}}{h} \cdot \frac{1}{s \cdot 2 \cos \vartheta} \quad \text{F 2.1}$$

$$= \frac{\sqrt{1.51}}{\sqrt{U - \Phi}} \cdot \frac{1}{s \cdot 2 \cos \vartheta} \quad (\text{U in Volt})$$

Dabei ist  $\Phi$  die Austrittsarbeitendifferenz zwischen Kristall und Kathode und die dadurch hervorgerufene Wellenlängenänderung. U wird für ganzzahliges s und damit verbundener konstruktiver Interferenz als "scharfe" Spannung bezeichnet, da in diesem Fall von der Stufe im Beugungsreflex nichts sichtbar ist. Für halbzahliges s, destruktive Interferenz und einer auf die Stufe zurückzuführenden Reflexverbreiterung, die nun sichtbar wird, ist für die mit der Wellenlänge bzw. Energie der Elektronen verknüpfte Beschleunigungsspannung U die Bezeichnung "unscharfe" Spannung üblich. Im Modell des reziproken Gitters einer Oberfläche (vgl. Abb. 4.3) treten

die "scharfen" Spannungen auf der Stange dort auf, wo die Beugungsbedingungen für ein dreidimensionales Gitter erfüllt wären.

### 2.3 Autokorrelation

Betrachtet wird die Gitteramplitude für den eindimensionalen Fall (F 1.10) :

$$G(\Delta k) = \sum_{n=0}^M e^{-i\Delta k n a} \quad \text{F 3.1}$$

Dieses kann mit  $g(r) = \sum_{n=0}^M \delta(r - na)$ , Ref. (21) folgend, umgeschrieben werden :

$$G(\Delta k) = \int_{-\infty}^{+\infty} g(r) e^{-i\Delta k r} dr \quad \text{F 3.2}$$

Der Messung zugänglich ist die Intensität :

$$\begin{aligned} |\Psi|^2 \sim |G(\Delta k)|^2 &= \int_{-\infty}^{+\infty} g(r') e^{i\Delta k r'} dr' \int_{-\infty}^{+\infty} g(r) e^{-i\Delta k r} dr \\ &= \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} g(r') g(r) e^{i\Delta k (r' - r)} dr' dr \end{aligned}$$

F 3.3

mit der Substitution  $x = r' - r$  :

$$|G(\Delta k)|^2 = \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} \underbrace{g(x+r) g(r)}_{=\Phi(x)} dr e^{i\Delta k x} dx \quad \text{F 3.4}$$



Die Autokorrelationsfunktion  $\Phi(x)$  gibt die Anzahl der Streuzentren an, die einen Abstand  $x$  voneinander haben. Die gemessene Intensität ist die Fouriertransformierte der Autokorrelationsfunktion. Da die Phaseninformation bei der Messung verloren geht, stellt die Autokorrelation das Maximum an Information dar, das man aus der Messung erhalten kann.

#### 2.4 Instrumentenfunktion und Transferweite

Wie F 1.12 zu entnehmen ist, erhält man nur dann  $\delta$ -förmige Beugungsreflexe, wenn der Kristall eine nicht gestörte Periodizität aufweist,  $M_1$  und  $M_2$  gegen unendlich gehen. Defekte der Oberfläche wie z.B. Inseln, Terrassen etc. führen zu nicht idealen Reflexen, wie z.B. Verbreiterungen, Aufspaltungen u.ä. (10,22,23). Nun ist aber im realen Experiment wegen der instrumentellen Beschränkung nie die Intensitätsverteilung  $I(\Delta k)$  und die darin enthaltene Oberflächeninformation allein messbar, denn dem kristallbedingten Reflexprofil ist eine Verbreiterung, bedingt durch das Meßinstrument, überlagert. Gemessen wird die Faltung von  $I(\Delta k)$  mit der Instrumentenfunktion  $T(\Delta k)$ .

$$J(\Delta k) = I(\Delta k) * T(\Delta k) \quad \text{F 4.1}$$

Mit der Schreibweise  $F\{ \}$  für Fouriertransformation :

$$\begin{aligned} J(\Delta k) &= F\{ \Phi(x) \} * F\{ t(x) \} \\ &= F\{ \Phi(x) \cdot t(x) \} \end{aligned} \quad \text{F 4.2}$$

$t(x)$  wird als Transferfunktion bezeichnet, sie moduliert die Autokorrelationsfunktion. Für große Abstände  $x$  geht  $t(x)$  gegen Null, Interferenzen zwischen weit auseinanderliegenden Streuern werden unterdrückt. Als Transferweite wird die

Halbwertsbreite  $t_w$  der Transferfunktion bezeichnet. Die endliche Transferweite eines LEED-Meßinstrumentes kann auf die energetische Verbreiterung (nicht (00)-Reflex), die Ausdehnung der Elektronenquelle, ihren Öffnungswinkel und den Meßblendendurchmesser zurückgeführt werden (24).

Die Gitterkonstante  $a$  führt im reziproken Raum zu einem Abstand  $k_{10}$  zwischen (00)- und (10)-Reflex :

$$k_{10} = \frac{2\pi}{a} \quad \text{F 4.3}$$

Jeder Länge im reziproken Raum, also z.B. der Halbwertsbreite (FWHM = full width at half maximum)  $h_m$  eines Reflexes kann so in einfacher Weise eine Länge  $d$  im realen Raum zugeordnet werden :

$$\frac{h_m}{k_{10}} = \frac{a}{d} \quad \text{F 4.4}$$

Sind  $T(\Delta k)$  und  $I(\Delta k)$  gaußförmige Funktionen, so läßt sich die gemessene FWHM  $h_m$  in einen instrumentell bedingten Anteil  $h_T$  und einen durch den Kristall hervorgerufenen Anteil  $h_I$  zerlegen :

$$h_m^2 = h_I^2 + h_T^2 \quad \text{F 4.5}$$

Die mit einem idealen Kristall bestimmte instrumentelle FWHM  $h_T$  und die damit verbundene Transferweite  $t_w$  ist ein Maß für die maximale Größe  $d_{\max}$  der für das LEED-Instrument noch sichtbaren Oberflächenstrukturen. Durch hinreichende Genauigkeit bei der FWHM-Messung kann  $d_{\max}$  über den Wert  $t_w$ , die Halbwertsbreite der Transferfunktion, hinaus gesteigert werden (22).

$$d_{\max} = \frac{t_w}{\sqrt{2 \Delta h_T / h_T}} \quad \text{F 4.6}$$

Ein LEED-Instrument sollte also eine möglichst große Transferweite  $t_w$  besitzen, die Intensitätsmessung sollte mit einiger Genauigkeit möglich sein. Ein Faraday-cup-System mit geeigneter Elektronenkanone und kleiner Meßblende erfüllt diese Forderungen leichter, als ein System mit Leuchtschirm, da dort die eine Defokussierung bewirkenden Gitter vor dem Schirm (14) und die Dynamik der Leuchtschicht Grenzen setzen.

### 3. Experimenteller Aufbau

In diesem Kapitel soll der apparative Aufbau, die zusätzlich zum SPA-LEED-System zur Verfügung stehenden Meßmethoden und die Probenpräparation beschrieben werden. Das SPA-LEED-Meßinstrument wird ausführlich in Kapitel 4 beschrieben.

#### 3.1 Vakuumsystem

Die Messungen werden in einem Ultrahochvakuumrezipienten durchgeführt. Die Apparatur ist als on-axis-System ausgelegt mit der Meßposition auf einem Kreis von 30 mm Durchmesser um die Mittelachse des Systems. Es stehen zwei vertikal angeordnete Meßebenen in 150 mm Abstand voneinander zur Verfügung. Der Rezipient ist zweifach mit einer weichmagnetischen Speziallegierung ausgekleidet, um die für SPA-LEED-Messungen störenden Magnetfelder abzuschirmen. Das Vakuumsystem wird mit einer 180 l/sec Ionengetter- und einer 1100 l/sec Titansublimationspumpe gepumpt. Nach mehrtägigem Ausheizen, was wegen der doppelten Auskleidung, die als Strahlungsschild wirkt, nötig ist, wird ein Basisdruck von  $5 \cdot 10^{-9}$  Pa erreicht.

#### 3.2 Manipulator

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein Manipulator des Typs, wie er bei Theile (25) beschrieben wird, als modifizierter Nachbau aufgebaut. Besonderes Kennzeichen des Manipulators ist ein kardanisch aufgehängter Tisch, seitliche Verstellungen erfolgen über zwei Winkel  $\vartheta$  und  $\varphi$ . Neben den geringen Kosten im Vergleich zu einem x-y-Tisch sprechen die leicht zu erreichende Stabilität und Einstellgenauigkeit für ein solches Konstruktionsprinzip. Die Winkel  $\vartheta$  und  $\varphi$  lassen sich auf maximal  $\pm 15^\circ$  einstellen, so daß in der oberen Meßebene eine seitliche Verstellung von 38 mm und in der unteren Meßebene eine Verstellung von 77 mm möglich ist. Auf dem Tisch sind

zwei Laufstangen montiert, die den Manipulatorkopf führen; der Hub beträgt 200 mm. Das UHV-seitige Manipulatorrohr wird im kardanisch aufgehängten Tisch in einem Gleitlager geführt und ist im Manipulatorkopf an einem Axial-Radialkugellager befestigt. Diese beiden weit auseinander liegenden Punkte gewährleisten eine spielfreie Bewegung des Manipulatorrohres. Im Kopf wird auf das Manipulatorrohr über ein Untersetzungsgetriebe im Verhältnis 4:1 mit einer Drehdurchführung eine Drehung übertragen. Die Bewegung einer Linear-durchführung wird mit einem Drahtseil, das im Manipulatorrohr läuft, in eine Verkippung des Kristalles von  $\pm 18^\circ$  umgesetzt. Durch Belastung aller Lager mit Federn konnte auch

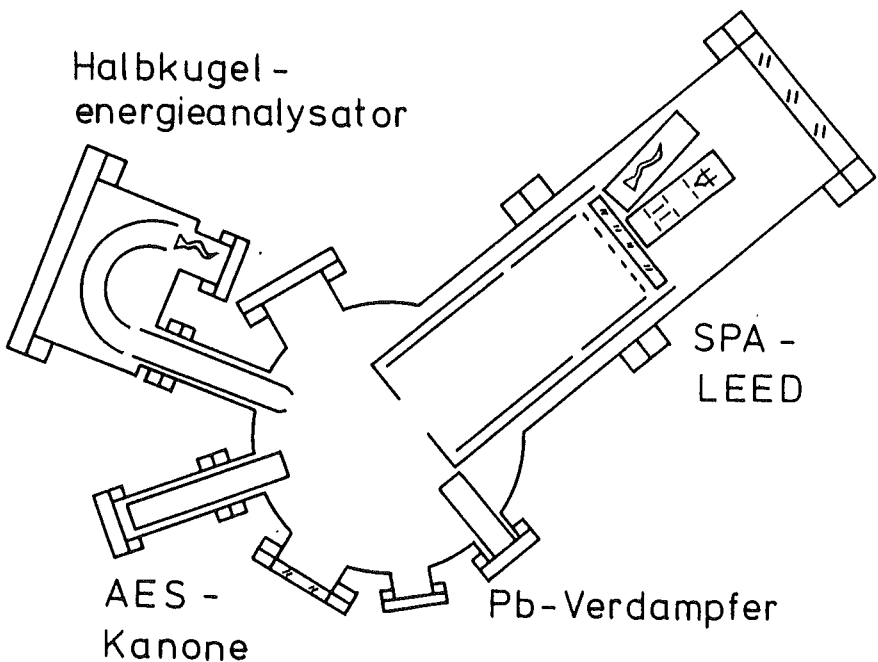


Abb. 3.1: Schnitt durch die UHV-Apparatur in der SPA-LEED-Meßebeine

dieser Bewegungsfreiheitsgrad äußerst spielfrei realisiert werden. Damit in SPA-LEED-Meßposition der Manipulator senkrecht steht, wurde der Aufbau auf dem Anschlußflansch 15 mm aus der Achse zur SPA-LEED-Meßposition hin gerückt.

