

**Wachstum metallischer und oxidischer
Mehrschichtsysteme
(Fe, Co, Fe-Oxid, Ga-Oxid)
auf Cu(110)- und CoGa(001)-
Oberflächen**

- Eine LEED, TEAS und AES-Studie

Inaugural-Dissertation

zur

Erlangung des Doktorgrades der
Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Heinrich-Heine-Universität Düsseldorf

vorgelegt von

Christian Pflitsch

aus Gummersbach

Oktober 2001

Gedruckt mit der Genehmigung der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen
Fakultät der Heinrich-Heine-Universität Düsseldorf

Referent:

Prof. Dr. René Franchy

Koreferent:

Prof. Dr. Andreas Otto

Tag der mündlichen Prüfung:

07.01.2002

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	5
2	Meßmethoden	9
2.1	Heliumstreuung-TEAS	10
2.1.1	Helium-Materiewellen	11
2.1.2	Analyse zweidimensionaler Strukturen	12
2.1.3	Beugung an gestuften Oberflächen - Morphologie, Rauigkeit und Wachstum	14
2.1.4	Der Debye-Waller Effekt	18
2.2	Beugung niederenergetischer Elektronen - LEED	20
2.3	Auger-Elektronen-Spektroskopie - AES	22
2.3.1	Auger-Prozeß und Meßverfahren	22
2.3.2	Abschätzung der Schichtdicke	24
3	Experimentelles	27
3.1	Meßapparatur	27
3.2	Substrate - Struktur, Präparation, Eigenschaften	30
3.2.1	Cu(110)	30
3.2.2	CoGa(001)	31
3.3	Eichung der Verdampferöfen	36
3.3.1	Der Kobaltofen	37
3.3.2	Der Eisenofen	38
4	Wachstum von Fe auf Cu(110)	41
4.1	Temperaturstabilität der Eisenfilme	43
4.2	Wachstum von Fe auf Cu(110) bei Raumtemperatur	46
4.2.1	Deposition von Fe bei 310 K	46
4.2.2	Inselbildung	47
4.2.3	Diskussion	50
4.3	Manipulation der Oberflächenmorphologie	52
4.3.1	Wachstum von Fe auf Cu(110) bei 130 K	52

4.3.2	Anlassen des Systems Fe/Cu(110) auf 240 K	55
4.3.3	Anlassen des Systems Fe/Cu(110) auf 350 K	58
4.3.4	Diskussion	67
5	Präparation geordneter Eisenoxide auf Cu(110)	69
5.1	Oxidation von γ -Fe auf Cu(110) bei tiefen Temperaturen	70
5.2	Anlassen des Systems Fe-Oxid/Cu(110)	72
5.2.1	Chemische Umwandlung des Eisenoxids	72
5.2.2	Strukturelle Ordnung des Eisenoxids	77
5.3	Diskussion und Zusammenfassung	82
6	Wachstum von Fe und Co auf Fe₂O₃/Cu(110)	87
6.1	Fe/Fe ₂ O ₃ -Multischichten auf Cu(110)	88
6.1.1	Fe-Wachstum auf Fe ₂ O ₃ /Cu(110) bei 130 K	88
6.1.2	Anlassen von Fe/Fe ₂ O ₃ /Cu(110)	90
6.1.3	Oberflächenstruktur von Fe/Fe ₂ O ₃ /Cu(110)	94
6.1.4	Diskussion und Zusammenfassung	98
6.2	Co/Fe ₂ O ₃ -Multischichten auf Cu(110)	99
6.2.1	Co-Wachstum auf Fe ₂ O ₃ /Cu(110) bei 130 K	99
6.2.2	Anlassen von Co/Fe ₂ O ₃ /Cu(110)	101
6.2.3	Oberflächenstruktur von Co/Fe ₂ O ₃ /Cu(110)	104
6.2.4	Diskussion und Zusammenfassung	109
7	Oxidation von CoGa(001) - Bildung von Ga₂O₃	111
7.1	Temperaturstabilität der Oxidfilme	112
7.2	Oxidation von CoGa(001) bei Raumtemperatur	113
7.3	Anlassen des ungeordneten Ga ₂ O ₃	114
7.4	Oxidation von CoGa(001) bei hohen Temperaturen	118
7.5	Diskussion und Zusammenfassung	122
8	Wachstum von Fe auf CoGa(001)	123
8.1	Temperaturstabilität von Fe auf CoGa(001)	124
8.2	Fe-Wachstum bei verschiedenen Temperaturen	127
8.2.1	Wachstum von Fe auf CoGa(001) bei 310 und 370 K	130
8.2.2	Wachstum von Fe auf CoGa(001) bei 550 K	131
8.3	Diskussion und Zusammenfassung	136
9	Zusammenfassung	141
A	Die verwendeten Materialien - eine Übersicht	145
A.1	Eisen	145
A.1.1	α -Fe-Oberflächen: α -Fe(001), c(2 x 2)- α -Fe(001)	146

A.1.2	γ -Fe-Oberflächen: γ -Fe(110), γ -Fe(111), γ -Fe(11 $\bar{1}$)	148
A.2	Kobalt	150
A.2.1	fcc-Co-Oberflächen: c(2 x 2)-fcc-Co(001); (3 x 1)-fcc-Co(110)	150
A.3	Eisenoxide	153
A.3.1	Wüstit - Fe_{1-x}O ($x \approx 0$)	154
A.3.2	Haematit - (α - Fe_2O_3)	155
A.3.3	Magnetit - Fe_3O_4	158
A.4	Galliumoxid - (β - Ga_2O_3)	159

Kapitel 1

Einleitung

Die Bedeutung von dünnen Schichten ist in den letzten Jahrzehnten aufgrund ihrer spezifischen Eigenschaften stark gestiegen. Dünne Schichten zeigen gegenüber Volumenmaterialien weitgehend veränderte und neuartige Eigenschaften. Auf Grund fortschreitender Kenntnisse des Festkörpers und dessen Oberfläche ist es heute möglich, das Wachstum dünner Filme auf atomarer Ebene zu steuern. Dadurch können spezielle Werkstoffe, die in der Natur nicht vorkommen, präpariert und für gezielte Anforderungen „maßgeschneidert“ werden: So werden z.B. spezielle Materialeigenschaften von Werkstoffen oder Korrosionsschutz erst durch gezielte Beschichtung erreicht. Magnetische Filme dienen der Datenspeicherung. Eine der wichtigsten Anwendungen dünner Filme ist die Mikroelektronik. Nahezu jedes elektronische Bauteil, jeder „Chip“, jeder Transistor, etc., besteht aus Multilagen diverser Materialien (meistens Halbleiter) von jeweils einem bis mehreren hundert Nanometer dicken Einzelschichten. Erst bei geeigneter Anordnung und entsprechend guter Inter- und Innerlagenstruktur entfalten diese Multilagen ihre gewünschten elektronischen Eigenschaften. Die Qualität dieser Bauelemente hängt dabei sowohl von der Struktur der Einzelschichten (amorph, polykristallin oder heteroepitaktisch kristallin) ab als auch von der Interlagenstruktur, d.h. von der Rauigkeit der Grenzflächen zwischen den Schichten. Mit zunehmender Miniaturisierung und gestiegenen Anforderungen an die Bauelemente ist es heute mehr denn je notwendig, immer dünnere Schichten mit möglichst guter heteroepitaktischer Struktur und möglichst scharf abgegrenzten, glatten Grenzflächen zu präparieren.

Aus technologischer Sicht hat sich in den letzten Jahren neben der Halbleiterforschung die Erforschung magnetischer und struktureller Eigenschaften dünner metallischer Filme als ein weiteres großes Arbeitsfeld etabliert. Die Beherrschung von Schichtdicken magnetischer Materialien bis herab in den Nanometerbereich hat zur Entdeckung einer neuen Klasse von Materialien geführt. 1988 fanden Grünberg und Fert einen neuen Magnetowiderstandseffekt, der wegen seiner enormen Größe auch als „Riesenmagnetowiderstandseffekt“ (Giant Magneto Resistance, GMR) bezeichnet wird [1–4] und der sich durch seine vielseitige technische Verwendbarkeit, beginnend vom einfachen Magnetfeldsensor [5–8] bis hin zum hochempfindlichen Festplattenlesekopf [9,10], etc. [11,12], auszeichnet. Ein GMR-Baustein besteht aus mindestens drei Schichten, von denen die erste und die dritte aus einem ferromagnetischen Material (z.B. Eisen oder Kobalt) bestehen. Getrennt werden beide durch eine oft nur wenige Atomlagen dicke Zwischenschicht aus einem nichtmagnetischen Material wie Kupfer. Durch Änderung der Magnetisierung benachbarter ferromagnetischer Metallschichten (antiparallele oder parallele Ausrichtung) kommt es zu einer Änderung des elektrischen Widerstandes des Schichtsystems. Hochempfindliche Magnetfeldsensoren bestehen aus vielen Co/Cu-, Fe/Cu-Multischichten oder aus anderen ferromagnetischen und nichtferromagnetischen Materialien. In komplexeren GMR-Strukturen können zudem dünne Eisenoxidfilme zum Einsatz kommen [13–16]. So dient das antiferromagnetische Fe_2O_3 dazu, die Magnetisierungsrichtung einer darüberliegenden ferromagnetischen Schicht (z.B. Fe oder Co) zu „pinnen“.

Die Entdeckung des GMR-Effektes stimulierte die Untersuchung einer ähnlich starken Abhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit bei Tunnelkontakten („Tunnelmagnetowiderstandseffekt“ oder „Tunneling Magneto Resistance“, TMR). TMR-Strukturen bestehen im einfachsten Fall aus zwei ferromagnetischen Metallschichten, die durch eine isolierende Zwischenschicht (Tunnelbarriere) getrennt sind. Ist die Zwischenschicht dünn genug, so können Elektronen diese aufgrund des quantenmechanischen Tunneleffektes überwinden und es kann ein Strom durch den Tunnelkontakt fließen. Dabei hängt der Tunnelstrom von der Magnetisierung der einzelnen Schichten ab (antiparallele oder parallele Ausrichtung) [17]. Die Tunnelbarriere besteht gewöhnlich aus dünnen Oxidschichten.

Die Anwendungsfelder dünner Oxidschichten reicht von der Mikroelektronik über die heterogene Katalyse, die Korrosion und die Sensorik bis hin zu diversen Anwendungen in der Materialwissenschaft. In der heterogenen Katalyse sind sie die wichtigsten Trägermaterialien. Für die neuere Anwendung in Tunnelkontakten werden dünne Oxidschichten gewöhnlich durch das Aufbringen von, im allgemeinen, Aluminium auf ein geeignetes Substrat und anschließende Oxidation in einem reaktiven Plasma hergestellt. In den vergangenen Jahren

wurde gefunden, daß extrem dünne Oxidschichten auf intermetallischen Legierungsoberflächen wie z.B. NiAl oder CoGa wachsen [18–20]. Dabei reagiert adsorbierter Sauerstoff mit an die Oberfläche segregierten Ga- oder Al-Atomen. Bei Raumtemperatur bilden sich dünne amorphe Oxidschichten, die sich durch Anlassen auf höhere Temperaturen ordnen.

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit dem Wachstum, der Struktur, der Oberflächenmorphologie und der Temperaturstabilität von Metall- und Oxidschichten. Auf einem Kupfer-Einkristall ((110)-Oberfläche) wurden das Wachstum von Eisen und Eisenoxid [21–23] sowie die Präparation dünner Eisen- und Kobaltfilme [24, 25] auf dem zuvor aufgetragenen Eisenoxid untersucht. Zudem werden die Präparation dünner Eisenfilme sowie das Wachstum eines ultradünnen Galliumoxids auf einem Kobalt/Gallium-Einkristall ((001)-Oberfläche) vorgestellt [26–28]. Ziel dieser Arbeit ist es, zum Verständnis der strukturellen und thermischen Eigenschaften der hier behandelten Filme beizutragen. Zu diesem Zweck wurden Messungen an Einkristallen durchgeführt. Durch die Analyse der strukturellen Eigenschaften der hier behandelten Filmoberflächen auf atomarer Skala, gekoppelt mit weiterführenden, hier nicht vorgestellten Untersuchungen, die über die magnetischen und elektronischen Eigenschaften dieser Filme Aufschluß geben, erhält man Erkenntnisse, die eine gezielte und kontrollierte Herstellung von magnetischen Mehrschichtsystemen sowie die Herstellung von oxidischen Substraten zur Verwendung als Modellkatalysatoren oder Tunnelbarrieren in TMR-Strukturen erlauben.

Die vorliegende Arbeit gliedert sich in neun Kapitel. Die Grundlagen der verwendeten Meßmethoden werden im zweiten Kapitel erörtert. Insbesondere wird dabei auf die Methode der Streuung thermischer Heliumatome eingegangen. Das dritte Kapitel behandelt die verwendete Meßapparatur sowie die benutzten Substrate (Cu(110) und CoGa(001)). Es wird auch auf die verwendeten Verdampferöfen und deren Eichung eingegangen. Im vierten Kapitel wird das Wachstum dünner Eisenfilme auf der Cu(110)-Oberfläche vorgestellt. Dabei werden nicht nur die Temperaturstabilität der Eisenfilme und das Wachstum bei Raumtemperatur behandelt; vorgestellt wird auch, wie sich ein bei 130 K aufgedampfter Film während des Anlassens verhält. Es zeigt sich, daß auf diese Weise ein geordneter, glatter Eisenfilm auf dem Cu(110) präpariert werden kann. Das fünfte Kapitel beschäftigt sich mit der Herstellung von geordneten Eisenoxidfilmen auf Cu(110). Im sechsten Kapitel wird auf die Präparation von Eisen- und Kobaltfilmen auf diesen geordneten Eisenoxidfilmen eingegangen. Dabei stehen auch hier wieder die thermische Stabilität der Filme sowie deren Ordnung im Vordergrund des Interesses. Kapitel sieben und acht schließlich behandeln die Messungen an einem CoGa(001)-Einkristall. Vorgestellt werden hier die Oxidation von CoGa(001), untersucht mittels Heliumstreuung, sowie das Wachstum dünner Eisenfilme auf diesem Substrat.

Kapitel 2

Die Meßmethoden -eine theoretische Einführung

Die atomare Struktur von Festkörpern, d.h. die Atomabstände im Kristallgitter liegen auf einer Größenskala im Angström-Bereich. Um solch kleine Strukturen zu untersuchen, haben sich in den letzten Jahrzehnten verschiedene Methoden etabliert. Dazu gehören u.a. Streumethoden, wie z.B. die Röntgenstreuung, die Neutronenstreuung, etc. Als Sonde können dabei sowohl Photonen (Lichtwellen, Röntgenstrahlung) als auch Materieteilchen (Elektronen, Neutronen, Atome, usw.) verwendet werden. Wichtig ist dabei nur, daß die Wellenlänge der elektromagnetischen Strahlung bzw. der Materiewellen in der Größenordnung der zu detektierenden Gitterkonstanten oder darunter liegt, d.h. bei Festkörpern im Angström-Bereich. Für Elektronen ist dies bei einer Energie von etwa 10 - 1000 eV der Fall. Heliumatome sollten Energien von 10 - 1000 meV haben [29](siehe Abb.: 2.1). Um die Oberfläche eines Kristalls zu analysieren, bedarf es zudem einiger zusätzlicher Anforderungen. So müssen die Methoden oberflächensensitiv sein. Im Falle von Photonen wird dies in der Regel durch Streugeometrien unterhalb der Totalreflektion realisiert. Bei den hier verwendeten Meßmethoden, der Streuung niederenergetischer Elektronen und der Streuung thermischer Heliumatome, ist eine solche Streugeometrie nicht erforderlich, da die Sondeteilchen aufgrund ihrer geringen Energie oberflächensensitiv sind. Niederenergetische Elektronen mit einer Energie von 10 bis 1000 Elektronenvolt dringen nur etwa 10 bis 50 Å [29] tief in den Kristall ein (siehe auch Abschnitt 2.3.2). Thermische Heliumatome mit 10-30 meV kinetischer Energie werden am Potential des Kristallgitters, also außerhalb des Kristalls gestreut. Im folgenden werden beide Methoden kurz vorgestellt und ihre wichtigsten Interpretationsmöglichkeiten in Bezug auf die zu analysierenden Strukturen erläutert.

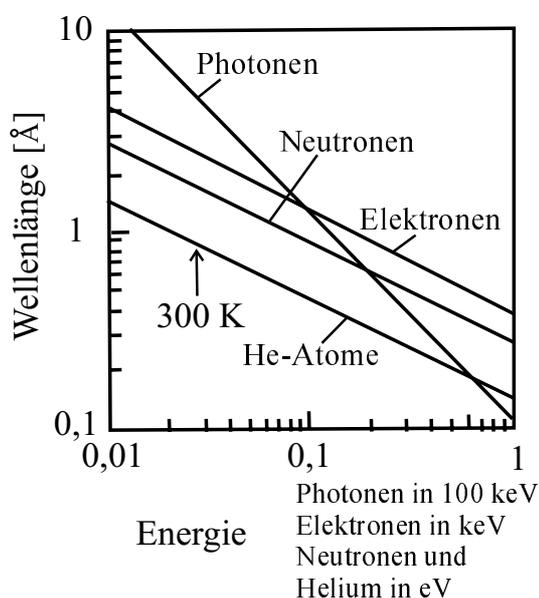


Abbildung 2.1: Dispersionsrelation von Photonen, Elektronen, Neutronen und Heliumatomen als Funktion der Energie [29]

2.1 Streuung thermischer Heliumatome

Bei der Streuung thermischer Heliumatome (thermal energy atom scattering, TEAS) wird ein Gasstrahl aus Heliumatomen an der zu analysierenden Probenoberfläche gestreut (siehe Abb.2.2). Aus der Intensität der elastisch gestreuten Heliumatome als Funktion des Streuwinkels lassen sich die Struktur und die Morphologie der Oberfläche bestimmen. Dabei muß unterschieden werden, ob die einfallenden Heliumatome auf die „glatte“ Kristalloberfläche (Bahnen (I) in Fig.2.2) oder auf eine Defektstelle im Kristallgitter, wie z.B. ein Adatom, ein adsorbiertes Molekül oder eine Stufenkante, treffen (Bahn (II) in Fig.2.2). Im ersten Fall werden die Heliumatome am periodischen Potential des Kristallgitters *kohärent* gestreut. Es bildet sich ein Interferenzbild der streuenden Oberfläche. In der Nähe einer Defektstelle dagegen ist das Potential des streuenden Kristallgitters verzerrt. Dadurch werden Heliumatome, die in unmittelbarer Nähe einer solchen Verzerrung auftreffen, *diffus* in den Raum gestreut. Dieser Bereich Σ der Oberfläche, der sog. diffuse Streuquerschnitt, trägt nicht zur Intensität eines Beugungsreflexes des Interferenzbildes bei. Lediglich der Untergrund des gesamten Beugungsspektrums wird durch diese diffuse Streuung erhöht.

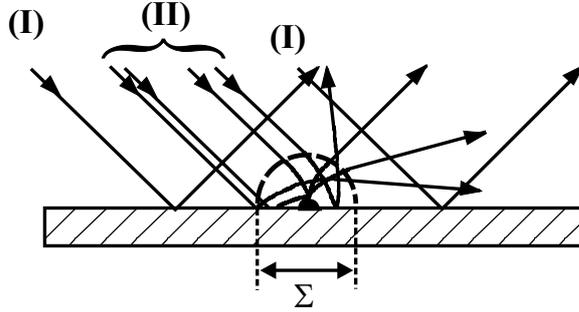


Abbildung 2.2: Schematische Darstellung eines He-Streuexperimentes: *Kohärente* (I) und *Diffuse* (II) Streuung an der Kristalloberfläche mit Defekten

2.1.1 Helium-Materiewellen

Jedes Teilchen besitzt Welleneigenschaften, d.h. die Aufenthaltswahrscheinlichkeit eines Teilchens am Ort \vec{r} zum Zeitpunkt t , sprich die Intensität $I(\vec{r}, t)$, läßt sich durch eine Wellenfunktion $\psi(\vec{r}, t)$ beschreiben. Es gilt:

$$I = |\psi(\vec{r}, t)|^2 \quad (2.1)$$

Der Wellenvektor \vec{k} dieser Materiewelle, bzw. die Wellenlänge $\lambda = \frac{2\pi}{|\vec{k}|}$ entspricht nach der De Broglie-Relation:

$$\vec{k} = \frac{\vec{p}}{\hbar} \quad (2.2)$$

Dabei ist \vec{p} der Impuls der Heliumatome und \hbar die Plancksche Konstante. Teilchen mit den hier benutzten Energien können in nichtrelativistischer Weise beschrieben werden. Durch Einsetzen von Gleichung 2.2 in die Formel für die kinetische Energie ($E = \frac{m}{2}v^2 = \frac{p^2}{2m}$) läßt sich die Wellenlänge der Heliumatome bestimmen. Man erhält:

$$|\vec{k}| = \sqrt{\frac{2m_{He}E}{\hbar^2}} \approx \frac{2\pi}{4.540} \sqrt{E[meV]} \quad \left[\frac{1}{\text{\AA}} \right] \quad \left(= \frac{2\pi}{\lambda} \right) \quad (2.3)$$

Dabei bezeichnet m_{He} die Masse der Heliumatome. Die kinetische Energie des einfallenden Primärstrahls wird durch die thermische Energie der Heliumatome, d.h. von deren Temperatur bestimmt. Bei der hier verwendeten Meßapparatur kann durch Variation der Temperatur der Düsenstrahlquelle (70 bis 450 K) eine Heliumstrahlenergie von 14 bis 98 meV erzeugt werden (siehe auch Gleichung 3.1 in Abschnitt 3.1). Die diesen Energien entsprechenden Wellenlängen λ der Heliumatome berechnen sich mittels Gleichung 2.3 zu 0.5 bis 1.2 Å.

2.1.2 Analyse zweidimensionaler Strukturen

Aus dem Interferenzbild, welches durch die kohärente Streuung der Heliumatome an der Kristalloberfläche entsteht, läßt sich die Struktur der Oberfläche ermitteln. Für die Analyse zweidimensionaler Strukturen reicht es oftmals aus, sich auf die geometrische Streutheorie zu beschränken, d.h. die Struktur wird allein aus der Position der Beugungsreflexe im reziproken Raum bestimmt. Abb. 2.3 zeigt schematisch die Streugeometrie eines Heliumbeugungsexperiments. Entscheidender Parameter ist der Impulsübertrag, bzw. der Wellenvektorübertrag $\Delta\vec{q} := \vec{k}_a - \vec{k}_e$, von einfallender und ausfallender Welle.

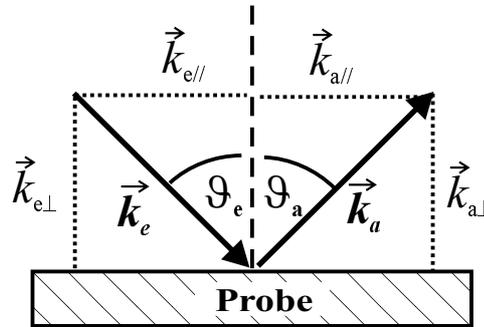


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung der Streugeometrie eines Heliumbeugungsexperiments: Der in Richtung \vec{k}_e einfallende Heliumstrahl wird in Richtung \vec{k}_a gestreut.

Durch die periodische Anordnung der Oberflächenatome bildet das Helium-Oberflächen-Wechselwirkungspotential für die Heliumatome ein natürliches Beugungsgitter. Um bei einfallendem Strahl des Wellenvektors \vec{k}_e einen Beugungsreflex in Richtung \vec{k}_a zu erhalten, muß für den Wellenvektorübertrag $\Delta\vec{q} = \vec{k}_a - \vec{k}_e$ die Laue-Bedingung in zwei Dimensionen erfüllt sein [30–32]:

$$\vec{q}_{//} := \vec{k}_{a,//} - \vec{k}_{e,//} = \vec{G}^{2D} \quad \text{mit} \quad |\vec{k}_e| = |\vec{k}_a| \quad (2.4)$$

Dabei ist $\vec{q}_{//}$ der Wellenvektorübertrag parallel zur Oberfläche, welcher sich aus der Differenz der Wellenvektorkomponenten $\vec{k}_{a,//}$ und $\vec{k}_{e,//}$ von einfallender und ausfallender Welle parallel zur Oberfläche zusammensetzt. \vec{G}^{2D} ist ein zweidimensionaler reziproker Gittervektor der Oberfläche. Er steht zum

Gittervektor \vec{R}^{2D} des realen Gitters in folgender Beziehung:

$$\begin{aligned} \vec{G}^{2D} &= k\vec{a}_1^* + l\vec{a}_2^* \\ \vec{R}^{2D} &= n\vec{a}_1 + m\vec{a}_2 \end{aligned} \quad \text{mit} \quad \vec{a}_i \cdot \vec{a}_j^* = 2\pi\delta_{ij} \quad (2.5)$$

Dabei bilden die linken Gleichungen zwei Linearkombinationen ($k, l, n, m \in N$) aus den Basisvektoren \vec{a}_i des realen und \vec{a}_i^* des reziproken Gitters, welche mittels der rechten Gleichung miteinander verknüpft sind. Die reziproken Basisvektoren erhält man aus den Basisvektoren im Realraum durch folgende Beziehung [31]:

$$\vec{a}_1^* = 2\pi \frac{\vec{a}_2 \times \vec{n}}{|\vec{a}_1 \times \vec{a}_2|} ; \quad \vec{a}_2^* = 2\pi \frac{\vec{n} \times \vec{a}_1}{|\vec{a}_1 \times \vec{a}_2|} ; \quad |\vec{a}_i^*| = \frac{2\pi}{|\vec{a}_i| \cdot \sin \sphericalangle (\vec{a}_i, \vec{a}_j)} \quad (2.6)$$

Dabei ist \vec{n} der Normalenvektor der Oberfläche und $i \in (1, 2)$.

Gemessen wird in der vorliegenden Arbeit der Streuwinkel ϑ des gestreuten Heliumstrahls. Die Meßgeometrie ist so angeordnet, daß Einfallswinkel ϑ_e und Ausfallswinkel ϑ_a stets einen rechten Winkel bilden ($\vartheta_a + \vartheta_e = 90^\circ$). Zudem wird nur die elastische Streuung betrachtet, welche sich dadurch auszeichnet, daß sich die Wellenlänge des Heliumstrahls durch den Streuprozess nicht ändert ($|\vec{k}_e| = |\vec{k}_a|$). Für diese Bedingungen ergibt sich für den Wellenvektorübertrag $q_{//}$ parallel zur Oberfläche (siehe auch Abb.2.3):

$$\begin{aligned} q_{//} &:= |\vec{q}_{//}| \\ &= |\vec{k}_{a, //} - \vec{k}_{e, //}| \\ &= |\vec{k}_a| \sin \vartheta_a - |\vec{k}_e| \sin \vartheta_e \\ &= |\vec{k}_e| \sqrt{2} \sin(\vartheta_e - 45^\circ) \end{aligned} \quad (2.7)$$

Die Analyse der Oberflächenstruktur läuft nun wie folgt ab: Gemessen werden die Positionen bzw. die Streuwinkel ϑ_e , bei denen das Beugungsbild Intensitätsmaxima aufweist. Mit Hilfe von Gleichung 2.7 können dann aus den Streuwinkeln der Beugungsmaxima die zugehörigen Beträge der Wellenvektorüberträge $q_{//}$ berechnet werden. Diese entsprechen nach Gleichung 2.4 direkt einem reziproken Gittervektor der Oberfläche. Aus einer genügenden Anzahl gefundener Beugungsreflexe läßt sich also das reziproke Gitter bestimmen und damit über Gleichung 2.6 das reale Gitter der Oberfläche konstruieren.

2.1.3 Beugung an gestuften Oberflächen - Morphologie, Rauigkeit und Wachstum

Neben der lateralen Struktur der Oberfläche ist auch deren Morphologie von Bedeutung. In der vorliegenden Arbeit wird die Morphologie aus der Intensität der gespiegelten Heliumstreuung, d.h. aus der Intensität des Beugungsreflexes nullter Ordnung, bestimmt. Beeinflußt wird die Intensität des gespiegelten Beugungsreflexes u.a. von der Rauigkeit der Oberfläche, d.h. von der Anzahl von Defektstellen (z.B. Adatome) oder der Anzahl von Stufenkanten (Terrassen). In der Nähe solcher Defekte werden die Heliumatome diffus in den Raum gestreut. Sie tragen nicht zu der Entstehung von Beugungsreflexen bei. Als Faustregel gilt: *Je rauher die Oberfläche, desto mehr Heliumatome werden diffus gestreut und umso kleiner ist die gespiegelte Heliumintensität.* Dies ist natürlich nur eine vereinfachte Näherung, da die Intensität der nullten Ordnung auch durch weitere Effekte, wie z.B. die Interferenz zwischen benachbarten Terrassen beeinflußt wird.

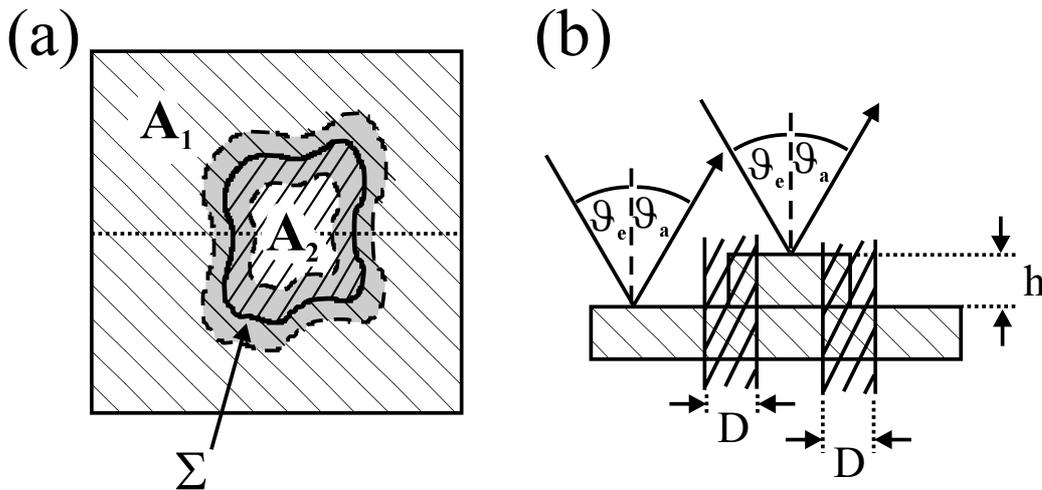


Abbildung 2.4: Heliumstreuung an zwei Terrassen der Größe A_1 und A_2 [Flächeneinheiten], welche durch eine Höhe h voneinander getrennt sind: (a) Draufsicht auf die Terrassen; (b) Schnitt entlang der gepunkteten Linie in (a).

Abb. 2.4 beschreibt schematisch den Streuprozess an einer Oberfläche bestehend aus zwei Terrassen, welche durch eine Stufe der Höhe h voneinander getrennt sind. Dabei zeigt Abb. 2.4(a) eine Draufsicht auf die Oberfläche, während in Abb. 2.4(b) ein Schnitt längs der gepunkteten Linie aus Abb. 2.4(a) dargestellt ist. Die untere Terrasse hat eine Fläche von A_1 Flächeneinheiten, die Fläche der oberen Terrasse beträgt A_2 Flächeneinheiten.

Terrassen beeinflussen den Streuprozess im wesentlichen durch zwei Effekte. Zum einen verzerren die Stufenkanten der Terrassen das Potential des streuenden Kristallgitters. Dadurch werden Heliumatome, die in unmittelbarer Nähe einer solchen Verzerrung auftreten, diffus in den Raum gestreut. Dieser diffus streuende Bereich Σ der Oberfläche (siehe Abb. 2.4(a)) trägt nicht zur Intensität eines Interferenzbildes bei, sondern erhöht lediglich den diffusen Untergrund des Beugungsspektrums. Erzeugt wird das Interferenzbild von den kohärent streuenden Terrassenflächen \tilde{A}_j . In Abb. 2.4 (a) sind dies z.B. die Flächen $\tilde{A}_1 + \tilde{A}_2 = A_1 + A_2 - \Sigma$. Im allgemeinen haben Terrassen aber auch noch einen weiteren Effekt. Durch den Höhenunterschied zwischen benachbarten Terrassen kommt es zu Interferenzeffekten: Wenn sich zwei kohärente Streuer nicht auf dem gleichen Höhenniveau befinden, also durch eine Höhe h getrennt sind (siehe auch Abb. 2.4(b)), so kommt es zu einem zusätzlichen Phasenunterschied ϕ . Diese Phasendifferenz errechnet sich aus dem Produkt des Wellenvektorübertrags q_\perp senkrecht zur Probenoberfläche (siehe auch Abb. 2.3) und des Höhenunterschiedes h der Terrassen:

$$\phi = q_\perp \cdot h = k_e h (\cos \vartheta_e + \cos \vartheta_a) \quad (2.8)$$

Für den Fall der gespiegelten Streuung ($\vartheta_e = \vartheta_a = 45^\circ$) vereinfacht sich diese Gleichung zu:

$$\phi = k_e h \sqrt{2} \quad (2.9)$$

Hier kann nun zwischen zwei Fällen unterschieden werden. Für $\phi = 2n\pi$ ($n \in \mathbb{N}$) erhält man konstruktive Interferenz (Intensitätsmaximum, in-Phase), für halbzahliges n hingegen destruktive Interferenz (Intensitätsminimum, anti-Phase) der an den durch den Höhenunterschied h getrennten Niveaus gestreuten Heliumwelle. Es ergeben sich somit zwei Spezialfälle für die Analyse eines Heliumbeugungsspektrums von gestuften Oberflächen, je nachdem ob die an benachbarten Terrassen gestreuten He-Atome konstruktiv oder destruktiv interferieren.

***In-Phase* Streuung - Oberflächenrauigkeit**

Im Fall der *konstruktiven* Interferenz hat die Terrassenhöhe keinen Einfluß auf die Intensität des Beugungsbildes. Die Intensität wird ausschließlich durch die kohärent streuende Gesamtfläche ($\sum_j \tilde{A}_j$) bestimmt, und zwar läßt sich die Intensität wie folgt beschreiben [33, 34]:

$$\frac{I^{in-Phase}}{I_0} = \left(\sum_j \tilde{A}_j \right)^2 \quad (2.10)$$

Dabei sind \tilde{A}_j die kohärent streuenden Anteile der Terrassenflächen, und I/I_0 ist das Verhältnis der gespiegelten Heliumintensität zur gespiegelten Intensität der reinen Probe.

Durch Einsetzen der Definition ($\sum_j \tilde{A}_j = \sum_j A_j - \Sigma$) der kohärent streuenden Terrassenoberflächen in Gleichung 2.10 und durch Verwendung der Normierung ($\sum_j A_j = 1$) läßt sich die Intensität als

$$\frac{I^{in-Phase}}{I_0} = (1 - \Sigma)^2 \quad (2.11)$$

beschreiben. Schreibt man den diffusen Streuquerschnitt Σ der Terrassenstufen als das Produkt ($\Sigma = DS$) aus einem diffus streuenden Bereich D (siehe auch Abb. 2.4 (b)) und der Stufenkantendichte S , wobei S in [Stufenlänge/Einheitsfläche] angegeben wird, so erhält man für die gespiegelte Heliumintensität unter in-Phase Bedingung folgenden Ausdruck [33]:

$$\frac{I^{in-Phase}}{I_0} = (1 - DS)^2 \quad (2.12)$$

Die in-Phase Intensität wird also im wesentlichen durch die Dichte von Defekten (bzw. durch die Dichte von Stufenkanten) bestimmt. Umgekehrt bedeutet dies, daß die Messungen der gespiegelten in-Phase Heliumintensität wichtige Informationen über die Defektdichte einer Oberflächen liefert. Um den Wachstumsprozeß eines Films zu untersuchen, ist sie nur bedingt geeignet. Zwar wird auch die in-Phase Intensität durch das Wachstum eines Films beeinflusst. (Das Wachstum verändert die Defektstellendichte.) Dieser Effekt ist aber nicht so ausgeprägt, wie der Einfluß von Wachstumsprozessen auf die nachfolgend beschriebene anti-Phase Heliumintensität.

Anti-Phase Streuung

- Charakterisierung des epitaktischen Wachstums

Im Fall der *destruktiven* Interferenz zwischen kohärent streuenden Terrassenoberflächen heben sich die an benachbarten Terrassen in Spiegelrichtung gestreuten Heliumpartialwellen auf. Im Fall gleich großer Terrassen löschen sich die Intensitäten sogar vollständig aus. Trotzdem läßt sich die gespiegelte Heliumintensität $\frac{I}{I_0}$ wieder allgemein als proportional zum Quadrat der Summe aus den kohärent streuenden Flächen darstellen. Im Gegensatz zur in-Phase Streuung treten jedoch auch negative Summanden auf. Die Intensität unter anti-Phase Streuung läßt sich wie folgt beschreiben [33,34]:

$$\frac{I^{anti-Phase}}{I_0} = \left(\sum_j ((-1)^j \tilde{A}_j) \right)^2 \quad (2.13)$$

Dabei beschreibt \tilde{A}_j auch hier den kohärent streuenden Anteil der Terrassenoberflächen.