### 3.3 Weitere Meßmethoden

Die UHV-Anlage ist mit einem Halbkugelenergieanalysator ausgestattet. Der Sollbahnradius der Halbkugel beträgt 50 mm. Als Anregungsquelle steht eine Elektronenkanone für den Energiebereich von 100 eV bis 5 keV zur Verfügung. Mit diesem System werden Augermessungen zur Reinheitskontrolle der Oberfläche durchgeführt. Mit vernünftiger Zeitkonstante, das heißt einer Sweepgeschwindigkeit von 1 eV/sec, läßt sich ein Verhältnis von 200:1 zwischen Silizium und Oberflächenkontamination nachweisen. Die Halbkugel ist so in der Apparatur angebracht, daß bei Benutzung der Elektronenkanone des SPA-LEED-Systemes eine Energieanalyse der zurückgestreuten Intensität möglich ist (vgl. Abb. 3.1). Die Energieauflösung beträgt etwa 700 meV. Obwohl der Öffnungswinkel der Halbkugel nicht exakt bestimmbar ist, so ist es doch möglich bei einer Messung an Si(111) 7x7 zwischen einem Reflex und einer Untergrundanalyse Unterschiede festzustellen. Diese Möglichkeit und die Ergebnisse werden hier nicht weiter diskutiert. Die Apparatur ist mit einem Quadropolmassenspektrometer für den Bereich 1 bis 100 amu ausgestattet, als kleinster Partialdruck können  $2 \cdot 10^{-11}$  Pa nachgewiesen werden.

### 3.4 Bleiverdampfer mit Schwingquarzwaage

Blei hat einen Schmelzpunkt von  $327^{\circ}$  C. Da am Schmelzpunkt der Dampfdruck kleiner als  $10^{-6}$  Pa ist, ist es nötig das Blei aus der flüssigen Phase zu verdampfen (26). Dazu wird Blei in eine Molybdäntasche gebracht, die über thermischen

Kontakt zu einem Wolframdraht geheizt wird. Bei einer Arbeitstemperatur von etwa 500 °C wird ein Dampfdruck von  $10^{-3}$  Pa erreicht.

Die aufgedampfte Menge wird mit einer Schwingquarzwaage gemessen (27). Ein Quarz, der am Rand gehalten wird und in der Mitte ein Schwingungsmaximum besitzt, ändert seine Eigenfrequenz  $f_0$  auf Grund der zusätzlichen Massenbelegung :

$$\Delta f = - C_F \cdot \eta$$

Dabei ist die Massenbelegung  $\eta = \Delta m / F$  ( $\text{g}/\text{cm}^2$ ).  $C_F$  ist die Schichtwägeempfindlichkeit:

$$C_F = f_0^2 \cdot 2.266 \cdot 10^{-6} \frac{\text{cm}}{\text{Hz} \cdot \text{g}}$$

Mit der Definition, daß eine Monoschicht Blei  $8.16 \cdot 10^{14}$  Atome pro  $\text{cm}^2$  enthält, berechnet man eine Frequenzabnahme von 63.2 Hz pro Monolage. Wegen dieser großen Frequenzänderung und der relativ niedrigen Arbeitstemperatur des Verdampfers sind keine besonderen Maßnahmen zur Stabilisierung des Quarzes erforderlich. Die auf den Kristall aufgebrachte Menge wird bei bekanntem Abstand Bleiverdampfer - Quarz und Bleiverdampfer - Kristall nach einem  $r^2$ -Gesetz berechnet.

### 3.5 Kristallpräparation

Aus einem Siliziumstab werden Proben der Größe  $12 \times 8 \times 4 \text{ mm}^3$  gesägt. Die Proben werden mit einem Laueverfahren grob orientiert und poliert. Mit einer Zweikristallbeugungsanordnung wird die Kristalloberfläche bis auf  $0.05^\circ$  genau bezüglich der (111)-Ebene präzisionsorientiert (28). Dazu wird der Kristall röntgentopografisch ausgerichtet. Die polierte Kristalloberfläche dient als Spiegel für einen Laserstrahl und die Verschiebung des reflektierten Laserstrahles bei

Drehung des Kristalles um den Normalenvektor der (111)-Ebene ist ein Maß für die Genauigkeit der Orientierung der Oberfläche. Gegebenenfalls muß der Kristall erneut poliert und das Verfahren wiederholt werden. An den Seiten ist der Kristall mit Nuten versehen, er wird am Manipulator in eine Wolframdrahtschleife gehängt.

Vor dem Einbau wird durch chemische Oxidation in konzentrierter Salpetersäure Siliziumdioxid aufgebracht. Dieses Oxid schützt den Kristall während des Ausheizens vor Nickelkontamination (29).

Nickel gelangt durch die sogenannte "Mond"-Reaktion, eine Transportreaktion durch Bildung von Nickelcarbonyl, auf die Oberfläche (30). Zur Säuberung der Oberfläche wird zu Beginn jedes Experimentes der Kristall durch Elektronenstoßheizung bis kurz unter den Schmelzpunkt, mit einem Pyrometer wird eine Temperatur von ca.  $1280^{\circ}\text{C}$  gemessen, geheizt. Beim ersten Heizen dampft dabei das Nickel zusammen mit dem Oxid ab.

Die Oberfläche kann durch atomaren Wasserstoff - Einlaß von Wasserstoff mit heißem Wolframfilament vor dem Kristall - stabilisiert werden. Über den Zeitraum einer Woche war keine Verbreiterung der Reflexe, die ohne dieses Verfahren nach wenigen Stunden auftrat, zu beobachten. Da nach Wasserstoffeinlaß keine Reflexverbreiterung auftritt, bleiben also alle Siliziumatome auf den einmal besetzten idealen Gitterplätzen. Zerstörung, Aufräuhung der Oberfläche, die durch Restgasadsorption zu erklären wäre, wird über die gezielte Passivierung der Oberfläche mit Wasserstoff verhindert. Auf diese Weise wurde eine einmal "gut" präparierte Fläche stabilisiert und die Eichmessungen mit dem SPA-LEED-System durchgeführt.



## 4. Das SPA - LEED - Instrument

Im Rahmen dieser Arbeit wurde das hier vorgestellte SPA-LEED-Instrument entwickelt (17). Um ein LEED-Bild zu erhalten, wird die gestreute Intensität mit elektrostatischen Ablenkplatten über eine Detektorblende geschwenkt und so aufgenommen (11,12,18). Für die visuelle Beurteilung eines LEED-Bildes wird ein zusätzlicher Leuchtschirm verwendet. Eine Elektronenkanone, die sowohl den für Schirmbetrieb nötigen Strom liefert als auch den für hohe Auflösung wünschenswerten Quelldurchmesser aufweist, wurde gebaut.

### 4.1 Mechanik

Das SPA-LEED-System ist auf einem Flansch DN 150 CF aufgebaut. In Abbildung 4.1 sind die für die Funktion wichtigen Elemente dargestellt.

Das System ist mit einem Glasleuchtschirm ausgestattet, der von der Rückseite durch ein Fenster betrachtet wird. Der Schirm dient der schnellen visuellen Beurteilung eines Beugungsbildes. Auf Grund eines Arbeitsabstandes von ungefähr 250. mm zwischen Kristall und Schirm sowie der verbesserten Elektronenkanone ist die örtliche Auflösung höher als bei einem normalen 4-Gitter-System. Aus dem selben Grund ist allerdings nur ein kleinerer Ausschnitt des Beugungsbildes gleichzeitig auf dem Schirm sichtbar, ungefähr eine Brillouinzone des Beugungsbildes einer Si(111) Oberfläche bei ca. 100 eV Primärenergie. Durch Drehen des Kristalls werden andere Ausschnitte des Beugungsbildes auf dem Schirm sichtbar.

Im Hauptbetriebsmodus wird die gestreute Intensität mit einem Channeltron nachgewiesen. Dabei wird mit 2 x 8 Platten durch elektrostatische Ablenkung das Beugungsbild über eine Eintrittsblende von 0.1 mm Durchmesser geschwenkt. Eine Linse direkt vor dem Kristall bildet die Elektronenquelle im Maßstab 1:1 auf die Channeltroneintrittsblende ab.

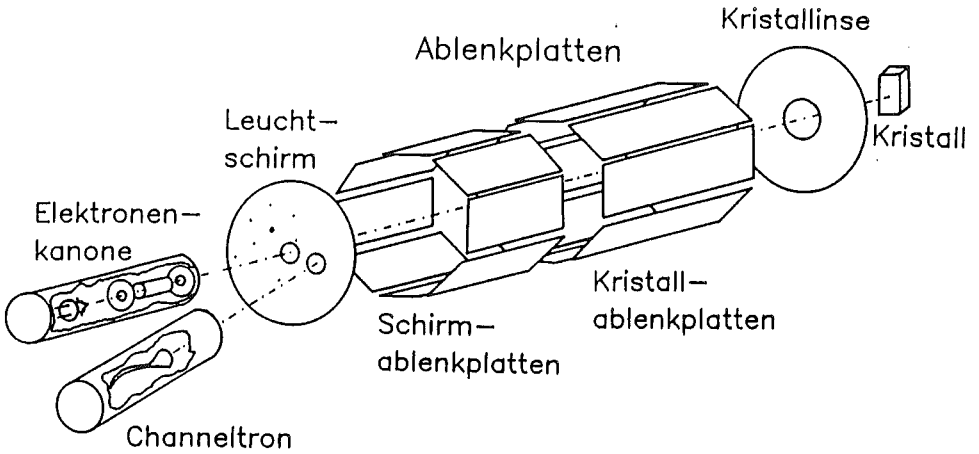


Abb. 4.1: Funktionselemente des SPA-LEED-Instrumentes

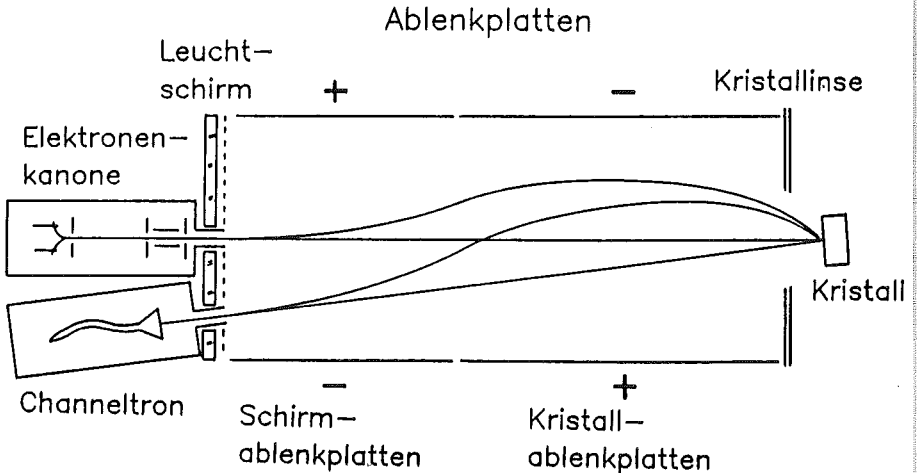


Abb. 4.2: Elektrostatische Strahlablenkung im realen Raum. Ohne Ablenkspannungen wird der direkt reflektierte Strahl im Channeltron nachgewiesen. Werden Ablenkspannungen angelegt, so werden sowohl der einfallende als auch die reflektierten Strahlen in gleicher Weise abgelenkt. Je nach Ablenkspannungen können so alle Reflexe in den Detektor gebracht werden.

#### 4.2 Elektrostatische Ablenkung im realen und reziproken Raum

Für die Aufnahme eines Beugungsbildes wird die gestreute Intensität als Funktion der Ablenkspannungen aufgezeichnet. Weder Kristall noch Detektor werden bewegt und so alle Schwierigkeiten mechanischer Bewegung wie z.B. Reproduzierbarkeit, Genauigkeit und Geschwindigkeit der Verstellung vermieden. In Abbildung 4.2 ist der Kristall relativ zum System so orientiert, daß der direkte Strahl ins Channeltron trifft. Der Winkel zwischen einfallendem Strahl  $\vec{k}_0$  und reflektiertem Strahl  $\vec{k}_1$  ist durch die mechanische Konstruktion des Systems festgelegt, er beträgt  $9.5^\circ$ .

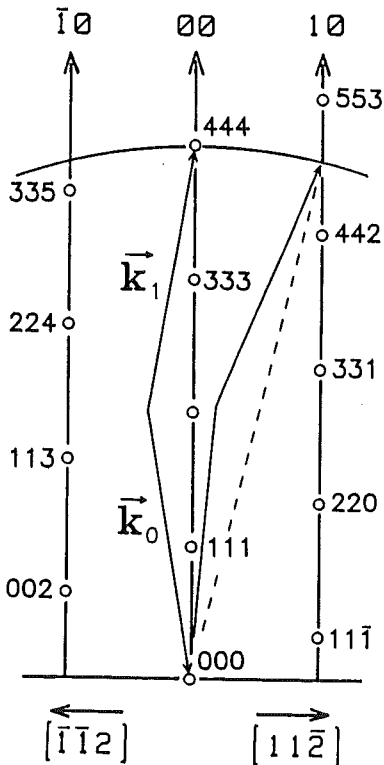


Abb. 4.3:  
Reziprokes Gitter für eine Si(111)-Oberfläche mit modifizierter "Ewaldkonstruktion". Man hat eine Kugel mit dem Radius von  $\Delta k = |\vec{k}_1 - \vec{k}_0|$  und dem Mittelpunkt bei (000).  $\vec{k}_1$  und  $\vec{k}_0$  sind für zwei verschiedene Beugungsbedingungen eingezeichnet.

Für die elektrostatische Ablenkung werden auf gegenüberliegende Ablenkplatten gleichgroße Spannungen entgegengesetzter Polarität gelegt, das Potential auf der Mittelachse des Systems bleibt so konstant. Bei dem gewählten Spannungsverhältnis zwischen Schirm und Kristallablenkplatten von 1:0.8 bleibt der Elektronenstrahl während eines Scans auf dem gleichen Ort der Probe. Werden Ablenkspannungen an die Platten gelegt (s. Abb. 4.2) und z.B. ein Beugungsreflex 1. Ordnung nachgewiesen, so erfahren einfallender Strahl  $\vec{k}_0$  und ausfallender Strahl  $\vec{k}_1$  die gleiche Ablenkung. Der Winkel zwischen  $\vec{k}_0$  und  $\vec{k}_1$  und damit  $\Delta k = |\vec{k}_0 - \vec{k}_1|$  bleibt konstant, nur der Winkel von  $\vec{\Delta k}$  zur Kristalloberfläche ändert sich. Dieser Sachverhalt ist für das reziproke Gitter einer Si(111) Oberfläche in Abbildung 4.3 dargestellt. Man erhält eine modifizierte "Ewaldkonstruktion", eine Kugel mit dem Radius  $\Delta k$  um den Punkt (000) als Mittelpunkt. Somit bleibt für die Beugungsbedingungen kein Freiheitsgrad,  $\vec{k}_0$  und  $\vec{k}_1$  sind festgelegt unabhängig vom Winkel der Probenoberfläche zum Instrument und der dann nötigen Ablenkspannungen um die gestreute Intensität an diesem Punkt des reziproken Raumes nachzuweisen, da nur mit einem einzigen Paar  $\vec{k}_0, \vec{k}_1$  dieser Punkt erreicht werden kann.

### 4.3 Elektronenkanone

Die Elektronenkanone liefert für den Schirmbetrieb einen Strom von bis zu  $10^{-6}$  A. Die Bestimmung des Kristallstromes erfolgt dabei mit einer spannungsfreien Messung an einem Siliziumeinkristall. Ein sich mit der Oberflächenpräparation ändernder Sekundärelektronenrückstreuoeffizient wird also nicht berücksichtigt. Für einen "guten" Kristall kann ein Strom von  $3 \cdot 10^{-8}$  A ausreichend sein. Bei Betrieb des Channeltrons wird der Strom, je nach Kristallqualität, auf Werte zwischen  $10^{-10}$  A und  $3 \cdot 10^{-8}$  A reduziert. In diesem Betriebsmodus bleibt der Elektronenquellendurchmesser bis herunter zu etwa 30 eV Primärenergie kleiner als 0.1 mm (31,32). Bei

kleinen Primärenergien wird zwischen Kathode und Anode eine zusätzliche Spannung gelegt, mit dem Ziel in diesem Bereich Raumladungen zu vermeiden. Hinter der Anode werden die Elektronen dann auf die Primärenergie abgebremst. Durch experimentelle Variation der Geometrie wurde in Anlehnung an Ergebnisse der Elektronenmikroskopieentwicklung der Bereich Kathode - Wehnelt - Anode optimiert (33). Die Elektronenkanone ist mechanisch so gebaut, daß alle Isolationskeramiken elektrostatisch abgeschirmt für den Elektronenstrahl nicht sichtbar sind. Die Elektronenkanone arbeitet mit einer direkt geheizten Wolframspitzenkathode. Die Kathode kann über eine Dreipunktaufhängung relativ zur Kanone bewegt werden. Sie sollte mit einer Genauigkeit von besser als 0.1 mm in Bezug auf die Geometrieachse der Kanone und den Abstand zum Wehnelt justiert werden.

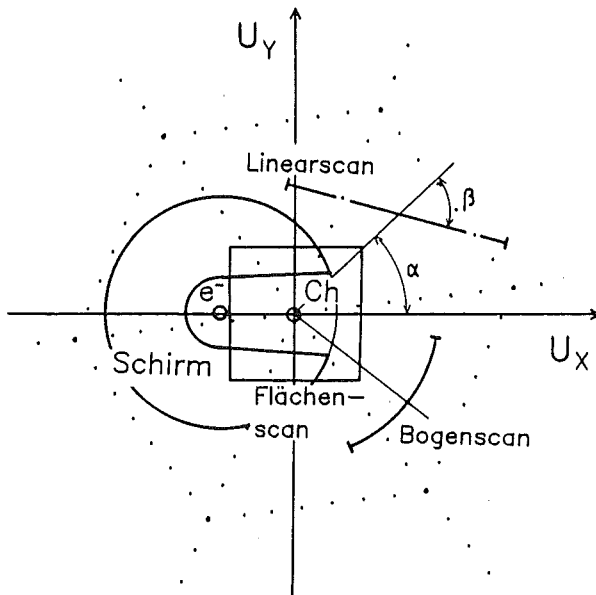


Abb. 4.4: Schnitt durch das SPA-LEED-System in der Schirmebene. Eingezeichnet ist, zusätzlich zum Leuchtschirm, ein Si(111)-LEED-Bild. Jedem Beugungsreflex sind Spannungen zugeordnet, die nötig sind ihn ins Channeltron zu schwenken.

#### 4.4 Datenaufnahme und Steuerung des Experimentes

Abbildung 4.4 zeigt einen Schnitt durch das SPA-LEED-System in der Schirmebene. Eingezeichnet ist der Glasleuchtschirm, der an der rechten Seite teilweise durch Elektronenkanone und Channeltron abgedeckt wird. Gleichzeitig ist das Beugungsbild der Si(111) 7x7 Fläche zu sehen, der (00)-Reflex liegt im Channeltron. Jedem Beugungsreflex sind Spannungswerte ( $U_x$ ,  $U_y$ ) zugeordnet, die Spannungen, die nötig sind, um ihn mittels elektrostatischer Ablenkung ins Channeltron zu schwenken.

Gesteuert von einem Computer werden, wie in Abbildung 4.5 gezeigt, Spannungen an die Ablenkplatten gelegt; das Beugungsbild wird so über die Channeltronblende bewegt. Die zu den jeweiligen Ablenkspannungen gehörenden Zählraten werden mit einer Zählkette bestehend aus Vorverstärker, Verstärker, Diskriminator und Ratemeter nachgewiesen, parallel zum Ratemeter von einem Digitalzähler aufgenommen und an den Rechner übergeben, so daß die Zählrate als Funktion der Ablenkspannungen zur Verfügung steht. Die Daten können zur späteren Auswertung auf Disketten abgespeichert werden. Vom Computer gesteuert werden eindimensionale Linear- und Bogenscans oder zweidimensionale Flächenscans aufgenommen. Flächenscans können als Oberflächenansicht (Abb. 4.9, 5.2, 5.5) oder Höhenlinienbild (Abb. 4.8, 4.10, 5.6) dargestellt werden. Je nach der Größe des abgerasterten Bereiches des reziproken Raumes geben sie einen Überblick über eine gesamte Brillouinzone oder einen kleinen Ausschnitt.

Bei zweidimensionalen Scans gewinnt der Aspekt der Meßzeit an Bedeutung. Sie hängt aufgrund der Statistik von der gewünschten Genauigkeit an jedem Meßpunkt und natürlich von der Gesamtzahl der Meßpunkte ab. Für Flächenscans haben wir uns auf Felder von maximal 100x100 Punkten beschränkt. Bei einer Meßzeit von 100 msec pro Punkt ergibt sich damit, einschließlich der Zeiten für den Datentransfer in den Computer, eine Meßzeit von ca. 20 min pro Scan.

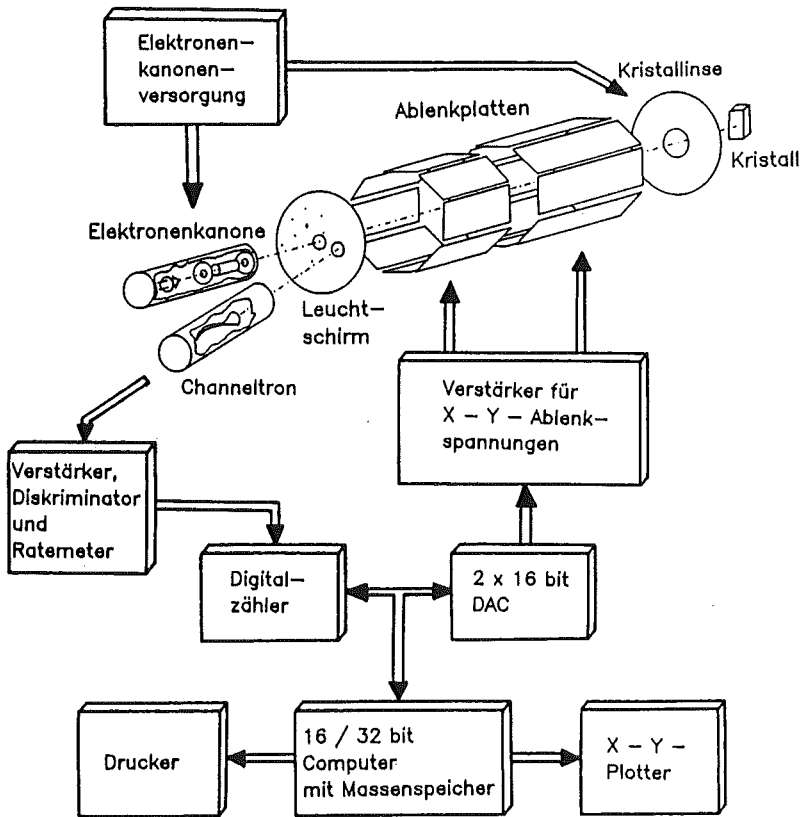


Abb. 4.5: Versuchssteuerung und Datenaufnahme mit dem Computer

Aus diesem Grund und auch weil bei einer maximalen Kanalzahl von  $10^3$  eine höhere Genauigkeit möglich ist, werden für Serienmessungen hauptsächlich Linear- und Bogenscans eingesetzt. Die Scanparameter eindimensionaler Linearscans - Abstand zum Channeltron, Winkel  $\alpha$  zum System, Länge des Scans und Winkel  $\beta$  - und Bogenscans - Abstand vom Channeltron, Winkel  $\alpha$ , Scanlänge - werden in Polarkoordinaten angegeben (s. Abb. 4.4 ). Die Symmetrien des reziproken Raumes werden so in einfacher Weise berücksichtigt.