Da der diffuse Streuquerschnitt Σ (siehe Abb. 2.4 (a)) bei großen Inseln in hinreichend guter Näherung in zwei gleich große Teile $\frac{\Sigma}{2}$ zerfällt, wovon der eine Teil auf der Terrasse A_1 und der andere Teil auf der Terrasse A_2 liegt, und da sich diese zwei Flächen $\frac{\Sigma}{2}$ bei anti-Phase Bedingung gegenseitig aufheben, kann in Gleichung 2.13 der Wert $\sum_j \tilde{A}_j$ durch $\sum_j A_j$ ersetzt werden. Die Intensität läßt sich somit durch

$$\frac{I^{anti-Phase}}{I_0} \approx \left(\sum_j ((-1)^j A_j) \right)^2 \quad (2.14)$$

beschreiben. Es ist leicht einzusehen, daß diese Gleichung abhängig von der Verteilung der Terrassengrößen A_j ist. Folglich wird die gespiegelte Heliumintensität durch das Wachstum einer Oberfläche beeinflusst. Im Gegensatz zur in-Phase Streuung, bei der lediglich die durch das Wachstum bedingte Veränderung der Defektdichte detektiert wird, kann mit gespiegelter Heliumstreuung unter anti-Phase Bedingung die Lagenverteilung untersucht werden. Im Spezialfall einer niedrigen Defektdichte (zu erkennen aus dem Vergleich zwischen in-Phase und anti-Phase-Intensität: $I^{anti-Phase} \ll I^{in-Phase}$), läßt sich zwischen zwei Wachstumsprozessen unterscheiden: „Frank-van der Merwe“- [31,34] und kinetisch bedingtes 3D-Wachstum [34].

Beim kinetisch bedingten 3D-Wachstum wird angenommen, daß jedes Adsorbatom an der Auftreffstelle verharrt. Jeglicher Massentransport innerhalb und zwischen den Schichten wird vernachlässigt. In diesem Fall gehorcht die Terrassengröße einer Poissonverteilung ($A_j = \frac{\theta^j}{j!} e^{-\theta}$ mit $j = 0, 1, \dots, N$), wodurch sich Gleichung 2.14 wie folgt vereinfacht [33–35]:

$$\frac{I^{anti-Phase}}{I_0} = e^{-4\theta} \quad (2.15)$$

Dabei ist θ die Bedeckung des Adsorbates auf der Oberfläche, gemessen in Monolagen. (Für $\theta = 1$ befinden genau so viele Adsorbatom auf der Oberfläche, wie die Oberfläche selbst hat.) Die gespiegelte Heliumintensität fällt also im Falle des kinetisch bedingten 3D-Wachstums exponentiell ab, mit einem Exponenten von -4θ (Abb. 2.5(a)).

Beim idealen zweidimensionalen Lagenwachstum (Frank-van der Merwe) wird das Wachstum der n-ten Lage erst vollendet, bevor das Wachstum in der (n+1)-ten Lage einsetzt. Dieser Wachstumsmodus führt zu einer sich periodisch mit der Bedeckung ändernden Oberflächenmorphologie: Jeweils nach Deposition einer vollen Monolage befindet sich die Oberfläche wieder im glatten Ausgangszustand. Für die gespiegelte Heliumintensität ergibt sich nach Gleichung 2.14 für Bedeckungen ($\theta \leq 1$) [35]:

$$\frac{I^{anti-Phase}}{I_0} = (A_1 - A_2)^2 = (1 - \theta - \theta)^2 = (1 - 2\theta)^2 \quad (2.16)$$

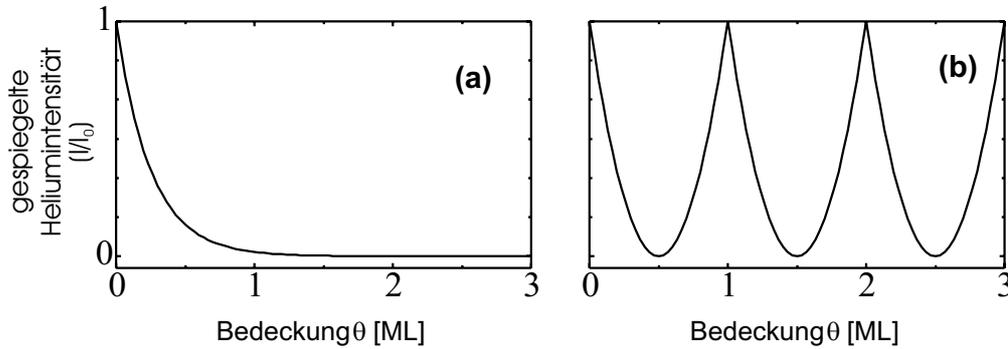


Abbildung 2.5: Gespiegelte Heliumintensität (*anti-Phase*) für (a) kinetisch bedingtes 3D-Wachstum und (b) Lagenwachstum (Franck-van der Merwe)

Bei der Bedeckung ($\theta = 1$) ist der Ausgangspunkt des Wachstums wieder erreicht. Für höhere Bedeckung wiederholt sich der Vorgang periodisch. Folglich oszilliert die gespiegelte Heliumintensität beim idealen zweidimensionalen Wachstum, gemessen unter anti-Phase Bedingung, mit der Periode von einer Monolage (Abb. 2.5(b)).

Abschließend bleibt zu bemerken, daß das Franck-van der Merwe Wachstum ebenfalls zu einer oszillierenden Defektdichte führt, weshalb man auch unter in-Phase Bedingung Oszillationen in der gespiegelten Heliumintensität beobachten kann. Allerdings ist die Amplitude dieser Oszillationen viel kleiner als im Falle der anti-Phase-Intensität.

2.1.4 Der Debye-Waller Effekt

Die bisherigen Betrachtungen von Beugungsintensitäten setzten voraus, daß sich die Atome des Oberflächengitters nicht bewegen. Für Probertemperaturen T oberhalb des absoluten Nullpunktes treten aber immer Gitterschwingungen auf, deren Einfluß auf die Intensität von Beugungsmaxima zuerst von DEBYE und WALLER für die Röntgenstreuung studiert wurde [36,37] und daher als Debye-Waller-Effekt bezeichnet wird. Ihre Theorie wurde später u.a. auf Elektronen- [38] und Neutronenstreuung [39] ausgedehnt. Eine Anwendung auf die Atomstreuung ist insofern schwierig, als thermische Atome im Gegensatz zu Röntgenphotonen, Elektronen und Neutronen nicht mit punktförmigen Streuern wechselwirken sowie die Wechselwirkungszeit mit den Oberflächenatomen vergleichsweise lang ist [40]. Ungeachtet dessen läßt sich die experimentell beobachtete Intensitätsabnahme des gestreuten Heliumstrahls mit der ursprünglichen Formel

$$I(T) = I(T = 0) e^{-2W(T)} \quad (2.17)$$

$$\text{mit } 2W(T) = \left\langle \left(\Delta \vec{k} \cdot \vec{u}(t, T) \right)^2 \right\rangle \quad (2.18)$$

gut beschreiben [41].

Die Klammerung $\langle \dots \rangle$ bezeichnet das zeitliche Mittel und $\vec{u}(t, T)$ die momentane Auslenkung der Oberflächenatome zum Zeitpunkt t bei einer Oberflächentemperatur T . Für spiegelnde Streuung gilt $\Delta \vec{k} = (0, 0, q_\perp)$, man erhält also:

$$2W(T) = q_\perp^2 \langle u_z(t, T)^2 \rangle \quad (2.19)$$

Das mittlere Quadrat $\langle u_z(t, T)^2 \rangle$ der Auslenkung senkrecht zur Oberfläche läßt sich im Rahmen des Debye-Modells der Gitterschwingungen berechnen [40]:

$$\langle u_z(t, T)^2 \rangle = \frac{3\hbar^2}{m_S k_B T_D^2} T \quad (2.20)$$

Die Größe m_S ist hierbei die Masse der streuenden Atome, k_B die Boltzmannkonstante und T_D die Debyetemperatur des betreffenden Kristalls. Da an der Oberfläche im Verhältnis zum Festkörper weniger Bindungen vorliegen, kann die mit einer ausschließlich oberflächensensitiven Methode wie der Streuung thermischer Heliumatome gemessene Debyetemperatur nicht gleich dem Festkörperwert sein: Anstatt T_D mißt man hier die effektive Oberflächen-Debyetemperatur $T_{D,eff}$. Aus der Anzahl der fehlenden Bindungen läßt sich grob die Beziehung

$$T_{D,eff} \approx \frac{2}{3} T_D \quad (2.21)$$

abschätzen, welche z.B. für die Elektronenstreuung mit zufriedenstellender Genauigkeit erfüllt wird. Für die Atomstreuung gilt Gleichung 2.20 jedoch nur näherungsweise: Die Heliumatome erfahren die Verschiebung $\vec{u}(t, T)$ eines Oberflächenatoms nämlich in Form einer Veränderung des Helium-Oberflächen-Wechselwirkungspotentials, das auch von der Verschiebung der benachbarten Oberflächenatome beeinflusst werden kann (ARMAND-Effekt) [42]. Daher kann es zu deutlichen Abweichungen von der Regel in Gleichung 2.21 kommen.

Die in der vorliegenden Arbeit mittels Gleichungen 2.17 bis 2.21 gemachten Berechnungen zum Debye-Waller-Effekt (Abbildungen 4.8, 5.4, 6.3 (d), 6.8 und 7.4) entsprechen daher nur groben Abschätzungen. Für die in der vorliegenden Arbeit verwendeten Abschätzungen wurden folgende effektive Debye-Temperaturen $T_{D,eff}$ verwendet:

Material	T_D [K]	$T_{D,eff}$ [K]	verwendet in Abb.
Kobalt	445	300	6.8
Eisen	467	310	4.8, 6.3 (d)
Fe_2O_3	660	440	5.4
Ga_2O_3	730	490	7.4

Tabelle 2.1: Debye-Temperaturen verschiedener Materialien, entnommen aus Referenzen [35], [43] und [44]

2.2 Beugung niederenergetischer Elektronen - LEED

Ein weiteres Verfahren zur Analyse von Oberflächenstrukturen ist die Beugung niederenergetischer Elektronen (Low Energy Electron Diffraction, LEED). Hierbei wird ein monoenergetischer Elektronenstrahl unter senkrechtem Einfall auf die Probe gerichtet und die gebeugten Elektronen werden auf einem Fluoreszenzschirm sichtbar gemacht. Gewöhnlich beträgt die Energie der verwendeten Elektronen etwa 10 bis 400 eV. Ihre Wellenlänge errechnet sich nach der de Broglie Relation zu (vgl. Gl. 2.3):

$$|\vec{k}| = \sqrt{\frac{2m_e E}{\hbar^2}} \approx 0.512 \sqrt{E[eV]} \quad \left[\frac{1}{\text{\AA}} \right] \quad \left(= \frac{2\pi}{\lambda} \right) \quad (2.22)$$

wobei m_e die Ruhemasse der Elektronen bedeutet. Für die hier verwendeten Energien (10 bis 400 eV) ergibt sich so eine Wellenlänge λ von etwa 0.61 bis 3.88 Å, was im Bereich interatomarer Abstände liegt. Die Probenoberfläche wirkt daher als Beugungsgitter für die Elektronen.

Für eine mathematische Beschreibung der Beugung niederenergetischer Elektronen („geometrische LEED-Theorie“) können die schon von der Röntgenbeugung bekannten Lauegleichungen herangezogen werden. Da es sich hier um eine zweidimensionale Beugung an der Probenoberfläche handelt, kommen nur zwei Lauegleichungen zur Anwendung:

$$\vec{a}_i (\vec{k}_a - \vec{k}_e) = \vec{a}_i \vec{q} = 2\pi n_i \quad n_i = 1, 2 \quad (2.23)$$

Hierin bezeichnen \vec{a}_i die primitiven Translationen des Oberflächengitters, \vec{k}_e und \vec{k}_a die Wellenvektoren von einfallenden und gebeugten Elektronen, \vec{q} den Streuvektor und n_i ganze Zahlen.

Das reziproke Gitter wird definiert durch

$$\vec{a}_i \cdot \vec{a}_j^* = 2\pi \delta_{ij} \quad i, j = 1, 2 \quad \delta_{ij} : \text{Kroneckersymbol} \quad (2.24)$$

wobei \vec{a}_j^* die Basisvektoren des reziproken Oberflächengitters

$$\vec{G}^{2D} = k\vec{a}_1^* + l\vec{a}_2^* \quad (k, l : \text{ganze Zahlen}) \quad (2.25)$$

bezeichnen (siehe auch Gl. 2.5 und 2.6).

Für die parallele Komponente des Streuvektors $q_{//}$ ergibt sich als Lösung der Lauegleichungen (Gl. 2.4):

$$\vec{q}_{//} = \vec{k}_{a, //} - \vec{k}_{e, //} = \vec{G}^{2D}$$

Ein Beugungsreflex tritt also dann auf, wenn die zur Oberfläche parallele Komponente des Streuvektors einem reziproken Oberflächengittervektor (\vec{G}^{2D}) entspricht. (Dies ist die sog. Laue-Bedingung in zwei Dimensionen.) Das von den gebeugten Elektronen erzeugte Interferenzmuster entspricht folglich der Transformation der Translationssymmetrie der Oberflächenstruktur in den reziproken Raum. Die Rücktransformation ergibt die Periodizität im Realraum. Die Auswertung von LEED-Bildern liefert demnach die Basisvektoren \vec{a}_1 und \vec{a}_2 der Oberflächeneinheitszelle.

Abb.2.6 beschreibt schematisch ein hier verwendetes LEED-Experiment [29], bei welchem ein monochromatischer Elektronenstrahl unter senkrechtem Einfall auf die Probe gerichtet wird. Ist die Laue-Bedingung in 2 Dimensionen erfüllt, so werden die Elektronen in Richtung des Ausfallwinkels ϑ_a gebeugt. Die Elektronen treffen auf einen Fluoreszenzschirm und erzeugen am Auftreffpunkt einen Leuchtpunkt. Gewöhnlich wird das entstandene Beugungsmuster einfach aus der in Abb. 2.6 dargestellten Beobachtungsrichtung fotografiert.

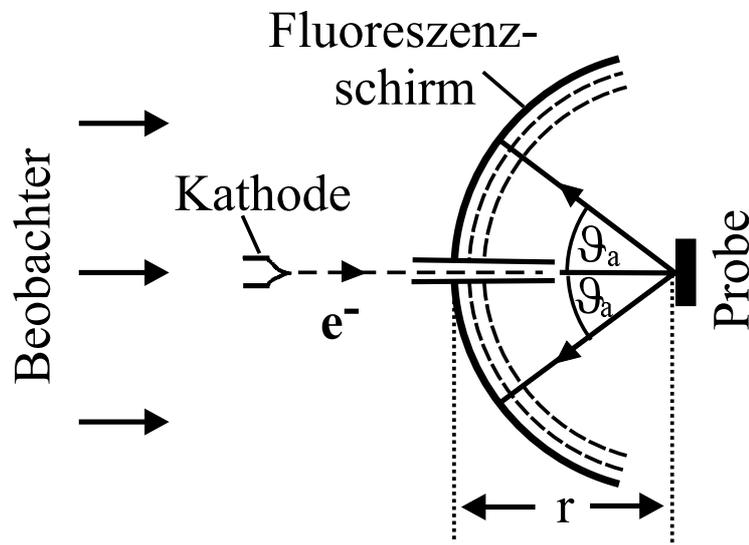


Abbildung 2.6: Schematische Darstellung eines LEED-Experiments

Obwohl es sich bei LEED und TEAS in beiden Fällen um Streumethoden handelt, unterscheiden sich beide in einigen fundamentalen Punkten, die nicht nur den unterschiedlichen Versuchsaufbau betreffen. So dringen Elektronen einige zehn Angström tief in die Probe ein (siehe auch Kap. 2.3.2), während die Heliumatome außerhalb der Oberfläche am Potential der äußeren Kristallatome gestreut werden. LEED ist daher nicht so oberflächensensitiv wie TEAS. Es können auch unerwünschte Interferenzeffekte zwischen den Atomlagen auftreten, was sich des öfteren durch das „Verschwinden“ einzelner Beugungsreflexe bei bestimmten Energien bemerkbar macht. Andererseits besitzt TEAS auch Nachteile gegenüber LEED: Aufgrund des großen Streuquerschnitts Σ der meisten Defektstellen (Adsorbatatome, Stufenkanten, etc.) [45] werden die Heliumatome schon bei geringer Defektstellendichte überwiegend diffus gestreut, wodurch möglicherweise kein TEAS-Spektrum mehr meßbar ist. LEED Bilder hingegen sind noch gut sichtbar. LEED liefert zudem in kurzer Zeit eine zweidimensionale Ansicht der Oberfläche im reziproken Raum. Fazit: Oftmals müssen beide Methoden kombiniert werden, um zu einem vollständigen Bild der Oberfläche zu gelangen.

2.3 Auger-Elektronen-Spektroskopie - AES

Die Auger-Elektronen-Spektroskopie (Auger-Electron-Spectroscopy, AES) ist eine Standardmethode der Oberflächenphysik. Sie wird sowohl zur Überprüfung der chemischen Zusammensetzung der Oberfläche angewandt, als auch zur Bestimmung der Schichtdicken aufgedampfter Filme.

2.3.1 Auger-Prozeß und Meßverfahren

Bei der Auger-Elektronen-Spektroskopie werden oberflächennahe Kristallatome der Probe durch Elektronenbeschuß ionisiert. Das so entstandene Loch im Rumpfniveau dieser Atome wird mit einem Elektron aus einer höheren Schale aufgefüllt. Die dabei freiwerdende Energie kann entweder als charakteristisches Röntgenphoton emittiert, oder in dem strahlungslosen Augerprozeß auf ein Elektron derselben Schale oder einer anderen Schale übertragen werden. Dieses Elektron (Augerelektron) verläßt dann das Atom mit einer charakteristischen Energie und hinterläßt einen doppelt ionisierten Zustand. An einem Augerprozeß sind somit drei Energieniveaus beteiligt: die Energie des Rumpfniveaus E_A (Lochzustand), die Energie der höheren Schale, aus der das Elektron stammt, welches das Loch auffüllt (E_B) und schließlich die Energie des Niveaus, aus dem das Augerelektron emittiert wird (E_C).

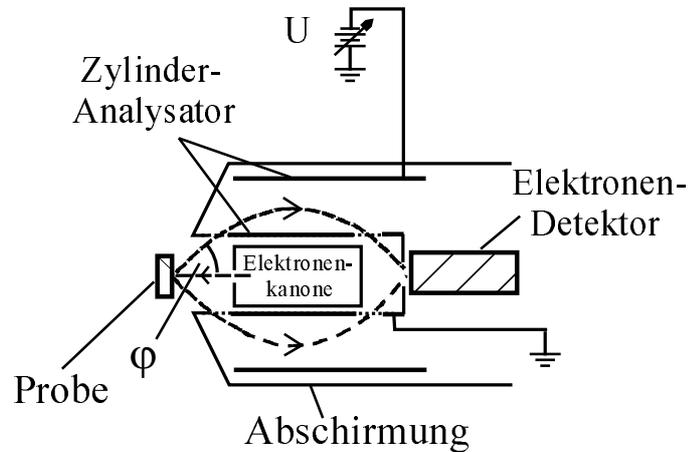


Abbildung 2.7: Schematische Darstellung eines Standard AES-Versuchsaufbaus, bestehend aus einer Elektronenkanone innerhalb eines Zylinderspiegelanalysators (CMA).

In einer ersten Näherung ergibt sich die charakteristische Augerelektronenenergie zu:

$$E_{ABC} = E_A - E_B - E_C \quad (2.26)$$

Bei genauerer Betrachtung muß ein Korrekturterm auf der rechten Seite hinzugefügt werden, um veränderte Bindungsenergien für das ionisierte Atom im Vergleich zum neutralen Atom zu berücksichtigen. Der Augerübergang wird entsprechend der beteiligten Schalen als ABC-Übergang (z.B. KLL-Übergang) bezeichnet. In der vorliegenden Arbeit erfolgt die Messung der Energieverteilung $N(E)$ der von der Probe emittierten Elektronen mit Hilfe eines Zylinderspiegelanalysators (Cylindrical Mirror Analyser, CMA). Ein solcher Versuchsaufbau ist schematisch in Abb. 2.7 dargestellt. Bei diesem Versuchsaufbau wird der primäre Elektronenstrahl (hier 3 keV) senkrecht auf die Probe geschossen. Dabei liegt die Elektronenkanone innerhalb des Zylinderspiegelanalysators. Die von der Probe emittierten Augerelektronen, welche in den CMA eintreten werden von einer zylindrischen Elektrode auf den Elektrendetektor fokussiert. Dabei werden nur solche Elektronen auf den Detektor fokussiert, die unter dem Winkel $\varphi = 42^\circ$ in den CMA eintreten und die bei angelegter Spannung U die entsprechende Passenergie besitzen. Durch Messung der Elektronenintensität N bei gleichzeitigem Durchfahren der Spannung U läßt sich so die Energieverteilung $N(E)$ der von der Probe emittierten Augerelektronen bestimmen. Die Energieverteilung $N(E)$ enthält kleine, einem hohen

Untergrund überlagerte elementspezifische Maxima, die durch den Augerprozeß verursacht werden. In der Praxis wird meist die differenzierte Energieverteilung ($dN(E)/dE$) gemessen, um das hohe Untergrundsignal der wahren Sekundärelektronen zu unterdrücken. Hierzu wird die Gleichspannung U des äußeren Zylinders sinusförmig moduliert und das Signal des Elektronenvervielfachers über einen Lock-in-Verstärker gemessen. Ein Vergleich der differenzierten Energieverteilung mit Referenzspektren von Reinelementen [46] liefert dann die qualitative Oberflächenzusammensetzung der Probe. Ein Auger-Übergang wird dabei als das Minimum einer Amplitude im differenzierten Spektrum definiert. Mit AES-Intensität ist in der vorliegenden Arbeit immer die Spitze-zu-Spitze Amplitude im differenzierten Spektrum gemeint.

2.3.2 Abschätzung der Schichtdicke

Der durchlaufene Weg von Elektronen durch eine Substanz ist abhängig von deren kinetischer Energie. Dies gilt auch für den Austrittsweg von Auger-Elektronen. Je größer die Energie der Auger-Elektronen, desto weiter ist der Weg, den sie vom Ort ihrer Entstehung in Richtung Oberfläche zurücklegen können. Folglich werden umso tiefer gelegene Auger-Prozesse detektiert, je größer die Energie der beobachteten Auger-Elektronen ist. Die Auger-Elektronen der hier betrachteten Prozesse besitzen Energien zwischen 30 und 1100 eV, ihre mittlere freie Weglänge liegt zwischen 5 und 20 Å (siehe Abb.2.8).

Die Abschwächung der Auger-Intensität eines Substrats durch einen aufgedampften Film ist abhängig von der Schichtdicke d des Films und der mittleren freien Weglänge λ der beobachteten Auger-Elektronen. Sie läßt sich wie folgt beschreiben:

$$\frac{I_F}{I_F^\infty} = 1 - e^{-\frac{\tilde{d}}{\lambda}} \quad (2.27)$$

$$\frac{I_S}{I_S^0} = e^{-\frac{\tilde{d}}{\lambda}} \quad (2.28)$$

Dabei ist I_F die Auger-Intensität der Deckschicht bzw. des aufgedampften Films. I_S ist die Intensität des Substrats. \tilde{d} ist die effektive Dicke der Deckschicht, λ bezeichnet die mittlere freie Weglänge. I_F^∞ entspricht der Intensität des reinen Films (vollständige Abschwächung des Substrates) und I_S^0 der Intensität des reinen Substrats.

Zu beachten ist, daß bei einem CMA nur solche Elektronen auf den Elektronendetektor fokussiert werden, die unter dem Winkel $\varphi = 42^\circ$ (Fokus des CMA) in den CMA eintreten. Der von diesen Elektronen durchlaufene Weg durch die Probe ist größer als der Weg, der bei senkrechtem Austritt durchlaufen

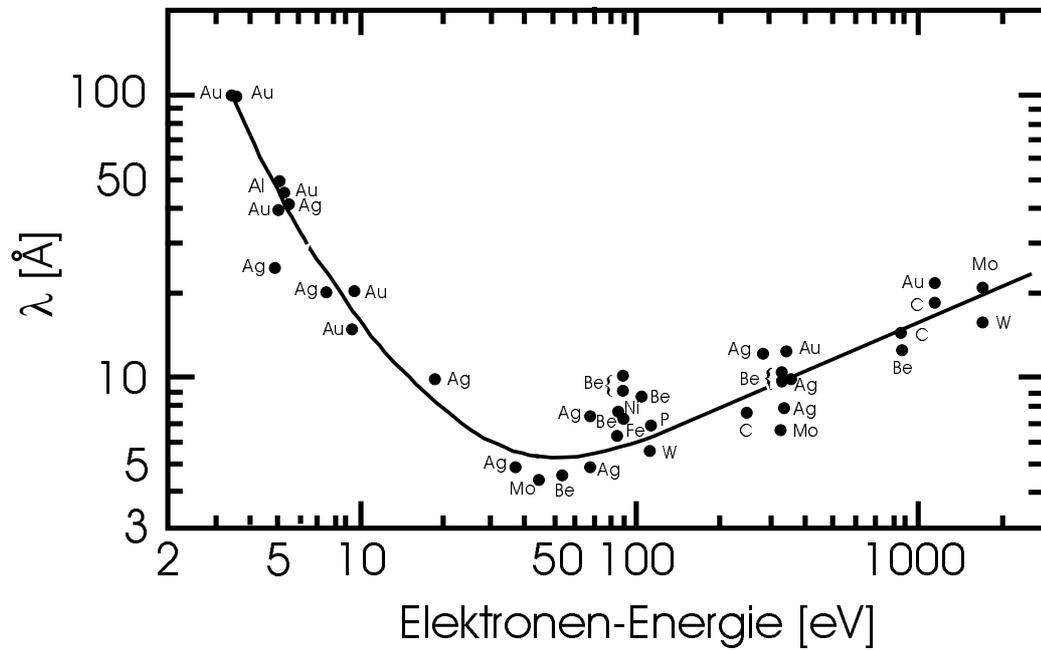


Abbildung 2.8: Mittlere freie Weglänge λ von Elektronen als Funktion der Energie [47]

würde. Folglich ist auch die effektive Dicke \tilde{d} der Deckschicht, welche die Abschwächung des Auger-Signals bestimmt, größer als die Dicke d des Filmes. Es gilt:

$$\tilde{d} = \frac{d}{\cos 42^\circ} \quad (2.29)$$

Durch Einsetzen von Gleichung 2.29 in Gleichung 2.27 und 2.28 ergibt sich für die AES-Intensität des Films bzw. des Substrats als Funktion der Schichtdicke d :

$$\frac{I_F}{I_F^\infty} = 1 - e^{-\frac{d}{\lambda \cos 42^\circ}} \quad (2.30)$$

$$\frac{I_S}{I_S^0} = e^{-\frac{d}{\lambda \cos 42^\circ}} \quad (2.31)$$

Die mittlere freie Weglänge λ der Elektronen variiert im Energiebereich von 5 bis 3000 eV zwischen 5 und 25 Å (siehe Abb. 2.8). Nach einer empirischen Formel von Seah et al. läßt sich λ wie folgt abschätzen [48]:

$$\lambda = \frac{538a}{E^2} + 0.41a^{\frac{3}{2}}E^{\frac{1}{2}} \quad (2.32)$$

$$\lambda = \frac{2170a}{E^2} + 0.72a^{\frac{3}{2}}E^{\frac{1}{2}} \quad (2.33)$$

Gleichung 2.32 gilt für Elemente (hier: Fe, Co, Cu). Gleichung 2.33 gilt für anorganische Verbindungen (hier: Oxide). Die Energie E der Elektronen wird in eV angegeben. a ist das (Atomvolumen) $^{\frac{1}{3}}$ [(Volumen der Einheitszelle geteilt durch die Anzahl der Atome der Einheitszelle) $^{\frac{1}{3}}$]. a wird ebenso wie λ in „nm“ angegeben.

Kapitel 3

Experimentelles

3.1 Die Meßapparatur

Abb. 3.1 zeigt schematisch den Aufbau der verwendeten Meßapparatur, welche aus der Kombination eines TEAS-, eines LEED- und eines AES-Experimentes besteht. Die Meßapparatur besteht im wesentlichen aus drei separaten Einheiten: der Streukammer, der Düsenkammer und der Detektorkammer [35, 49–52]. Hauptelement ist die zentrale Streukammer (gestrichelter Zylinder in Abb. 3.1). In ihrem Inneren befindet sich die Probe unter Ultrahochvakuumbedingungen. Sie kann bis etwa 1200 K geheizt oder auf ca. 70 K abgekühlt werden. Der Druck des Restgases in der Kammer beträgt etwa $5 \cdot 10^{-11}$ bis $1 \cdot 10^{-10}$ mbar. Die Probe ist so justiert, daß sich ihre Oberflächennormale bei TEAS-Messungen in der Helium-Streuebene bewegt. Sie ist beweglich montiert, d.h. sie kann sowohl um ihre Längsachse senkrecht zur Streukammer (Polarwinkel ϑ) als auch um ihre Flächennormale (Azimut φ) gedreht werden. Eine weitere, hier allerdings nicht eingezeichnete Bewegungsmöglichkeit ist das Herauskippen der Flächennormale aus der Heliumstreuebene. Dies dient nur zu Justagezwecken. Zudem kann die Probe vertikal angehoben und gesenkt sowie an fast jeden beliebigen Punkt in der Nähe der Zylinderwand der Streukammer gefahren werden. Dies geschieht zum Zwecke von LEED und AES-Messungen. Dazu wird die Probe senkrecht vor das jeweilige Meßsystem gefahren, so daß sich Meßgeometrien, wie in Abb. 2.6 und Abb. 2.7 dargestellt, ergeben. Für TEAS-Messungen ist die Probe so, wie in Abb. 3.1 gezeigt, positioniert und nur ϑ und φ werden verstellt.

An der Streukammer sind zudem eine Ionenkanone, sowie zwei Verdampferöfen für Eisen und Cobalt angebracht. Mit Hilfe der Öfen können dünne Metallfilme auf die Probenoberfläche gedampft werden und mit der Ionenkanone können diese Filme durch Argon-Ionen-Beschuß wieder abgetragen

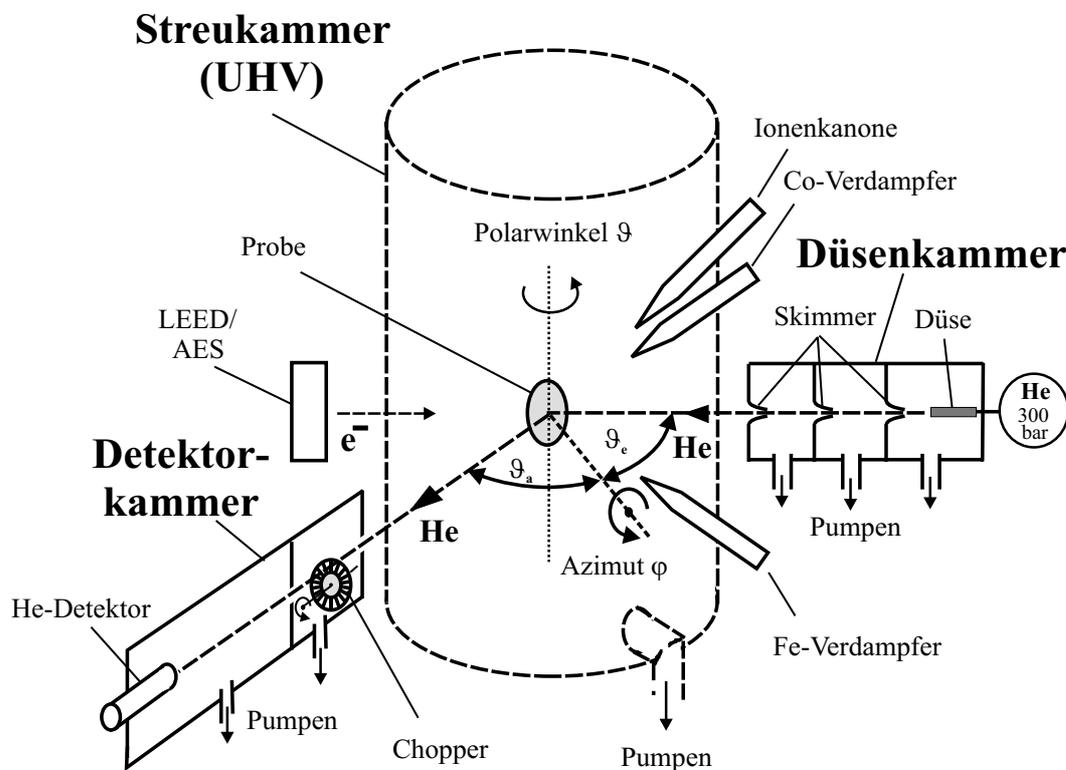


Abbildung 3.1: Schematischer Aufbau der Meßapparatur: TEAS, LEED und AES

werden. Diese Geräte befinden sich, wie eingezeichnet, in einer Ebene senkrecht zur Helium-Streuebene, welche den Düsenstrahl schneidet. In Bezug auf die Helium-Streuebene zielt der Eisenofen unter -17.5° , der Co-Ofen unter 17.5° und die Ionenkanone unter 35° auf die Probe. Für alle Bedampfungs- und Ionenbeschußexperimente befanden sich die Proben in spiegelnder Streugeometrie ($\vartheta_a = \vartheta_e = 45^\circ$). Dabei war der Azimut φ stets so eingestellt, daß im Falle der Cu(110)-Experimente die Cu-[001]-Richtung und im Falle der CoGa(001)-Experimente die CoGa-[100]-Richtung in der Streuebene lag.

Zur Durchführung der TEAS-Experimente wird in der Düsenkammer ein Heliumstrahl erzeugt, welcher nach erfolgter Streuung in der Detektorkammer detektiert wird. Dabei bilden Detektor- und Helium-Düsenachse einen rechten Winkel, d.h. es gilt stets: $\vartheta_e + \vartheta_a = 90^\circ$. Die Düsenkammer besteht aus drei differentiell gepumpten Einzelkammern. In der ersten befindet sich die Helium-Düse. Durch sie strömt reinstes Helium unter hohem Druck (hier: 300 bar) in die erste Kammer. Anschließend wird der Heliumstrahl durch drei Abschäler (Skimmer) kollimiert, bis schließlich ein Strahl mit ca. 2 mm Durchmesser in

der Streukammer auf die Probe trifft. Die Heliumdüse kann geheizt oder durch flüssiges Helium bzw. flüssigen Stickstoff gekühlt werden, so daß sich eine kontinuierlich einstellbare Temperatur von 70 bis 450 K auf den Heliumstrahl überträgt. Diese bestimmt die Energie und damit auch die Wellenlänge des Heliumstrahls (siehe auch Abschn. 2.1.1). In der vorliegenden Arbeit wurde die Energie durch elastische Streuung an einem Cu(110)-Substrat geeicht. Diese Eichung ergab für den hier verwendeten Heliumstrahl folgende empirische Gleichung:

$$E[\text{meV}] = -1.27 + 0.220 T_D[\text{K}] \quad (3.1)$$

Dabei ist T_D die Temperatur der Düse, gemessen in Kelvin. Der Druck des Gases (hier: 300 bar) bestimmt die Intensität des Strahls und beeinflusst seine Energieverteilung. Der hier verwendete Heliumstrahl hat bei 18 meV einen Teilchenfluß von ca. $3 \cdot 10^{19} \frac{\text{He-Atome}}{\text{sr} \cdot \text{s}}$ [53, 54]. Die Energieauflösung $\Delta E/E$ ist besser als 2 %.

Während eines TEAS-Experimentes erhöht sich der Heliumpartialdruck in der Streukammer auf ca. $1 \cdot 10^{-9}$ mbar. Der an der Probe gestreute Helium-Strahl tritt durch eine Blende in die Detektorkammer [51, 52, 55] ein. Hier werden die Heliumatome mit Hilfe eines Ionisationsdetektors, dessen Aufbau und Funktionsweise detailliert in Ref. [56] beschrieben sind, detektiert. Die Heliumintensität kann sowohl winkelaufgelöst als auch energieaufgelöst gemessen werden. Die Energieauflösung wird dadurch erreicht, daß man den Strahl zunächst mit Hilfe einer rotierenden Lochscheibe („Chopper“ [56]) in einzelne Abschnitte unterschiedlich großer Länge zerhackt und die Heliumatome danach bis zum Nachweis durch den Detektor eine definierte Flugstrecke (hier 985 mm) passieren läßt. Mit Hilfe einer pseudostatistischen Flugzeitberechnung und der bekannten Flugdistanz zwischen Chopper und Detektor läßt sich die Energieverteilung der gestreuten Heliumatome bestimmen [57–59]. Solch energieaufgelöste Messungen wurden in der vorliegenden Arbeit allerdings nicht durchgeführt. Im Detektor werden die Heliumatome ionisiert, wodurch sie beim Auftreffen auf ein Channeltron einzelne Spannungsimpulse erzeugen [55]. Diese werden gezählt und als Intensität in [Impulse/Sekunde] ausgegeben. Die vom Detektor gemessene Intensität I_g muß um die Totzeit t_d des Detektors gemäß

$$I_w = \frac{I_g}{1 - t_d I_g} \quad (3.2)$$

korrigiert werden, um die wahre Intensität I_w zu erhalten. Alle in dieser Arbeit aufgeführten Intensitäten wurden auf diese Weise um die in Ref. [49] angegebene Totzeit von $0.7 \mu\text{s}$ korrigiert.