#### 4.5 Test des Systems mit Si (111)

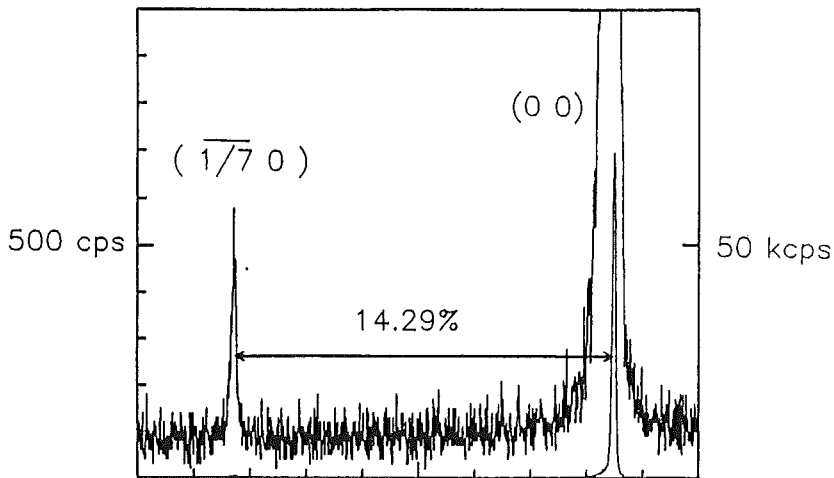
Das SPA-LEED-System wurde mit einer Si(111) 7x7 Oberfläche getestet. Hauptsächlich durch zwei Eigenschaften läßt sich die Leistungsfähigkeit charakterisieren, die Halbwertsbreite der Reflexe (FWHM = full width at half maximum) und die Größe des Ausschnittes des Beugungsbildes, der ohne Drehung des Kristalls aufgenommen werden kann. Hervorzuheben ist noch der Dynamikumfang des Nachweises.

##### 4.5.1 Auflösung des Systems

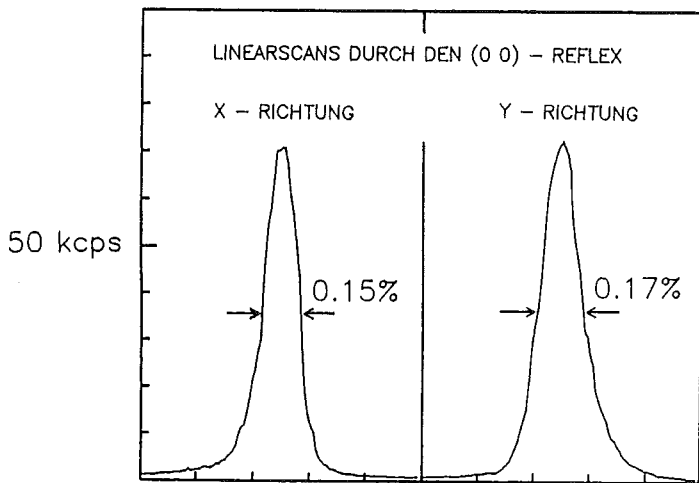
Da zur Messung ein Kristall nötig ist, kann die Instrumentenfunktion nicht unabhängig bestimmt werden, sondern es wird immer die Faltung der Instrumentenfunktion mit der Kristalloberfläche ausgemessen. Im Grenzfall eines ideal reflektierenden Kristalls wäre eine Bestimmung der Instrumentenfunktion möglich. Man ist also immer bemüht einen möglichst guten, genau orientierten, stufenfreien Kristall zu präparieren und führt die Messungen bei Primärenergien durch, bei denen verschiedene Schichten konstruktiv interferieren, um Reflexverbreiterungen auf Grund von Stufen auszuschließen (vgl. Kap. 2.2). Auf diese Weise gibt die beste Messung approximativ die Instrumentenfunktion.

Abbildung 4.6 zeigt in der oberen Hälfte einen Linearscan durch den (00)-Reflex und einen  $1/7$ -Reflex erster Ordnung.





RELATIVER STREUVEKTOR  $K_{||} / K_{10}$



RELATIVER STREUVEKTOR  $K_{||} / K_{10}$   
 $K_{||} / K_{10}$  GEDEHNT \* 10

Abb. 4.6: Der Linearscan durch den (00)-Reflex demonstriert die Auflösung des Systems. Messung an Si(111) 7x7 bei einer Energie von 96 eV. Im oberen Teil ist zur Eichung der (00)-Reflex und ein Überstrukturreflex 1. Ordnung, im unteren Teil sind zwei um den Faktor 10 gedehnte, zueinander senkrechte Scans durch den (00)-Reflex aufgenommen worden.

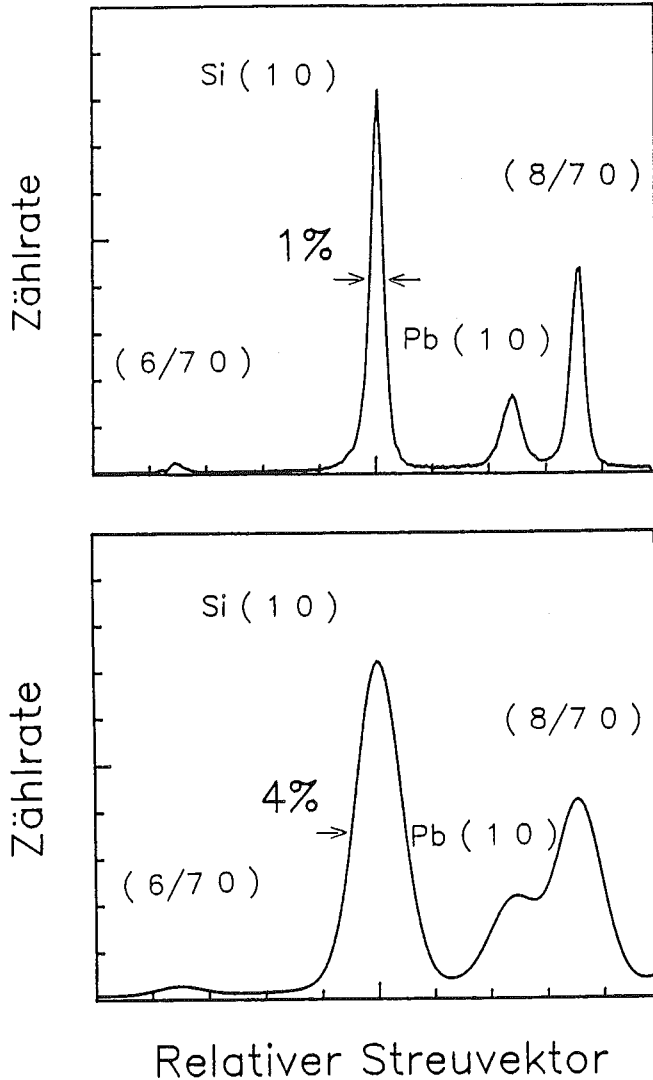


Abb. 4.7: Im oberen Teil ist ein Linearscan durch einen Si(10)-Reflex und benachbarte 1/7-Reflexe, der mit dem hier vorgestellten SPA-LEED-Instrument aufgenommen wurde, dargestellt. Der zusätzliche Pb(10)-Reflex ist deutlich getrennt zu erkennen. Im unteren Teil wurde durch eine Faltung mit einer gaußförmigen Instrumentenfunktion eine 4-Gitter-Optik simuliert.

Im unteren Teil sind zwei zueinander senkrechte Schnitte, um den Faktor 10 gedehnt aufgenommen, dargestellt. Die FWHM ist kleiner als 0.1% des Siliziumnormalreflexabstandes, was zu einer Transferweite - Instrumentenfunktion - des Systems von 210 nm führt (21). Wird die Intensität mit der nötigen Genauigkeit aufgenommen, so daß die FWHM auf z.B. 5% genau bestimmt werden kann, so sind Abstände von 700 nm auf der Kristalloberfläche auflösbar (22).

Bei der hier zur Messung verwendeten Energie beträgt der Normalreflexabstand auf dem Schirm ca. 100 mm. Eine Faltung mit der Channeltroneintrittsblende von 0.1 mm Durchmesser macht daher aus einer  $\delta$ -förmigen Intensitätsverteilung - idealer Kristall, punktförmige Elektronenquelle etc. - eine Kastenfunktion von 0.1% FWHM. Die hier gemessene FWHM nähert recht weit diesem Grenzwert an. Nimmt man noch die geometrischen Abmessungen des Systems hinzu und berücksichtigt, daß der Abstand von zwei benachbarten 1/7-Reflexen bei dieser Energie ungefähr 7 bis 8 Volt Ablenkspannung entspricht, so liegen folgende experimentelle Randbedingungen fest: Während eines Scans sollte die Kristalloberfläche relativ zum System auf besser als  $0.01^\circ$  konstant gehalten werden, die Ablenkspannungen sollten weniger als 10 mV Störspannung aufweisen, um keinen Einfluß auf die Messung zu haben.

Der Vorteil einer großen Transferweite konnte z.B. mit diesem SPA-LEED-System an Hand des Wachstums von Pb-Monoschichten auf Cu(111) gezeigt werden. Eine kontinuierliche Verringerung der Gitterkonstanten der aufgetragenen Bleischicht mit steigender Aufdampfmenge von 3% war nachweisbar (17).

Einen Vergleich des hier vorgestellten Systems mit einer konventionellen 4-Gitter-Optik kann man Abbildung 4.7 entnehmen. Die aufgenommenen Siliziumreflexe weisen eine FWHM von 1% auf, der Pb(10)-Reflex läßt sich sicher vom (8/7 0) - Siliziumüberstrukturreflex trennen. Nun wurde die Intensitätsverteilung mit einer hier als gaußförmig angenommenen

Instrumentenfunktion eines 4-Gitter-Systems gefaltet. Die FWHM beträgt jetzt 4% des Siliziumnormalreflexabstandes, der Überstrukturreflex und der Pb-Reflex laufen ineinander und können auf einem Leuchtschirm nicht mehr sicher unterschieden werden, wie ein Vergleich zwischen Ref. (34) und Ref. (35) zeigt. Das System Pb auf Si(111) wird in Kapitel 5 näher diskutiert.

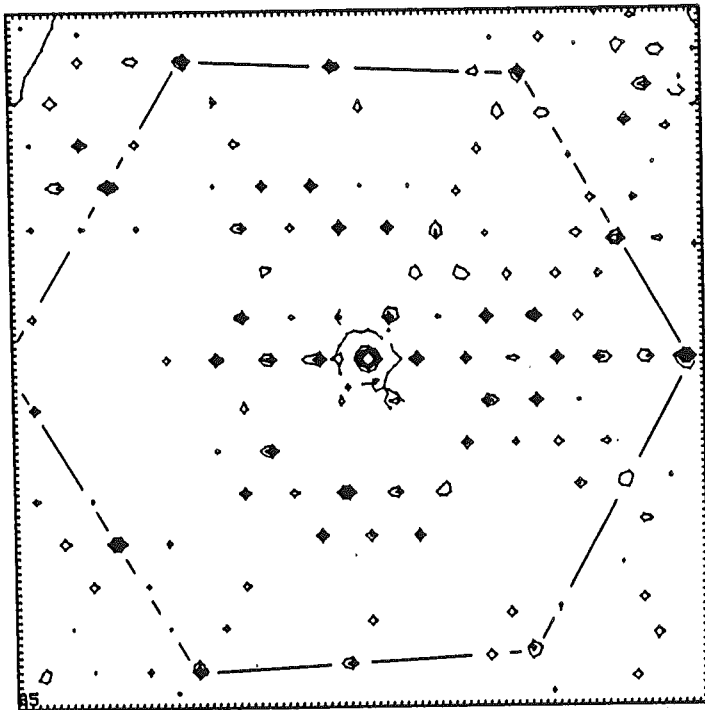


Abb. 4.8: Flächenscan von einer Si(111) 7x7 Oberfläche in Höhenliniendarstellung zur Demonstration des elektrostatischen Rasterbereiches. Die Normalreflexe 1. Ordnung sind durch Linien verbunden.  
Energie: 126 eV

#### 4.5.2 Rasterbereich

Abbildung 4.8 zeigt bei einer Primärenergie von 124 eV das Beugungsbild einer Si(111) 7x7 Oberfläche, das allein durch elektrostatische Ablenkung aufgenommen wurde. Die Zählrate ist als Funktion der Ablenkspannungen in einem Höhenlinienbild dargestellt; Linien verbinden die Normalreflexe 1. Ordnung. Der Rasterbereich überdeckt ca.  $30^\circ$  des reziproken Raumes, die Ablenkspannungen betragen bis zu  $\pm 65$  V. Bei großen Ablenkspannungen treten leichte Verzerrungen und ein Absinken der Ablenkempfindlichkeit von bis zu 10% auf. Der Bereich bis zu den 3/7-Reflexen wird fast verzerrungsfrei abgebildet, die Abweichung beträgt ca. 3%. Durch ein Computerprogramm lassen sich die Verzerrungen ausgleichen.

Bei einer Feldgröße von maximal 100x100 Punkten erhält man für die hier gezeigte Aufnahme einen Rasterabstand von 2% des Siliziumnormalreflexabstandes. Für die Aufnahme wurde deshalb der Elektronenstrahl defokussiert und eine FWHM von ca. 1% eingestellt, damit jeder Reflex sicher nachgewiesen werden konnte.

#### 4.5.3 Empfindlichkeit am Beispiel einer Facette

Abbildung 4.9 und 4.10 zeigen das Beugungsbild einer Si(111) 7x7 Fläche mit dem (00)-Reflex und den Überstrukturreflexen erster Ordnung als Oberflächenansichtsbild bzw. Höhenlinien-darstellung. Hier soll die Aufmerksamkeit besonders auf eine zusätzliche Intensität auf der eingezeichneten Linie zwischen dem (00)-Reflex und dem rechten 1/7-Reflex gerichtet werden. Längs der eingezeichneten Linie wurden Linearscans bei verschiedenen Primärenergien aufgenommen. Der Zusatzreflex läßt sich einer Facette mit (335) Orientierung zuordnen. Abbildung 4.11 zeigt eine dieser Messungen bei 126.4 eV Primärenergie. Zuerst wurde der Linearscan mit einer Zählrate von  $4.4 \cdot 10^4$  cps im Maximum aufgenommen. Danach erfolgte eine Erhöhung des Kristallstromes auf den

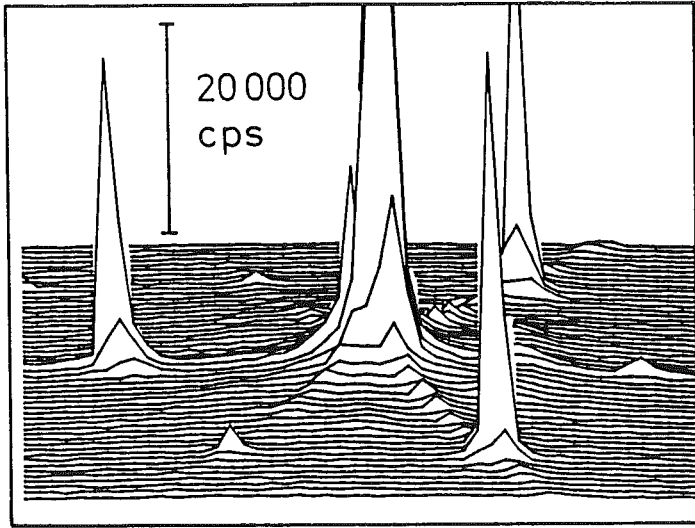


Abb. 4.9: Oberflächenansicht eines Scans vom Zentrum einer Si(111) 7x7-Fläche (vgl. auch Abb. 4.10). (00)-Reflex und Ring der  $1/7$ -Überstruktureflexe 1. Ordnung. Energie: 122 eV

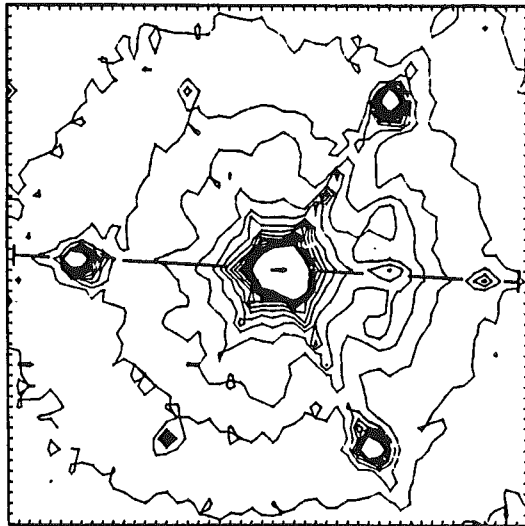


Abb. 4.10: Höhenlinienbild des Untergrundes des Zentrums einer Si(111) 7x7-Fläche. Gleiche Daten wie in Abb. 4.9. Energie: 122 eV

150-fachen Wert und eine Aufnahme mit hoher Untergrundgenauigkeit. Um das Channeltron nicht zu beschädigen, springt der Scan über den Bereich der hohen Zählrate des (00)-Reflexes von jetzt  $6.6 \cdot 10^7$  cps, indem er sich an der ersten Messung orientiert. Wird nach Abzug des Untergrundes das integrale Intensitätsverhältnis zwischen (00)-Reflex und Facettenreflex gebildet, so erhält man einen Flächenanteil der Facette an der Oberfläche von einigen Prozent. Voraussetzung bei dieser Abschätzung ist, daß sich die dynamischen Formfaktoren ( $\rightarrow F$ , vgl. Kap. 2.1) von (00)-Reflex und Facettenreflex nicht all zu sehr unterscheiden. Die im Vergleich zu den Siliziumreflexen große FWHM des Facettenreflexes weist auf eine mittlere Größe der Einzelfacette von einigen 10 nm hin. Die Position der Facettenreflexe der (335)-Facette sind für verschiedene Energien in Abbildung 4.12 in einer Ausschnittsvergrößerung des reziproken Raumes dargestellt. Bei der Benutzung nur eines Linearscans, einer Zählrate von weniger als 1 cps bei ausgeschalteter Elektronenkanone und einer Zählrate von  $10^5$  cps im Maximum als höchster vom Channeltron fehlerfrei verarbeitbaren Zählrate, erhält man ein Dynamikverhältnis von  $1:10^5$ . Nimmt man noch die hier beschriebene Meßtechnik hinzu, so ist ein Dynamikverhältnis von  $1:10^7$  möglich. Die bisher präparierten, mit diesem Instrument untersuchten Siliziumkristalle hatten maximal ein Intensitätsverhältnis von Untergrund zu (00)-Reflex von  $1:10^4$ .

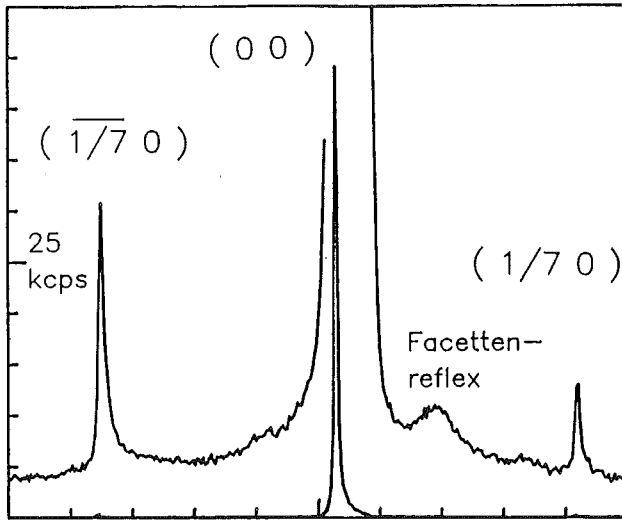


Abb. 4.11: Scan durch den (00)-Reflex und zwei Überstrukturreflexe in der in Abb. 4.10 eingezeichneten Richtung. Im Untergrund ist ein Facettenreflex sichtbar. Energie: 126.4 eV

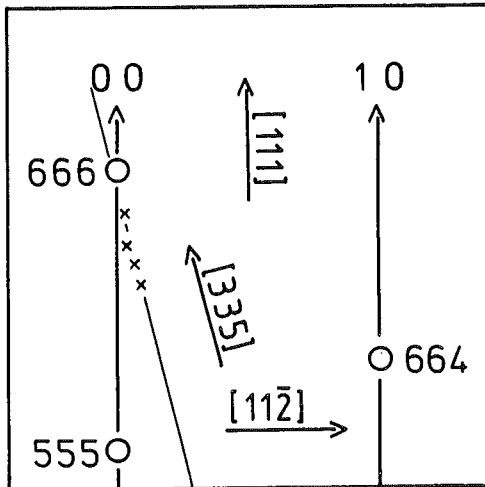


Abb. 4.12: Ausschnittsvergrößerung des reziproken Raumes. Die gemessene Position der Facettenreflexe der (335)-Facette ist für verschiedene Energien eingezeichnet.



## 5. Messungen am System Pb auf Si (111)

Mit dem neuen SPA-LEED-Instrument wurde das System Pb auf Si(111) untersucht. Dabei wurde hauptsächlich die gute, das heißt geringe Halbwertsbreite der Instrumentenfunktion ausgenutzt. Ein Vergleich bezüglich dieser Eigenschaft mit einer normalen 4-Gitter-Optik ist Abbildung 4.7 zu entnehmen.

Messungen an dem System Pb auf Si(111) sind 1964 von Estrup und Morrison (34) mit LEED und später von Saitoh et al. (35) mit LEED und ISS durchgeführt worden.

Alle Rekonstruktionsmodelle der Si(111) 7x7 liefern eine mehr oder weniger unebene, offene Oberfläche (z.B. 36,37), an dem Aufbau der Überstruktur sind mehrere Schichten beteiligt. So ist bei Messungen am System Pb auf Si(111) 7x7 auf Grund dieser Korrugation ein anderes Ergebnis zu erwarten, als bei dem System Pb auf Cu(111), das bereits mit diesem SPA-LEED-Instrument untersucht wurde (17,38), da im Vergleich zu der Si(111) 7x7 die Cu(111) Oberfläche glatt und eben ist.

Da bei Heizen auf ca. 650° C das Blei vollständig von der Oberfläche abdampft und die Si(111) 7x7 Oberfläche reproduziert wird, können mehrere Experimente an einem Kristall durchgeführt werden.

### 5.1 Pb-Monoschichten bei Raumtemperatur

Die oben erwähnten Messungen lassen sich wie folgt zusammenfassen : Blei wächst bei geringen Bedeckungen auf der Unterlagen als Pb(111)-Schicht in von der Unterlage vorgegebener Orientierung auf. Dabei verringert sich der Abstand der Bleiatome von 0.350 nm um 4% auf 0.336 nm, so daß acht Bleiatomabstände sieben Siliziumabständen von je 0.384 nm entsprechen. Bei Bedeckungen von mehr als einer Monolage berichten Estrup und Morrison von epitaktischem Wachstum des Bleis.

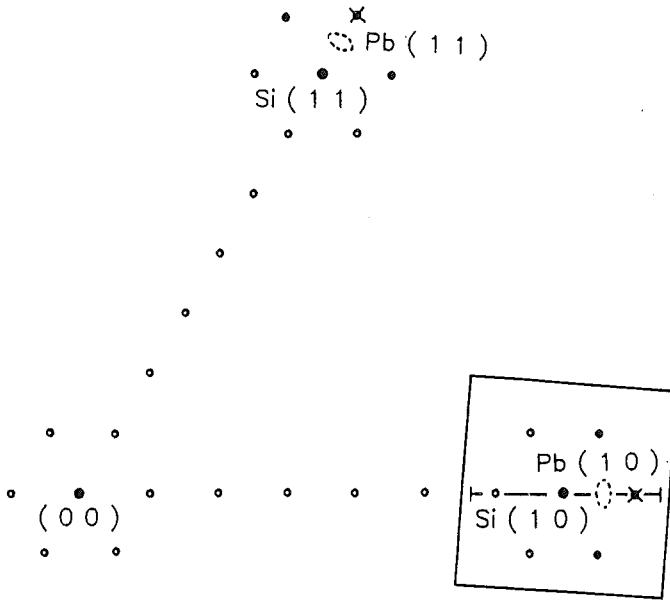


Abb. 5.1: Prinzipielles LEED-Bild bei Bedeckung  $\Theta=0.6$  ML. Zusätzlich sind noch Pb-Volumenreflexe 1. Ordnung eingezeichnet, die bei  $\Theta=1.2$  ML erscheinen. Das eingezeichnete Quadrat stellt den Rasterbereich der Abb. 5.2 dar. Entlang der Linie geht der in Abb. 5.3 gezeigte Schnitt.