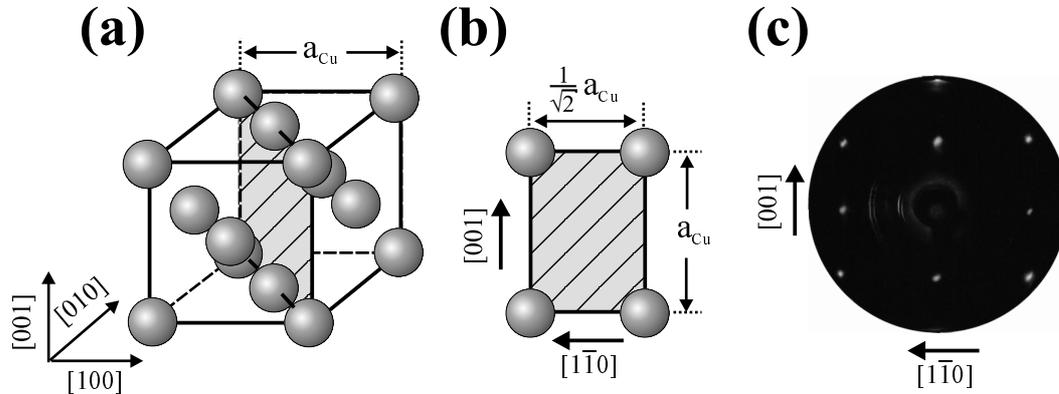


Abbildung 3.2: Die Cu(110)-Oberfläche: (a) Orientierung im Kupfer-Einkristall, (b) Draufsicht, (c) LEED-Aufnahme (71 eV)

3.2 Die Substrate - Struktur, Präparation und experimentelle Charakterisierung

3.2.1 Cu(110)

Kupfer kristallisiert mit einer kubisch flächenzentrierten Struktur (face centered cubic, fcc). Die Gitterkonstante a_{Cu} , gemessen bei 18 °C, beträgt 3.61 Å [43,60]. Abb. 3.2 zeigt die Anordnung der Cu(110)-Fläche im Kristall (a), sowie eine Draufsicht auf die Fläche (b). Die Einheitszelle der Cu(110)-Oberfläche ist rechteckig. Die Kantenlänge beträgt 3.61 Å in [001]-Richtung und 2.55 Å ($= \frac{1}{2} \cdot \sqrt{2} \cdot 3.61 \text{Å}$) in [110]-Richtung. Der Abstand zur nächsten Lage beträgt 1.275 Å. Die Einheitszelle des reziproken Gitters ist ebenfalls rechteckig, wobei sich die Kantenlängen nach Gleichung 2.5 zu 1.74 Å⁻¹ ([001]-Richtung) und 2.46 Å⁻¹ ([110]-Richtung) errechnen.

Abb.3.2(c) zeigt die Struktur der Cu(110)-Oberfläche in Form eines LEED-Beugungsbildes, aufgenommen bei einer Primärenergie von 71 eV. Die erwartete rechteckige Struktur ist leicht zu erkennen. Abb.3.3 zeigt zwei Heliumbeugungsspektren derselben Oberfläche in [001]- und [110]-Richtung, welche bei einer Temperatur von 100 K aufgenommen wurden. Nur in [001]-Richtung sind Beugungsreflexe höherer Ordnung zu erkennen. Dies liegt an der stark anisotropen Korrugation der Cu(110)-Oberfläche. In der [110]-Richtung ist die Korrugation so gering, daß als Folge die $(0, \pm 1)$ -Reflexe im Untergrund des Heliumspektrums verschwinden. Die Oberfläche des Kristalls ist sehr gut geordnet. Aus der Halbwertsbreite (HWB) des $(0,0)$ -Beugungsreflexes ($\Delta q \approx 0.05 \text{Å}^{-1}$ in beide Richtungen) läßt sich eine kohärent streuende Fläche von etwa 125 Å durchschnittlicher Breite abschätzen ($2\pi/\Delta q$). Dabei wurde die instrumentelle Verbreiterung durch die TEAS-Apparatur nicht berücksichtigt.

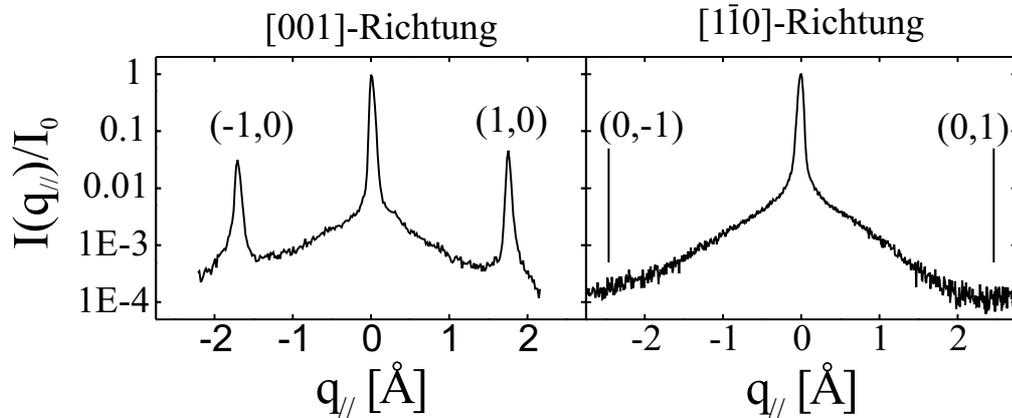


Abbildung 3.3: Heliumbeugungsspektren der reinen Cu(110)-Oberfläche in [001]- und $[1\bar{1}0]$ -Richtung, aufgenommen bei 100 K (He-Strahlenergie: 24 meV). Die Heliumintensität ist normiert auf die gespiegelte Intensität der reinen Fläche.

Wenn man die instrumentelle Verbreiterung berücksichtigen würde ($\Delta q = (\Delta q_{TEAS}^2 + \Delta q_{Pr}^2)^{\frac{1}{2}}$, wobei Δq die gemessene HWB, Δq_{Pr} die intrinsische HWB der Probe und Δq_{TEAS} die Verbreiterung durch die TEAS-Apparatur bedeutet), erhält man für die kohärent streuenden Flächen einen höheren Wert. Im Falle von Kupfer muß zudem eine weitere Verbreiterung, die durch die Mosaikstruktur entsteht, berücksichtigt werden. Somit stellt 125 \AA einen unteren Wert der kohärent streuenden Flächen dar.

Vor jedem Experiment wurde die Probe im Ultrahochvakuum gereinigt. Dazu wurde sie bei Raumtemperatur mit Argon-Ionen (800 eV) beschossen und anschließend mehrere Minuten bei 850 K angelassen, damit sich die Kristallstruktur reorganisiert. Dies wurde so lange wiederholt, bis keine Fremdatome mehr durch AES nachgewiesen werden konnten. Obwohl mit zunehmender Anzahl der Reinigungszyklen theoretisch eine Zunahme von Versetzungen an der Kristalloberfläche zu erwarten ist, wurde während der gesamten Messungen keine merkliche Verbreiterung der gespiegelten Heliumintensität festgestellt. Folglich war der verwendete Kristall für alle Messungen von gleichbleibend guter Qualität.

3.2.2 CoGa(001)

Struktur bei Raumtemperatur

Bei dem für diese Arbeit verwendeten Kobalt/Gallium-Einkristall handelt es sich um eine Legierung, die je zur Hälfte aus Kobaltatomen und Galliumatomen besteht. Diese intermetallische Verbindung kristallisiert in einer Cäsiumchlorid-Struktur, d.h. in einer kubisch raumzentrierten Struktur

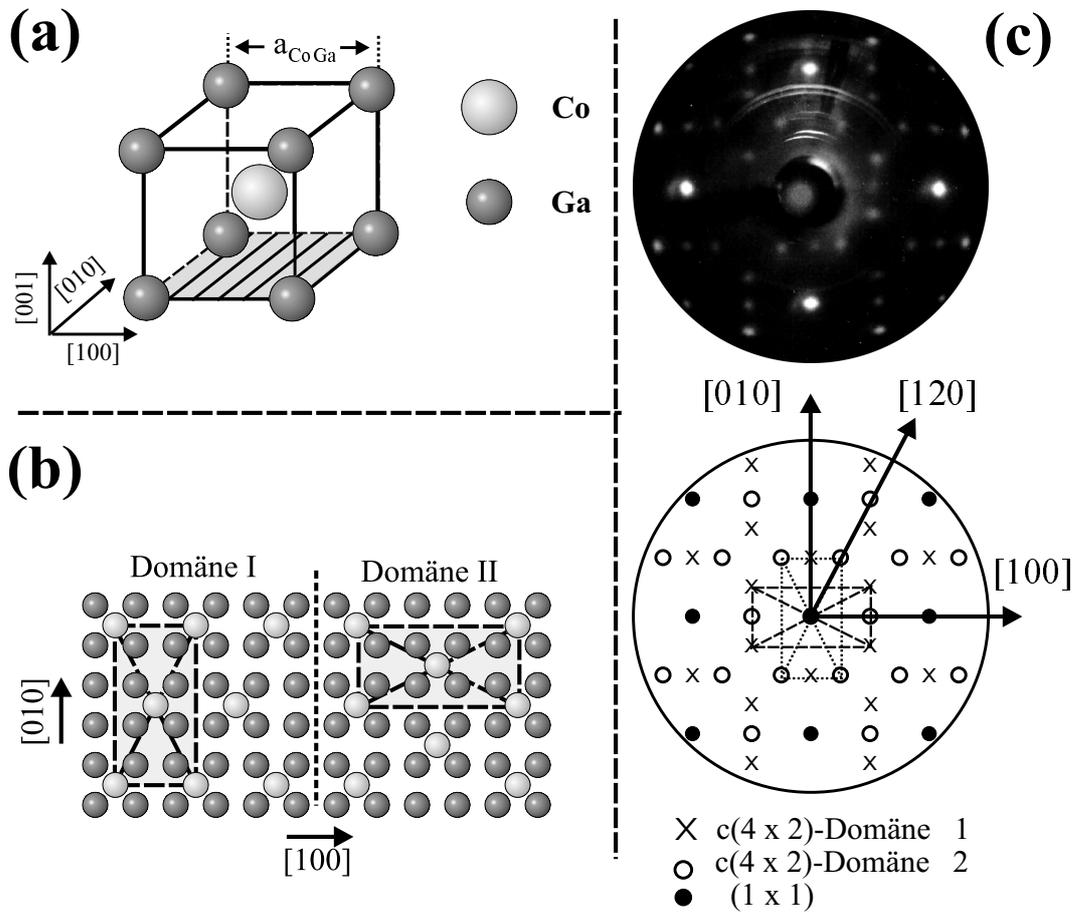


Abbildung 3.4: Die $\text{CoGa}(001)$ -Oberfläche: (a) Orientierung im CoGa -Einkristall (CsCl-Struktur), (b) Draufsicht auf die Oberfläche im Ortsraum (schwarze Atome: (001) -Fläche, hellgraue Atome: $c(4 \times 2)$ -Rekonstruktion), (c) LEED-Aufnahme (79 eV) der $c(4 \times 2)$ rekonstruierten Oberfläche

(body centered cubic, Abk.: bcc), bei welcher sich jeweils 4 Atome des einen Elementes auf den Ecken des Würfels und ein Atom des zweiten Elements im Zentrum befinden (Abb. 3.4(a)). Die Gitterkonstante von CoGa beträgt 2.88 \AA [61]. Demzufolge sollte die (001) -Oberfläche (schraffiert dargestellt in Abb. 3.4 (a)) eine quadratische Struktur mit Kantenlängen von 2.88 \AA aufweisen. Tatsächlich liegt die Oberfläche aber nicht in dieser unrekonstruierten, quadratischen Struktur vor, sondern sie rekonstruiert. Das heißt, die äußerste Atomlage weicht von der Struktur des Kristalls ab. Bei $\text{CoGa}(001)$ liegt überwiegend eine $c(4 \times 2)$ -Rekonstruktion vor. STM-Messungen [19] deuten auf eine Struktur, wie in Abb. 3.4(b) dargestellt, hin, wobei in $[100]$ -Richtung jedes zweite Oberflächenatom fehlt, und in $[010]$ -Richtung sogar nur jedes vierte Atom vorhanden ist. Zudem existieren zwei Domänen, welche um jeweils 90 Grad gegeneinander gedreht sind. Abb. 3.4(b) zeigt eine Draufsicht auf die $\text{CoGa}(001)$ -Oberfläche im Ortsraum, wobei hellgraue Kugeln die Atome der

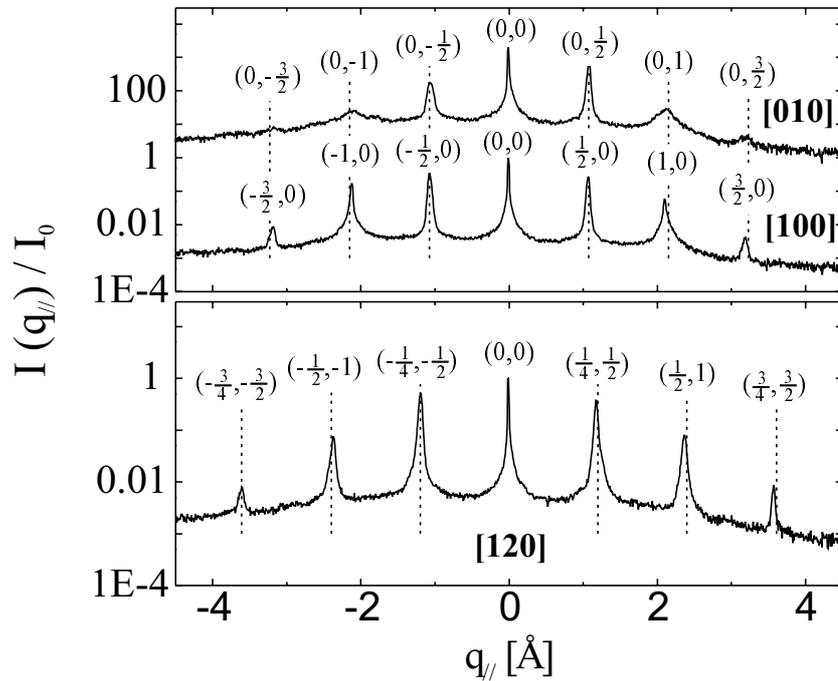


Abbildung 3.5: Heliumbeugungsspektren der $c(4 \times 2)$ -rekonstruierten CoGa(001)-Oberfläche in [100]-, [010]- und [120]-Richtung (He-Energie 24.4 meV). Die Spektren sind normiert auf die Intensität des (0,0)-Reflexes, wobei das Spektrum der [010]-Richtung um einen Faktor 2000 auf der y-Achse verschoben wurde.

äußersten Lage ($c(4 \times 2)$ -Rekonstruktion) darstellen; schwarze Kugeln symbolisieren die darunter liegende Kristallschicht mit (001)-Orientierung. Neben der $c(4 \times 2)$ -Rekonstruktion kann in seltenen Fällen eine $(\sqrt{5} \times \sqrt{5})R26.6^\circ$ -Rekonstruktion auftreten [19], was in der vorliegenden Arbeit auch beobachtet wurde.

Abb.3.4(c) zeigt eine LEED-Aufnahme der $c(4 \times 2)$ -rekonstruierten Oberfläche und eine schematische Illustration derselben. Dabei stammen die durch Kreuze symbolisierten Reflexe von der Oberflächenstruktur der ersten Domäne in Abb. 3.4(b). Die Struktur der zweiten Domäne erzeugt Beugungsreflexe, welche in Abb. 3.4(c) durch offene Kreise dargestellt sind. Die Positionen, bei denen die Reflexe der beiden Domänen zusammenfallen, entsprechen den Stellen, wo das Beugungsmuster der unrekonstruierten CoGa(001)-Oberfläche erwartet würde. Diese Stellen sind in der Skizze durch schwarze Punkte markiert. Die Heliumbeugungsspektren (Abb.: 3.5), aufgenommen in [100]-, [010]- und [120]-Richtung, zeigen ebenfalls die erwarteten Beugungsreflexe der $c(4 \times 2)$ -rekonstruierten Oberfläche. Im Gegensatz zu Kupfer sind alle Reflexe sichtbar. Die Spektren in [100]- und [010]-Richtung sind im Rahmen der Meßgenauigkeit gleich.

Die Oberfläche des CoGa-Einkristalls ist atomar glatt. Aus der Halbwertsbreite des gespiegelten Helium-Reflexes Δq von etwa 0.02 \AA^{-1} läßt sich die mittlere Terrassenbreite abschätzen. Sie beträgt etwa 300 \AA ($\approx 2\pi/0.02\text{\AA}$). (Dabei wurde die instrumentelle Verbreiterung durch die TEAS-Apparatur nicht berücksichtigt. Das heißt, daß die kohärent streuende Fläche eigentlich etwas größer ist, 300 \AA also nur einen unteren Wert darstellt (siehe auch Abschnitt 3.2.1).) Die Stufenhöhe der Terrassen wurde bereits mittels Rastertunnelmikroskopie ermittelt [19, 20]. Benachbarte Terrassen sind durch eine Stufenhöhe von ca. 2.9 \AA getrennt [19, 20, 26], was eindeutig dafür spricht, daß es sich um doppel-atomare Stufen handelt. Nimmt man an, daß die Struktur der Oberfläche so wie in Abb. 3.4 (b) aussieht, so impliziert dieses Ergebnis, daß die Oberfläche hauptsächlich aus jeweils einem Element besteht. Entweder befindet sich Kobalt oder Gallium in der äußersten Atomlage.

Temperaturabhängigkeit der CoGa(001)-Oberfläche

Um die Temperaturabhängigkeit der Oberfläche zu untersuchen, wurden sowohl TEAS- als auch AES-Messungen durchgeführt [26]. Abb. 3.6 zeigt 16 Heliumbeugungsspektren der CoGa(001)-Oberfläche, aufgenommen für 8 verschiedene Temperaturen zwischen 300 und 900 K. Dabei sind nur die Spektren gezeigt, welche in [010]-Richtung und [120]-Richtung gemessen wurden. Die Spektren in [100]-Richtung sind nahezu identisch zu den Spektren der [010]-Richtung.

Bis zu einer Temperatur von etwa 500 K weisen die Spektren eine Beugungsstruktur auf, welche für eine $c(4 \times 2)$ -CoGa(110)-Oberfläche erwartet wird: Deutlich zu erkennen sind in [010]-Richtung die $(0, \pm 1)$ - und $(0, \pm \frac{1}{2})$ -Reflexe, sowie in [120]-Richtung die Reflexe bei $\pm(\frac{1}{2}, 1)$ und $\pm(\frac{1}{4}, \frac{1}{2})$. Für niedrige Temperaturen, unterhalb 400 K, sind zudem weitere Reflexe in den Spektren der [120]-Richtung sichtbar (markiert durch Pfeile in Abb. 3.6), welche auf die Koexistenz einer $(\sqrt{5} \times \sqrt{5})$ -Rekonstruktion hindeuten. Ab etwa 500 K ändern sich die Spektren mit steigender Temperatur: Die $(0, \pm 1/2)$ -Reflexe in [010]-Richtung sowie die $\pm(1/2, 1)$ -Reflexe in [120]-Richtung sind nach Anlassen der Probe auf 600 K verschwunden. Übrig bleiben nur die $(0, \pm 1)$ - ([010]-Richtung) und $\pm(1/4, 1/2)$ -Reflexe ([120]-Richtung) der $c(4 \times 2)$ rekonstruierten CoGa(001)-Oberfläche. Man kann diese Veränderung durch den Verlust der langreichweitigen Ordnung der $c(4 \times 2)$ rekonstruierten Oberfläche erklären, wodurch sich deren Beugungsreflexe verbreitern, bzw. sogar zum Teil verschwinden. Die kurzreichweitige Ordnung der $c(4 \times 2)$ -Rekonstruktion scheint bis etwa 700 K erhalten zu bleiben, was durch die Existenz der breiten $\pm(\frac{1}{4}, \frac{1}{2})$ -Reflexe ([120]-Richtung) belegt wird. Nach Anlassen auf Temperaturen über 850 K verschwinden sämtliche Beugungsreflexe bis auf den $(0, 0)$ -Reflex. Letzterer bleibt auch über 900 K noch sichtbar, wobei sich die Halbwertsbreite nur unwesentlich geändert hat. Die Oberfläche bleibt gut geordnet.

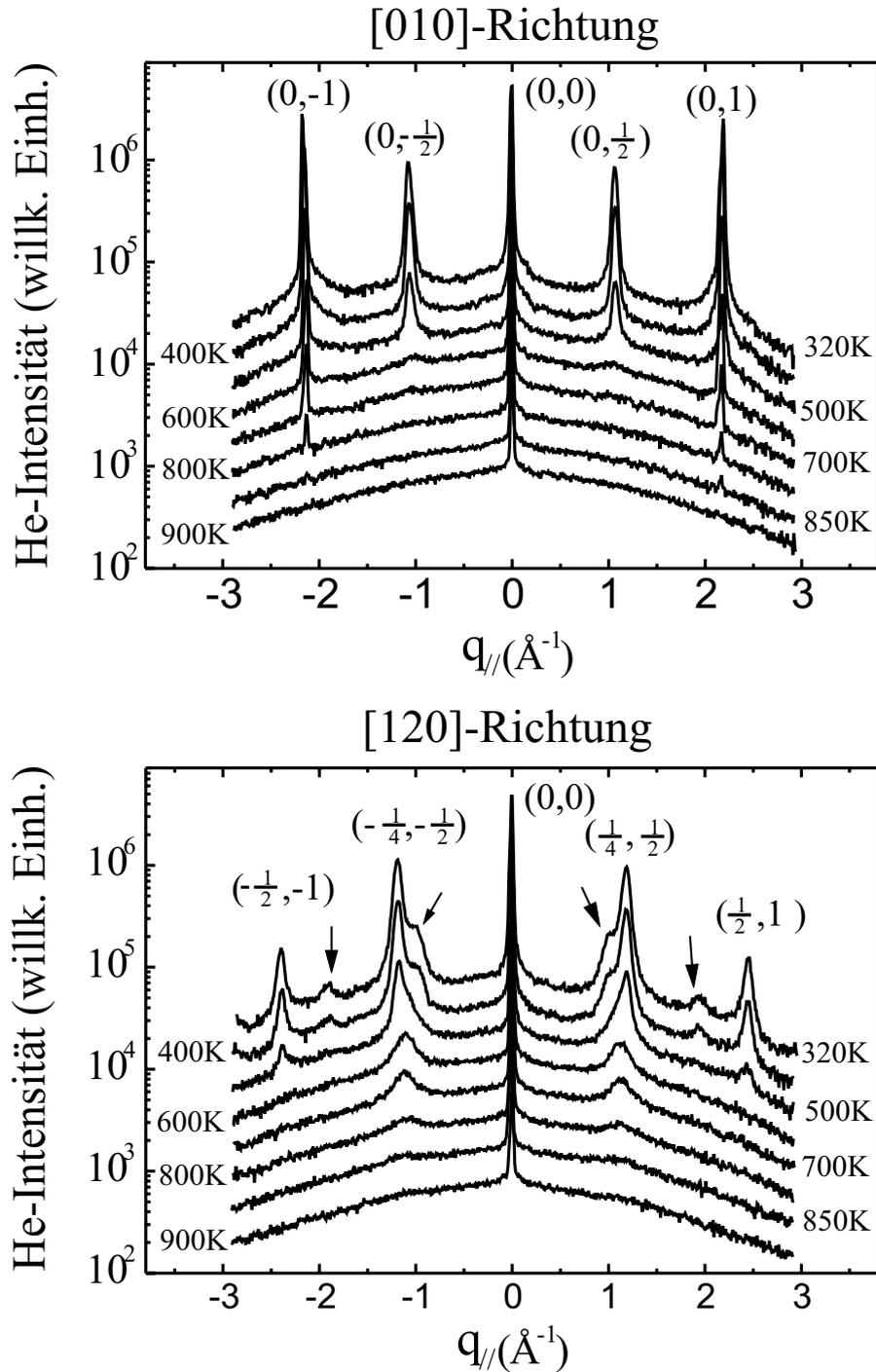


Abbildung 3.6: Heliumbeugungsspektren der CoGa(001)-Oberfläche, aufgenommen bei Temperaturen zwischen 320 und 900 K. Die Spektren wurden in [001]-Richtung und [120]-Richtung gemessen. Die Energie der verwendeten Helium-Atome betrug 24.4 meV. Die Bezeichnung der Beugungsreflexe bezieht sich auf die erwarteten Positionen der (001)-Oberfläche ($a_{\text{CoGa}}^* = \frac{2\pi}{2.88} \text{\AA}^{-1}$). Pfeile markieren die Reflexe der $(\sqrt{5} \times \sqrt{5})$ -Rekonstruktion.

Die chemische Zusammensetzung der oberflächennahen Schicht konnte aus der Messung der AES-Übergänge von Kobalt (775 eV) und Gallium (1070 eV) bestimmt werden. Abb. 3.7 zeigt das Intensitätsverhältnis des Co- zu Ga-AES-Übergangs, aufgenommen während des Anlassens der CoGa-Probe von 300 auf 1050 K. Bis zu einer Temperatur von etwa 850 K ist das Intensitätsverhältnis konstant, die chemische Zusammensetzung der Oberfläche ändert sich nicht und der Wert des Intensitätsverhältnisses schwankt um einen mittleren Wert von ca. 1.35. Zwischen 850 und 900 K steigt das Intensitätsverhältnis an, bis es ab ca. 900 K in die Sättigung übergeht. Es erreicht einen Wert von etwa 1.6. Offensichtlich reichert sich die Oberfläche mit Kobalt an, wenn der CoGa-Einkristall über 850 K hinaus geheizt wird: Kobalt diffundiert in Richtung Oberfläche oder Gallium desorbiert. Dieser Prozeß ist reversibel. Nach Abkühlen der Probe auf Temperaturen unterhalb 850 K geht das Intensitätsverhältnis auf seinen Ausgangswert zurück.

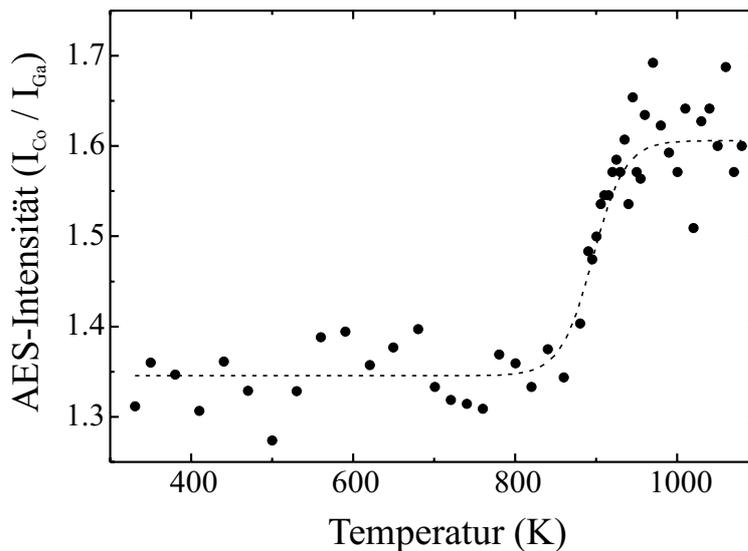


Abbildung 3.7: AES-Messungen von CoGa(001), durchgeführt während des Anlassens von 300 auf 1050 K. Dargestellt ist das Intensitätsverhältnis der AES-Übergänge von Co (775 eV) und Ga (1070 eV) als Funktion der Temperatur. Der Verlauf der Meßdaten wird durch die gestrichelte Linie angedeutet.

3.3 Eichung der Verdampferöfen

Beide Metalle, Kobalt und Eisen, wurden mittels eines Stabverdampfers auf die Probe gedampft. Dabei wird ein Stab, bestehend aus Eisen (Reinheit 99.9985 % [62]), bzw. Kobalt (Reinheit 99.9975 % [62]), durch Elektronenbeschuß geheizt und so zum Verdampfen gebracht. Während aller Bedampfungs-

experimente wurden die Öfen mit jeweils denselben Parametern (Ionenstrom, Kathodenstrom, etc.) betrieben, d.h. die Verdampfungsrate war für alle Eisenexperimente konstant, ebenso für alle Kobaltexperimente. Die zugehörigen Aufdampfzeiten zu den hier verwendeten Parametern wurden anhand der folgenden TEAS- und AES-Messungen ermittelt. Die aufgedampfte Metallmenge beim jeweiligen Experiment bestimmt sich dann aus dem Produkt dieser Aufdampfzeiten und der Aufdampfzeit.

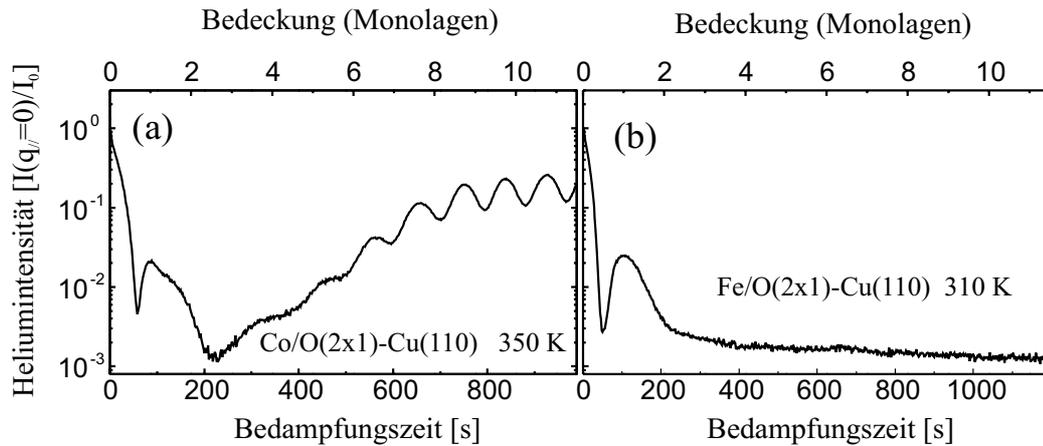


Abbildung 3.8: Gespiegelte Heliumintensität ($q_{//} = 0$) während des Aufdampfens von Co (a) und Fe (b) auf die sauerstoffbedeckte O(2 x 1)-Cu(110)-Oberfläche. Die Messungen wurden unter anti-Phase Bedingung ($E_{He}=14.6$ meV) bei einer Proben temperatur von 350 K (Co), bzw. 310 K (Fe), durchgeführt.

3.3.1 Der Kobaltofen

Die Kalibrierung des Kobaltofens erfolgte mittels TEAS auf der sauerstoffbedeckten Cu(110)-Fläche. Auf der vollständig bedeckten O(2 x 1)Cu(110)-Oberfläche wächst Kobalt lagenweise auf, wobei der Sauerstoff als sog. „Surfactant“ fungiert [35, 63, 64]. Folglich sind in der gespiegelten Heliumintensität unter anti-Phase Bedingung periodische Oszillationen mit einer Periode von einer Monolage sichtbar (siehe auch Abschn. 2.1.3).

Zunächst wurde eine O(2 x 1)Cu(110)-Oberfläche präpariert [35, 65]. Dazu wurde die Cu(110)-Fläche bei 350 K in einer Sauerstoffatmosphäre ($p_{O_2} \approx 1 \cdot 10^{-7}$ mbar) begast. Die angebotene Sauerstoffmenge betrug ca. 25L (1 Langmuir = $1 \cdot 10^{-6}$ Torr x 1s). Durch Anlassen der Probe für 120 s auf 540 K bei noch bestehendem Sauerstoffdruck ordnet sich der chemisorbierte Sauerstoff zu einer (2 x 1)-Oberflächenstruktur. Die so erreichte maximale Sauerstoffbedeckung beträgt $\theta = 0.5$. Abb. 3.8(a) zeigt die gespiegelte Heliumin-

tensität, aufgenommen unter anti-Phase Bedingung während des Wachstums von Kobalt auf der vollständig mit Sauerstoff bedeckten Cu(110)-Oberfläche. Ab einer Bedampfungszeit von etwa 450 s sind periodische Oszillationen sichtbar. Der mittlere Abstand dieser Oszillationen beträgt 85 s. Folglich dampft der Co-Ofen in 85 s eine Monolage auf, die Aufdampfrate beträgt also 0.71 ML fcc-Co/min. Alle Kobalt-Bedampfungsexperimente wurden mit dieser Aufdampfrate durchgeführt.

3.3.2 Der Eisenofen

Aus experimentellen Gründen sind die Aufdampfzeiten des Eisens auf dem Cu(110)-Kristall und dem CoGa(001)-Kristall verschieden. Im Fall der Experimente auf Cu(110) wurde der Eisenofen mittels Heliumstreuung und mittels Auger-Elektronen-Spektroskopie kalibriert. Abb. 3.8(b) zeigt die gespiegelte Heliumstreuung während des Wachstums von Eisen auf der vollbedeckten O(2 x 1)-Cu(110)-Oberfläche. Im Gegensatz zum Wachstum von Kobalt (Abb. 3.8(a)) weist die gespiegelte Heliumintensität im Fall des Eisenwachstums keine periodischen Oszillationen auf. Eisen wächst hier also nicht lagenweise auf. Die gespiegelte Intensität zeigt lediglich eine einzige „Oszillation“, welche nach einer Bedampfungszeit von 108 s auftritt. Trotzdem läßt sich diese einzelne Oszillation sehr gut reproduzieren. Sie wurde daher als Referenzpunkt benutzt, d.h. die Zeit von 108 s wurde als Aufdampfzeit einer Monolage angenommen (Aufdampfrate 0.56 ML γ -Fe/min). Alle hier gezeigten Eisenschichtdicken auf dem Cu(110)-Substrat beziehen sich auf diese Annahme.

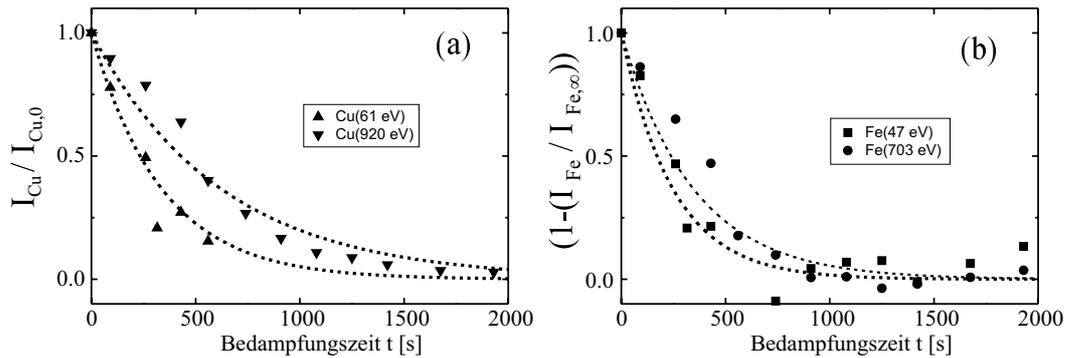


Abbildung 3.9: Verhalten der AES Intensitäten von (a) Cu(61 und 920 eV) und (b) Fe(47 und 703 eV) während des Wachstums von Eisen auf der Cu(110)-Oberfläche bei 130 K. Dabei sind die Auger-Intensitäten auf ihren Ausgangswert I_0 (Cu), bzw. auf ihren Endwert I_∞ (Fe) normiert.

Sie wird, wie im folgenden gezeigt, durch AES-Messungen im Rahmen einer Meßgenauigkeit von etwa 25% unterstützt. Dazu wurde Eisen bei 130 K schrittweise auf die reine Cu(110)-Fläche aufgedampft, wobei nach jeder Aufdampfetappe ein AES-Spektrum aufgenommen wurde. Abb. 3.9(a) zeigt den Verlauf der AES-Intensitäten I des 61 eV und des 920 eV Kupfer-Auger-Übergangs als Funktion der Bedampfungszeit t . Dabei sind die Intensitäten auf den Wert I_0 der AES-Intensität der reinen Kupferfläche normiert. Abb.3.9(b) zeigt den Verlauf der AES-Intensitäten I des 47 eV und des 703 eV Eisen Auger-Übergangs, wobei hier $(1 - I/I_\infty)$ als Funktion von t aufgetragen ist (mit $I_\infty =$ AES-Intensität des reinen Eisens). Alle gezeigten Kurvenverläufe lassen sich durch exponentielle Funktionen fitten:

$$\frac{I}{I_0} = e^{-\frac{t}{\tau}} \quad (3.3) \quad 1 - \frac{I}{I_\infty} = e^{-\frac{t}{\tau}} \quad (3.4)$$

Für den vereinfachten Fall des zweidimensionalen Wachstums wird ein solcher exponentieller Kurvenverlauf auch theoretisch erwartet (siehe auch Gleichungen 2.30 und 2.31 in Abschn. 2.3.2). Aus dem Vergleich der exponentiellen Fits (Gleichungen 3.4 und 3.3) mit dem theoretisch erwarteten Kurvenverlauf (Gleichungen 2.30 und 2.31) läßt sich die Aufdampftrate R mit dem Fitparameter τ wie folgt verknüpfen:

$$R = \frac{\lambda \cos 42^\circ}{\tau} \quad (3.5)$$

Dabei ist λ die mittlere freie Weglänge und 42° der Einfallswinkel der Elektronen in das CMA. Die Ergebnisse dieser Fits, die Fitparameter τ , sind in Tabelle 3.1 aufgelistet.

AES-Übergänge	47 eV	61 eV	703 eV	920 eV
$\lambda [\text{Å}]$	3.59	3.79	11.76	13.45
$\tau [s]$	247	337	407	620
$R [\text{Å} \cdot s^{-1}]$	$10.8 \cdot 10^{-3}$	$8.3 \cdot 10^{-3}$	$21.5 \cdot 10^{-3}$	$16.1 \cdot 10^{-3}$
$R^{-1} [s \cdot (ML)^{-1}]$	118	153	59	79

Tabelle 3.1: Aufdampftraten R der AES-Daten von Fig.3.9(a) und (b).