$\times$  : helle Überstruktureflexe

$\odot$  : Pb-Normalreflexe mit Volumengitterkonstante

### 5.1.1 Messung

Bei den hier vorgestellten Messungen wird auf die saubere Si(111) 7x7 Fläche Blei in Schritten von 0.2 Monolagen aufgedampft, bei höheren Bleibedeckungen wird eine größere zusätzliche Menge aufgebracht. Eine Monolage ist hier definiert als eine Pb(111)-Schicht mit Bleivolumengitterkonstante. Während des Experimentes wird das Beugungsbild auf dem Glasleuchtschirm betrachtet und beurteilt, Interessantes wird mit dem Channeltron aufgenommen.

Die saubere Si(111) 7x7 Fläche liefert über einen Energiebereich von 15 eV bis 300 eV ein brilliantes LEED-Bild. Bei einer Bedeckung von  $\theta=0.4$  ML beginnen die Überstrukturreflexe schwächer zu werden.

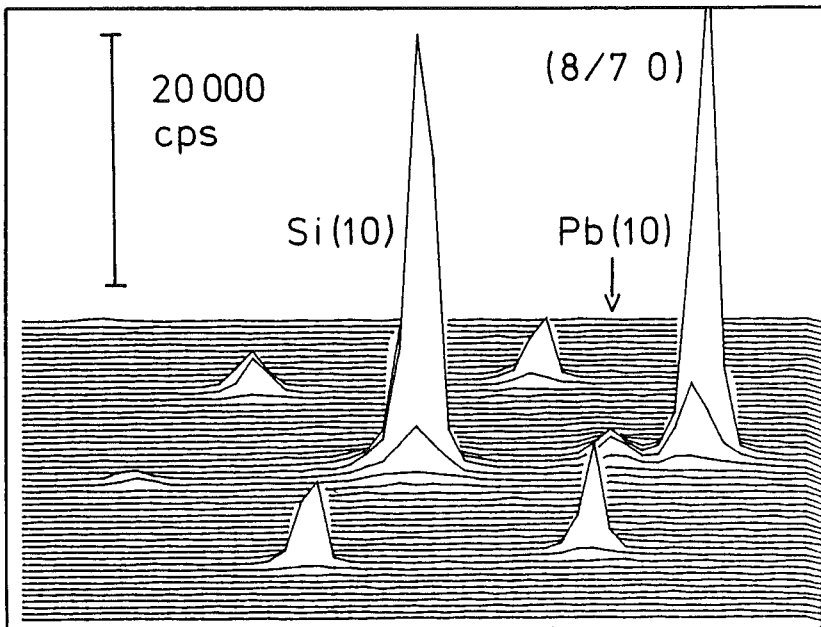


Abb. 5.2: Flächenscan um den Si(10)-Reflex bei  $\theta=1.4$  ML. Zu sehen sind die Siliziumüberstrukturreflexe, der Pb(10)-Reflex der komprimierten Bleischicht trägt zu der hohen Intensität des (8/7 0)-Reflexes bei. Zusätzlich ist der Pb(10)-Reflex mit Volumengitterkonstante zu sehen. Energie: 41.5 eV

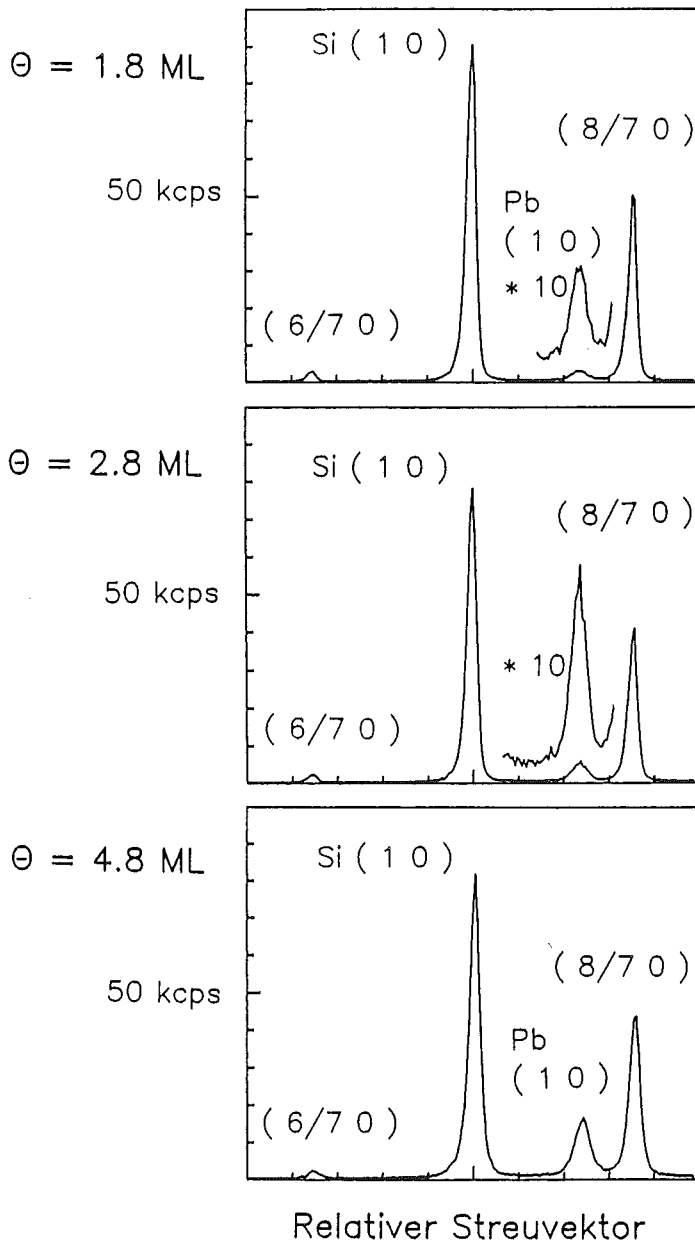


Abb. 5.3: Schnitt in der in Abb. 5.1 markierten Linie. Mit steigender Bedeckung wächst der Bleivolumenreflex an. Energie: 42 eV

Das in Abbildung 5.1 schematisch dargestellte LEED-Bild ist bei einer Bedeckung  $\Theta=0.6$  ML zu sehen. Zusätzlich zu den Normalreflexen des Siliziums sind noch Überstruktureflexe auf den Verbindungslinien der Normalreflexe zu beobachten, wobei die den Normalreflexen nächsten Überstruktureflexe besonders deutlich sind. Die  $8/7$ -Überstruktureflexe bei den Siliziumnormalreflexen erster Ordnung sind besonders hell. Wird die Bedeckung weiter gesteigert, so werden alle Überstruktureflexe schwächer. Die auf den Verbindungen der Normalreflexe liegenden verschwinden bis auf die Überstruktureflexe um den (00)-Reflex und um die Normalreflexe erster Ordnung. Die als hell bezeichneten  $8/7$ -Überstruktureflexe sind weiterhin bei einigen Energien außerordentlich intensitätsreich. Bei Bedeckungen  $\Theta \approx 1.2$  ML ist ein zusätzlicher breiterer Reflex zwischen z.B. dem Si (10)-Reflex und dem  $(8/7\ 0)$ -Überstruktureflex zu erkennen.

Der in Abbildung 5.1 markierte Bereich um den Si(10)-Reflex wird bei einer Bedeckung von  $\Theta=1.4$  ML mit dem Channeltron aufgenommen (s. Abb. 5.2). Die oben erwähnte zusätzliche Intensität ist zu erkennen. Für die weiteren Untersuchungen werden Linearscans in der in Abbildung 5.1 eingezeichneten Richtung bei verschiedenen Bedeckungen aufgenommen. Einige der Messungen sind in Abbildung 5.3 zusammengefaßt. Der Abstand zwischen Zusatzreflex - Pb(10), siehe unten - und Si( $8/7\ 0$ )- Überstruktureflex beträgt 4.8% des Siliziumnormalreflexabstandes.

### 5.1.2 Diskussion der Raumtemperaturmessung

Ausgehend von der reinen Si(111)  $7 \times 7$ -Fläche nimmt mit steigender Bleibedeckung die Intensität der Überstruktureflexe ab. Dabei bleiben die Überstruktureflexe auf den Verbindungslinien und um die Normalreflexe am längsten sichtbar. Das Verschwinden der Überstruktureflexe in dieser Art, abhängig von der Belegung bzw. Zerstörung der Oberfläche, ist typisch für die Si(111)  $7 \times 7$  (39) .

Eine Ausnahme bilden die 8/7-Reflexe, die in ihrer Intensität relativ zu den Normalreflexen zunehmen. Es kann also geschlossen werden, daß Blei auf der Si(111)-Fläche in durch die Unterlage vorgegebener Orientierung und mit einer um 4% von 0.350 nm auf 0.336 nm reduzierten Gitterkonstanten aufwächst. Diese Schicht sollte bei einer Bedeckung  $\Theta=1.09$  ML, die hier getroffene Definition zu Grunde gelegt, aufgefüllt sein. Wird die Bedeckung weiter erhöht, so ist ab  $\Theta=1.2$  ML ein zusätzlicher Reflex sichtbar. Dieser Reflex kann Blei zugeordnet werden, das mit Volumengitterkonstante in Orientierung der Unterlage aufwächst. Weiteres Blei, hier untersucht bis  $\Theta=5$  ML, ändert dann nichts mehr.

Wie Abbildung 5.3 zu entnehmen ist, beträgt der Abstand zwischen dem Pb(10)-Reflex und dem 8/7-Siliziumüberstrukturreflex bzw. dem (10)-Reflex der komprimierten Bleischicht 4.8% des Siliziumnormalreflexabstandes. Die Rechnung liefert mit einer Bleivolumengitterkonstanten in der (111)-Schicht von 0.350 nm und einer komprimierten Bleischicht, die im Verhältnis von acht Bleiatomabständen zu sieben Siliziumatomabständen aufwächst, einen Wert von 4.56% für den Abstand dieser Reflexe. Dieser Wert stimmt mit dem aus den Messungen bestimmten sehr gut überein.

Die im Vergleich zu den Siliziumreflexen größere Reflexhalbwidthe des Pb (10)-Reflexes von 1.7% bezogen auf den Siliziumnormalreflexabstand deutet auf eine mittlere Größe der geordneten Bleibereiche von etwa 100 nm hin.

Die Messungen zeigen, daß Blei auf Si(111) bei Raumtemperatur bis zu etwa einer Monolage mit komprimierter Gitterkonstanten in Orientierung der Unterlage aufwächst. Darüber hinaus zusätzlich aufgebrachtes Blei wächst mit Volumengitterkonstante auf, ohne die komprimierte Bleischicht zu zerstören.

Vergleicht man dieses Ergebnis mit dem Wachstum von Pb auf Cu(111), wo in der ersten Schicht das Blei von Beginn an mit der Volumengitterkonstante aufwächst und dann in der ersten Schicht bei Aufbringen von 0.06 Ml zusätzlichen Bleis die

Gitterkonstante um 3% kleiner wird, so wird der starke Einfluß der  $7 \times 7$  Rekonstruktion sichtbar. Bereits bei kleinen Bedeckungen wächst das Blei hier mit der durch die Periodizität der Unterlage vorgegebenen Gitterkonstanten auf. Wird die Bedeckung über eine Monolage hinaus gesteigert - die erste Schicht ist aufgefüllt - , so ordnet sich das Blei sowohl auf der Si(111)-Fläche als auch auf der Cu(111)-Fläche mit Bleivolumengitterkonstante an.

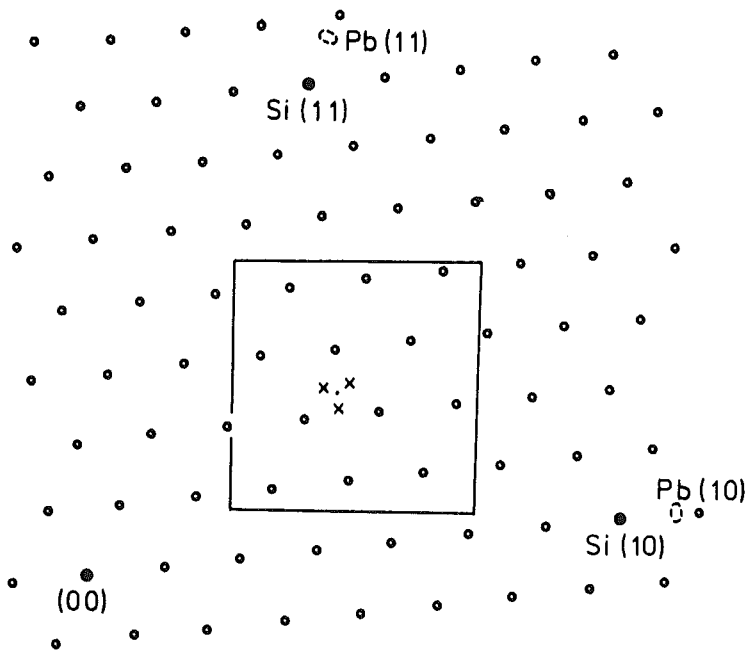


Abb. 5.4: Prinzipielles LEED-Bild der  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$  R30° Pb(I)-Struktur, unterlegt mit einem Si(111)  $7 \times 7$  LEED-Bild. Der markierte Bereich ist als Oberflächenansicht in Abb. 5.5 bzw. als Höhenlinienbild in Abb. 5.6 dargestellt. An den mit x gekennzeichneten Positionen liegen die aufgespaltenen  $\sqrt{3}$ -Reflexe der Pb(I)-Struktur.

## 5.2 Pb $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ Überstrukturen

Wie der Literatur zu entnehmen ist, zeigt eine mit einer Monolage Blei bedeckte Siliziumprobe je nach Heiztemperatur zwei  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$  - Überstrukturen (34,35). Wird die Probe auf ca. 300°C getempert, so tritt ein irreversibler Phasenübergang auf. Es entsteht eine  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$  R30°Pb(I)-Überstruktur mit einem Verhältnis 4:3 von Bleiatomen auf der Oberfläche zu Siliziumatomen der obersten Schicht. Nach Heizen auf ca. 400°C wird eine  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$  R30°Pb(II)-Überstruktur mit einem Verhältnis 1:3 beobachtet. Beginnt man mit einer höheren Ausgangsbedeckung, so bleibt das überschüssige Blei in Inseln auf der Oberfläche. Durch Heizen auf ca. 650°C kann die Probe von Blei gesäubert werden und ein Si(111) 7x7 LEED-Bild erscheint.

### 5.2.1 Messung

Ausgangspunkt des Experiments ist eine mit etwa 5 Monolagen Blei bedeckte Oberfläche. Die erste Schicht liegt in komprimierten Form mit einer um 4% verkürzten Gitterkonstanten vor, das heißt man sieht einen starken Reflex an 8/7-Position (s. oben). Das übrige Blei ist mit normaler Gitterkonstante auf der Oberfläche angeordnet, ein Bleinormalreflex erster Ordnung zwischen Siliziumnormalreflex und 8/7-Überstrukturreflex ist sichtbar (vgl. Abb. 5.2,5.3). Der Kristall wird auf 300°C bzw. 400°C geheizt, die anschließenden Messungen werden bei Zimmertemperatur durchgeführt.

Nach Tempern auf 300°C werden im LEED-Bild jeweils drei Reflexe nahe an  $\sqrt{3}$  -Position sichtbar, die Intensität jedes dieser Reflexe ändert sich mit der Primärenergie. Häufig ist einer dieser Reflexe besonders stark. Blei in komprimierter Form ist nicht mehr zu beobachten, solches mit Volumengitterkonstante ist weiterhin auf der Oberfläche.

Um die Aufspaltung des  $\sqrt{3}$  -Reflexes näher zu untersuchen, wird der Kristall durch Heizen gereinigt und in einem neuen



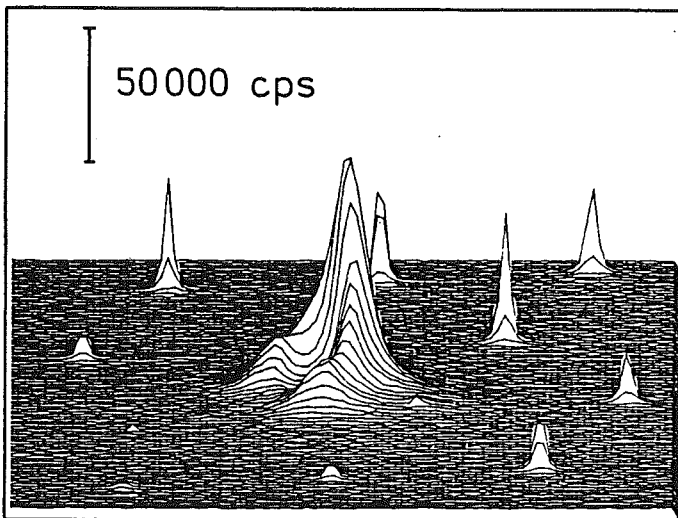


Abb. 5.5: Oberflächenansicht des  $\sqrt{3}$  -Reflexes der Pb(I)-Struktur mit Si(111)  $7 \times 7$ . Es ist eine Aufspaltung des  $\sqrt{3}$  -Reflexes in zwei schwächere und einen starken Reflex zu sehen (vgl. auch Abb. 5.6). Energie: 77eV

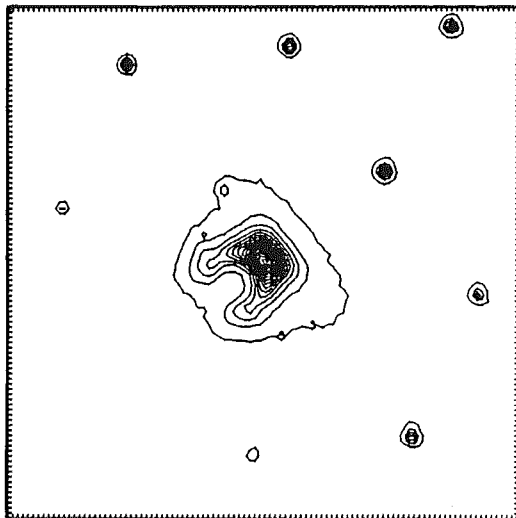


Abb. 5.6: Höhenlinienbild des dreifach aufgespaltenen  $\sqrt{3}$  -Reflexes der Pb(I)-Struktur mit Si(111)  $7 \times 7$ . Gleiche Daten wie in Abb. 5.5. Energie: 77 eV

Experiment nur auf die Hälfte der Probe Blei aufgebracht. Durch Tempern auf  $300^{\circ}\text{C}$  wird auf dieser Hälfte der Probe eine  $\sqrt{3}$ -Struktur hergestellt. Für die Messung wird ein Ort auf der Probe im Übergangsbereich zwischen reiner Siliziumfläche mit  $7 \times 7$ -Überstruktur und bleibedeckter Fläche mit Pb(I)-Struktur gewählt. Es ist das in Abbildung 5.4 schematisch dargestellte LEED-Bild, eine Mischung von Si(111)  $7 \times 7$  mit  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$   $R30^{\circ}\text{Pb(I)}$  zu sehen. Die  $7 \times 7$ -Überstruktur wird zur Eichung benutzt, so daß es möglich wird, den Abstand der drei Reflexe von der  $\sqrt{3}$ -Position anzugeben. Markiert ist in Abbildung 5.4 der Bereich des in Abbildung 5.5 und 5.6 dargestellten Flächenscans. Die drei  $\sqrt{3}$ -Reflexe liegen jeweils etwa 2.8% - 3% des Siliziumnormalreflexabstandes von der exakten  $\sqrt{3}$ -Position entfernt, die Richtung der Verschiebung ist Abbildung 5.4 zu entnehmen. Messungen bei anderen Primärenergien liefern dasselbe Ergebnis. Heizen auf ca.  $400^{\circ}\text{C}$  führt zur  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$   $R30^{\circ}\text{Pb(II)}$ -Überstruktur. Hier ist nur ein einziger im Vergleich zur  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$   $R30^{\circ}\text{Pb(I)}$ -Struktur brillianterer Reflex an  $\sqrt{3}$ -Position zu beobachten.

### 5.2.2 Diskussion der $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Strukturen

Die beiden  $\sqrt{3}$ -Strukturen entstehen durch Tempern der komprimierten Bleischicht bei verschiedenen hohen Temperaturen. Wird die komprimierte Bleischicht um  $30^{\circ}$  auf der Unterlage gedreht, so sind die Bleiatome in  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Struktur angeordnet, falls die Gitterkonstante der Schicht nochmals um 1% abnimmt. Zu jeder  $\sqrt{3}$ -Position gehören vier Bleiatome, auf je vier Bleiatome kommen drei Siliziumatome. Nun ist aber, wie die dreifache Aufspaltung der  $\sqrt{3}$ -Reflexe zeigt, dieses nicht ganz die Anordnung der Atome in der  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$   $R30^{\circ}\text{Pb(I)}$ -Struktur. Die Pb(II)-Struktur hingegen, die nur eine Bedeckung von einem Bleiatom pro drei Siliziumatomen aufweist, läßt sich mit diesem Modell erklären.

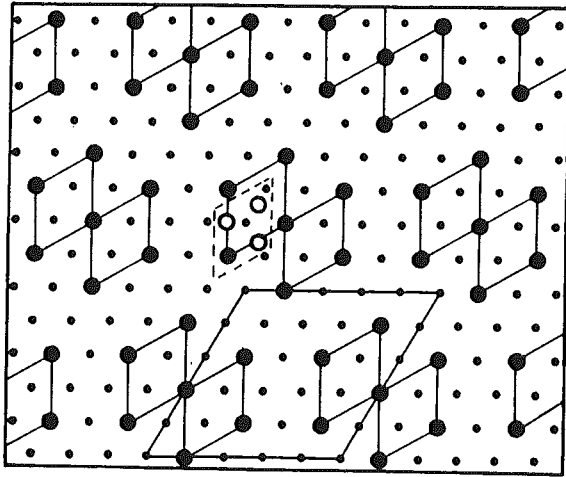


Abb. 5.7: Anordnung von  $\sqrt{3}$ -Domänen auf einer Si(111)-Oberfläche mit 5x5-Periodizität. Das mit dieser Anordnung berechnete Beugungsbild ist in Abb. 5.9 dargestellt.

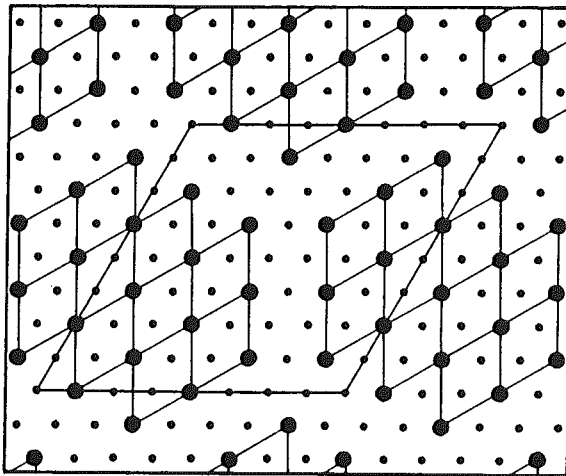


Abb. 5.8: Anordnung von  $\sqrt{3}$ -Domänen auf einer Si(111)-Oberfläche mit 8x8-Periodizität.

Für die mögliche Anordnung der Bleiatome der Pb(I)-Struktur soll ein Modell entwickelt werden. Geht man vom LEED-Bild einer  $N \times N$  Überstruktur aus und faltet dieses Beugungsbild mit einer  $\sqrt{3}$ -Intensitätsverteilung, so sind nur Überstrukturreflexe in der Nähe der  $\sqrt{3}$ -Position sichtbar. Abbildung 5.7 zeigt eine Anordnung einer  $\sqrt{3}$ -Struktur in Domänen, die selbst in einer  $5 \times 5$  Struktur angeordnet sind. Für diese  $\sqrt{3}$ -Anordnung wird im Rahmen der kinematischen Näherung das Beugungsbild, das heißt die Fouriertransformierte der Autokorrelationsfunktion, berechnet (vgl. Kap. 2). Die so bestimmte Intensitätsverteilung ist in Abbildung 5.9 dargestellt. Zusätzlich zu den Normalreflexen treten starke Reflexe der  $5 \times 5$  Überstruktur in der Nähe der  $\sqrt{3}$ -Position auf. Es ist also möglich mit diesem Ansatz aufgespaltene  $\sqrt{3}$ -Reflexe zu erklären.