Ebenso sind in Tabelle 3.1 die nach der Formel von Seah et al. berechneten Werte von λ (Gleichung 2.32), sowie die aus Gleichung 3.5 ermittelten Werte für R , aufgeführt. Dabei ist die Aufdampftrate R in $\text{Å} \cdot \text{s}^{-1}$ und ihr Kehrwert R^{-1} in $\text{s} \cdot (\text{ML})^{-1}$ angegeben. Die Werte für R^{-1} schwanken um $(102 \pm 24) \text{ s} \cdot (\text{ML})^{-1}$ und unterstützen somit das Ergebnis der TEAS-Eichung von $108 \text{ s} \cdot (\text{ML})^{-1}$. Im Falle des Wachstums von Eisen auf der CoGa(001)-Oberfläche wurde die Aufdampftrate allein aus TEAS-Messungen bestimmt. Erfreulicherweise zeigen sich in der gespiegelten Heliumintensität periodische Oszillationen, was auf ein lagenweises Wachstum des Eisens auf der CoGa(001)-Oberfläche hindeutet (Abb. 8.3 in Abschnitt 8.2). Die Periode dieser Oszillationen beträgt etwa 67 s, d.h. der Eisenofen dampfte bei diesen Experimenten mit einer Aufdampftrate von $67 \text{ s} \cdot (\text{ML})^{-1}$ bzw. $0.9 \text{ ML}(\alpha\text{-Fe}(001))/\text{min}$.

Kapitel 4

Wachstum dünner Eisenfilme auf Cu(110)

Das Wachstum von Eisen auf den niedrig indizierten Flächen des Kupfers wurde bereits ausführlich untersucht. Beobachtet wurde bei Raumtemperatur das Wachstum eines γ -Fe Films, also einer fcc-Struktur von Eisen, welche eigentlich erst bei 1190 K stabil ist. Es bilden sich verschiedene Modifikationen, welche sowohl von der Filmdicke, als auch von der Orientierung des Substrats abhängen [66–76]:

Auf der Cu(100)-Oberfläche bilden sich während des Wachstums von Eisen zunächst zwei γ -Fe Phasen, bevor es mit steigender Filmdicke zu einer strukturellen Phasentransformation in eine bcc α -Fe Phase kommt [67–69, 71, 72, 77]. Bis etwa 3-4 ML Schichtdicke wird eine leicht verzerrte fcc, oder fet (tetragonal elongierte fcc) Phase [73, 78, 79] mit rauher Oberfläche [67, 68, 71, 72, 77] gefunden, welche sich ab einer Bedeckung von 4 ML ändert. Der untere Teil des Films relaxiert zu einer unverzerrten fcc Struktur, während sich die Oberfläche glättet [67, 68, 72, 77]. Ab Bedeckungen von 10-14 ML schließlich transformiert der Film in eine bcc α -Fe Struktur. Die Oberfläche wird erneut rau und kein weiteres Lagenwachstum wird mehr beobachtet. Bei Raumtemperatur werden keine Hinweise für die Segregation von Cu oder die Vermischung von Fe mit Cu gefunden. Segregation von Cu beginnt erst ab einer Temperatur von etwa 400 K [68, 70, 80–82].

Auf der Cu(111)-Oberfläche wird nur eine einzige γ -Fe Phase gefunden, bevor der Film ab einer Schichtdicke von etwa 3 ML in eine bcc α -Fe Phase transformiert [70, 75, 83, 84]. Der γ -Fe Film ist relativ glatt, was sich sowohl aus Rastertunnelmikroskopie (Scanning Tunneling Microscopy, STM) [75, 85], als auch aus LEED-Messungen ergibt [83]. Lagenwachstum wurde jedoch nicht gefunden. Tatsächlich wird mit STM ein Doppellagenwachstum [85] und die

Entstehung von 1 ML tiefen Löchern im Cu-Substrat beobachtet [85, 86]. Die Phasentransformation von der fcc in die bcc Struktur bei einer Bedeckung von etwa 3 ML wurde deutlich mit LEED [75, 83, 87], STM [75], Photoelektronenspektroskopie (X-ray photoelectron spectroscopy, XPS) [70] und magneto optischen Kerr-Messungen (Magneto-optic Kerr effect, MOKE) [83, 84] beobachtet. Die Rauigkeit des α -Fe Films steigt mit zunehmender Fe-Bedeckung signifikant an [83].

Auf der Cu(110)-Oberfläche ist das Wachstum von Eisen viel weniger verstanden als auf den zwei anderen niedrig indizierten Kupfer-Oberflächen. Hauptgrund dafür liegt in der ziemlich ungeordneten, rauhen Oberfläche der Eisenfilme. Diese führt in Beugungsmessungen schon bei geringsten Bedeckungen zu einem rasch ansteigenden, diffusen Untergrund und damit zu einem schnellen Verschwinden der Beugungsreflexe [70, 83, 88]. Trotzdem ist bekannt: Eisen wächst zumindest bis etwa 15 ML als γ -Fe auf [70, 83, 87–89]. Nach der Deposition von nur 1 ML Eisen wurden Fe-Inseln mit bereits 3 Atomlagen beobachtet [87]. Einige Autoren finden Beweise für die Facettierung der Oberfläche [83], andere berichten über die Entstehung einer (6 x 1)-Überstruktur nach Anlassen auf 470 K. Für das Wachstum von Eisen auf Cu(110) wird eine viel größere Konzentration an Kupferatomen an der Oberfläche gefunden, als dies bei den anderen zwei Cu-Oberflächen der Fall ist. Dies liegt wahrscheinlich jedoch nicht an einer Segregation von Cu bei Raumtemperatur [70] (siehe Abschnitt 4.1), sondern an der Inselstruktur des Eisens und den damit verbundenen freigebliebenen Cu-Substratflächen (siehe Abschnitt 4.2).

Ein ähnliches Verhalten wurde für das Wachstum von Kobalt auf Cu(110) gefunden. Für dieses System konnte durch Vorbelegung des Cu(110)-Substrates mit Sauerstoff ein lagenweises Wachstum induziert werden [35, 63, 64, 90]. Sauerstoff wirkt in diesem Fall als sog. „Surfactant“. Auch in der vorliegenden Arbeit wurde versucht, das Wachstum von Eisen durch Vorbelegung der Cu(110)-Oberfläche mit Sauerstoff zu beeinflussen. Allerdings kann mit TEAS kein lagenweises Wachstum auf der O(2 x 1)-Cu(110)-Oberfläche beobachtet werden (siehe Abb. 3.8 (b) in Abschnitt 3.3). Folglich führt Sauerstoff zumindest auf der atomaren Skala der TEAS-Messungen zu keiner nennenswerten Verbesserung der Fe-Oberfläche. Trotzdem gelingt es, einen wohlgeordneten, atomar glatten γ -Fe Film auf Cu(110) aufzuwachsen: Eisen wird dazu bei tiefen Temperaturen (100-130 K) aufgedampft und angelassen. Nach Anlassen auf 240 K ordnet sich Eisenfilm zu einer atomar glatten γ -Fe Struktur. Es ist somit möglich, auch auf der Cu(110)-Oberfläche wohlgeordnete Eisenfilme zu präparieren.

4.1 Temperaturstabilität der Eisenfilme - Cu-Segregation und Vermischung von Fe mit Cu

Bevor das Wachstum von Eisen bei Raumtemperatur analysiert wird, muß zunächst geklärt werden, ob die Eisenfilme bei Raumtemperatur überhaupt thermisch stabil sind. Die Temperaturstabilität dünner Eisenfilme auf Cu(110) wurde mittels AES untersucht [21]. Abb. 4.1 zeigt ein AES-Spektrum einer 9 ML (in Bezug auf γ -Fe(110)) dicken Eisenschicht, aufgedampft bei 310 K. Deutlich zu erkennen sind die Auger-Übergänge des metallischen Eisens bei 47 und 703 eV, sowie die Auger-Übergänge des Kupfers bei 61 und 920 eV. Prinzipiell läßt sich die Frage der Vermischung von Cu und Fe bei Raumtemperatur schon aus den AES-Intensitäten dieses einzelnen Spektrums abschätzen. In der Tat entsprechen die in Abb. 4.1 gezeigten AES-Intensitäten in etwa den nach Gleichung 2.30 und 2.31 erwarteten Werten für einen 9 ML dicken Fe-Film. Demnach sollte Eisen bei Raumtemperatur noch stabil auf dem Cu-Substrat verweilen. Um allerdings geringe Vermischungen bzw. die Segregation von Kupfer auf den Eisenfilm auszuschließen, ist die Auswertung eines einzigen AES-Spektrums aufgrund der beschränkten Reproduzierbarkeit der Aufdampfrate des Eisenofens ($\pm 25\%$) nicht ausreichend. Es wurde daher folgende Messung konzipiert, mit welcher sich nicht nur die Frage der Segregation bei Raumtemperatur klären läßt, sondern auch der genaue Temperaturbereich

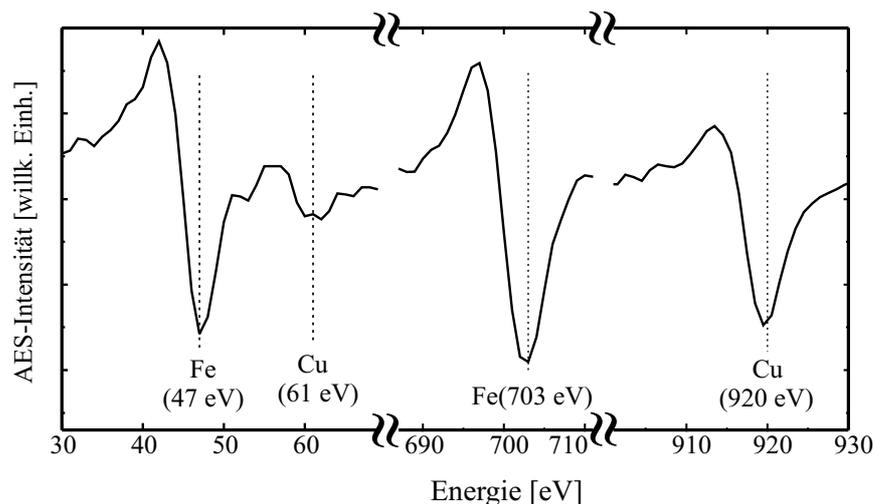


Abbildung 4.1: AES-Spektrum von 9 ML γ -Fe, aufgedampft auf Cu(110) bei 310 K.

von Vermischung und Segregation festgestellt werden kann. Eisen wurde bei niedrigen Temperaturen (100 K) auf dem Cu(110)-Substrat aufgedampft und mit einer Heizrate von 4 K/min auf etwa 900 K angelassen. Während des Anlassens wurde die chemische Zusammensetzung der Oberfläche kontinuierlich mittels AES analysiert. Aus jeweils zwei vergleichbaren AES-Intensitäten des Eisens und des Kupfers wurden die Intensitätsverhältnisse $I_{Fe}(47eV)/I_{Cu}(61eV)$ und $I_{Fe}(703eV)/I_{Cu}(920eV)$ gebildet. Dabei sind mit „vergleichbaren“ AES-Übergängen jeweils solche gemeint, die von Auger Prozessen aus vergleichbar tiefen Regionen stammen (siehe dazu auch die Werte der mittleren freien Weglänge λ von Elektronen; Tabelle 3.1). Abb.4.2 zeigt zwei dieser Experimente für einen 5.5 ML dicken und einen 1 ML dicken γ -Fe Film.

Die AES-Messungen auf dem 5.5 ML dicken Fe-Film auf Cu(110)(Abb. 4.2(a)) zeigen einen nahezu konstanten Verlauf der Intensitätsverhältnisse bis etwa 490 K. Dies deutet auf einen thermisch stabilen Film hin, d.h. unterhalb 490 K findet keine Vermischung von Eisen und Kupfer statt. Oberhalb 490 K sinken beide Intensitätsverhältnisse, sowohl die hochenergetischen $I(703\text{ eV})/I(920\text{ eV})$ als auch die niederenergetischen $I(47\text{ eV})/I(61\text{ eV})$, vollständig ab. Dabei fallen die niederenergetischen Intensitätsverhältnisse wesentlich schneller, nahezu exponentiell, während das Verhältnis der hochenergetischen AES-Intensitäten langsamer, fast linear, abnimmt. Eisen wird also noch aus tieferen Schichten detektiert, wenn die Oberfläche bereits mit Kupfer bedeckt ist. Folglich segregiert Kupfer oberhalb 490 K an die Oberfläche, und fast gleichzeitig diffundiert Eisen in den Kupferkristall hinein. Desorption von Fe ist unwahrscheinlich.

Obwohl diese Messungen den Schluß nahelegen, daß Kupfer unterhalb 490 K nicht an die Oberfläche segregiert, mag man argumentieren, daß die Dicke des Eisenfilms (5.5 ML) ein solches Szenario verhindert. Um diese Möglichkeit auszuschließen, wurde ein ähnliches Experiment an einem 1 ML dicken Fe-Film durchgeführt (Abb. 4.2 (b)), also an einem Film, der die Oberfläche noch nicht vollständig bedeckt (siehe Abschnitt 4.2). Aufgrund der schlechten Statistik des 703 eV Fe Auger-Übergangs ist hier nur das Verhältnis der niederenergetischen AES-Intensitäten (47/61 eV) aufgeführt. Wie man in Abb. 4.2(b) leicht erkennt, ist der Verlauf des niederenergetischen Intensitätsverhältnisses nahezu identisch zum Verlauf von $I_{Fe}(47\text{ eV})/I_{Cu}(61\text{ eV})$ in Fig.(a). Auch im Fall des 1 ML dicken Eisenfilms auf Cu(110) läßt sich also klar erkennen, daß Segregation von Cu und/oder Vermischung von Fe und Cu erst bei etwa 500 K beginnen. Konsequenterweise kann daraus gefolgert werden, daß keine Vermischung von Fe und Cu unterhalb 500 K stattfindet, sowohl bei dickeren als auch bei ultradünnen Filmen (<1 ML).

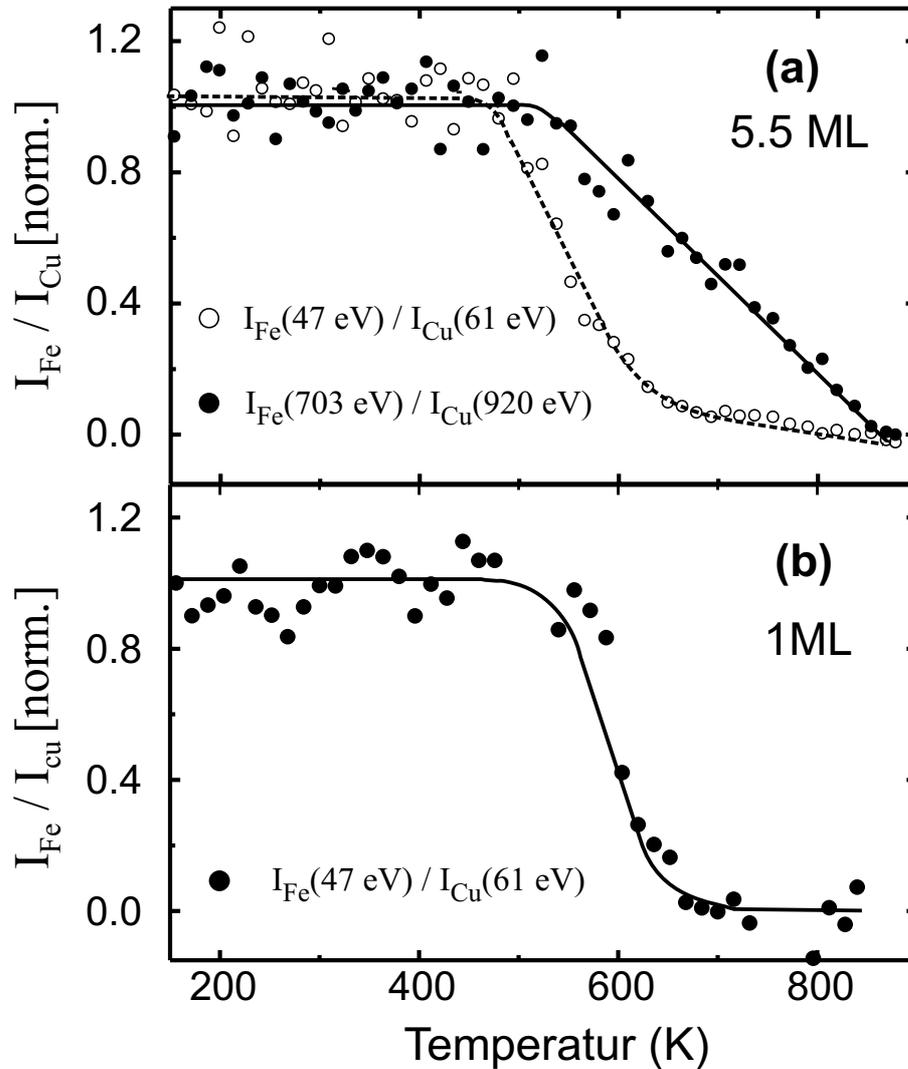


Abbildung 4.2: AES-Messungen an (a) 5.5 ML und (b) 1 ML γ -Fe, aufgedampft auf Cu(110) bei 100 K, während des Anlassens auf 900 K (4 K/min). Aufgetragen sind dabei die Intensitätsverhältnisse $I(47 \text{ eV})/I(61 \text{ eV})$ und $I(703 \text{ eV})/I(920 \text{ eV})$ der Auger-Übergänge von Eisen/Kupfer als Funktion der Proben­temperatur. Beide Intensitätsverhältnisse sind auf ihren Ausgangswert (=1) normiert. Die durchgezogenen und gestrichelten Linien markieren den Verlauf der Meßdaten.

4.2 Wachstum von Fe auf Cu(110) bei Raumtemperatur

4.2.1 Deposition von Fe bei 310 K

Dünne Eisenfilme wurden bei Raumtemperatur bis zu einer Schichtdicke von insgesamt 14 ML (in Bezug auf γ -Fe(110)) auf dem Cu(110)-Substrat aufgedampft. Dabei wurde der Wachstumsprozeß mit Hilfe der gespiegelten Helium-Intensität ($q_{//}=0$) unter konstruktiver (in-Phase) und unter destruktiver (anti-Phase) Interferenz von benachbarten Terrassen beobachtet und charakterisiert [21]. Zur Erzeugung konstruktiver Interferenzbedingungen wurde eine Heliumenergie von 24 meV verwendet. Im Falle der destruktiven Interferenz betrug die Energie der verwendeten Heliumatome 14.6 meV. Abb.4.3 zeigt die gespiegelte Heliumintensität als Funktion der Fe-Bedeckung θ , aufgenommen während des Wachstums bei 310 K. Für lagenweises Wachstum von Eisen werden in der gespiegelten Heliumintensität (unter anti-Phase Bedingung) periodische Oszillationen mit einer Periode von 1 ML erwartet. Im Fall des kinetisch bedingten 3D-Wachstums sollte die anti-Phase Intensität exponentiell mit einem Exponent von (-4θ) abfallen (siehe Abschn. 2.1.3).

Wie in Abb. 4.3 zu sehen ist, wird jedoch ein Verhalten beobachtet, welches sich völlig vom lagenweisen Wachstum unterscheidet, aber auch nicht einfach durch ein kinetisch bedingtes 3D-Wachstum beschrieben werden kann. Die gespiegelte He-Intensität, gemessen unter anti-Phase Bedingung, ist bis zu einer Bedeckung von etwa 2.5 ML viel kleiner als die unter in-Phase Bedingung gemessene Intensität. Sie fällt bis zu einer Bedeckung von 0.5 ML exponentiell ab, wobei der Exponent dieses Abfalls im Rahmen der Meßgenauigkeit dem Wert entspricht, welcher für ein kinetisch bedingtes 3D-Wachstum erwartet wird. Folglich läßt sich das Wachstum in diesem Bereich ($< 0.5ML$) durch die in Abschnitt 2.1.3 beschriebene Poissonverteilung der Eisenterrassen beschreiben. Für Bedeckungen zwischen 0.5 und 1 ML fällt die anti-Phase Intensität schneller als $\exp(-4 \cdot \theta)$. Folglich weicht das Wachstum vom kinetisch bedingten 3 D-Wachstum ab, und zwar bilden sich steilere Inseln mit einer erhöhten Stufenkantendichte. Zu höheren Bedeckungen hin ist für beide Kurven, in- und anti-Phase, eine asymmetrische Oszillation sichtbar, welche nicht durch lagenweises Wachstum erklärt werden kann. Das Minimum der gespiegelten He-Intensität wird im Fall der anti-Phase Messung bei der Bedeckung $\theta=1.5$ ML beobachtet und im Falle der in-Phase Messung bei der Bedeckung $\theta=2.5$ ML. Bei Bedeckungen $> 2.5ML$ fallen beide Kurven im Rahmen der Meßgenauigkeit zusammen. Sie erreichen bei etwa $\theta=5.5$ ML ein Maximum und fallen dann erneut ab. Ab einer Bedeckung von etwa 11 ML verschwinden beide Intensitäten im diffusen Untergrund des Spektrums.

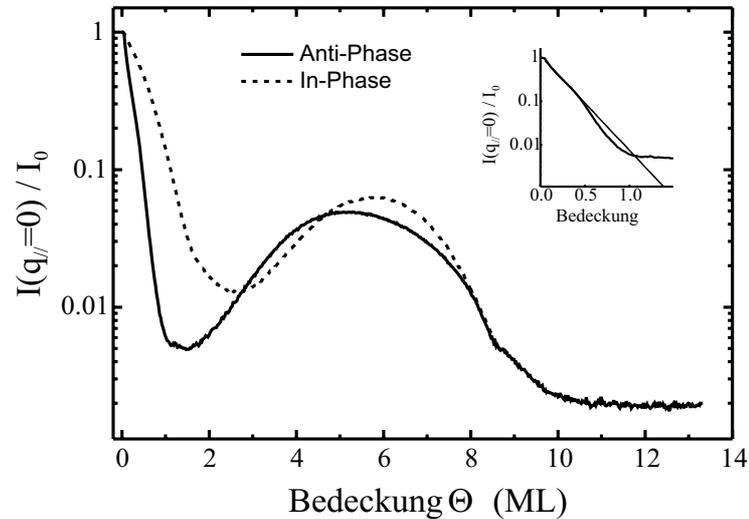


Abbildung 4.3: Gespiegelte Heliumintensität $I(q_{||}=0)$ als Funktion des Wachstums von Fe auf Cu(110) bei 310 K, aufgenommen unter in-Phase (He-Energie: 24.4 meV) und anti-Phase Streubedingung (He-Energie: 14.6 meV). Die He-Intensität ist normiert auf die gespiegelte Intensität I_0 der reinen Substratoberfläche. Die eingefügte Darstellung stellt die anti-Phase Intensität für Bedeckungen zwischen 0 und 1.5 ML vergrößert dar. Die durchgezogene Gerade beschreibt den idealen exponentiellen Abfall.

Es sei hier bemerkt, daß ein ähnliches Verhalten der gespiegelten Heliumintensität für das Wachstum von Co auf Cu(110) gefunden wurde [35, 63, 90]. Prinzipiell kann ein solcher Kurvenverlauf durch ein dreidimensionales Inselwachstum mit einhergehender Koaleszenz der gebildeten Inseln beschrieben werden: Durch Koaleszenz verschmelzen die Inseln, werden als Folge flacher, und produzieren so aufgrund der abnehmenden Stufenkantendichte weniger diffuse Streuung. Dies sorgt für einen Anstieg der Heliumintensität und führt damit zur Ausbildung eines breiten Maximums, ähnlich dem in Abb. 4.3 beobachteten. Um allerdings zu einem detaillierten Modell des Wachstums zu gelangen, welches die Daten in Abb. 4.3 präzise beschreibt (Abschn. 4.2.3), muß zuvor die Frage der Inselbildung geklärt werden. Dies geschieht im folgenden Abschnitt.

4.2.2 Inselbildung

Um das in Abschnitt 4.2.1 beobachtete dreidimensionale Inselwachstum genauer zu erklären, wurde die Struktur der Oberfläche während des Wachstums mittels Helium-Beugungsmessungen analysiert [21]. Abb. 4.4 zeigt zehn Helium-Beugungsspektren einer Cu(110)-Oberfläche, bedampft mit 0, 1, 2, 5.5 und 10 ML Fe bei 310 K. Die Spektren wurden unter in-Phase Bedingung

(24.4 meV) aufgenommen. Die Intensitäten sind auf die gespiegelte Intensität der Substratoberfläche normiert. Auf der reinen Cu(110)-Oberfläche können nur Beugungsreflexe in der [001]-Richtung beobachtet werden. In $[1\bar{1}0]$ -Richtung ist die Korrugation der Oberfläche zu gering um Beugungsreflexe zu erzeugen, bzw. deren Intensität fällt zu gering aus. Mit zunehmender Eisen-Bedeckung verringern sich die Beugungsreflexe nullter Ordnung (gespiegelte Reflexe) sowie die Beugungsreflexe 1. Ordnung der [001]-Richtung. Dabei verringern sich letztere in etwa mit derselben Rate wie die gespiegelten Reflexe, allerdings nur bis zu einer Bedeckung von ca. 1 ML Eisen. Ab einer Bedeckung von 2 ML sind die Beugungsreflexe 1. Ordnung um einen Faktor 3 stärker reduziert; sie können kaum noch vom diffusen Untergrund unterschieden werden. Zusätzlich entstehen am Fuße der gespiegelten Helium-Reflexe während der ersten 2 ML breite „Schultern“ (markiert durch Pfeile in Abb. 4.4). Diese Schultern deuten auf die Entstehung dreidimensionaler Inselstrukturen hin. Aus ihrer Position im reziproken Raum, etwa 0.2 \AA^{-1} , läßt sich der mittlere Abstand zwischen den Inseln abschätzen. Er beträgt ca. 30 \AA ($\approx 2\pi/q_{\parallel}$). Die zwar stark verbreiterten, aber dennoch gut sichtbaren Beugungsreflexe nullter Ordnung deuten auf das noch Vorhandensein von Terrassen hin, welche ungestört von den umgebenden Stufen kohärent streuen. Mit zunehmender Bedeckung verschwinden die Schultern wieder. Nach einer Bedeckung von 5.5 ML sind keine Schultern mehr sichtbar. Dafür ist die Halbwertsbreite der Beugungsreflexe nullter Ordnung vergrößert, und zwar ist sie in der $[1\bar{1}0]$ -Richtung etwas mehr vergrößert als in der [001]-Richtung. Folglich sind die dreidimensionalen Strukturen auf der Oberfläche leicht anisotrop. Nach 10 ML Bedeckung mit Eisen haben die gespiegelten Reflexe weiter abgenommen, und in [001]-Richtung sind die Schultern wieder erschienen, jetzt ein wenig verbreitert. Dies deutet auf eine etwas verkleinerte Inselstruktur hin.

Beim Vergleich zwischen Abb. 4.3 und Abb. 4.4 fällt auf, daß in Abb. 4.4 kein Anstieg des gespiegelten Reflexes zwischen 2 und 5.5 ML zu erkennen ist. Grund dafür ist die Tatsache, daß diese Messungen schrittweise durchgeführt wurden, d.h. zwischen jeder Heliumbeugungsmessung liegt eine Zeitspanne von ca. 2400 s. In Abb. 4.3 hingegen wurde die Messung kontinuierlich, mit der in Abschnitt 3.3.2 beschriebenen Aufdampftrate von 108 s/ML, durchgeführt. Bis zur Bedeckung mit 5 ML Fe vergingen hier nur etwa 540 s. Schon daraus läßt sich folgern, daß sich die Oberflächenmorphologie mit der Zeit verändert; und zwar streut die Oberfläche zunehmend diffus. In der Tat nimmt die gespiegelte Heliumintensität nahezu exponentiell mit der Zeit ab, wie am Beispiel einer 7 ML dicken Fe-Schicht auf Cu(110), gezeigt in Abb.4.5, leicht zu erkennen ist. Durch Versuche mit adsorbiertem Wasserstoff konnte eine Kontamination der Oberfläche durch Restgasatome (hauptsächlich Wasserstoff) als Ursache für den Intensitätsabfall ausgeschlossen werden. Vielmehr scheint hier die zeitliche

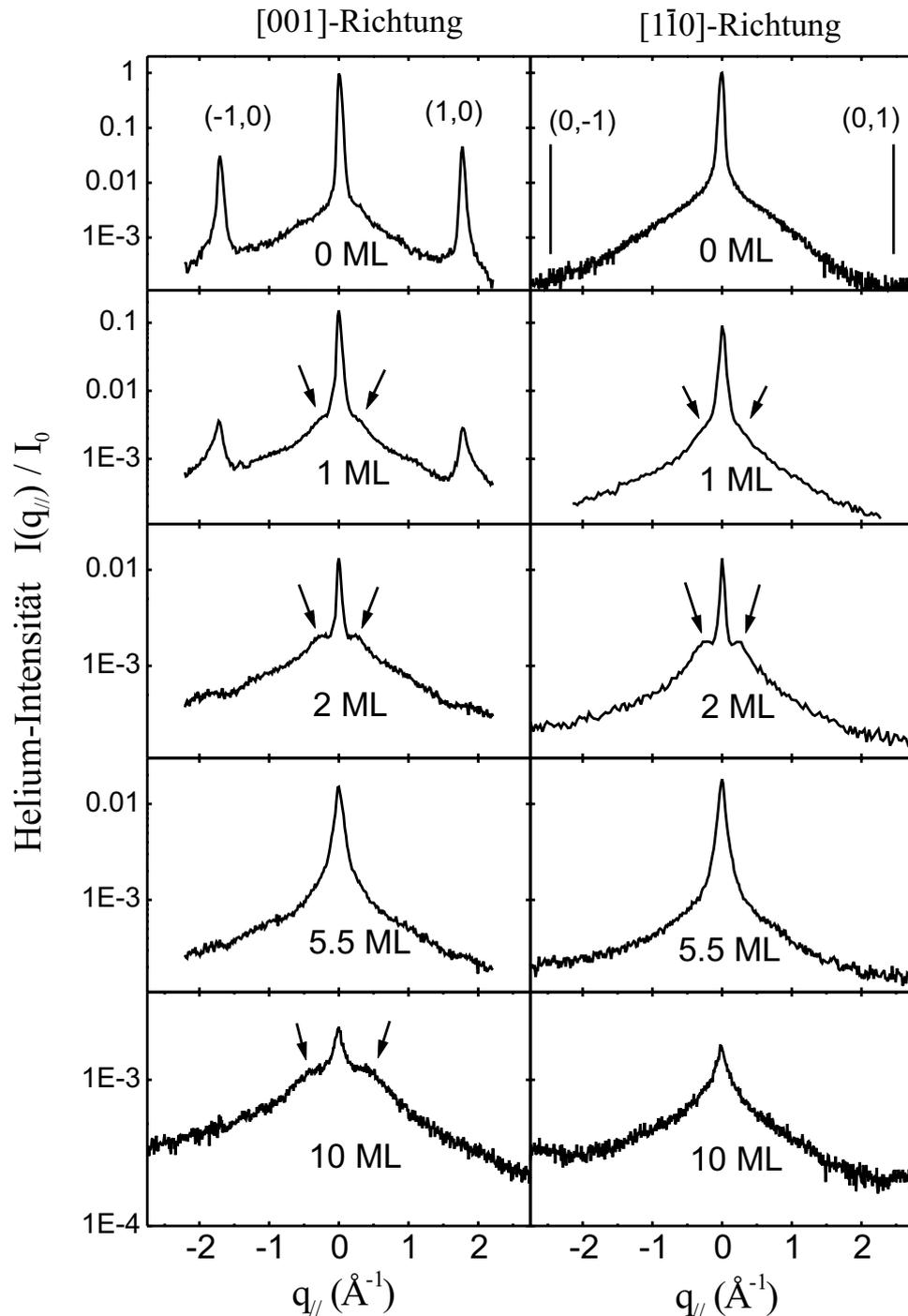


Abbildung 4.4: Heliumbeugungsspektren einer Cu(110)-Oberfläche, bedeckt mit 0, 1, 2, 5.5 und 10 ML Fe, welches bei 310 K aufgedampft wurde. Die Messungen wurden mit einer He-Energie von 24.4 meV (in-Phase-Bedingung) in [001]- und $[1\bar{1}0]$ -Richtung durchgeführt. Die Intensitäten sind normiert auf die gespiegelte Intensität I_0 der reinen Substratoberfläche. Die Pfeile markieren die Entstehung breiter „Schultern“ an den „Füßen“ der Beugungsreflexe nullter Ordnung, welche auf die Existenz von Inselstrukturen hindeuten.

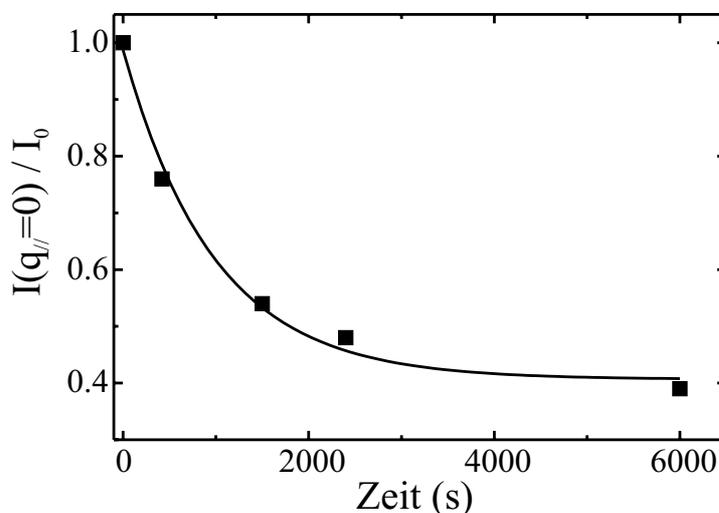


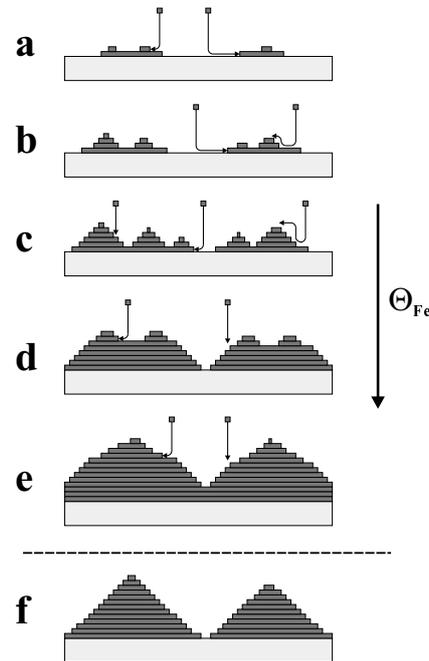
Abbildung 4.5: Abfall der normierten gespiegelten Heliumintensität als Funktion der Zeit, gemessen bei 310 K an einem 7 ML dicken γ -Fe Film auf Cu(110). Die gespiegelte Intensität wurde dabei unter in-Phase Bedingung (24.4 meV) in [001]-Richtung gemessen.

Koaleszenz von Inseln zu einer facettierten, diffus streuenden Fe-Oberfläche der Grund für die zeitliche Abnahme der gespiegelten Helium-Intensität zu sein. In Abschnitt 4.3.3 wird nämlich beobachtet, daß der thermisch stabile Zustand des Eisenfilms bei Raumtemperatur eine facettierte, rauhe Oberfläche ist. Daher ist es wahrscheinlich, daß der bei 310 K aufgedampfte Eisenfilm nach einiger Zeit in diesen Zustand übergeht, die Oberfläche also im Laufe der Zeit immer mehr facettiert.

4.2.3 Diskussion

Die Experimente in Abschnitt 4.2.1 und 4.2.2 deuten auf ein dreidimensionales Wachstum von Eisen hin, welches die Bildung großer lateraler Eiseninseln zur Folge hat. Um die gezeigten Meßdaten im Detail zu erklären, reicht allerdings kein ideales 3D-Wachstum aus, vielmehr handelt es sich um ein Stranski-Krastanov Wachstum. Im folgenden Abschnitt wird ein Modell, basierend auf dem Stranski-Krastanov Wachstum, vorgeschlagen, welches in der Lage ist, die Meßergebnisse zu erklären. Das Schema dieses Modells ist in Abb.4.6 illustriert. Bis zur Bedeckung von ca. 0.5 ML wächst Eisen ideal dreidimensional auf (Fig. 4.6(a)). Es bildet sich eine Poissonverteilung für die Bedeckung aus. Die gespiegelte Heliumintensität fällt exponentiell ($\approx \exp(-4\theta)$) ab (Abb. 4.3), ebenso wie die Beugungsreflexe erster Ordnung. Es entstehen Eiseninseln, welche in den Beugungsspektren (Abb. 4.4) „Schultern“ neben der nullten Ordnung hervor-

Abbildung 4.6: Modell des Fe-Wachstums auf Cu(110) bei Raumtemperatur (Die Pfeile symbolisieren auftreffende Fe-Atome): (a) ideales 3D-Wachstum (Poissonverteilung); (b) Abweichung von der Poissonverteilung aufgrund von Interlagendiffusion; (c-d) Koaleszenz von Inseln führt zur Abnahme der Stufenatome (flachere Inseln); (e) Fe-Deposition auf den Inseln macht die Oberfläche rauher; (f) Relaxation der Inseln als Funktion der Zeit (in eine facettierte Struktur) macht die Oberfläche rauher



rufen. Ab etwa 0.5 ML Fe wird auch Interlagendiffusion zwischen den Schichten wirksam (Fig. 4.6 (b)). Als Folge werden die Inseln steiler, es erhöht sich die Anzahl der Stufenkanten. Die gespiegelte Heliumintensität fällt stärker ab (Abb. 4.3). Ab etwa 1.5-2.5 ML Fe-Bedeckung stoßen die Eiseninseln zusammen und verschmelzen (Fig. 4.6 (c-d)). Als Folge werden die Inseln flacher, die Stufenkantendichte verringert sich. Dadurch steigt die gespiegelte Heliumintensität in Abb. 4.3 wieder an. Ab etwa 2.5 ML ist das Substrat vollständig mit Fe bedeckt, wodurch die Oberfläche im wesentlichen nur noch aus diffus streuenden Inseln besteht. Als Folge verlieren in- und anti-Phase Bedingung ihre unterschiedliche Bedeutung und beide Intensitäten in Abb. 4.3 fallen mehr oder weniger zusammen. Noch während des Wachstums von Eisen kommt es jedoch zur Konkurrenz zwischen der Koaleszenz der Eiseninseln, welche zu einem Anstieg der gespiegelten Heliumintensität führt, und der stetig steigenden Höhe der Inseln. Letzteres führt zur Vergrößerung der Stufenkantendichte und damit zu einem Abfall der gespiegelten Helium-Intensität. Ab einer Bedeckung von etwa 5 ML Eisen überwiegt schließlich letzterer Effekt, wodurch es zu einem erneuten Abfall der gespiegelten Heliumintensität kommt (Abb. 4.3). Es bildet sich ein Maximum bei etwa 5 ML aus. Schematisch ist diese Situation in Fig. 4.6(e) skizziert.

Man beachte, daß die Oberfläche in eine rauhe, facettierte Oberfläche übergeht, wenn ihr genügend Zeit zum Ausheilen gegeben wird. Ursache dafür ist die Tatsache, daß eine rauhe, facettierte Oberfläche der thermodynamische Gleichgewichtszustand des Fe-Filmes ist (siehe auch Abschnitt 4.3.3). Dieser

Vorgang, bei welchem sich wieder steilere Inseln bilden, ist in Fig. 4.6(f) dargestellt. Steilere Inseln bedeuten aber eine erhöhte Stufenkantendichte; die gespiegelte Heliumintensität nimmt daher im Laufe der Zeit ab (Abb. 4.5). Es ist natürlich nicht auszuschließen, daß dieser Prozeß auch die Lage des Maximums in Abb. 4.3 beeinflusst. Aufgrund der großen Zeitskala des Ausheilprozesses, im Vergleich zur schnellen Aufdampftrate, ist dieser Effekt jedoch nicht sehr groß.

4.3 Gezielte Manipulation der Oberflächenmorphologie

In der vorliegenden Arbeit wurde versucht, einen glatten, gut geordneten Eisenfilm auf Cu(110) zu präparieren. In einem ersten Versuch wurde Eisen auf der mit Sauerstoff vorbelegten Cu(110)-Oberfläche deponiert, in der Hoffnung, durch die Sauerstoffvorbelegung ein ähnliches Verhalten wie beim Wachstum von Co auf Cu(110) zu erzielen, bei welchem der Sauerstoff („Surfactant“) ein lagenweises Wachstum induziert [35, 63, 64, 90]. Es wurde beobachtet, daß Eisen auf der mit Sauerstoff vorbelegten Cu(110) bei 310 K nicht lagenweise aufwächst und sich auch keine glatten Fe-Filme bilden (siehe Abb. 3.8 (b), Abschn. 3.3). In einem zweiten Versuch wurde Eisen bei tiefen Temperaturen (130 K) aufgedampft und anschließend angelassen [22]. Wie im folgenden Abschnitt gezeigt wird, ordnet sich der Film zu einem heteroepitaktischen γ -Fe Film. Er ist strukturell identisch zum Kupfer-Substrat und besitzt eine glatte Oberfläche.

4.3.1 Wachstum von Fe auf Cu(110) bei 130 K

Das Wachstum von Eisen auf Cu(110) bei 130 K wurde mittels TEAS analysiert. Abb. 4.7 zeigt die gespiegelte Heliumintensität während des Wachstums bei 130 und 310 K. Beide Kurven wurden unter in-Phase Bedingung aufgenommen, d.h. die Energie der Heliumatome betrug 24.4 meV. Die Intensitäten sind auf ihren jeweiligen Ausgangswert, also auf die Intensität des reinen Substrates, normiert. In beiden Fällen sinkt die gespiegelte Intensität zunächst nahezu exponentiell, wobei die bei 130 K aufgenommene Kurve wesentlich schneller abfällt. Sie bleibt bis zu einer Bedeckung von ca. 1.5 ML deutlich unter der normierten Heliumintensität, gemessen bei 310 K. Bei Eisenbedeckungen ab etwa 1.2 ML (130 K) bzw. ab 2.5 ML (310 K) bildet sich ein Minimum aus. Anschließend steigt die Intensität zu größeren Depositionsmengen hin erneut an.

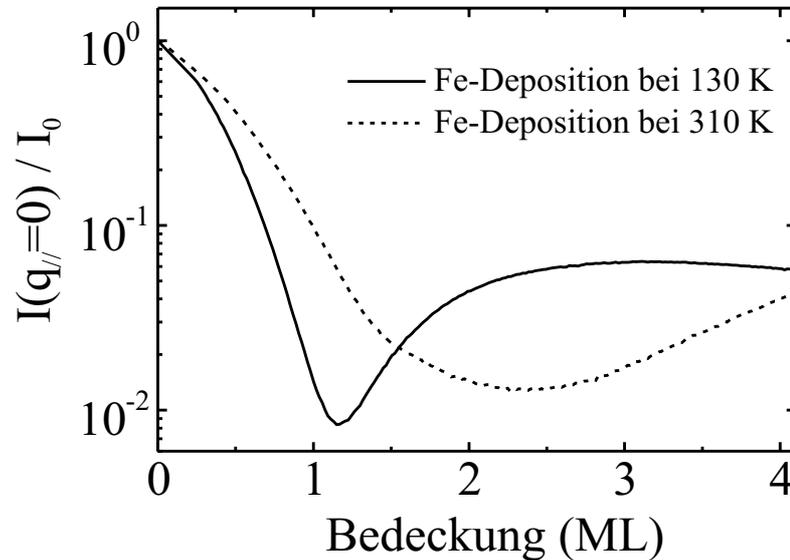


Abbildung 4.7: Gespiegelte Heliumintensität $I(q_{||}=0)$, aufgenommen während des Wachstums von Eisen auf Cu(110) bei 130 K (durchgezogene Linie) und 310 K (gestrichelte Linie). Die Messungen fanden unter in-Phase Bedingungen statt ($E_{He}=24.4$ meV). Die Intensitäten sind auf die gespiegelte Intensität I_0 von Cu(110) normiert.

Im Fall des Wachstums bei 310 K wurde ein solcher Kurvenverlauf durch Inselwachstum und anschließende Koaleszenz der Inseln interpretiert (Abschn. 4.2). Dabei wird der Beginn der Koaleszenz, und damit die Position des Minimums in der gespiegelten Heliumintensität, durch die Form der Inseln bestimmt. Wird nun dieselbe Interpretation auf die bei 130 K aufgezeichnete Kurve angewendet, so liegt der Schluß nahe, daß beim Wachstum bei 130 K eine andere Inselform entsteht. Wahrscheinlich handelt es sich um lateral kleinere Eiseninseln. Solche Inseln wachsen nämlich nicht so hoch wie große Inseln, so daß die Benetzung des Substrates bei gleicher Depositionsmenge von Eisen größer ist. Somit erfolgt die Koaleszenz der Inseln eher; das Minimum in der Heliumintensität tritt schon bei geringeren Bedeckungen auf. Auch die Stufenkantendichte ist bei kleineren Inseln größer, weshalb die Heliumintensität schon vor Erreichen des Minimums schneller abfällt als beim Raumtemperaturwachstum von Eisen.

Im Anschluß an die Deposition von 5 ML Eisen bei 130 K wurde der so entstandene rauhe Eisenfilm angelassen. Die Heizrate betrug 20 K/min. Abb. 4.8 zeigt die gespiegelte Heliumintensität während des Anlaßprozesses. Sie wurde unter in-Phase Bedingung (24.4 meV) aufgenommen und ist auf den Wert

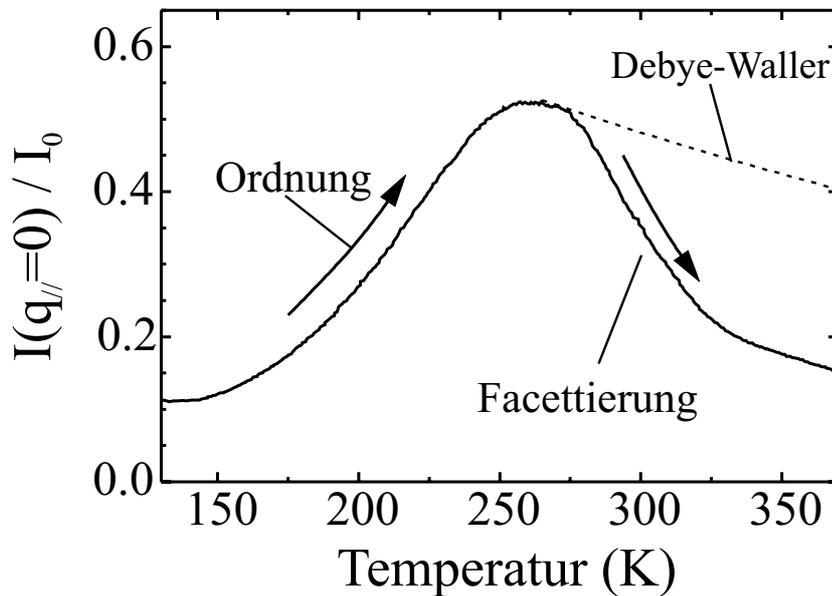


Abbildung 4.8: Gespiegelte Heliumintensität $I(q_{||}=0)$ während des Anlassens eines 5 ML Fe-Films auf Cu(110) von 130 auf 370 K. Die Intensität ist normiert auf die Intensität I_0 des Cu(110)-Substrates bei 250 K. Sie wurde unter in-Phase Bedingung aufgenommen. Die gestrichelt Linie markiert den Intensitätsabfall, der durch den Debye-Waller Effekt erwartet wird (siehe dazu auch Abschnitt 2.1.4).

der gespiegelten Intensität des Substrates bei 250 K normiert. Dadurch ist ein unmittelbarer Vergleich zwischen den Intensitäten des Eisenfilms und der Cu(110)-Oberfläche bei 250 K möglich.

Während des Heizens wird bis 250 K zunächst ein Anstieg der gespiegelten Heliumintensität beobachtet. Dies deutet auf eine Glättung der Oberfläche hin (siehe auch Abschn. 2.1.3). Bei ca. 250 K erreicht die Intensität ein Maximum. Es ist schwierig, eine quantitative Aussage über die absolute Rauigkeit des Eisenfilms zu machen, da hier keine γ -Fe(110)-Referenzfläche zur Verfügung stand. Qualitativ läßt sich jedoch folgern, daß die Oberfläche des beobachteten Eisenfilms einigermaßen glatt ist, denn die Intensität erreicht bei 250 K etwa die Hälfte der Intensität einer reinen Cu(110)-Einkristall-Oberfläche. Durch Einsetzen der Heliumintensität des Eisenfilms bei 250 K ($I/I_0 \approx 0.5$) in Gleichung 2.12 läßt sich die Stufenkantendichte S in Bezug auf die reine Substratoberfläche abschätzen. (Dabei wird angenommen, daß die Debye-Waller-Abschwächung von Cu und Fe bei 250 K ungefähr gleich sind.) Unter der zusätzlichen Annahme, daß die Eisenstufen eine für Stufenkanten typische diffus streuende Breite D von ca. $12 \text{ \AA}^2/\text{ \AA}$ besitzen [33, 45, 91], ergibt sich für S ein Wert von $0.024 \text{ \AA}/\text{ \AA}^2$. Der Wert $1/S$, welcher der durchschnittlichen Terrassenbreite des γ -Fe-Films entspricht, beträgt demnach etwa 40 \AA .

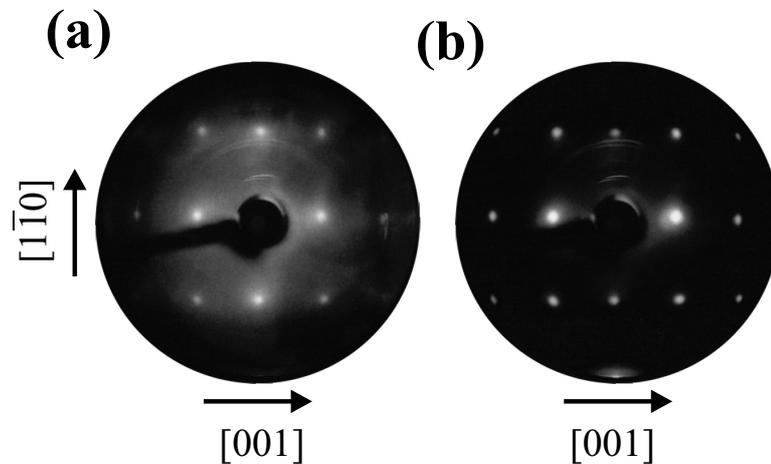


Abbildung 4.9: LEED-Bild von 5 ML Fe, aufgedampft auf Cu(110) bei 130 K und angelassen auf 240 K (20 K/min) (a), sowie LEED-Bild der reinen Cu(110)-Oberfläche(b). Beide Bilder wurden mit einer Primärenergie der Elektronen von 135 eV bei einer Temperatur von 100 K aufgenommen.

Der hohe Wert ($I/I_0 = 0.5$) der gespiegelten Heliumintensität bleibt jedoch nicht erhalten. Bei Temperaturen oberhalb 250 K fällt die gespiegelte Heliumintensität wieder ab. Nur ein Teil dieses Abfalls läßt sich durch den Debye-Waller-Effekt erklären (gestrichelte Linie in Abb. 4.8). Der Rest erfolgt durch einen anderen Effekt. Es scheint daher, daß die Oberfläche erneut rauher wird, nachdem man die Temperatur von 250 K überschritten hat. Um beide Effekte, Ordnung des Eisenfilms ($130K < T < 250K$) und Aufräumen der Oberfläche ($250K < T < 370K$), genauer zu untersuchen, wurden Strukturanalysen durchgeführt. Die folgenden Abschnitte beinhalten LEED- und TEAS-Messungen des Eisenfilms, aufgenommen nach Anlassen auf 240 K und 350 K. Dabei wurden alle LEED-Bilder und TEAS-Spektren bei tiefen Temperaturen gemessen (LEED:100 K; TEAS: 130 K), zum einen um die Debye-Waller-Effekt bedingte Abschwächung der Intensitäten so gering wie möglich zu halten. Zum anderen war es notwendig, die nach Anlassen auf 240 K entstandene Struktur „einzufrieren“ (siehe auch Abschnitt 4.3.4).

4.3.2 Anlassen des Systems Fe/Cu(110) auf 240 K-Präparation eines atomar glatten γ -Fe Films

Abb. 4.9(a) zeigt eine LEED-Aufnahme des 5 ML dicken Eisenfilms, aufgedampft bei 130 K und angelassen auf 240 K. Die Heizrate betrug 20 K/min. Zum Vergleich ist eine LEED-Aufnahme der reinen Cu(110)-Oberfläche abgebildet (Abb. 4.9 (b)). Beide Bilder wurden bei einer Temperatur von 100 K

aufgenommen. Dabei betrug die Energie der verwendeten Primärelektronen 135 eV. Wie sich leicht erkennen läßt, sind sich beide LEED-Bilder sehr ähnlich. Die Beugungsreflexe in Abb. 4.9(a) liegen auf derselben Position wie in Abb. 4.9(b) und sind auch einigermaßen scharf. Folglich ist der angelassene Eisenfilm gut geordnet und hat im Rahmen der Meßgenauigkeit dieselbe Struktur wie das Cu(110)-Substrat: Es liegt somit ein γ -Fe Film (fcc-Struktur) mit (110) orientierter Oberfläche vor (siehe auch Abschnitt A.1.2).

An derselben Oberfläche wurden auch Helium-Beugungsmessungen durchgeführt. Abb. 4.10 zeigt drei Beugungsspektren, aufgenommen in [001]- und $[1\bar{1}0]$ -Richtung. Die Messungen in Abb. 4.10 (a) und (c) wurden an einem 5 ML dicken Eisenfilm durchgeführt, welcher bei 130 K aufgedampft und anschließend auf 240 K (a) bzw. auf 350 K (c) angelassen wurde. Dabei betrug die Heizrate 20 K/min. Beide Spektren wurden bei einer Temperatur von 130 K aufgenommen. Zum Vergleich ist auch ein Helium-Beugungsspektrum der reinen Cu(110)-Oberfläche abgebildet (Abb. 4.10(b)), welches bei Raumtemperatur aufgenommen wurde. Die Energie der verwendeten Heliumatome betrug in allen drei Fällen 24.4 meV, d.h. die Heliumatome wurden an benachbarten Terrassen unter in-Phase Bedingung gestreut. Die Intensität ist in allen Spektren normiert auf die Intensität einer reinen Cu(110)-Oberfläche in [001]-Richtung.

Die Heliumbeugungsspektren des auf 240 K angelassenen Eisenfilms (Abb. 4.10(a)) ergeben eine gute Übereinstimmung mit dem zuvor gezeigten LEED-Bild dieser Oberfläche. Die Beugungsreflexe erster Ordnung befinden sich auf den Positionen, die für einen γ -Fe(110)-Film erwartet werden: $q_{//} = \pm 1.74 \text{ \AA}^{-1}$ in [001]-Richtung und $q_{//} = \pm 2.46 \text{ \AA}^{-1}$ in $[1\bar{1}0]$ -Richtung. Sie bestätigen damit die Existenz eines fcc γ -Fe Films auf dem Cu(110)-Substrat. Allerdings sind die Intensitäten der Beugungsreflexe in Abb. 4.10(a) völlig verschieden von denen der Cu(110)-Oberfläche: In [001]-Richtung wird nur ein Beugungsreflex erster Ordnung beobachtet, und zudem hebt sich dieser nur sehr wenig vom Untergrund des Spektrums hervor. Seine Intensität beträgt weniger als 1 % der Intensität des vergleichbaren Cu(110)-Reflexes. Auf der Cu(110)-Oberfläche werden in $[1\bar{1}0]$ -Richtung keine Beugungsreflexe beobachtet. Diese sind dafür auf dem Eisenfilm sichtbar. Ihre Intensität ist in etwa so groß wie die Intensität des Beugungsreflexes, beobachtet in [001]-Richtung. Die Ursache für die verschiedenen Intensitäten der Beugungsreflexe liegt in der unterschiedlichen Korrugation der Oberflächen. Cu(110) besitzt eine stark anisotrope Korrugation. Sie ist in [001]-Richtung erheblich größer als in $[1\bar{1}0]$ -Richtung, wodurch die Beugungsreflexe in [001]-Richtung sehr groß und in $[1\bar{1}0]$ -Richtung verschwindend klein sind. Dagegen besitzt der Eisenfilm offenbar eine in beiden Richtungen kleine Korrugation, was zu kleinen Intensitäten der Beugungsreflexe führt. Die Korrugation scheint in beide Richtungen isotrop zu sein, da die Reflexe in beiden Richtungen nahezu gleich groß sind. Obgleich die Beugungsreflexe des Eisenfilms klein sind, sagt dies nichts über die Rauigkeit

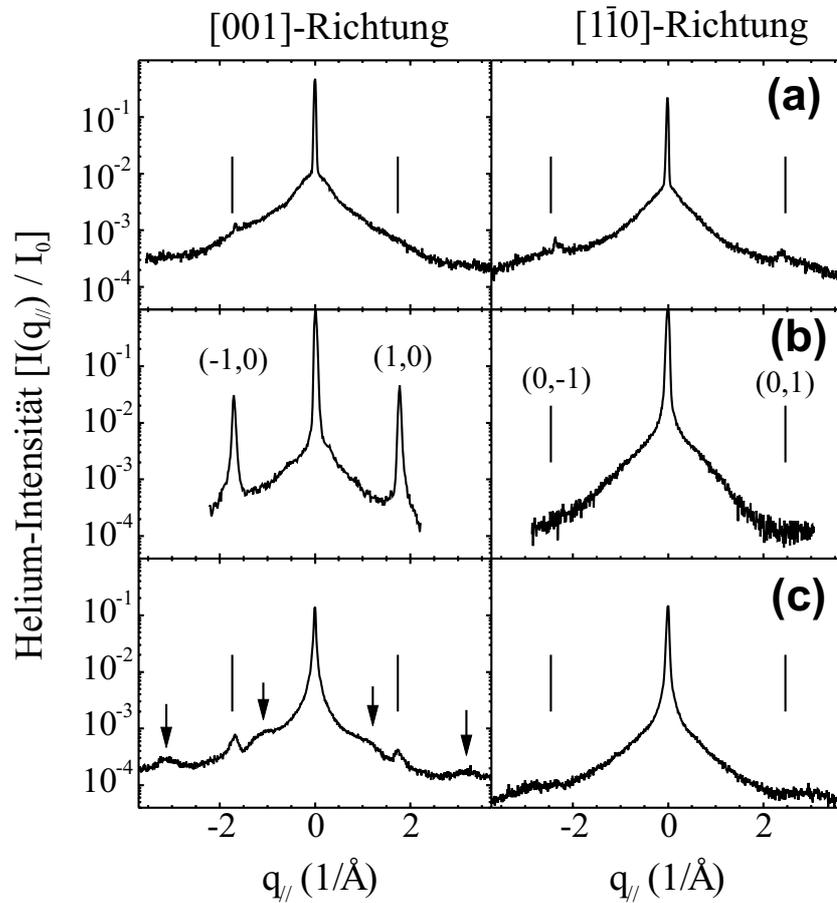


Abbildung 4.10: Helium-Beugungsspektren, aufgenommen in [001]- und [110]-Richtung, von 5 ML Fe auf Cu(110), aufgedampft bei 130 K und angelassen auf 240 K (a) bzw. auf 350 K (c). Die Heizrate betrug 20 K/min. Die Spektren wurden bei einer Temperatur von 130 K aufgenommen. (b) zeigt ein Referenzspektrum der reinen Cu(110)-Oberfläche, aufgenommen bei Raumtemperatur. Die Energie der verwendeten Heliumatome betrug 24.4 meV (in-Phase). Die Intensität ist normiert auf die Intensität einer reinen Cu(110)-Oberfläche in [001]-Richtung. Die Linien markieren die Position der Beugungsreflexe erster Ordnung von Cu(110). Die Pfeile in (c) markieren die vermutlichen Reflexe der Facetten.

der Oberfläche aus. Vielmehr deuten die schmalen, sehr hohen Beugungsreflexe nullter Ordnung (Abb. 4.10(a)) auf große, gut geordnete Eisenterrassen hin. Die Halbwertsbreite Δq der gespiegelten Beugungsreflexe, welche in beide Richtungen etwa 0.034 \AA^{-1} beträgt, weist auf die Existenz kohärent streuender Flächen mit einer durchschnittlichen Breite l von ca. 185 Å in beide Richtun-

gen hin ($l \approx 2\pi/\Delta q$). (Dabei wurde die instrumentelle Verbreiterung durch die TEAS-Apparatur nicht berücksichtigt. Das heißt, daß die kohärent streuende Fläche eigentlich etwas größer ist, 185 \AA also nur einen unteren Wert darstellt (siehe auch Abschnitt 3.2.1).) Auch dies ist ein Hinweis für die gute Qualität der Oberfläche.

4.3.3 Anlassen des Systems Fe/Cu(110) auf 350 K-Facettierung

Nach Anlassen des Eisenfilms auf 350 K ändern sich die beobachteten Heliumbeugungsspektren erneut (Abb. 4.10(c)). Die Intensität des gespiegelten Reflexes ist etwa 4 mal kleiner als die gespiegelte Heliumintensität bei 240 K (siehe auch Abb. 4.8). Die Halbwertsbreite bleibt allerdings während des Anlassens auf 350 K nahezu gleich (Abb. 4.10(c)), was darauf hindeutet, daß die Ordnung der Oberfläche und die durchschnittliche Größe der kohärent streuenden Flächen erhalten bleibt. Auch die Intensitäten der Beugungsreflexe erster Ordnung in [001]-Richtung bleiben in etwa gleich. Sie treten allerdings stärker aus dem verringerten Untergrund des Spektrums hervor. In $[1\bar{1}0]$ -Richtung verschwinden die Beugungsreflexe erster Ordnung. Der Hauptunterschied zwischen den Beugungsspektren des auf 350 K und des auf 240 K angelassenen Films liegt jedoch in dem Auftreten zusätzlicher Beugungsreflexe bei ca. $q_{//} = \pm 3 \text{ \AA}^{-1}$ in [001]-Richtung und einem stark verbreiterten Fuß des (0,0)-Reflexes in dieser Richtung. Wahrscheinlich liegen zwei Beugungsreflexe bei etwa $q_{//} = \pm 1 \text{ \AA}^{-1}$ im Untergrund des gespiegelten Reflexes verborgen. Diese zusätzlichen Reflexe bei $\pm 1 \text{ \AA}^{-1}$ und $\pm 3 \text{ \AA}^{-1}$ (markiert durch Pfeile in Abb. 4.10 (c)) deuten auf das Vorhandensein einer zweiten Struktur hin. Sie passen im Rahmen der Meßgenauigkeit zu der im folgenden beschriebenen Facettierung der Oberfläche. Um die Reflexe jedoch zu einer detaillierten Strukturanalyse heranzuziehen [92], sind sie viel zu breit. Ihre Position läßt sich dadurch nur ungenau bestimmen; eine detaillierte Auswertung ist unmöglich. Deshalb wurden an der auf 350 K angelassenen Eisenoberfläche umfangreiche LEED-Untersuchungen durchgeführt.

Die Abbildungen 4.11 und 4.12 zeigen 10 LEED-Bilder des Eisenfilms auf Cu(110) nach Anlassen auf 350 K. Die Bilder wurden bei einer Temperatur von 100 K aufgenommen. Dabei wurden Primärelektronen mit 10 verschiedenen Energien verwendet. Die Bilder in Abb. 4.11 und 4.12 sind alphabetisch mit zunehmender Primärenergie geordnet: (a) 111 eV, (b) 117 eV, (c) 128 eV, (d) 136 eV, (e) 146 eV, (f) 156 eV, (g) 165 eV, (h) 180 eV, (i) 201 eV und (j) 225 eV. Neben den LEED-Aufnahmen ist jeweils eine Skizze derselben abgebildet, in welcher die verschiedenartigen Beugungsreflexe getrennt eingezeichnet sind. Die Bewegungsrichtung der Reflexe mit zunehmender Energie ist durch Pfeile markiert.

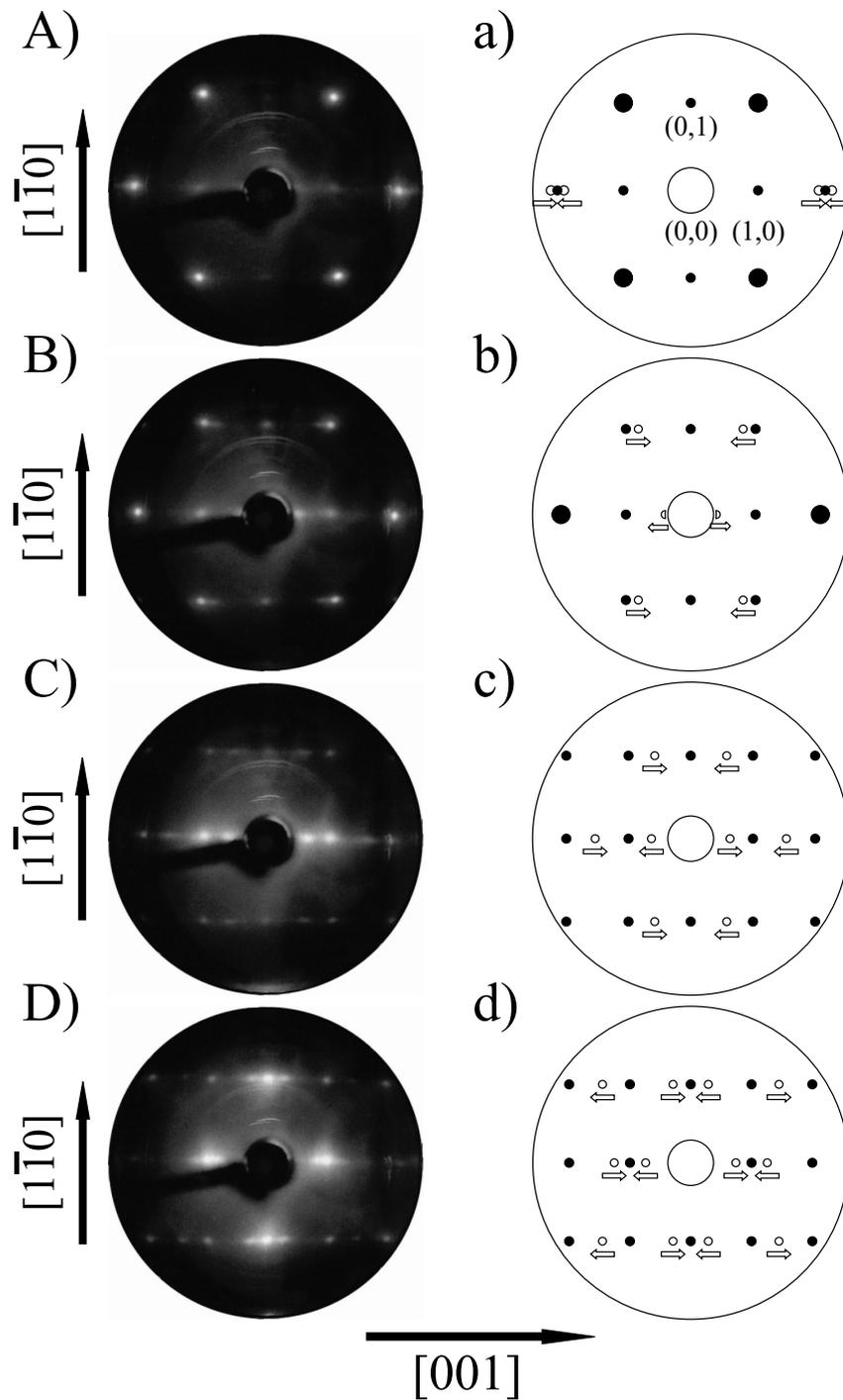
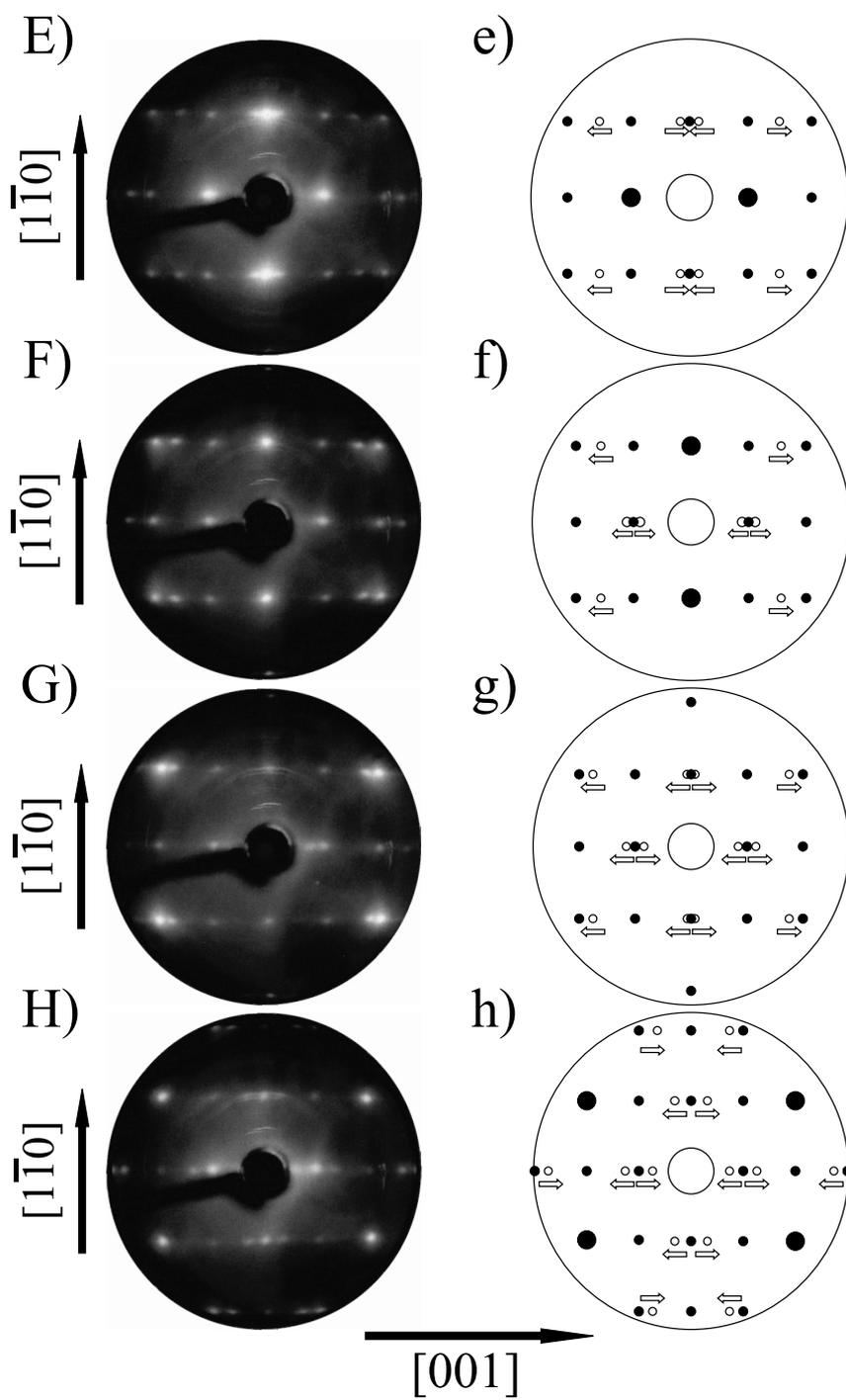


Abbildung 4.11: LEED-Bilder eines 5 ML dicken Fe-Films, aufgedampft auf Cu(110) bei 130 K und angelassen auf 350 K (20 K/min). Die Primärenergie der verwendeten Elektronen betrug (a) 111 eV, (b) 117 eV, (c) 128 eV und (d) 136 eV. Gefüllte Kreise entsprechen den Reflexen der (110)-Oberfläche, die anderen Reflexe (offene Kreise) stammen von Facetten. Große Kreise markieren eine Koinzidenz von Reflexen beider Gruppen.



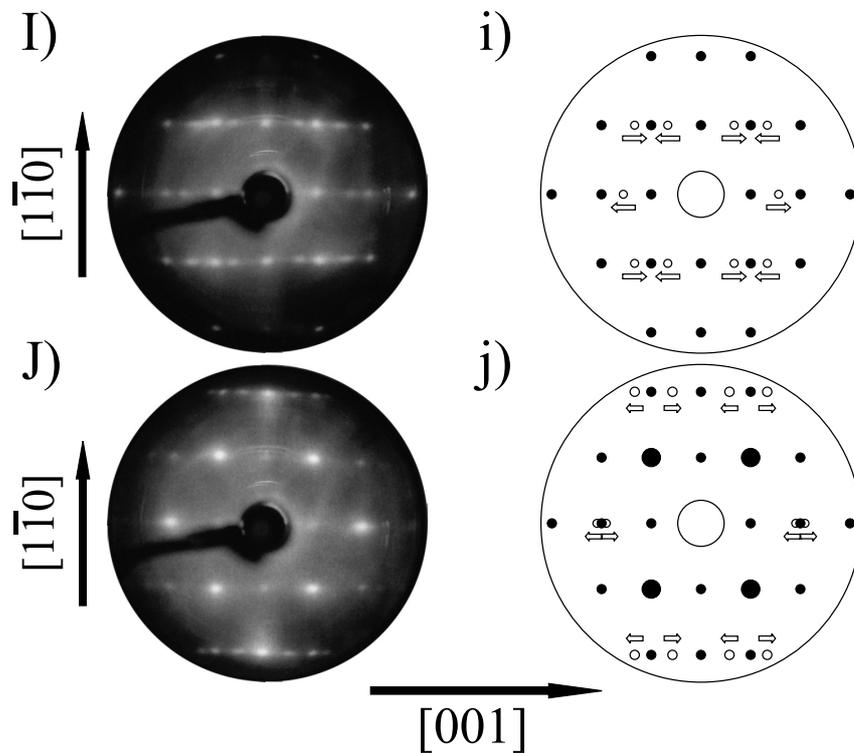


Abbildung 4.12: LEED-Bilder eines 5 ML dicken Fe-Films, aufgedampft auf Cu(110) bei 130 K und angelassen auf 350 K (20 K/min). Die Primärenergie der verwendeten Elektronen betrug (e) 146 eV, (f) 156 eV, (g) 165 eV, (h) 180 eV, (i) 201 eV und (j) 225 eV. Gefüllte Kreise entsprechen den Reflexen der (110)-Oberfläche, die anderen Reflexe (offene Kreise) stammen von Facetten. Große Kreise markieren eine Koinzidenz von Reflexen beider Gruppen.

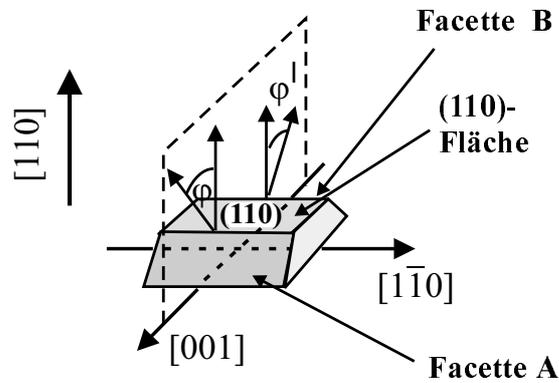
Die Beugungsreflexe in Abb. 4.11 und 4.12 können in zwei Gruppen unterteilt werden. Die eine Gruppe, dargestellt durch gefüllte Kreise, entspricht den erwarteten Reflexen einer Fe(110)-Oberfläche, bzw. einer dazu identischen Cu(110)-Oberfläche. Sie konnten eindeutig durch den Vergleich mit Referenzbildern, aufgenommen an reinem Cu(110), identifiziert werden. Neben diesen Fe(110)-Reflexen existiert eine weitere Gruppe von Reflexen. Diese Gruppe, dargestellt durch offene Kreise, bewegt sich nicht wie die Fe(110)-Reflexe mit zunehmender Energie radial auf den Mittelpunkt des LEED-Bildes zu, also in Richtung des (0,0)-Reflexes. Vielmehr wandern diese Reflexe zwischen den Fe(110)-Reflexen: eine Hälfte bewegt sich in $[001]$ -Richtung, die andere symmetrisch dazu in $[00\bar{1}]$ -Richtung (siehe Pfeile in Abb. 4.11 und 4.12). Bei bestimmten Energien schneiden sie die Fe(110)-Reflexe (Koinzidenz beider Sorten, dargestellt durch große, gefüllte Kreise).