Um den gemessenen Abstand von 2.8% - 3% zwischen den Überstrukturreflexen und der  $\sqrt{3}$ -Position zu erhalten, werden größere, ähnlich aufgebaute  $\sqrt{3}$ -Domänen betrachtet. Abbildung 5.8 zeigt die nächst größere Anordnung, eine  $8 \times 8$  Struktur. Allgemein sind Anordnungen in  $(5+3 \cdot n) \times (5+3 \cdot n)$  Struktur möglich. Für diese Anordnungen erhält man für den Abstand  $d$  von  $\sqrt{3}$ -Position und nächsten benachbarten Überstrukturreflexen :

$$d = \sqrt{3} \left( \frac{(2+n)}{(5+3 \cdot n)} - \frac{1}{3} \right) \cdot 100 \%$$

Für eine  $20 \times 20$ -Domänenstruktur beträgt der Abstand 2.89% des Siliziumnormalreflexabstandes, stimmt also mit der gemessenen Aufspaltung überein. Da im Kohärenzbereich des SPA-LEED-Instrumentes viele Domänen liegen, handelt es sich bei dem so bestimmten Wert natürlich um den statistischen Mittelwert der Domänengröße.

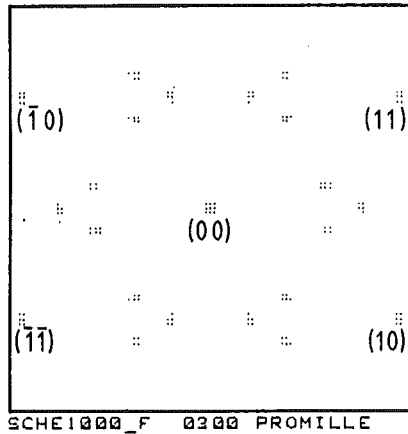
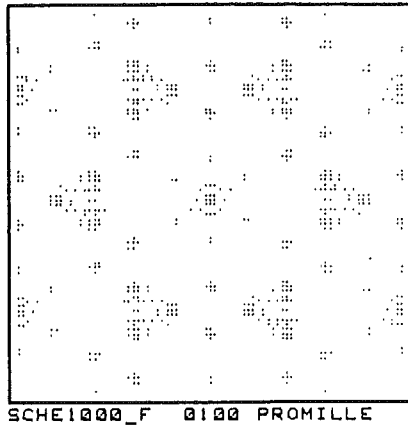


Abb. 5.9: Mit der in Abb. 5.7 dargestellten Anordnung der Atome berechnetes Beugungsbild. Im oberen Teil sind alle Stellen markiert, an denen die Intensität oberhalb 10%, im unteren Teil alle, an denen die Intensität oberhalb 30% der Maximalintensität liegt.

## 6. Schluß

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein neues SPA-LEED-Meßsystem aufgebaut. Da das Gerät im wesentlichen durch eine hohe Auflösung gekennzeichnet ist, liegt das Einsatzgebiet hauptsächlich in der Reflexprofilanalyse von Beugungsreflexen. Oberflächenstrukturparameter können mit hoher Präzision bestimmt werden.

Die Spezifikationen des Meßsystems wurden durch Messungen an der Si(111) 7x7 Oberfläche nachgewiesen. Die Transferweite des Systems beträgt bis zu 200 nm. Diese hohe Auflösung, das heißt eine geringe instrumentell bedingte Verbreiterung der Beugungsreflexe, macht es möglich bei einer Genauigkeit der Reflexhalbwidthsbestimmung von z.B. 5% im realen Raum auf der Kristalloberfläche bis zu 700 nm große Strukturen nachzuweisen. Die zurückgestreute Intensität wird mit einem Channeltron gemessen, indem mit 2x8 elektrostatischen Ablenkplatten das LEED-Bild über die Detektorblende geschwenkt und so aufgenommen wird. Weder Channeltron noch Kristall werden während eines Scans bewegt. Ein Winkel von 30° des reziproken Raumes kann so elektrostatisch abgerastert werden. Zusätzlich ist es möglich auf einem eingebauten Leuchtschirm das Beugungsbild zu betrachten, zu beurteilen und so einen schnellen Überblick zu bekommen. Die mechanischen Abmessungen erlauben es, eine normale 4-Gitter-Optik gegen das SPA-LEED-System auszutauschen.

Mit dem neu entwickelten SPA-LEED-System wurde die Heteroepitaxie von Pb auf Si(111) 7x7 untersucht. Bei Raumtemperatur wächst die erste Bleischicht mit einer um 4% verkürzten Gitterkonstante auf. Diese komprimierte Bleischicht bleibt auch nach Aufdampfen weiteren Bleis, das sich mit Bleivolungitterkonstante auf der Oberfläche anordnet, erhalten. Von den beiden nach Tempern auftretenden  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$  R30°-Oberstrukturen wurde die Pb(I)-Struktur eingehender untersucht. Es werden dreifach aufgestaltene  $\sqrt{3}$ -Reflexe beobachtet. Wird nur auf eine Hälfte des Kristalls Blei aufgebracht, so

ist im LEED-Bild bei einer Messung am Übergang zwischen der reinen Si(111) 7x7-Fläche und der bleibendeckten Fläche eine Bestimmung der Größe dieser Aufspaltung mittels der 7x7-Überstrukturereflexe möglich. Bei Anordnung der  $\sqrt{3}$ -Einheitsmaschen in Domänen, die selbst eine NxN Überstruktur bilden, sollte man im LEED-Bild eine Faltung der  $\sqrt{3}$ -Intensitätsverteilung mit einer NxN Überstruktur beobachten. Nur Überstrukturereflexe in der Nähe der  $\sqrt{3}$ -Position sollten sichtbar bleiben. Diese Vorstellung wurde im Rahmen einer kinematischen Rechnung, bei der eine zweidimensionale Streuzentrenanordnung fouriertransformiert wurde, bestätigt. Die Aufspaltung der  $\sqrt{3}$ -Reflexe läßt sich durch die Anordnung von  $\sqrt{3}$ -Domänen auf der Oberfläche erklären, die im statistischen Mittel eine 20 x 20 Überstruktur aufweisen.

## Literaturverzeichnis

- (1) C.Davidson, L.H.Germer, Phys. Rev. 30 (1927) 705
- (2) G.Ertl, J.Küppers, "Low Energy Electrons and Surface Chemistry", Verlag Chemie, Weinheim (1974)
- (3) P.J.Estrup, E.G.Mc Rae, Surf. Sci. 25 (1971) 1
- (4) J.B.Pendry, "Low Energy Electron Diffraction", Academic Press, London, New York (1974)
- (5) M.A. Van Hove, S.Y.Tong, "Surface Crystallography by LEED", Springer Series in Chemical Physics, Springer, Berlin (1979)
- (6) F.Jona et al., in: "The Structure of Surfaces", Editors: M.A.Van Hove, S.Y.Tong, Springer Series in Surface Sciences 2, Springer Berlin (1985) 92
- (7) P.O.Hahn, Promotion, Hannover (1982)
- (8) M.Lagally, Appl. Surf. Sci. 13 (1982) 260
- (9) M.Henzler, Surf. Sci 152/153 (1985) 963
- (10) M.Henzler, in: "Electron Spectroscopy for Surface Analysis", Editor: H.Ibach, Topics in Current Physics 4, Springer, Heidelberg (1977)
- (11) K.D.Gronwald, M.Henzler, Surf. Sci. 117 (1982) 180
- (12) K.D.Gronwald, Promotion, Hannover (1981)
- (13) F.W.Wulfert, Promotion, Hannover (1982)



- (14) M.G.Lagally, J.A.Martin, Rev. Sci. Instr. 54, 10 (1983) 1273
- (15) E.G.Mc Rae et al., Rev. Sci. Instr. 56, 11 (1985) 2007
- (16) K.Müller, K.Heinz, in: "The Structure of Surfaces", Editors: M.A.Van Hove, S.Y.Tong, Springer, Berlin (1985) 105
- (17) U.Scheithauer, G.Meyer, M.Henzler, ECOS-8, zur Veröffentlichung angenommen in Surf. Sci.
- (18) W.Teich, Diplomarbeit, Hannover (1979)
- (19) C.Kittel, "Einführung in die Festkörperphysik", Oldenburg Verlag GmbH, München (1976)
- (20) M.Henzler, Surf. Sci. 22 (1970) 12
- (21) J.E.Houston, R.L.Park, Surf. Sci. 21 (1970) 209
- (22) M.Henzler, Appl. Surf. Sci. 11/12 (1982) 450
- (23) M.Horn, Diplomarbeit, Hannover (1985)
- (24) P.L.Park, J.E.Houston, D.G.Schreiner, Rev.of Sci. Instr. 42,1 (1971)
- (25) R.Theile, Promotion, Hannover, in Arbeit
- (26) W.Espe, "Werkstoffe der Hochvakuumtechnik", VEB Deutscher Verlag der Wissenschaft, Berlin (1960)
- (27) F.Wehking, Diplomarbeit, Clausthal (1971)

- (28) K.D.Gronwald, Diplomarbeit, Hannover (1978)
- (29) H.Froitzheim, U.Köhler, H.Lammering, Phys. Rev.B  
30,10 (1984) 5771
- (30) A.F.Hollemann, E.Wiberg, "Lehrbuch der anorganischen  
Chemie", Walter De Gruyter & CO., Berlin (1971)
- (31) T.Theil, Staatsexamensarbeit, Hannover (1983)
- (32) S.Horn, Staatsexamensarbeit, Hannover (1984)
- (33) M.E.Haine et al., Britisch Jour. of Appl. Phys.,  
9 (1958) 482
- (34) P.J.Estrup, J.Morrison, Surf. Sci. 2 (1964) 465
- (35) M.Saitoh et al. , Surf. Sci. 154 (1985) 394
- (36) E.G.Mc Rae, Surf. Sci. 163 (1985) L766
- (37) M.J.Cardillo, Phys. Rev. B 23, 8 (1981) 4279
- (38) G.Meyer, Promotion, Hannover, in Arbeit
- (39) M.Henzler, persönliches Gespräch

## Danksagung

Herrn Prof. Dr. M. Henzler danke ich für die Ermöglichung dieser Arbeit sowie für die zahlreichen Ratschläge und Diskussionen, die mir eine große Hilfe waren.

Weiterhin danke ich den Mitgliedern des Institutes, die mich durch Anregungen und Diskussionen unterstützt haben und im besonderen Herrn Dipl. Phys. G. Meyer für die angenehme Zusammenarbeit.

Den Mitarbeitern der mechanischen und elektronischen Werkstatt sei für Ihre Bemühungen um die Lösung der technischen Probleme gedankt, im besonderen Herrn Zisenis für die Unterstützung beim Aufbau des Manipulators.

Der Firma Leybold Heraeus, Köln, die den Vakuumteil des SPA-LEED-Meßgerätes fertigte, und den Mitarbeitern der Firma, die es ermöglichten eine wissenschaftliche Entwicklung in ein kommerzielles Produkt umzusetzen, sei gedankt.

Außerdem möchte ich mich für die finanzielle Unterstützung dieser Arbeit durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft bedanken.

Die untersuchten Siliziumkristalle wurden freundlicherweise von der Firma Wacker Chemitronic, Burghausen, zur Verfügung gestellt.



## Lebenslauf

Uwe A. Scheithauer, geboren am 30.8.55 in Meyenfeld

- |              |   |
|--------------|---|
| 4/62 - 3/66  | Besuch der Volksschule Meyenfeld  |
| 4/66 - 5/75  | Besuch der Goetheschule Hannover<br>Abitur 6.5.75   |
| 10/75 - 9/82 | Studium der Physik an der Universität<br>Hannover<br>Diplomarbeit am Institut für<br>Festkörperphysik<br>Diplomhauptprüfung am 1.9.82 |
| 10/82 - 5/86 | wissenschaftlicher Mitarbeiter am<br>Institut für Festkörperphysik der<br>Universität Hannover  |