Solch ein Verhalten der Beugungsreflexe kann durch die Existenz zweier symmetrischer Facetten auf der (110)-Oberfläche erklärt werden. Dieses Szenario ist schematisch in Fig. 4.13 anhand einer Ewald-Konstruktion [29, 30, 93, 94] illustriert. Die Oberfläche der Probe besteht aus der (110)-Fläche, sowie aus zwei Facetten A und B, welche um einen Winkel φ , bzw. $\varphi^l = -\varphi$, gegen die (110)-Fläche verkippt sind (Abb. 4.13(a)). Abb. 4.13(b) zeigt eine Seitenansicht auf die (110)-Fläche sowie auf die Facetten im reziproken Raum. Die Oberfläche und die Stäbe der Facette A sind durch gepunktete Linien, die der Facette B durch gestrichelte Linien und die der (110)-Fläche mit durchgezogenen Linien markiert. Bei einer bestimmten Elektronenenergie E_1 , bzw. einem Wellenvektor \vec{k}_1 , schneidet die Ewald-Kugel mit Radius $|\vec{k}_1|$ gleichzeitig jeweils einen Stab der Facetten A und B, sowie den (0,0)-Stab der (110)-Oberfläche. Als Folge entsteht ein Beugungsreflex in \vec{k}_1 -Richtung (Koinzidenz). Wird nun die Elektronenenergie auf einen Wert E_2 vergrößert, so schneidet die dazugehörige Ewald-Kugel mit Radius $|\vec{k}_2|$ die Stäbe der Facetten A und B, sowie den (0,0)-Stab der (110)-Oberfläche an drei verschiedenen Stellen. Es entstehen drei Beugungsreflexe, je einer in die \vec{k}_2 -Richtung ($=\vec{k}_1$ -Richtung), sowie in die \vec{k}_2^l - und \vec{k}_2^r -Richtung. Mit anderen Worten, der (0,0)-Reflex splittet mit zunehmender Energie symmetrisch in drei Beugungsreflexe auf, wovon einer auf dem (0,0)-Stab verharret und die beiden anderen sich in entgegengesetzter Richtung entlang der [001]-Achse entfernen. Es ist leicht einzusehen, daß dieses Szenario nicht nur für den (0,0)-Reflex gilt, sondern auf jeden beliebigen Beugungsreflex der (110)-Oberfläche angewendet werden kann. Damit lassen sich sämtliche LEED-Bilder in Abb. 4.11 und 4.12 erklären.

Der Einfachheit halber werden in dem folgenden Abschnitt nur die Koinzidenzpunkte betrachtet, d.h. diejenigen Punkte im reziproken Raum, bei denen sich die Facettenstäbe und die Stäbe der (110)-Oberfläche schneiden. Zum einen lassen sich diese Punkte mittels der Ewald-Konstruktion aus den Energien der LEED-Bilder bestimmen; sie entsprechen dem Schnittpunkt der Ewald-Kugel mit den Stäben der (110)-Oberfläche. Zum anderen liegen diese Punkte immer auf den Facetten-Stäben. Folglich können mit ihrer Hilfe die Positionen der Stäbe und damit die Facetten selbst konstruiert werden. Es müssen nur genug Koinzidenzpunkte gefunden werden.

Im vorliegenden Fall wurden die Koinzidenzpunkte aus dem Schnittpunkt der Ewald-Kugel mit den Stäben der (110)-Fläche berechnet. Dies ist hier an einem Beispiel demonstriert: Bei einer Elektronenenergie von 146 eV fallen zum Beispiel der (-1,0)-Stab ($k_{[001]} = -1.74\text{\AA}^{-1}$, $k_{[1\bar{1}0]} = 0\text{\AA}^{-1}$) und der (+1,0)-Stab ($k_{[001]} = 1.74\text{\AA}^{-1}$, $k_{[1\bar{1}0]} = 0\text{\AA}^{-1}$) mit den Facettenreflexen zusammen (siehe Abb. 4.12 (e)). Einsetzen der Koordinaten dieser beiden Stäbe in die Ewald-Kugel (mit Energie $E=146$ eV) liefert die jeweils zugehörigen Schnittpunkte zwischen Stab und Ewald-Kugel.

a) Ortsraum



b) reziproker Raum

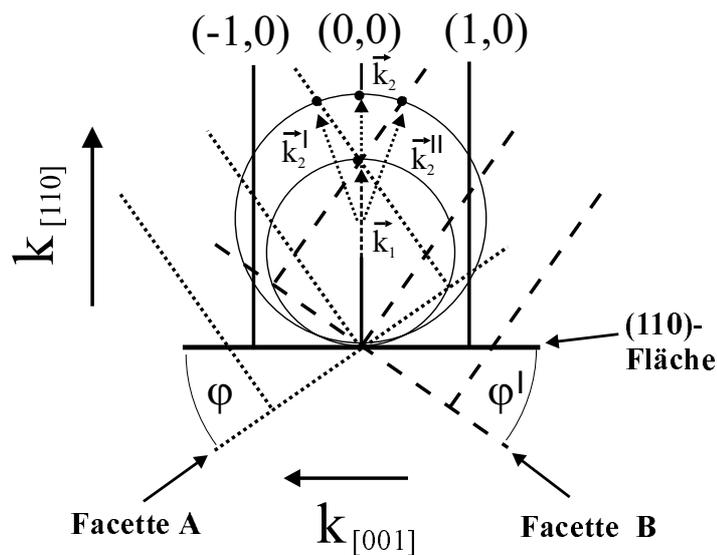


Abbildung 4.13: Darstellung der (110)-Oberfläche, sowie zwei dazu um Winkel φ , bzw. $\varphi' = -\varphi$, verkipppte Facetten A und B, im Ortsraum (a) und im reziproken Raum (b). Dabei illustriert (b) schematisch die Aufspaltung eines Beugungsreflexes (hier: (0,0)-Reflex) anhand der Ewald-Konstruktion. Es handelt sich um einen Schnitt durch die dreidimensionale Ewald-Kugel entlang der Schnittebene ($k_{[001]}, k_{[1\bar{1}0]} = 0 \text{ \AA}^{-1}, k_{[110]}$).

Die Gleichung der Ewald-Kugel lautet:

$$k_{[001]}^2 + k_{[1\bar{1}0]}^2 + (k_{[110]} - r_e)^2 = r_e^2 \quad \text{mit} \quad r_e = \sqrt{\frac{2m_e E}{\hbar^2}} \quad (4.1)$$

Dabei ist r_e der Radius der Ewald-Kugel, welcher sich aus Energie E und Masse m_e der Elektronen berechnen läßt. Damit ergibt sich im obigen Beispiel für die noch fehlende Koordinate des Schnittpunktes, $k_{[110]}$, durch Einsetzen von $k_{[001]} = \pm 1.74 \text{ \AA}^{-1}$, $k_{[1\bar{1}0]} = 0 \text{ \AA}^{-1}$ und $E=146 \text{ eV}$ in Gleichung 4.1 ein Wert von 12.2 \AA^{-1} . Die aus Abb. 4.11 (e) bestimmten Schnittpunkte zwischen $(\pm 1, 0)$ -Stab und Ewald-Kugel lauten also $(1.74 \text{ \AA}^{-1}, 0 \text{ \AA}^{-1}, 12.2 \text{ \AA}^{-1})$ und $(-1.74 \text{ \AA}^{-1}, 0 \text{ \AA}^{-1}, 12.2 \text{ \AA}^{-1})$. Diese Punkte liegen auf den Stäben der Facetten. Analog wurden aus allen LEED-Bildern in Abb. 4.11 und 4.12 sämtliche Koinzidenzpunkte bestimmt, welche ebenfalls auf den Stäben der Facetten liegen. Sie sind in Tabelle 4.1 aufgelistet und in Abb. 4.14 (a) und (b) abgebildet.

Aufgrund der Tatsache, daß sich die Beugungsreflexe der Facetten in $[001]$ -Richtung, und nur in dieser Richtung, bewegen, kann geschlossen werden, daß die Facetten-Stäbe in Ebenen liegen, welche senkrecht zur (110) -Oberfläche und parallel zur $[001]$ -Richtung orientiert sind. Diese Ebenen laufen durch die Punkte $k_{[1\bar{1}0]} = 0 \text{ \AA}^{-1}$ und $k_{[1\bar{1}0]} = \pm 2.46 \text{ \AA}^{-1}$. Ihre Lage im dreidimensionalen reziproken Raum ist in Abb. 4.14(c) eingezeichnet. Dabei illustrieren die Schraffierungen die mögliche Lage der Facetten-Stäbe. Die Abbildungen 4.14 (a) und (b) zeigen eine vergrößerte Draufsicht auf diese Ebenen. In Abb. 4.14 (a) handelt es sich um die Ebene, welche durch $k_{[1\bar{1}0]} = 0 \text{ \AA}^{-1}$ verläuft und Abb. 4.14 (b) zeigt diejenige, welche durch $k_{[1\bar{1}0]} = -2.46 \text{ \AA}^{-1}$ und $k_{[1\bar{1}0]} = 2.46 \text{ \AA}^{-1}$ verläuft.

In beiden Ebenen (Abb. 4.14(a) und (b)) sind die Koinzidenzpunkte aus Tabelle 4.1 eingezeichnet. Durch diese Punkte läßt sich jeweils ein äquidistantes Gitter anpassen, welches optimal auf den Koinzidenzpunkten liegt (gestrichelte Linien in Abb. 4.14(a) und (b)). Es handelt sich hierbei um die gesuchten Stäbe der Facetten. In Abb.(a) hat dieses Gitter einen Gitterabstand g_a von $(2.86 \pm 0.20) \text{ \AA}^{-1}$ und ist um einen Winkel $\varphi = (35.5^\circ \pm 2^\circ)$ gegen die Oberflächennormale der (110) -Oberfläche verkippt. Der Abstand d_a vom Ursprung des reziproken Raumes zum ersten Facettenstab beträgt 2.82 \AA^{-1} . In Abb. (b) beträgt der Gitterabstand $g_b = (2.86 \pm 0.20) \text{ \AA}^{-1}$. Das Gitter ist um $\varphi = (35.5^\circ \pm 2^\circ)$ gegen die Oberflächennormale der (110) -Fläche verkippt und hat einen Abstand $d_b = 4.23 \text{ \AA}^{-1}$ zum Ursprung des Koordinatensystems. An dieser Stelle sei bemerkt, daß ein zweites Gitter spiegelsymmetrisch zum abgebildeten Gitter eingezeichnet werden könnte. Dieses wäre dann um einen Winkel $\varphi = -35.5^\circ$ gegen die (110) -Fläche verkippt, hätte aber ansonsten dieselben Maße wie das eingezeichnete Gitter. Aus Gründen der Übersicht wurde auf die Darstellung dieser zweiten, spiegelsymmetrischen Facette verzichtet.

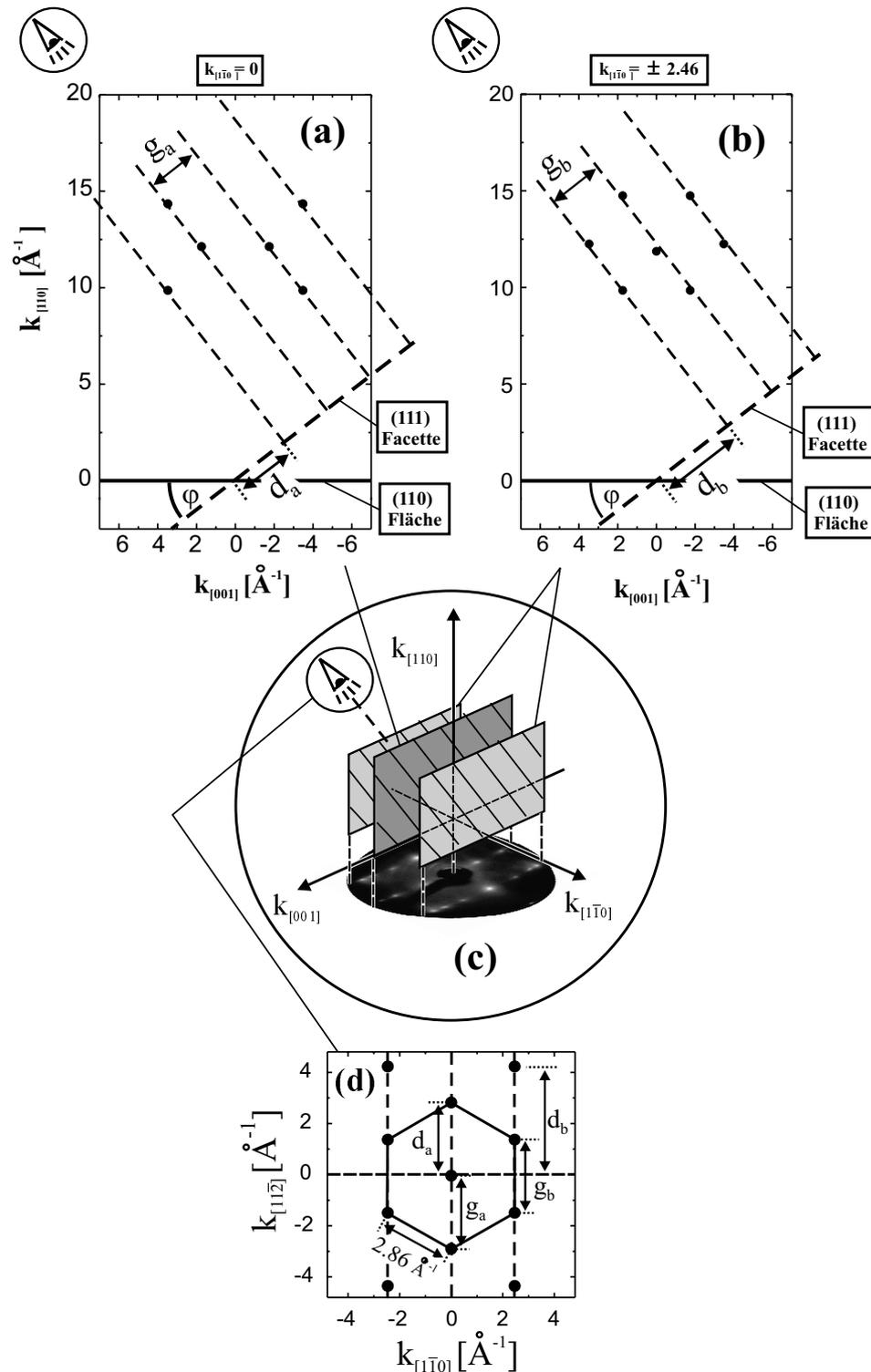


Abbildung 4.14: Der reziproke Raum der facettierten Oberfläche: (c) Zentrale dreidimensionale Darstellung in $k_{[001]}$ -, $k_{[1\bar{1}0]}$ - und $k_{[110]}$ -Richtung. Dabei liegen die Koinzidenzpunkte (schwarze Punkte) und die Stäbe der Facetten (gestrichelte Linien) innerhalb Ebenen, welche senkrecht auf der (110)-Oberfläche stehen und parallel zur [001]-Richtung durch $k_{[1\bar{1}0]} = 0 \text{\AA}^{-1}$ (Abb.(a)), bzw. durch $k_{[1\bar{1}0]} = \pm 2.46 \text{\AA}^{-1}$ (Abb.(b)) verlaufen. Abb. (d) zeigt eine Draufsicht auf die Facetten-Oberfläche ((111)-Fläche) entlang der Facettenstäbe.

Abb.	$k_{[001]}$ [x 1.74 \AA^{-1}]	$k_{[1\bar{1}0]}$ [x 2.46 \AA^{-1}]	E [eV]	r_e [\AA^{-1}]	$k_{[110]}$ [\AA^{-1}]
4.11(a)	± 1	± 1	111	5.4	9.9
4.11(b)	± 2	0	117	5.6	9.9
4.12(e)	± 1	0	146	6.2	12.1
4.12(f)	0	± 1	156	6.4	11.9
4.12(h)	± 2	± 1	180	6.9	12.3
4.12(j)	± 1	± 1	225	7.7	14.8

Tabelle 4.1: Ergebnisse der Ewald-Konstruktion: Koinzidenzpunkte ($k_{[001]}$, $k_{[1\bar{1}0]}$, $k_{[110]}$) im reziproken Raum liegen auf den Facettenstäben.

Bereits der gefundene Winkel von $35.5^\circ (\pm 2^\circ)$ (Abb. 4.14(a) und 4.14(b)) zwischen den Facetten-Stäben und der (110)-Fläche läßt vermuten, daß es sich bei der beobachteten Facettenoberfläche um die (111)-Fläche handelt. In einem fcc-Kristall befindet sich zwischen der (111)-Fläche und der (110)-Fläche immer ein Winkel von 35.26° . Mit Hilfe der gefundenen Parameter $g_a = 2.86 \text{\AA}^{-1}$, $g_b = 2.86 \text{\AA}^{-1}$, $d_a = 2.82 \text{\AA}^{-1}$ und $d_b = 4.23 \text{\AA}^{-1}$ läßt sich sogar ein „LEED-Bild“ der Facettenoberfläche konstruieren: Abb. 4.14(d) zeigt eine Draufsicht auf die Facettenoberfläche, betrachtet unter einem Winkel von 35.5° , also parallel zu den Facettenstäben. (Die Blickrichtung, unter dem diese Betrachtung geschieht, ist in Abb. 4.14(a-c) durch ein „Auge“ symbolisiert.) Der Betrachter in Abb. 4.14(d) sieht die Facettenstäbe als Punkte. Diese Punkte haben in $[1\bar{1}0]$ -Richtung einen Abstand von 2.46\AA^{-1} und in $[11\bar{2}]$ -Richtung einen Abstand 2.86\AA^{-1} ($= g_a = g_b$). Ihr Abstand zur x-Achse beträgt 2.82\AA^{-1} ($= d_a$) und 4.23\AA^{-1} ($= d_b$). Folglich sieht der Betrachter ein Beugungsbild einer hexagonalen Struktur mit Gitterkonstanten von etwa 2.86\AA^{-1} . Die zugehörige Struktur im Ortsraum ist ebenfalls hexagonal, allerdings gegenüber dem reziproken Raum um 30° verdreht, und hat eine Gitterkonstante von ca. 2.54\AA ($2\pi/(2.86 \cdot \sin 60^\circ)$) [siehe auch Gleichung 2.6]. Dies entspricht den Daten der (111)-Oberfläche eines fcc-Kristalls, welche unter Verwendung der Gitterkonstanten von γ -Fe ($a_{Fe} = 3.64 \text{\AA}$) berechnet werden (siehe auch Abschn. A.1.2).

Abschließend läßt sich also bemerken, daß der atomar glatte γ -Fe Film aufrauhrt, nachdem er über 250 K angelassen wurde. Es bilden sich (111)- und $(1\bar{1}\bar{1})$ -Facetten. Die kohärent streuende Oberfläche der Facetten ist so groß, daß sowohl in LEED-Aufnahmen (Abb. 4.11 und 4.12) als auch in Helium-Beugungsspektren (Abb. 4.10 (c)) Beugungsreflexe dieser Oberfläche entstehen. Die hier beobachtete Facettierung der γ -Fe-Oberfläche ist in guter Übereinstimmung mit Referenz [83], in welcher die Bildung von (111)-Facetten nach Deposition eines 1 ML dicken Fe-Films auf Cu(110) bei Raumtemperatur beobachtet wurde.

4.3.4 Diskussion

Viele (110)-Oberflächen von fcc-Kristallen besitzen im thermodynamischen Gleichgewicht die Tendenz zur Bildung einer facettierten Oberfläche. Zum Beispiel fehlen der Au(110)- und der Pt(110)-Oberfläche jede zweite Atomreihe in $[\bar{1}\bar{1}0]$ -Richtung, wodurch (111)-Microfacetten entstehen [95,96]. Es lassen sich auch Oberflächen präparieren, bei denen jede dritte Atomreihe fehlt [97,98]. Auf der Ir(110)-Oberfläche wurde die Existenz großer (331)-Facetten beobachtet [95,99]. Andere (110)-Oberflächen wiederum zeigen keine Facettenbildung, so z.B. die reine Ni-, Ag- und Pd-(110)-Oberfläche sowie die saubere Cu(110)-Oberfläche, obgleich Adsorbate auf diesen Oberflächen wieder zu Rekonstruktionen führen können. Im Fall der Chemisorption von Sauerstoff auf Cu(110) [65] oder auf Ni(110) [100] liegt z.B. eine Oberfläche vor, bei der jede zweite Atomreihe in (110)-Richtung fehlt.

Die hier beobachtete Facettierung der fcc Fe(110)-Oberfläche auf Cu(110) stellt daher kein außergewöhnliches Ereignis dar. Möglicherweise ist sie eine typische Materialeigenschaft der γ -Fe(110)-Oberfläche. Andererseits könnte der Grund für ihr Auftreten auch in dem heteroepitaktischen Wachstum von Fe auf dem Cu(110)-Substrat begründet liegen. So ist beispielsweise denkbar, daß die größere freie Energie des γ -Fe ($2939 \frac{mJ}{m^2}$ [101]) gegenüber der freien Energie des Cu ($1934 \frac{mJ}{m^2}$ [101]) zu einem Wachstum mit Facettenbildung führt.

Die in der vorliegenden Arbeit beobachtete Facettierung von Fe auf Cu(110) dürfte der Grund dafür sein, warum Eisen bei Raumtemperatur im Gegensatz zum Wachstum auf den anderen Cu-Oberflächen solch rauhe Oberflächen bildet. Umgekehrt kann man daraus folgern, daß es möglich ist, einen atomar glatten γ -Fe Film zu präparieren, wenn diese Facettierung ausreichend unterdrückt wird. Wie im vorigen Abschnitt gezeigt wurde, ist dies bei tiefen Temperaturen der Fall. Aufdampfen bei 130 K führt zunächst zur Bildung einer ungeordneten, rauhen Oberfläche. Durch Anlassen ordnet sich der Eisenfilm mit steigender Temperatur. Es bildet sich eine fcc γ -Fe(110) Oberfläche

mit identischer Struktur zum Cu-Substrat aus. Nach Anlassen auf 250 K (20 K/min) erreicht der Film seine maximale Ordnung; die Oberfläche ist atomar glatt. Die durchschnittliche Breite der kohärent streuenden Flächen beträgt mindestens 185 Å.

Heizen zu Temperaturen oberhalb 250 K resultiert in der Bildung von Facetten; der Fe-Film rauht auf. Dabei ist nicht genau klar, bei welcher Temperatur die Facettenbildung einsetzt. Wird nämlich der Anlaßprozeß bei 240 K gestoppt, so kann bereits bei dieser Temperatur eine Abnahme der Heliumintensität als Funktion der Zeit beobachtet werden; es bilden sich Facetten. Das Maximum bei 250 K in Abb. 4.8, beobachtet während des Anlassens des Eisenfilms von 130 auf 370 K, entsteht lediglich dadurch, daß die Geschwindigkeit der Abnahme der gespiegelten Heliumintensität, hervorgerufen durch Facettenbildung, den Anstieg der Intensität aufgrund der zunehmenden Ordnung der Oberfläche während des Heizens mit 20 K/min überwiegt. Um den atomar glatten Eisenfilm, entstanden nach Anlassen auf 250 K, zu „konservieren“, wurde der Film sofort abgekühlt, nachdem er eine Temperatur von 250 K erreicht hatte. Nach Abkühlen auf Temperaturen unterhalb 200 K konnte die Struktur der atomar glatten Oberfläche des Fe-Films über viele Stunden hinweg beobachtet werden. Es wurde zwar auch bei diesen Temperaturen eine langsame Abnahme der Heliumintensität beobachtet, diese konnte aber durch die Adsorption von Wasserstoff aus dem Restgas der UHV-Apparatur und der damit verbundenen Helium-Intensitätsabnahme erklärt werden. Facettenbildung bei Temperaturen unterhalb 200 K wurde auch nach mehreren Stunden nicht beobachtet.

Als Fazit läßt sich daraus schließen, daß es möglich ist, bei tiefen Temperaturen einen atomar glatten γ -Fe-Film auf Cu(110) zu präparieren. Dieser Film läßt sich bei Temperaturen unterhalb 200 K, möglicherweise auch noch darüber, lange genug konservieren, um z.B. einen weiteren Film darauf aufzudampfen.

Kapitel 5

Präparation geordneter Eisenoxide auf Cu(110)

Wie bereits in der Einleitung erwähnt, sind dünne Schichten aus Eisenoxid u.a. interessant für die Anwendung in magnetoelektronischen Bauelementen. Insbesondere wird dabei das antiferromagnetische Fe_2O_3 verwendet. In GMR-Bauteilen dient es dazu, die Magnetisierung eines darüberliegenden Ferromagneten festzuhalten. Eine Schichtkombination aus Antiferromagnet (AFM) und Ferromagnet (FM) behält in einem äußeren Magnetfeld die Magnetisierungsrichtung bei, auch dann noch, wenn die Magnetisierung des Ferromagneten allein dem äußeren Feld bereits gefolgt wäre. Fe_2O_3 wurde diesbezüglich bereits erfolgreich in GMR-Bauteilen eingesetzt [13–16, 102–105]. Dabei hängen die magnetischen Eigenschaften von der Qualität der Schichten bzw. von deren Morphologie und Struktur ab.

Die Präparation von Eisenoxid auf Kupfer wurde auf den verschiedenen Oberflächen des Kupfers bereits untersucht. Auf der Cu(100)-Oberfläche wächst ein glatter γ -Fe Film bis zu einer Schichtdicke Θ von etwa 20 Å auf [68]. Oxidation dieses Films bei Raumtemperatur führt zur Ausbildung eines ungeordneten Oxides. Einige Autoren beobachten mittels LEED und AES die Bildung eines schlecht geordneten Fe_2O_3 -Films [106], andere hingegen finden bei Raumtemperatur überhaupt keine Ordnung des Fe-Oxides. Sie finden dafür einen geordneten Fe-Oxidfilm nach Oxidation bei einer Temperatur von 810 K, welche sie mittels LEED als $Fe_{1-x}O$ ($\Theta < 2ML$) und als Fe_3O_4 ($\Theta > 2ML$) interpretieren [107, 108].

Auf der Cu(111)-Fläche kann ein glatter Eisenfilm nur bis zu einer Schichtdicke von etwa 4 ML (8 Å) präpariert werden [70, 75, 85]. Oxidation dieser Schicht führt zur Ausbildung eines ungeordneten Oxides [109]. Mittels AES können die gebildeten Oxide als Fe_2O_3 ($\Theta < 2.5 ML$) bzw. als Fe_3O_4 ($\Theta > 2.5 ML$)

identifiziert werden. Zudem wurde gefunden, daß nur Fe-Filme mit Bedeckungen < 1.5 ML vollständig oxidieren. Bei dickeren Filmen bleibt eine nichtoxidierte Eisenschicht unter dem Oxid zurück. Ab Fe-Filmdicken $\Theta > 5$ ML erreicht die Oxidschicht ihre maximal mögliche Dicke. Sie beträgt etwa 10 \AA [109].

Auf Cu(110) wurde bislang kein atomar glatter γ -Fe Film präpariert. Es wurde daher nur die Oxidation der bei Raumtemperatur aufgewachsenen, rauhen Eisenfilme untersucht, welche ein ungeordnetes Oxid bilden [110]. Nach Anlassen eines 1 ML dicken, oxidierten Fe-Films auf Temperaturen von 710 und 830 K findet man eine geordnete Oberfläche [111]. Die Verschiebung der $Fe\ 2p_{3/2}$ -Linie im XPS-Spektrum (X-ray photoelectron spectroscopy) deutet im Fall des Anlassens auf 710 K auf die Existenz eines Fe_2O_3 oder Fe_3O_4 hin, während die Verschiebung nach Anlassen des Oxids auf 830 K eher einem FeO entspricht [111].

In der vorliegenden Arbeit ist es gelungen, einen atomar glatten γ -Fe Film auf Cu(110) aufzuwachsen (siehe Abschnitt 4.3). Die folgenden Kapitel beschreiben die Oxidation dieses 5 ML dicken Fe-Films. Dabei wird nicht nur auf die Oxidation bei tiefen Temperaturen eingegangen, sondern auch versucht, die Oberflächenstruktur durch Anlassen der Probe zu beeinflussen. Insbesondere stehen hierbei die Struktur, die Oberflächenmorphologie sowie die thermische Stabilität des Oxides im Mittelpunkt des Interesses. Aus den Verschiebungen der AES-Übergänge wird versucht, Rückschlüsse auf die chemische Zusammensetzung des Oxides zu ziehen.

5.1 Oxidation von γ -Fe auf Cu(110) bei tiefen Temperaturen

Zunächst wurde auf der Cu(110)-Oberfläche ein 5 ML dicker γ -Fe Film präpariert. Dazu wurde Eisen bei 130 K aufgedampft, anschließend auf 240 K angelassen und erneut auf 130 K abgekühlt. Der auf diese Weise entstandene Fe-Film ist atomar glatt und besitzt dieselbe Struktur wie das Cu-Substrat (siehe auch Abschn. 4.3.2). Da er in dieser Form nur bei tiefen Temperaturen stabil ist, mußte die Oxidation auch bei tiefen Temperaturen erfolgen. Der Film wurde daher bei 130 K einer Sauerstoffatmosphäre von ca. $9.5 \cdot 10^{-8}$ mbar ausgesetzt. Abb. 5.1 (a) zeigt den Verlauf der gespiegelten Heliumintensität als Funktion der Begasung mit Sauerstoff. Sie ist auf den Wert I_0 der reinen Eisenoberfläche bei 130 K normiert. Wie man in Abb. 5.1 (a) leicht erkennt, fällt die gespiegelte Heliumintensität bis zu einer Begasung mit etwa 7 L Sauerstoff rapide ab und verschwindet danach im Untergrund des Spektrums. Mit zunehmender Begasung wird die Oberfläche also ungeordnet.

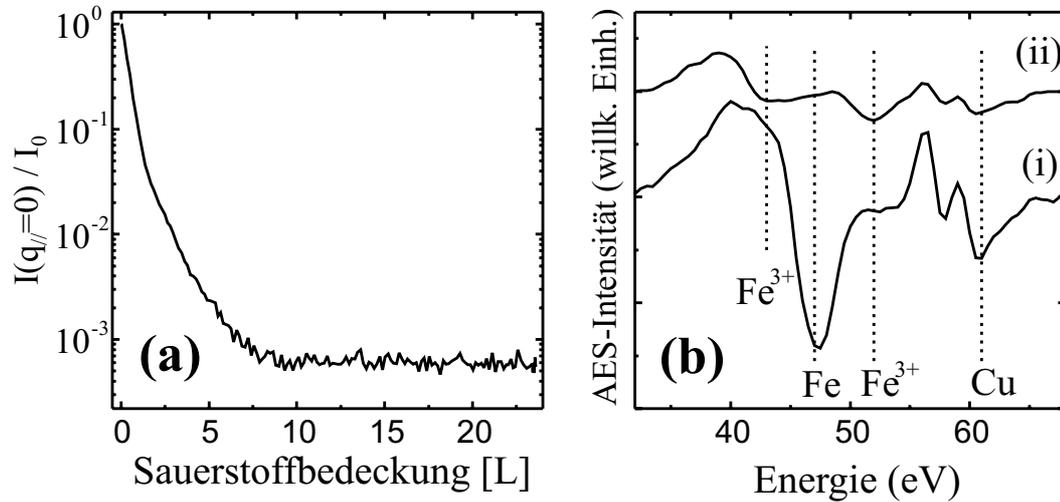


Abbildung 5.1: Oxidation eines 5 ML dicken γ -Fe Film bei 130 K: (a) Gezeichnete Heliumintensität $I(q_{//}=0)$ während der Begasung mit Sauerstoff. Sie wurde mit einer Heliumenergie von 24.4 meV aufgenommen und ist auf die Intensität I_0 des reinen Fe-Films bei 130 K normiert. (b) AES-Spektren, aufgenommen vor (Kurve (i)) und nach (Kurve (ii)) der Begasung mit 25 L O_2 .

Um die chemische Zusammensetzung des gebildeten Oxides zu bestimmen, wurden AES-Messungen durchgeführt [23]. Abb. 5.1 (b) zeigt zwei AES-Spektren, aufgenommen vor und nach der Oxidation des Eisens. Der untersuchte Energiebereich betrug dabei 30 bis 70 eV. Kurve (i) in Abb. 5.1 (b) wurde auf dem 5 ML dicken γ -Fe auf Cu(110) gemessen. Man erkennt deutlich den Auger-Übergang des metallischen Kupfers bei 61 eV sowie den Auger-Übergang des metallischen Eisens bei 47 eV. Nach Begasung mit 25 L O_2 wurde das Spektrum (ii) in Abb. 5.1 (b) aufgenommen. Es hat sich gegenüber dem Spektrum des reinen Fe-Films erheblich verändert. Die Intensität des Auger-Übergangs des metallischen Kupfers ist kleiner, was sich aber durch die zugenommene Abschirmung der dickeren Schicht (jetzt: Fe-Oxid) erklären läßt. Hinzu kommt, daß der Auger-Übergang des metallischen Eisens nahezu verschwunden ist. Dafür haben sich bei 43 und 52 eV zwei neue Übergänge gebildet, also an Stellen, welche charakteristisch für die Existenz eines Fe^{3+} sind. Durch Vergleich mit in der Literatur bekannten Spektren kann Spektrum (ii) eindeutig als das eines Fe_2O_3 -Films auf Cu(110) interpretiert werden [112,113]. Durch Oxidation bei 130 K entsteht also Fe_2O_3 . Nach der Begasung mit 25 L O_2 können weder LEED-Bilder noch Helium-Beugungsspektren beobachtet werden. Der entstandene Oxidfilm ist ungeordnet.

5.2 Anlassen des Systems Fe-Oxid/Cu(110)

Während des Anlassens des Oxides ändern sich zwei Dinge. Zum einen ordnet sich die Struktur, zum anderen kommt es ab bestimmten Temperaturen zu einer chemischen Umwandlung. Es bilden sich unterschiedliche Oxidationsstufen. Um die Umwandlung des Oxides genauer zu untersuchen, wurden während des Anlassens AES-Messungen durchgeführt. TEAS- und LEED-Messungen dienten zur Analyse der strukturellen Ordnung [23].

5.2.1 Chemische Umwandlung des Eisenoxids

Abb. 5.2 zeigt vier verschiedene AES-Spektren, welche bei unterschiedlichen Temperaturen aufgenommen wurden. Spektrum (a) wurde bei 130 K, d.h. unmittelbar nach Oxidation des 5 ML dicken γ -Fe Filmes, gemessen. Es zeigt das bereits bekannte Spektrum eines Fe_2O_3 auf Cu(110). Anschließend wurde der Film angelassen. Bis zu einer Temperatur von etwa 550 K bleiben die Spektren nahezu gleich. Erst ab 550 K kommt es zu allmählichen Änderungen. Abb. 5.2 (b) zeigt ein Spektrum nach Anlassen der Probe auf 645 K. Der deutlich sichtbare AES-Übergang des Kupfers (61 eV) ist nahezu unverändert. Kupfer wird also noch immer durch eine etwa identisch dicke Schicht abgeschirmt, oder anders ausgedrückt, der Eisenoxidfilm verweilt immer noch vollständig auf der Cu-Oberfläche. Daneben dominieren zwar noch immer die typischen Auger-Übergänge für Fe_2O_3 (Minimum bei 43 und 52 eV), allerdings tritt zusätzlich ein schwacher AES-Übergang bei ca. 47 eV hervor. Dieser kann entweder durch das Vorhandensein metallischen Eisens erklärt werden, er könnte aber auch auf die Existenz von Fe^{2+} (FeO oder Fe_3O_4) hindeuten. Für Fe^{2+} wird ein Minimum bei 46.5 eV erwartet [113], was sich im Rahmen der Meßgenauigkeit nicht vom metallischen Fe (47 eV) unterscheiden läßt.

Nach Anlassen auf noch höhere Temperaturen ändert sich das Spektrum erneut: Bei 1020 K wird das Spektrum in Abb. 5.2 (c) beobachtet. Die Minima, charakteristisch für Fe und Fe-Oxid, sind verschwunden. Übrig bleibt nur ein schwach ausgeprägtes Maximum bei 39 eV. Die Intensität des AES-Übergangs von Kupfer bei 61 eV ist angewachsen auf fast die gleiche Intensität wie die einer reinen Cu-Oberfläche. Ein ähnliches Spektrum wurde von Ruby und Mitarbeitern für sehr dünne Fe-Oxid Filme auf Cu beobachtet ($< 1.2\text{\AA}$) [109]. Sie schlagen vor, daß es sich hierbei um ein ultradünnes Fe_2O_3 handeln könnte. Dies beruht jedoch keineswegs auf einer gesicherten Erkenntnis sondern nur auf einer Vermutung. Im Gegenteil, die hier gezeigte, bei 550 K einsetzende Reduktion von Fe_2O_3 , läßt eher vermuten, daß es sich bei 1020 K um einen

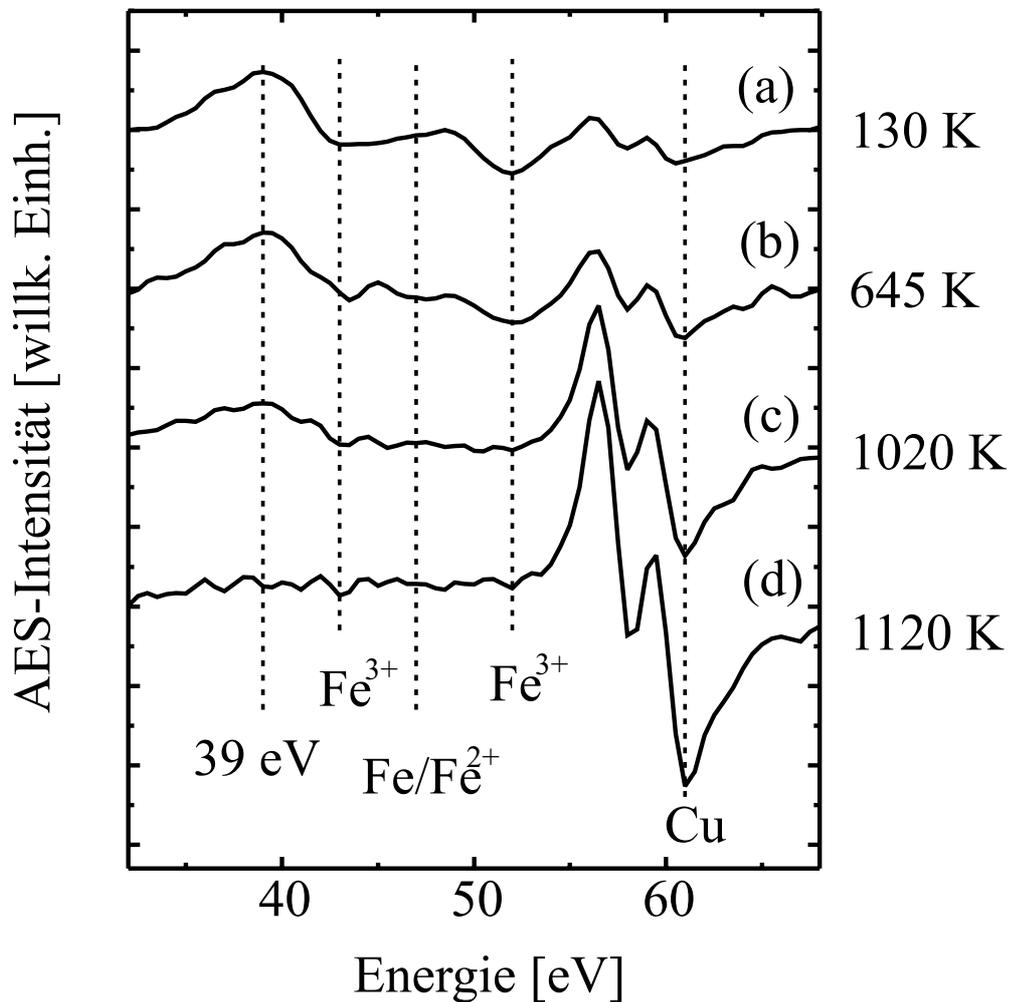


Abbildung 5.2: AES-Spektren, aufgenommen während des Anlassens eines mit 25 L O_2 oxidierten γ -Fe(5 ML)/Cu(110)-Films auf 130 K (a), 645 K (b), 1020 K (c) und 1120 K (d).

dünnen FeO - oder Fe_3O_4 -Film handelt (siehe auch Abschnitt 5.3). Die Existenz von FeO bei 1020 K wird durch XPS-Messungen von Yagasaki et al. unterstützt. Sie beobachten einen dünnen FeO -Film, nachdem sie einen bei Raumtemperatur oxidierten, 1 ML dicken Fe-Film auf Cu(110) auf 830 K anlassen haben [111].

Nach Anlassen der Probe auf 1120 K wird das Spektrum in Abb. 5.2 (d) beobachtet. Eisen und Eisenoxid sind vollständig verschwunden. Kurve (d) zeigt das Spektrum einer reinen Cu-Fläche.

Um die Stabilität des Fe-Oxides detaillierter zu untersuchen, wurde der oxidierte Eisenfilm von 130 auf 1120 K angelassen (Heizrata 4 K/min) und kontinuierlich mittels AES analysiert. Abb. 5.3 zeigt den Verlauf der Intensitäten ausgewählter AES-Übergänge als Funktion der Probertemperatur. In Abb. 5.3(a) ist der Verlauf der Intensität des 513 eV AES-Übergangs von Sauerstoff abgebildet. Die Intensität wurde aus der Differenz der AES-Signals bei 507 eV und bei 513 eV gebildet. Die zwei anderen Kurven zeigen den Verlauf der AES-Intensität von Eisen ($I_{696\text{eV}} - I_{703\text{eV}}$; Abb. 5.3(b)) und von Fe^{3+} ($I_{47\text{eV}} - I_{52\text{eV}}$; Abb. 5.3(c)). Dabei ist der 703 eV AES-Übergang charakteristisch für das gesamte Eisen unabhängig von seiner Oxidationsstufe.

Die Menge an Sauerstoff im Eisenfilm ist bis zu einer Temperatur von etwa 700 K konstant (Abb. 5.3(a)). Ab 700 K verringert sich das AES-Signal. Nach Anlassen auf 950 K sind etwa 60-70 % des Sauerstoffs desorbiert. Von da an ist der restliche Anteil stabil bis etwa 1100 K. Oberhalb 1100 K desorbiert auch er vollständig. Das AES-Signal des Sauerstoffs verschwindet. Das Signal des 703 eV AES-Übergangs, charakteristisch für die Gesamtmenge an Eisen, ist ebenfalls bis 700 K konstant (Abb. 5.3(b)), was dafür spricht, daß auch das gesamte Eisen bis zu dieser Temperatur vollständig an der Cu-Oberfläche verweilt. Oberhalb 700 K nimmt das AES-Signal des Eisens ab. Vermutlich diffundiert Eisen allmählich in den Cu-Kristall hinein. Das AES-Signal, charakteristisch für Fe_2O_3 , ist nur bis etwa 550 K konstant (Abb. 5.3(c)). Oberhalb dieser Temperatur fällt es ab, bleibt aber noch bis etwa 800 K vorhanden. Die Abnahme von Fe_2O_3 beginnt also etwa 150 K unterhalb der Temperatur, bei der Fe und Fe-Oxid von der Oberfläche diffundieren, bzw. dissoziieren und desorbieren.

Eine mögliche Erklärung für dieses Verhalten der AES-Intensitäten könnte die Existenz eines dünnen, verborgenen metallischen Eisenfilms unter dem Fe_2O_3 sein. Messungen von Ruby und Mitarbeitern [109], welche allerdings auf $Fe/Cu(100)$ und $Fe/Cu(111)$ durchgeführt wurden, haben gezeigt, daß auch schon sehr dünne γ -Fe Filme nicht vollständig durchoxidierten. Ein solches Szenario ist schematisch in Abb. 5.3 illustriert. Bei 130 K, d.h. unmittelbar nach der Oxidation, besteht der Film aus einem Fe_2O_3 und einem darunter verborgenen dünnen metallischen Fe-Film. Ist der Fe-Film hinreichend dünn und wird er einigermaßen durch das Oxid abgeschirmt, so läßt sich erklären, warum bei 47 eV kein AES-Übergang beobachtet wird (Abb. 5.2(a)). Bis etwa 550 K bleibt diese Struktur chemisch stabil. Alle AES-Intensitäten bleiben konstant (Abb. 5.3(a-c)). Ab 550 K oxidiert der verborgene Fe-Film zu FeO und/oder Fe_3O_4 , wobei Fe_2O_3 reduziert wird. Dadurch nimmt die Intensität des AES-Signals von Fe_2O_3 ab (Abb. 5.3(c)), die Gesamtmenge an Fe und Sauerstoff bleibt jedoch auf der Cu-Oberfläche konstant.

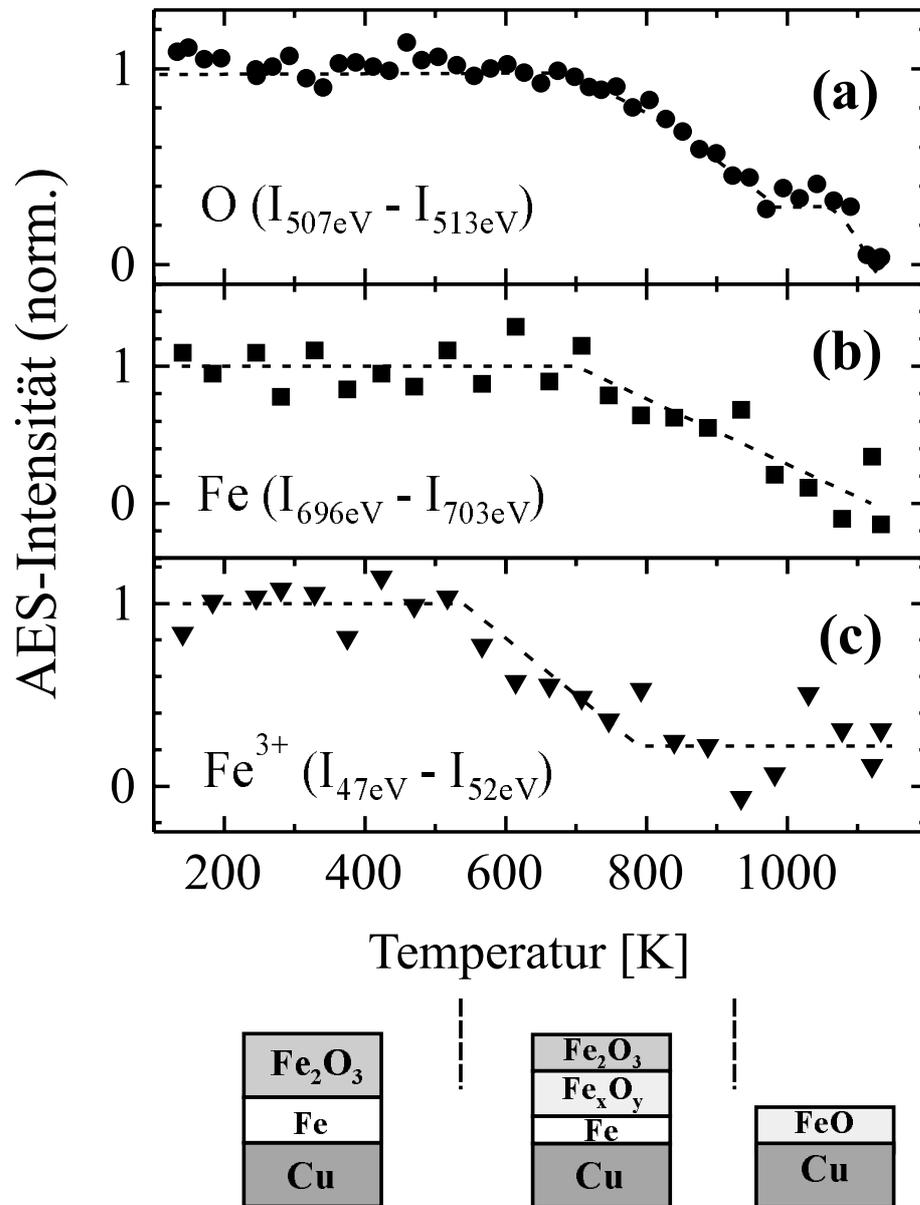


Abbildung 5.3: AES-Intensitäten, aufgenommen während des Anlassens eines mit 25 L O_2 oxidierten γ -Fe(5 ML)/Cu(110) Films von 130 auf 1020 K. Dabei zeigt die Abbildung den Verlauf der Spitze-zu-Spitze Intensitäten ΔI der AES-Übergänge von (a) Sauerstoff ($I_{507\text{eV}} - I_{513\text{eV}}$), (b) Fe ($I_{696\text{eV}} - I_{703\text{eV}}$) und (c) Fe^{3+} ($I_{47\text{eV}} - I_{52\text{eV}}$) als Funktion der Proben­temperatur. Die Heizrate betrug 4 K/min. Die Intensitäten sind normiert auf ihren Ausgangswert, unmittelbar nach der Oxidation bei 130 K. Der untere Teil der Abbildung zeigt die den Temperaturbereichen zugeordneten Modelle der Schichtstruktur von Eisenoxid auf Cu(110).

Bis etwa 800 K bleibt noch Fe_2O_3 vorhanden, möglicherweise nur in den obersten Lagen der Probe. Ab etwa 700 K setzt auch Desorption und/oder Diffusion von Eisen und Sauerstoff ein, die AES-Intensitäten nehmen ab (Abb.5.3(a) und(b)). Der gesamte Film wird dünner, bis schließlich ab etwa 950 K nur noch ein sehr dünner Fe-Oxid-Film übrig bleibt. Dieser Film, welcher aufgrund seiner Strukturanalyse (Abschn. 5.3) aus dünnem FeO besteht, ist bis ca. 1100 K stabil. Darüber verschwindet auch er. Das Fe-Oxid desorbiert vollständig.

Während des Anlassens wurde auch die Morphologie der Oberfläche mittels TEAS untersucht. Abb.5.4 zeigt die gespiegelte Heliumintensität während des Anlassens eines mit 25 L O_2 oxidierten γ -Fe (5ML)/Cu(110) Films von 130 auf 1020 K. Die benutzte He-Energie betrug 24.4 meV. Die Probe wurde kontinuierlich mit 20 K/min geheizt. Aus experimentellen Gründen war es nicht möglich, dieselbe Heizrate wie in den AES-Messungen zu verwenden, weil es bei niedrigeren Heizraten zu einer im zeitlichen Meßverlauf nicht mehr kompensierbaren mechanischen „Verbiegung“ des Manipulators und damit zu einem Auswandern des (0,0)-Reflexes aus der Streuebene kommt. Andererseits benötigten die AES-Messungen viel Zeit, um einer einigermaßen guten Statistik zu genügen, weshalb man die Heizrate von 4 K/min in diesem Fall nicht überschreiten durfte.

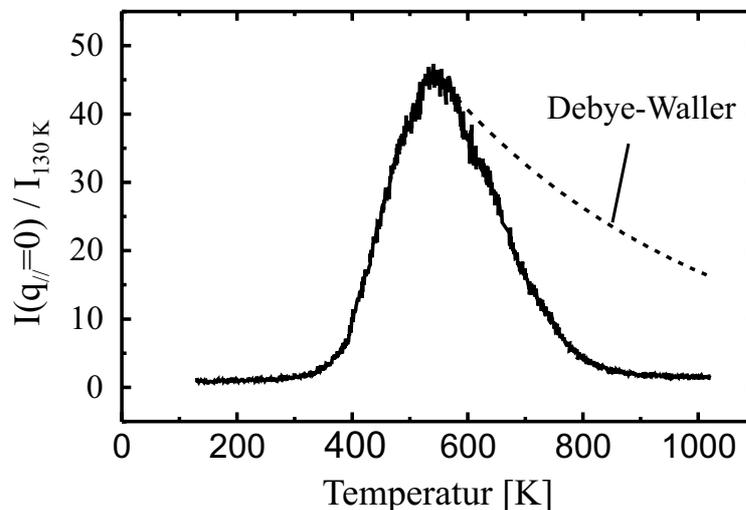


Abbildung 5.4: Gespiegelte Heliumintensität während des Anlassens eines mit 25 L O_2 oxidierten γ -Fe(5 ML)/Cu(110) Filmes von 130 auf 1100 K. Die Heliumenergie betrug 24.4 meV (in-Phase), die Heizrate 20 K/min. Die Intensität ist normiert auf die Intensität des amorphen Fe_2O_3 /Cu(110) unmittelbar nach der Oxidation bei 130 K. Die gestrichelte Linie markiert den Intensitätsabfall, der durch den Debye-Waller Effekt erwartet wird (siehe dazu Abschnitt 2.1.4).

In Abb. 5.4 steigt die gespiegelte Heliumintensität ab einer Temperatur von etwa 400 K an. Die Oberfläche des Oxides ordnet sich. Bei ca. 550 K bildet sich ein Maximum aus, anschließend fällt die Intensität ab. Dieser Abfall kann zum einen durch den Debye-Waller Effekt (gestrichelte Linie in Abb. 5.4) erklärt werden. Zum anderen ist nicht auszuschließen, daß die beobachtete strukturelle Änderung der Oberfläche zwischen 700 und 1000 K einen Einfluß auf die gespiegelte Intensität hat (siehe auch Abschnitt 5.2.2). Aufgrund der nachfolgend beschriebenen Strukturanalysen steht jedoch eindeutig fest: Die Oberfläche ist auch oberhalb 550 K geordnet.

Zusammenfassend kann damit festgehalten werden, daß während des Anlassens zwei Oxid-Phasen existieren. Phase (I), welche hauptsächlich aus Fe_2O_3 besteht (bis auf einen darunter verborgenen, dünnen Fe-Film), ist bis etwa 400 K ungeordnet. Ab 400 K ordnet sie sich und ist bis ca. 550 K stabil. Oberhalb 550 K beginnt sich stufenweise Phase (II), vermutlich ein FeO , zu bilden. Dabei bleibt das geordnete Fe_2O_3 aber noch bis ca. 800 K vorhanden, möglicherweise zuletzt nur in den äußeren Schichten. Zudem desorbieren und/oder diffundieren etwa 60-70 % des Eisens und des Sauerstoffs zwischen 700 und 950 K. Übrig bleibt die Oxidphase (II), welche zwischen etwa 950 und 1100 K stabil ist. Oberhalb 1120 K verschwindet auch dieses Oxid vollständig von der Cu-Oberfläche.

5.2.2 Strukturelle Ordnung des Eisenoxids

Um die Struktur der gebildeten Oxide, Phase (I) und Phase (II), zu untersuchen, wurden Helium-Beugungsmessungen und LEED-Untersuchungen durchgeführt. Abb. 5.5 (b) zeigt eine LEED-Aufnahme, aufgenommen nach Oxidation eines γ -Fe(5 ML)/Cu(110)-Films bei 130 K ($25 \text{ L } O_2$) und anschließendem Anlassen auf 720 K (20 K/min). Nach Anlassen auf 720 K sollte ein geordnetes Oxid der Phase (I) an der Oberfläche vorliegen, obgleich in den unteren Schichten schon eine Umwandlung in Fe_xO_y stattgefunden hat. Die Aufnahme wurde nach unmittelbarem Abkühlen der Probe auf 100 K durchgeführt. Die Energie der verwendeten Primärelektronen betrug 141 eV. Zum Vergleich ist eine LEED-Aufnahme der reinen Fe(110)/Cu(110)-Oberfläche in Abb. (a) abgebildet, welche ebenfalls bei 100 K mit einer Elektronenenergie von 141 eV gemessen wurde. Die Beugungsreflexe dieser Oberfläche sind zusammen mit den Beugungsreflexen des Oxides in Abb. (c) schematisch illustriert. Dabei bezeichnen offene Kreise die Reflexe der (110)-Oberfläche und schwarze Punkte die Reflexe des Oxides.

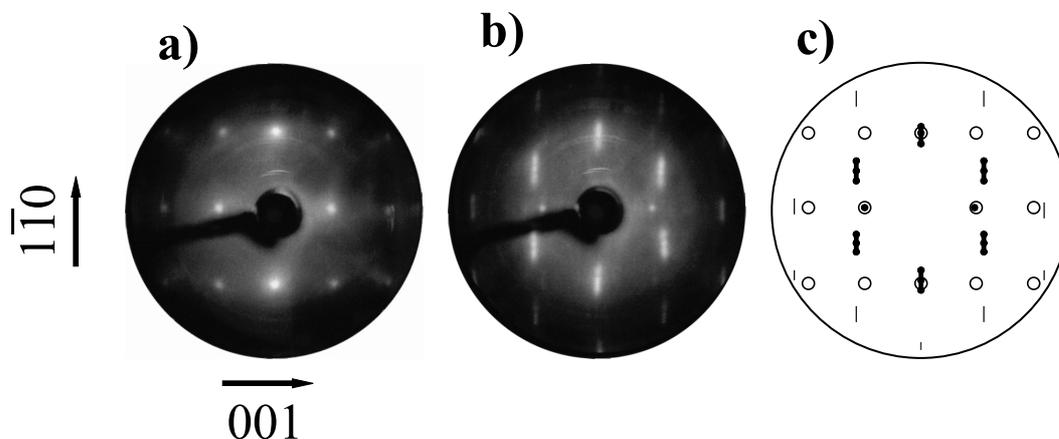


Abbildung 5.5: LEED-Aufnahmen eines γ -Fe(5 ML)/Cu(110) Films (a) vor und (b) nach Oxidation bei 130 K (25 L O_2) und anschließendem Anlassen auf 720 K (20 K/min). Die LEED-Aufnahmen wurden bei einer Temperatur von 100 K gemessen. Die Primärenergie der Elektronen betrug 141 eV. Abb. (c) zeigt schematisch die Kombination von LEED-Reflexen aus (a) und (b), wobei offene Kreise von den Reflexen der (110)-Oberfläche und schwarze Punkte von der oxidierten Oberfläche stammen.

Die Beugungsreflexe des Oxides zeigen im LEED-Bild (Abb. 5.5 (b) und (c)) eine hexagonale Struktur. Sie sind jedoch in $[1\bar{1}0]$ -Richtung zu Linien verbreitert. Bei näherer Betrachtung erkennt man, daß diese Linien in $[1\bar{1}0]$ -Richtung aus mehreren Einzelreflexen (in Abb. 5.5 (c) dargestellt durch jeweils drei schwarze Punkte pro Linie) bestehen. Wie eigentlich erst durch die nachfolgend beschriebenen Heliumbeugungsmessungen klar wird, bilden diese Einzelreflexe (schwarze Punkte in Abb. 5.5 (c)) eine Überstruktur. Man kann das LEED-Bild als ein Beugungsbild dieser Überstruktur interpretieren, deren Intensität durch eine hexagonale Einhüllende moduliert wird. Die Gitterkonstante der Überstruktur wurde aus den Abständen der LEED-Reflexe, d.h. aus den Abständen der schwarzen Punkte zueinander, abgeschätzt: Man kann sie als ein Vielfaches der Gitterkonstanten von Cu(110) interpretieren. Die Beugungsreflexe in Abb. 5.5(b) und (c) lassen sich somit durch eine $(n \times 6)$ -Überstruktur zum Cu-Substrat erklären, wobei n mindestens 10 beträgt.

Mit Helium-Beugungsmessungen kann die Struktur besser aufgelöst werden. Abb. 5.6 zeigt eine Helium-Beugungsmessung als Funktion des Wellenvektorübertrags parallel zur Oberfläche in $[1\bar{1}0]$ -Richtung (a) und $[001]$ -Richtung (b). Das bereits in den LEED-Bildern vermutete Übergitter ist hier deutlich erkennbar. In $[1\bar{1}0]$ -Richtung (Abb. 5.6(a)) können die im LEED-Bild sichtbaren, langgezogenen Linien ($1.6 \text{ \AA}^{-1} \leq |q_{//}| \leq 3.0 \text{ \AA}^{-1}$) in einzelne Reflexe aufgelöst werden. Die Positionen dieser Reflexe lassen sich durch ein äquidistantes Gitter mit einer Gitterkonstanten von 0.117 \AA^{-1} beschreiben. Ein solches Gitter ist

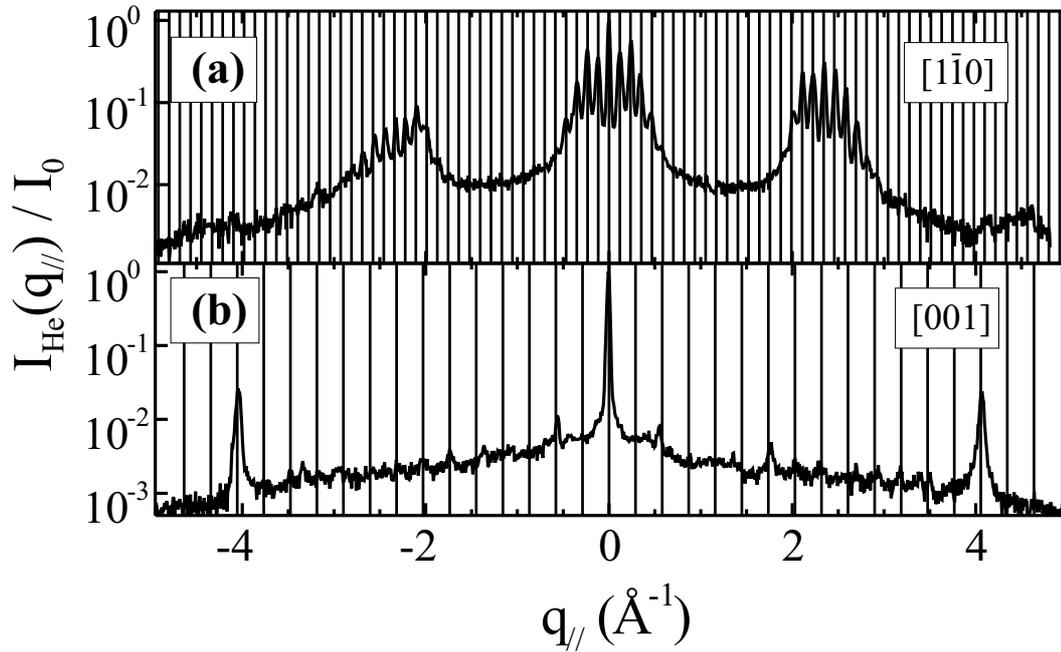


Abbildung 5.6: Helium-Beugungsspektren eines γ -Fe(5 ML)/Cu(110) Films nach Oxidation mit 25 L O_2 und anschließendem Anlassen auf 720 K (20 K/min) in (a) $[1\bar{1}0]$ -Richtung und (b) $[001]$ -Richtung. Die Energie der verwendeten He-Atome betrug 24.4 meV. Die Messungen wurden bei 100 K durchgeführt. Die Distanz Δq zwischen den eingezeichneten Linien beträgt im Ortsraum $g = 21 \cdot 0.5\sqrt{2}a_{Cu} = 53.61\text{\AA}$ ($[1\bar{1}0]$ -Richtung) und $g = 6 \cdot a_{Cu} = 21.66\text{\AA}$ ($[001]$ -Richtung)

in Abb. 5.6(a) eingezeichnet. Die reziproke Gitterkonstante von 0.117\AA^{-1} entspricht im Ortsraum einer Gitterkonstanten von 53.61\AA , d.h. dem 21-fachen der Gitterkonstante von Cu(110) (2.55\AA) in dieser Richtung. Auch in $[001]$ -Richtung sind eine Vielzahl von Beugungsreflexen sichtbar (Abb. 5.6(b)). Sie können im reziproken Raum durch ein Gitter mit einer Gitterkonstanten von 0.290\AA^{-1} beschrieben werden, was im Ortsraum einem Gitter mit der 6-fachen Gitterkonstanten des Cu-Substrates entspricht ($2\pi/0.29\text{\AA} = 21.66\text{\AA} = 6 \times 3.61\text{\AA}$). Ein solches Gitter ist in Abb. 5.6(b) eingezeichnet. Folglich zeigt das Oxid der Phase (I), welches im vorigen Abschnitt als Fe_2O_3 identifiziert wurde, eine (21×6) -Überstruktur zum Cu(110)-Substrat. Da diese Überstruktur nicht nur andeutungsweise mit LEED sondern insbesondere mit TEAS beobachtet wird, und da das TEAS-Beugungsbild durch Beugung der Heliumatome außerhalb der Oberfläche (am Potential der äußeren Kristallatome) entsteht, muß die Oberfläche selbst diese Überstruktur aufweisen. Ein Modell der Oberfläche wird in Abschnitt 5.3 vorgestellt.

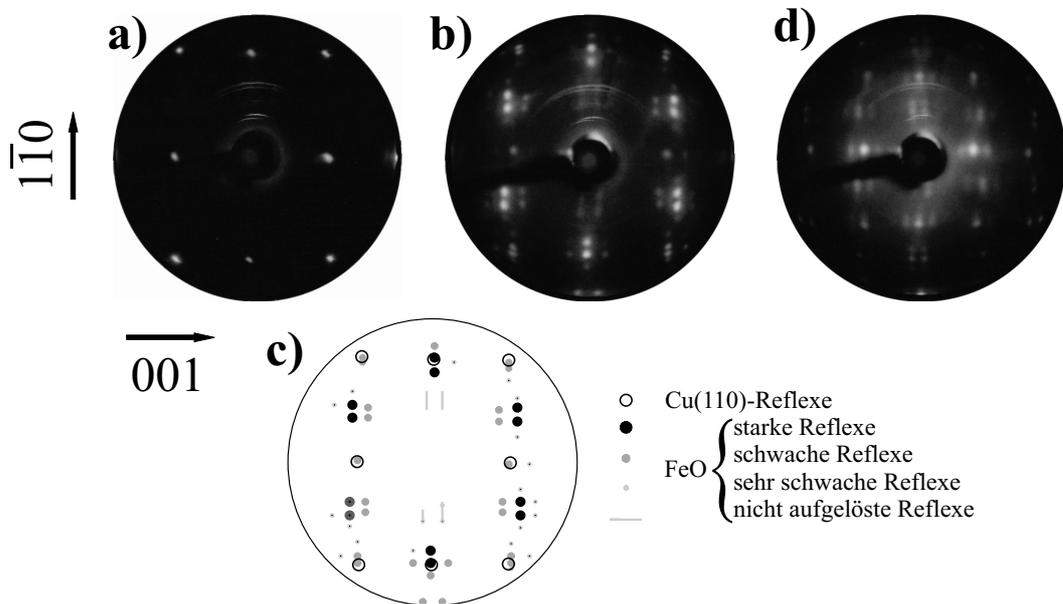


Abbildung 5.7: LEED-Aufnahmen eines γ -Fe(5 ML)/Cu(110) Films (a) vor und (b) nach Oxidation bei 130 K (25 L O_2) und anschließendem Anlassen auf 1020 K (20 K/min). Die LEED-Bilder wurden bei einer Temperatur von 100 K mit einer Primärenergie der Elektronen von 71 eV aufgenommen. Abb. (c) zeigt schematisch die Kombination der LEED-Reflexe aus (a) und (b), wobei offene Kreise von Reflexen der (110)-Oberfläche und gefüllte Punkte von der oxidierten Oberfläche stammen. Abb. (d) zeigt eine LEED-Aufnahme der oxidierten Oberfläche, aufgenommen mit einer zu Abb. 5.5 vergleichbaren Elektronenenergie von 136 eV.

Um die Hochtemperaturphase des Oxides (Phase (II)) zu untersuchen, wurde die Probe nach der Oxidation auf eine Temperatur von 1020 K angelassen. Abb. 5.7 (b) zeigt ein LEED-Bild dieser Oberfläche, gemessen bei 100 K mit einer Elektronenenergie von 71 eV. Zum Vergleich ist das LEED-Bild der reinen γ -Fe(110)-Oberfläche auf Cu(110) in Abb. 5.7 (a) abgebildet. In Abb. 5.7 (c) sind beide Bilder in einer schematischen Illustration vereint, wobei offene Kreise den Positionen der Reflexe der (110)-Oberfläche entsprechen und alle anderen Reflexe vom Oxid stammen. In Abb. 5.7(d) wird ein LEED-Bild des Phase (II)-Oxides gezeigt, welches mit einer zu Bild 5.5 vergleichbaren Energie von 136 eV aufgenommen wurde.

Die LEED-Bilder in Abb. 5.7(b) und (d) können in Analogie zur Interpretation des Phase (I)-Oxides als das Resultat einer Überstruktur auf der (110)-Oberfläche interpretiert werden. Ihre Reflexpositionen (Abstände zwischen den grauen und schwarzen Punkten in Abb. 5.7 (c)) deuten dabei auf eine $(n \times 8)$ -

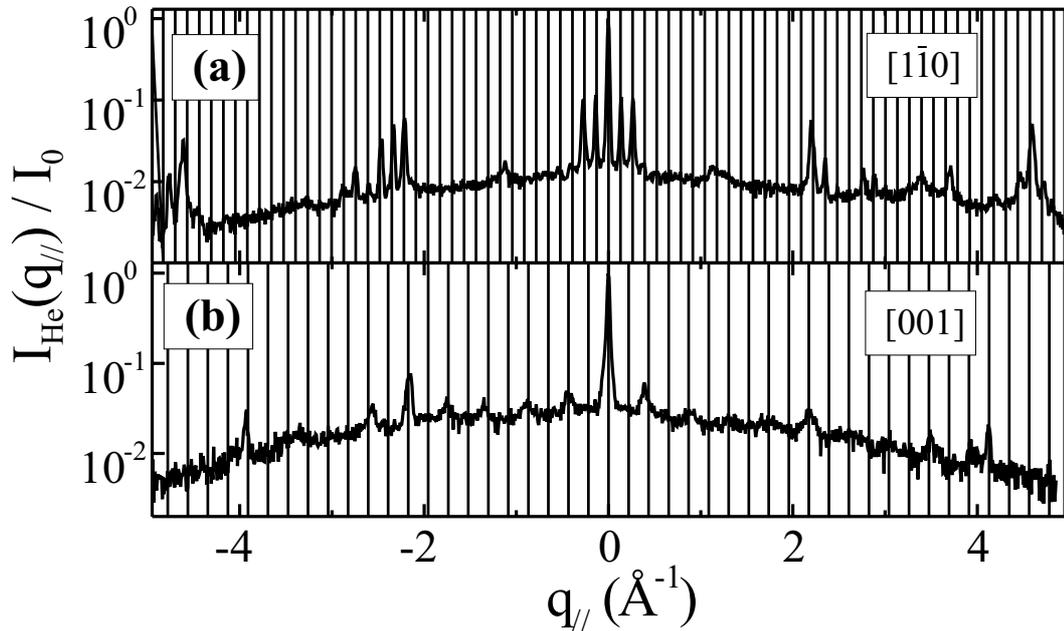


Abbildung 5.8: Helium-Beugungsspektrum eines γ -Fe(5 ML)/Cu(110) Films nach Oxidation mit 25 L O_2 und anschließendem Anlassen auf 1020 K (20 K/min) in (a) $[1\bar{1}0]$ -Richtung und (b) $[001]$ -Richtung. Die Energie der verwendeten He-Atome betrug 24.4 meV. Die Messungen wurden bei 100 K durchgeführt. Die Distanz Δq zwischen den eingezeichneten Linien beträgt im Ortsraum $g = 19 \cdot 0.5\sqrt{2}a_{Cu} = 48.50\text{\AA}$ ($[1\bar{1}0]$ -Richtung) und $g = 8 \cdot a_{Cu} = 28.88\text{\AA}$ ($[001]$ -Richtung).

Überstruktur hin, wobei n etwa 20 entspricht. Die Helium-Beugungsspektren dieser Oberfläche sind in Abb. 5.8 dargestellt. Die Positionen der Reflexe lassen sich wie im Falle des Phase (I)-Oxides durch ein äquidistantes Gitter darstellen: Es paßt eine (19×8) -Überstruktur in Bezug auf die Cu(110)-Fläche, allerdings ist auch eine (17×8) -Überstruktur nicht auszuschließen. Ein Gitter, passend zu einer (19×8) -Überstruktur, ist in Abb. 5.8 eingezeichnet.

Die Reproduzierbarkeit der Helium-Beugungsspektren des Phase (II)-Oxides war nicht immer gewährleistet. Obwohl mehrere Phase (II)-Oxide in gleicher Weise präpariert wurden, zeigten die zu verschiedenen Zeiten hergestellten Oberflächen unterschiedliche Strukturen. Neben den Spektren in Abb. 5.8 wurden z.B. auch Spektren, wie in Abb. 6.4 (Kurven (5)) und Abb. 6.11 (a und b) dargestellt, beobachtet. Diese Spektren beschreiben allerdings alle in etwa die gleiche Überstruktur. Nur fehlen mitunter in einem Spektrum einige der erwarteten Reflexe, sie sind dagegen in einem anderen wiederum sichtbar. Sind Reflexe sichtbar, so entsprechen ihre Positionen immer der (19×8) - bzw. der (17×8) -Überstruktur. Eine mögliche Erklärung für dieses Phänomen könnte

sein, daß sich nicht nur eine einzige Struktur auf der Oberfläche bildet, sondern daß möglicherweise eine Mischung aus leicht modifizierten Strukturen entsteht, nachdem die Probe auf 1020 K angelassen wird.

Zum Schluß sei bemerkt, daß beide Oxide, Phase (I) und Phase (II), sehr gut geordnet sind. Zwar ist die Intensität des gespiegelten Reflexes nicht so hoch wie im Fall des glatten Fe-Films oder gar der Cu(110)-Fläche. (Sie beträgt für beide Oxide gerade mal ca. 1% der Intensität der reinen Cu(110)-Oberfläche.) Dennoch weist die Halbwertsbreite der gespiegelten Reflexe ($\Delta q_{//} \approx 0.04 \text{ \AA}^{-1}$) auf kohärent streuende Terrassenflächen mit einer durchschnittlichen Breite von etwa 160 Å hin ($2\pi/\Delta q$). (Dabei wurde die instrumentelle Verbreiterung durch die TEAS-Apparatur nicht berücksichtigt. Das heißt, daß die kohärent streuende Fläche eigentlich etwas größer ist, 160 Å also nur einen unteren Wert darstellt.) Die vergleichsweise geringe Intensität des gespiegelten Reflexes liegt wahrscheinlich nicht in der diffusen Streuung begründet, sondern in der Vielzahl der Beugungsreflexe, deren Intensitäten natürlich dem (0,0)-Reflex fehlen.

5.3 Diskussion und Zusammenfassung

Die vorgestellten Experimente haben gezeigt, daß auf Cu(110) ein wohlgeordneter Eisenoxidfilm mit atomar glatter Oberfläche präpariert werden kann. Zuerst wird ein γ -Fe(110)-Film präpariert. Dieser Film wird bei 130 K oxidiert. Es bildet sich ein ungeordnetes Fe_2O_3 , wobei ein verbleibender ultradünner, vergrabener Fe-Film unter dem Fe_2O_3 nicht ausgeschlossen werden kann. Durch Anlassen ordnet sich das Fe_2O_3 ab einer Temperatur von ca. 400 K, aber mit der hier verwendeten Heizrate (20 K/min) mußte der Film auf mindestens 550-600 K erhitzt werden, um die Ordnung zu optimieren. In etwa demselben Temperaturbereich beginnt bereits die schrittweise Reduktion des Fe_2O_3 , vermutlich durch den verborgenen Fe-Film an der Grenzfläche zwischen den beiden Filmen. Ein Einfluß auf die Oberflächenstruktur wird dabei bis etwa 720 K nicht beobachtet, vorausgesetzt die Heizrate ist hoch (20 K/min) und der Film wird sofort nach Erreichen dieser Temperatur abgekühlt. Oberhalb 700 K wird zusätzlich zu der schrittweisen Reduktion des Fe_2O_3 ein allmähliches Verschwinden des Oxides von der Oberfläche beobachtet. Zwischen 950 und 1100 K existiert eine weitere stabile Oxid-Phase auf dem Cu-Substrat. Wahrscheinlich setzt sich die bei 550 K einsetzende Reduktion des Fe_2O_3 fort, und bei 1020 K liegt schließlich ein FeO vor. Die LEED-Bilder dieses Phase (II)-Oxides (Abb. 5.7 (b) und (d)) stimmen qualitativ mit LEED-Bildern von Yagasaki et al. [111] überein, welche nach Anlassen eines bei Raumtemperatur oxidierten Fe(1 ML)/Cu(110)-Films auf 830 K beobachtet wurden. Das dabei entstandene Oxid wurde von den Autoren mittels XPS als FeO identifiziert.

Weitere Informationen über die beiden Oxidphasen können aus den Strukturuntersuchungen gewonnen werden. LEED und TEAS Messungen des Phase (I)-Oxides, aufgenommen nach Anlassen der Probe auf 720 K, zeigen eine (21×6) -Überstruktur zum Cu(110)-Substrat. Diese Überstruktur kann als das Ergebnis einer Koinzidenz eines hexagonalen Fe_2O_3 -Gitters mit dem Gitter der Cu(110)-Oberfläche bzw. mit dem Gitter des vergrabenen Fe(110)-Films interpretiert werden. Da diese Überstruktur auch mit TEAS beobachtet wird und da Heliumatome an der äußersten Atomlage gestreut werden, muß die Oberfläche selbst diese Überstruktur aufweisen. Offenbar „drückt“ sich die Struktur des Substrates durch den Oxidfilm durch.

Abb. 5.9 (a) zeigt ein Modell der Oberflächenstruktur der Oxid-Phase (I), welches die gefundenen Meßdaten erklärt. Es zeigt eine Illustration der Oberfläche in stark vereinfachter Form. Die Sauerstoffatome (schwarze Punkte) sind so eingezeichnet, daß sie eine nahezu hexagonale Einheitszelle bilden. Für Fe_2O_3 erwartet man zwischen ihnen einen Abstand von 2.92 \AA . Bei FeO sollte der Abstand 3.04 \AA und bei Fe_3O_4 2.97 \AA betragen [111, 114–116] (siehe auch Abschn. A.3). Dabei weiß man aus dem LEED-Bild (Abb. 5.5(b)) ungefähr wie

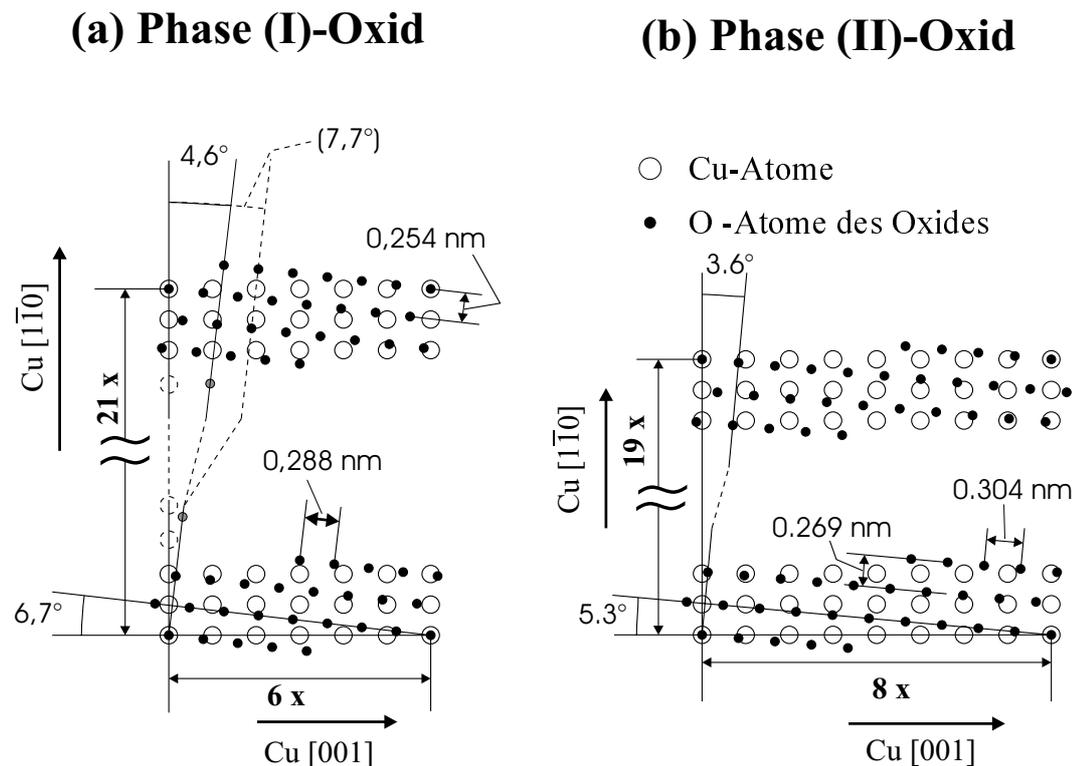


Abbildung 5.9: Strukturvorschläge für das Phase (I)-Oxid (a) und das Phase (II)-Oxid (b). Dabei entsteht aus der Koinzidenz der hexagonalen Oxidgitter (schwarze Punkte) mit den Gittern des Cu(110)-Substrates (offene Kreise) eine (a) (21×6) - bzw. (b) (19×8) -Überstruktur in Bezug auf die Cu(110)-Fläche.

diese Hexagone positioniert sind, nämlich mit der Verbindungslinie zwischen zwei Ecken nahezu parallel zur Cu[001]-Richtung (Verdrehung des reziproken Hexagons aus Abb. 5.5 (b) um 90° ; Vergleiche dazu auch Abb. A.2 (e) und (f)). Eine Verdrehung gegen diese Achse kann nur minimal sein, da im LEED-Bild nichts davon beobachtet wird. Die genaue Gitterkonstante des Oxides läßt sich allerdings weder aus dem LEED-Bild noch aus den TEAS-Messungen bestimmen, da die hexagonale „Einhüllende“ viel zu breite Reflexe aufweist. Aus den AES-Messungen weiß man jedoch, daß es sich bei der Oxid-Phase (I) um ein Fe_2O_3 handelt (siehe Abschn. 5.2.1). Die Gitterkonstante sollte folglich in der Nähe von 2.92 \AA liegen. Die Sauerstoffhexagone sind nun so auf dem Cu-Substrat positioniert, daß sich in Cu-[$1\bar{1}0$]-Richtung genau jedes einundzwanzigste Kupferatom und in Cu-[001]-Richtung jedes sechste Kupferatom exakt unter einem Sauerstoffatom befindet. Dadurch entsteht eine Korrugation der Oberfläche mit einer Gitterkonstanten von $21 \times a_{Cu[110]} = 21 \times 2.55 \text{ \AA} = 53.61 \text{ \AA}$ in Cu-[$1\bar{1}0$]-Richtung und $6 \times a_{Cu[001]} = 6 \times 3.61 \text{ \AA} = 21.66 \text{ \AA}$ in [001]-Richtung. Es ergibt sich eine (21 x 6)-Überstruktur zur Cu(110)-Fläche. Bei dieser Anordnung können die Sauerstoffhexagone nicht exakt auf die Cu-Fläche passen. Sie passen exakt, wenn man annimmt, daß sie leicht verdreht und zudem leicht verzerrt sind. Sie müssen z.B. 4.6° gegen die Cu[$1\bar{1}0$]-Richtung und 6.7° gegen die Cu[001]-Richtung verdreht vorliegen. Dann entsprechen die Gitterkonstanten 2.96 und 2.88 \AA , stimmen also bis auf 0.7% bzw. 2% mit dem erwarteten Literaturwert (2.92 \AA) überein. Eine solche Konfiguration der Sauerstoffatome ist in Abb. 5.9 (a) eingezeichnet. Auch passen würde ein um 7.7° gegenüber der Cu[$1\bar{1}0$]-Richtung verdrehtes, leicht verzerrtes Gitter. In diesem Fall würden die Abstände zwischen den Sauerstoffatomen 2.91 \AA und 3.09 \AA betragen.

Nach Anlassen der Probe auf 1020 K wird mit LEED und TEAS eine (n x 8)-Überstruktur beobachtet, wobei n entweder 17 oder 19 ist. Wird n=19 angenommen (eingezeichnet in Abb. 5.9 (b)), können die Beugungsbilder in Abb. 5.7 und 5.8 durch Koinzidenz eines hexagonalen Sauerstoffgitters mit einem Cu(110)-Gitter erklärt werden, wobei das Sauerstoffgitter um 3.6° gegen die Cu[$1\bar{1}0$]-Richtung und um 5.3° gegen die Cu[001]-Richtung verdreht ist. Die Gitterkonstante des Sauerstoffgitters beträgt dann, nahezu parallel zur [001]-Richtung, 3.04 \AA und in den anderen Richtungen 3.05 und 3.13 \AA . Sie paßt also gut zu einem FeO (3.04 \AA). Unter der Annahme n=17 würde sich ein um 4° ([$1\bar{1}0$]-Richtung) und 8.1° ([001]-Richtung) verdrehtes hexagonales Sauerstoffgitter ergeben. Die Abstände zwischen den Sauerstoffatomen würden dann 3.03 , 3.06 und 3.14 \AA betragen. Auch sie sprächen also für die Existenz eines FeO .

Abschließend bleibt zu bemerken, daß die Modelle lediglich eine mögliche Erklärung der Meßdaten liefern. Sie wurden durch Ausprobieren verschiedener Koinzidenzmöglichkeiten gefunden. Es ist daher nicht auszuschließen, daß auch weitere Modelle die Oberflächenstruktur erklären könnten. Bei der Oxid-Phase (I) scheint es sich jedoch tatsächlich um ein Fe_2O_3 zu handeln. Nicht nur das Strukturmodell spricht dafür, sondern auch das AES-Spektrum dieses Oxides weist die für Fe_2O_3 charakteristischen AES-Übergänge bei 43 und 52 eV auf (siehe Abschn. 5.2.1). Das AES-Spektrum der Oxid-Phase (II) kann nicht eindeutig als charakteristisches Spektrum eines FeO -Films interpretiert werden. Möglicherweise liegt das an der geringen Dicke des Oxidfilms. Daher kann keinesfalls mit eindeutiger Sicherheit angenommen werden, daß es sich bei der Oxid-Phase (II) um ein FeO handelt. Um die Zusammensetzung des Phase (II) Oxides eindeutig festzulegen, wären z.B. XPS-Messungen oder EELS-Messungen notwendig, zwei Methoden, die in der vorliegenden Arbeit nicht zur Verfügung standen.

Kapitel 6

Wachstum von Fe und Co auf $Fe_2O_3/Cu(110)$

Wie im vorigen Abschnitt gezeigt wurde, ist es gelungen, dünne epitaktische Fe_2O_3 -Filme auf dem Cu(110) Substrat zu präparieren. In Verbindung mit weiteren magnetischen Schichten sind Fe_2O_3 -Schichten vielversprechende Materialien für die Anwendung in sog. „Spin-Valve“-Bauelementen [13–16, 102–105]. Ein wichtiger Aspekt solcher Bauelemente ist die thermische Stabilität. Die magnetische Charakterisierung der thermischen Stabilität von „Spin-Valve“-Bauelementen, bestehend aus Fe_2O_3 als antiferromagnetische Schicht in direktem Kontakt mit einer Kobalt- oder Eisenlegierungs-Schicht, hat gezeigt, daß ab etwa 500 K irreversible Schäden auftreten, welche das Bauelement zerstören [13–15]. Bei den beobachteten Schäden handelt es sich wahrscheinlich um die Vermischung der einzelnen Schichten untereinander.

Die in der vorliegenden Arbeit präparierten, atomar glatten Fe_2O_3 -Schichten auf Cu(110) bilden ein hervorragendes Modellsystem für die Studie von M/Fe_2O_3 -Multischichten, wobei mit M ferromagnetische Metallschichten, wie z.B. Fe oder Co, gemeint sind. Aufgrund der niedrigen Rauigkeit der hier präparierten Fe_2O_3 -Schicht kann erwartet werden, daß die Grenzfläche zwischen der Metallschicht und dem Fe_2O_3 auch glatt ist. Aus dem gleichen Grund sollte es möglich sein, geordnete Metallfilme aufzuwachsen. Dieser Umstand und die Tatsache, daß hier extrem dünne Filme untersucht werden, läßt hoffen, strukturelle Veränderungen an den Grenzflächen zwischen den Schichten (Interdiffusion einzelner Elemente zwischen den Schichten, Legierungsbildung, usw.) bereits im Anfangsstadium zu erkennen. Die folgenden Untersuchungen beschäftigen sich insbesondere mit der thermischen Stabilität dünner Fe/Fe_2O_3 - und Co/Fe_2O_3 -Doppelschichten. Dabei wird die Vermischung der Schichten mittels AES untersucht. LEED und TEAS dienen zur Charakterisierung der Oberflächenmorphologie.

6.1 Fe/ Fe_2O_3 -Multischichten auf Cu(110)

In der Literatur wurde bislang nur ein mäßiges Interesse an der Untersuchung heteroepitaktischer, dünner Fe/Fe_2O_3 -Multischichten gezeigt. Verschiedene Arbeiten beschäftigen sich zwar mit den Eigenschaften von Fe/Fe_2O_3 -Doppellagen, eine detaillierte Untersuchung der thermischen Stabilität ist hier aber nicht zu finden [117,118]. Allerdings beobachten Ichikawa und Mitarbeiter für ein Fe/Fe-Oxid Multischichtsystem, bestehend aus über 800 Doppelschichten Fe ($\approx 46\text{\AA}$) und $Fe-O$ ($\approx 4\text{\AA}$), welche durch „dc magnetron sputtering“ auf $TiMgNiO$ aufgebracht wurden, eine thermische Stabilität der Multilagenstruktur bis etwa 570 K [119].

In den folgenden Abschnitten 6.1.1 bis 6.2.3 wird über Experimente, durchgeführt an einem ultradünnen Fe-Film (4.5 ML α -Fe(001)) auf $Fe_2O_3/Cu(110)$, berichtet. Die Präparation dieses Doppelschichtsystems basiert auf der Präparation eines epitaktischen Fe_2O_3 auf Cu(110) (siehe Abschnitt 5): Zunächst wurden bei 130 K 5 ML Eisen auf dem Cu(110)-Substrat deponiert, anschließend auf 240 K angelassen (20 K/min), und erneut auf 130 K abgekühlt. Der so entstandene, atomar glatte γ -Fe(110)-Film wurde bei 130 K oxidiert (25 L O_2) und nachfolgend auf 720 K angelassen (20 K/min). Es entsteht ein wohlgeordneter $Fe_2O_3/Cu(110)$ -Film mit atomar glatter Oberfläche.

6.1.1 Fe-Wachstum auf $Fe_2O_3/Cu(110)$ bei 130 K

Nach sofortigem Abkühlen der Probe wurde bei 130 K Eisen auf dem $Fe_2O_3/Cu(110)$ deponiert. Dabei wurde das Wachstum mittels Messung der gespiegelten Heliumintensität verfolgt, wobei eine Heliumenergie von 24.4 meV benutzt wurde. Abb. 6.1(a) zeigt die gespiegelte Heliumintensität als Funktion der angebotenen Eisenmenge J (Anzahl Fe-Atome/nm²), bzw. als Funktion der Eisenbedeckung θ , angegeben in Monolagen α -Fe(001). Sie ist normiert auf die Intensität der reinen Fe_2O_3 -Fläche bei 130 K. Die Intensität fällt bereits unmittelbar nach dem Aufdampfbeginn ab. Es kann eine Exponentialfunktion an die Kurve angefügt werden. Eisen wächst folglich bei 130 K dreidimensional auf. Nach Bedampfung mit etwa 55 Atome/nm² (4.5 ML α -Fe) können keine geordneten LEED-Bilder oder TEAS-Spektren beobachtet werden. Die Oberfläche ist ungeordnet.

Um die chemische Zusammensetzung des Schichtsystems unmittelbar vor und nach der Deposition von Eisen zu analysieren, wurden AES-Messungen durchgeführt [24]. Abb. 6.1 (b) zeigt 3 AES-Spektren, aufgenommen in einem Energiebereich von 30 bis 70 eV. Spektrum (i) in Abb. 6.1 (b) wurde unmittelbar nach der Präparation des 5 ML dicken γ -Fe(110) Films auf Cu(110) aufgenom-

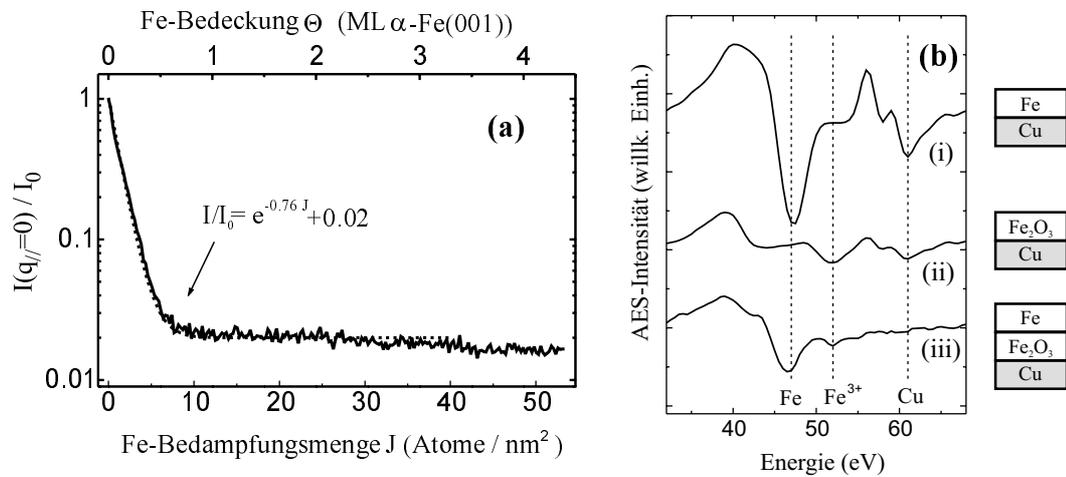


Abbildung 6.1: Fe-Wachstum auf $Fe_2O_3/Cu(110)$ bei 130 K untersucht mittels TEAS und AES. Abb. (a) zeigt die gespiegelte Heliumintensität ($E_{He} = 24.4\text{meV}$) als Funktion der Fe-Bedampfungsmenge J , bzw. als Funktion der Bedeckung Θ . Die Intensität ist normiert auf die Intensität einer reinen $Fe_2O_3/Cu(110)$ -Fläche. Abb. (b) zeigt AES-Spektren von (i) reinem Fe ($55\text{Atome}/\text{nm}^2$) auf $Cu(110)$, (ii) $Fe_2O_3/Cu(110)$ und (iii) Fe ($55\text{Atome}/\text{nm}^2$) auf $Fe_2O_3/Cu(110)$.

men. Dabei entspricht die zugegebene Eisenmenge J in etwa $55\text{Fe-Atome}/\text{nm}^2$. Nach Bildung des geordneten $Fe_2O_3/Cu(110)$ wurde Spektrum (ii) gemessen. Die Aufnahme des dritten Spektrums (Spektrum (iii)) erfolgte nach erneuter Deposition von Eisen bei 130 K (wieder $55\text{Atome}/\text{nm}^2$, bzw. $4.5\text{ML } \alpha\text{-Fe}$), diesmal jedoch auf dem $Fe_2O_3/Cu(110)$. Dazu sind in den Spektren die charakteristischen AES-Übergänge des metallischen Fe (47eV), des metallischen Cu (61eV) und des Fe^{3+} , welches bei der Existenz von Fe_2O_3 sichtbar wird, eingezeichnet (gestrichelte Linien).

Die beiden Spektren (i) und (ii), aufgenommen unmittelbar vor und nach der Präparation des Fe_2O_3 , wurden bereits in Abschnitt 5.1 beschrieben: Die reine Fe/Cu(110) Fläche zeigt die typischen AES-Übergänge des metallischen Fe und Cu bei 47 bzw. 61eV (Abb. 6.1 (b), Spektrum (i)). Nach Präparation des Fe_2O_3 verschwindet der AES-Übergang des metallischen Fe, dafür tauchen bei 43 und 52eV zwei Minima auf, welche auf die Existenz von Fe^{3+} (Fe_2O_3) hindeuten (Abb. 6.1(b), Spektrum (ii)). Zudem ist der AES-Übergang des Cu aufgrund der erhöhten Abschirmung durch das Fe-Oxid reduziert. Nach Fe-Deposition bei 130 K verändern sich die Spektren erneut (Abb. 6.1(b), Spektrum (iii)). Der AES-Übergang des Cu bei 61eV ist aufgrund der dicken Deckschicht von Fe_2O_3 und Fe vollständig verschwunden. Bei 52eV ist immer noch der AES-Übergang des Fe^{3+} sichtbar, jedoch ein wenig verkleinert. Der

Hauptunterschied von Spektrum (iii) gegenüber Spektrum (ii) besteht jedoch in dem erneuten Auftauchen des metallischen Fe-AES-Übergangs bei 47 eV, was bedeutet, daß ein metallischer Fe Film die Oberfläche bedeckt. Die Intensität dieses Übergangs ist um einen Faktor 2 kleiner als die vergleichbare Intensität des reinen Fe/Cu(110)-AES-Spektrums bei 47 eV (Spektrum (i)), obwohl in beiden Fällen jeweils die gleiche Menge an Fe aufgedampft wurde (55 Fe-Atome/nm^2). Eine mögliche Ursache könnte in einer bereits stattgefundenen Vermischung von Fe und Fe-Oxid an der Grenzfläche bei 130 K liegen. Wie der nächste Abschnitt zeigt, finden sich eindeutige Hinweise für eine solche Vermischung (vermutlich eine Redoxreaktion zwischen Fe und Fe_2O_3) bei Temperaturen zwischen 130 und 200 K.

6.1.2 Anlassen von Fe/ Fe_2O_3 /Cu(110)

Nach Deposition von Eisen bei 130 K (55 Fe-Atome/nm^2 , bzw. $4.5 \text{ ML } \alpha\text{-Fe}(001)$) wurde die Probe auf 1170 K geheizt (Heizrate 4 K/min). Dabei wurde die chemische Zusammensetzung der Oberfläche kontinuierlich mittels AES analysiert [24]. Abb. 6.2 zeigt 5 Spektren, aufgenommen bei 130 K (a) und nach Anlassen des Films auf 370 (b), 590 (c), 800 (d) und 1120 K (e). In Spektrum (a) spiegelt sich die schon im vorigen Abschnitt beschriebene Doppellagenstruktur von Fe auf Fe_2O_3 wieder: Es treten zwei AES-Übergänge bei 47 eV, charakteristisch für metallisches Eisen, und bei 52 eV, charakteristisch für Fe^{3+} (Fe_2O_3), auf. An der Grenzfläche liegt möglicherweise schon ein FeO oder ein Fe_3O_4 vor. Der in diesem Fall erwartete AES-Übergang von Fe^{2+} (FeO , Fe_3O_4) bei 46.5 eV ist nicht vom 47 eV Übergang des Fe zu unterscheiden. Der AES-Übergang des Kupfers (61 eV) ist aufgrund der vollständigen Abschirmung von Fe und Fe-Oxid nicht sichtbar.

Während des Anlassens können zwei Temperaturbereiche unterschieden werden. Bei Temperaturen unterhalb 600 K (Abb. 6.2 (a-c)) nimmt der AES-Übergang des metallischen Eisens (47 eV) mit steigender Temperatur stetig ab. Die Fe-Deckschicht wird dünner. Der AES-Übergang des Fe^{3+} (52 eV) bleibt dagegen nahezu konstant, eine geringfügige Abnahme könnte aber auch leicht durch den nahegelegenen Fe-Übergang bei 47 eV verdeckt sein. Kupfer diffundiert bis 600 K noch nicht an die Oberfläche, d.h. Fe und Fe-Oxid verweilen bis 600 K noch vollständig auf dem Kupfer-Substrat. Die beobachtete Abnahme der Fe-Deckschicht läßt sich daher nur durch eine Vermischung (Redoxreaktion) von Fe und Fe_2O_3 erklären.

Bei höheren Temperaturen ($600 \text{ K} < T < 1170 \text{ K}$) werden weitere Veränderungen der AES-Spektren beobachtet. Der AES-Übergang des Kupfers steigt stark an. Daraus kann man schließen, daß Fe (Diffusion) und Fe-Oxid (Dis-

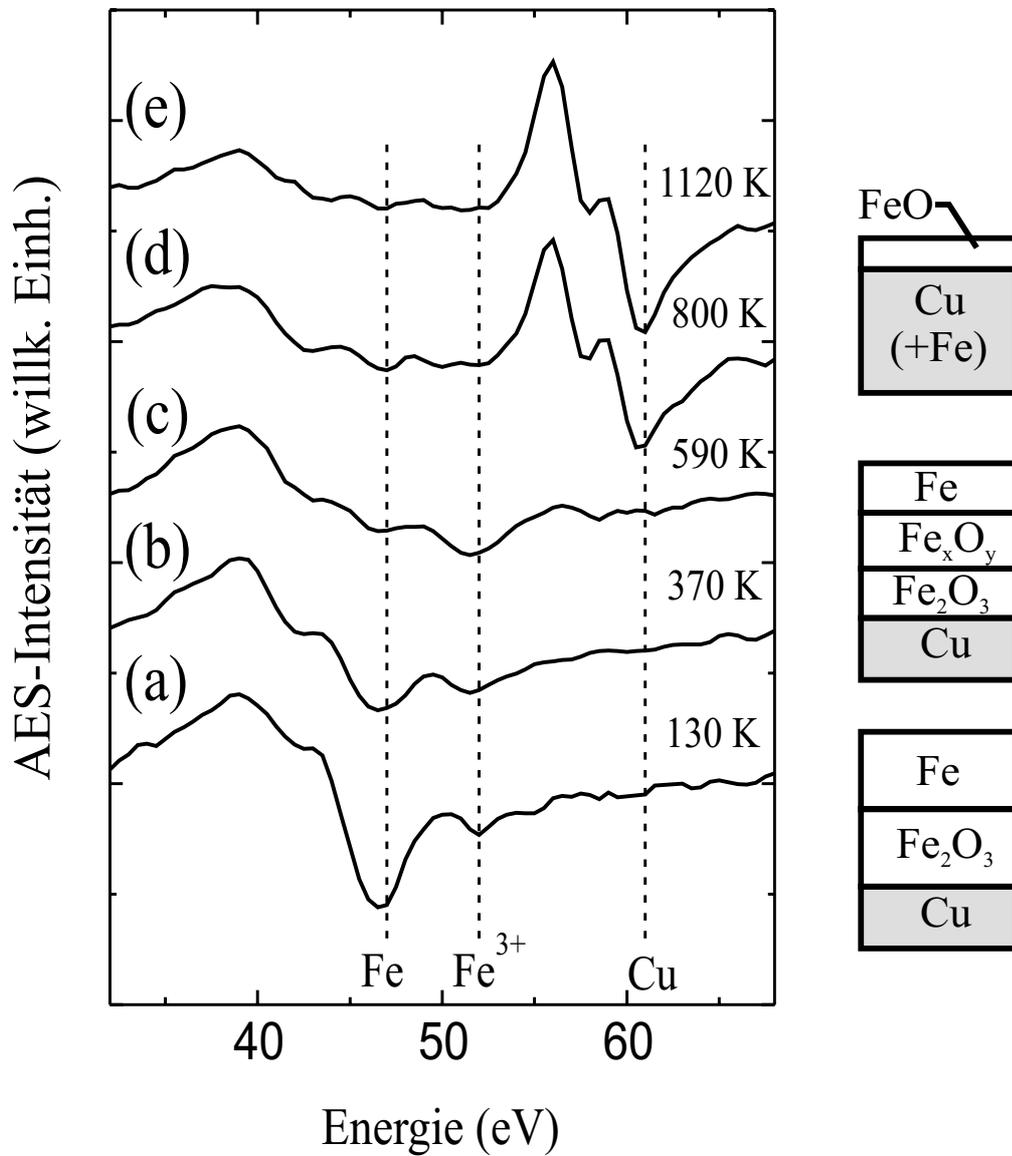


Abbildung 6.2: AES-Spektren von 4.5 ML α -Fe (55 Atome/nm²) deponiert auf Fe₂O₃/Cu(110) bei 130 K, gemessen bei 130 K (a) und nach Anlassen auf 370 K (b), 590 K (c), 800 K (d) und 1120 K (e). Die Heizrate betrug 4 K/min. Der rechte Teil der Abbildung zeigt die den jeweiligen Temperaturbereichen zugeordneten Modelle der Schichtsysteme.

soziation und Desorption des Sauerstoffs) von der Oberfläche verschwinden, wodurch das Kupfer weniger abgeschirmt wird. Allerdings verschwinden die AES-Übergänge des Fe und des Fe-Oxid nicht vollständig. Nach Anlassen auf Temperaturen über 800 K bleibt ein Maximum bei 39 eV übrig. Die AES-

Spektren in Abb. 6.2 (d) und (e) entsprechen ziemlich gut dem in Abschnitt 5.2 beobachteten Spektrum eines ultradünnen Phase (II)-Oxids (siehe Abb. 5.2 (c)). Anscheinend bildet sich bei Temperaturen oberhalb 600 K wieder das Phase (II)-Oxid, bei dem es sich wahrscheinlich um ein ultradünnes FeO handelt.

Abb. 6.3 (a) und (c) zeigen eine detaillierte Darstellung der AES-Intensitäten von Eisen (47 eV) und von Kupfer (61 eV) während des Anlassens der Probe von 130 auf 1100 K. Daneben ist auch der Verlauf der Intensität des 513 eV Sauerstoff-AES-Übergangs als Funktion der Probertemperatur aufgetragen (Abb. 6.3 (b)). Man beachte, daß es sich hier um Spitze-zu-Spitze Intensitäten handelt. Die Intensität des 47 eV AES-Übergangs wird aus der Differenz des Maximums (39 eV) und des Minimums (47 eV) im AES-Spektrum gebildet ($I(39\text{ eV}) - I(47\text{ eV})$). Als Konsequenz wird dieser Wert bei Temperaturen $T > 600\text{ K}$ nicht Null, obwohl wahrscheinlich sämtliches metallisches Fe verschwunden ist. Ursache dafür ist die Existenz des Maximums bei 39 eV, welches immer bei Anwesenheit von Eisen (Fe, Fe^{2+} und Fe^{3+}) beobachtet wird. Die Intensitäten in Abb. 6.3 (a) und (c) (Fe und Cu) sind auf ihren Endwert bei 1100 K normiert. Die Intensität des Sauerstoffs wurde auf das beobachtete Maximum bei 550 K normiert.

Der größte Effekt während des Anlassens liegt bei niedrigen Temperaturen ($130\text{ K} < T < 600\text{ K}$) in der kontinuierlichen Änderung der chemischen Zusammensetzung der Fe/Fe_2O_3 Doppelschicht: Die Intensität des 47 eV AES-Übergangs des metallischen Fe nimmt nahezu linear um einen Faktor 3 ab (Abb. 6.3 (a)). Die AES-Intensität des Sauerstoffs (Abb. 6.3 (b)) steigt dagegen an. Allerdings beträgt der Anstieg nur einen Faktor ≈ 1.4 und der Kurvenverlauf ist nicht linear. Bis etwa 350 K nimmt die AES-Intensität von Sauerstoff nur geringfügig zu und steigt zwischen 350 und 600 K auf ihren maximalen Wert bei 600 K an. Die AES-Intensität des Kupfers (Abb. 6.3 (c)) bleibt bis 600 K konstant. Folglich verweilen Fe und Fe-Oxid vollständig auf dem Cu-Substrat.

Ein solches Verhalten der AES-Übergänge kann durch eine stetige „Vermischung“ der Fe- und Fe_2O_3 -Schicht, beginnend bereits bei 130 K, erklärt werden. Wahrscheinlich handelt es sich bei dieser „Vermischung“ um eine Redoxreaktion zwischen Fe und Fe_2O_3 . Sie ist zwischen 130 und 350 K zunächst nur auf die unmittelbare Grenzschicht zwischen den Filmen beschränkt, denn eine nennenswerte Diffusion von Sauerstoff in Richtung Oberfläche wird in diesem Temperaturbereich nicht beobachtet. Oberhalb 350 K kommt es vermehrt zur Sauerstoffdiffusion in Richtung Oberfläche (Anstieg des AES-Signals von Sauerstoff zwischen 350 und 600 K, Abb. 6.3(b)), wobei die Sauerstoffatome zunehmend weniger abgeschirmt werden. Der Fe-Film wird schrittweise durch den aufsteigenden Sauerstoff oxidiert. Bei 600 K findet die Redoxreaktion

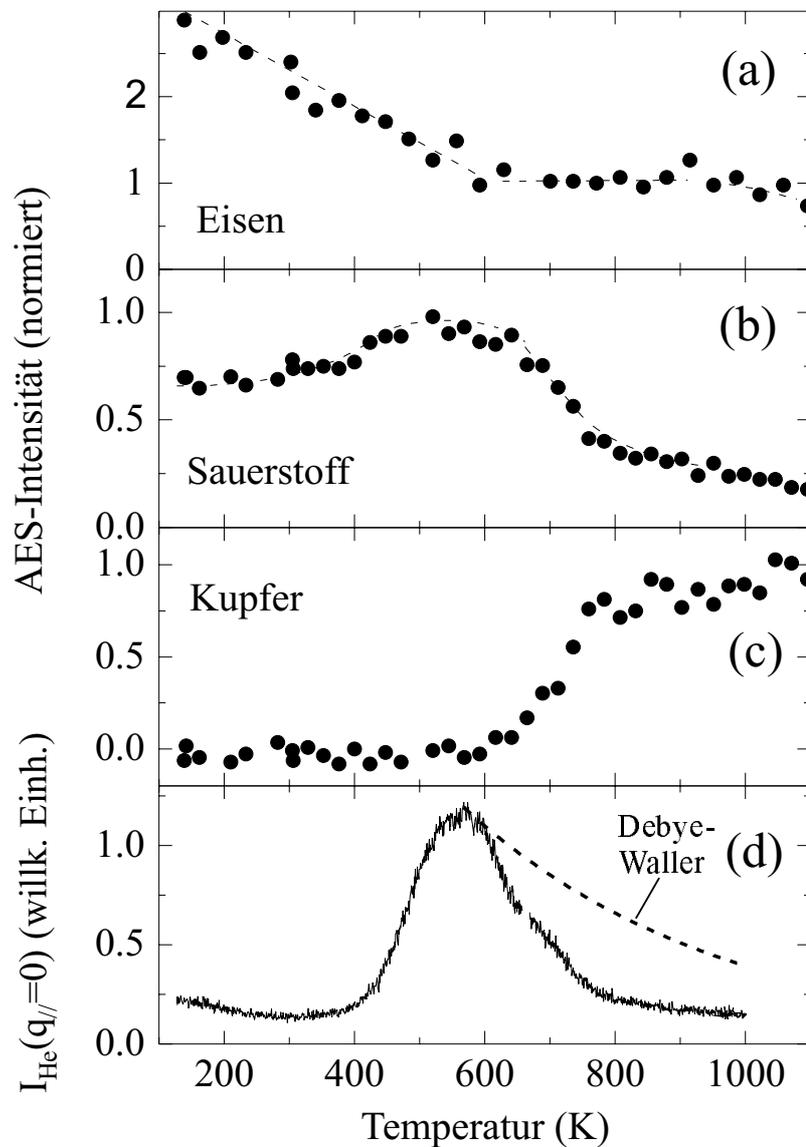


Abbildung 6.3: Untersuchung des Anlassens von 4.5 ML α -Fe (55 Atome/nm²), deponiert auf $Fe_2O_3/Cu(110)$ bei 130 K, mit AES und TEAS. Die AES-Messungen (a-c) zeigen die Spitze-zu-Spitze Intensitäten des 47 eV AES-Übergangs von metallischem Eisen ((a): I(39 eV)-I(47 eV)), des 513 eV AES-Übergangs von Sauerstoff ((b): I(507 eV)-I(513 eV)) und des 61 eV AES-Übergangs von Kupfer ((c): I(56 eV)-I(61 eV)) als Funktion der Proben temperatur. Die TEAS-Messung (d) zeigt die gespiegelte Heliumintensität während des Anlassens ($E_{He} = 24.4 meV$). Dabei markiert die gestrichelt Linie den Intensitätsabfall, der durch den Debye-Waller Effekt erwartet wird (siehe dazu auch Abschn. 2.1.4). Die Heizrate betrug 4 K/min im Fall der AES-Messungen und 20 K/min während der TEAS-Messung.

zwischen Fe und Fe_2O_3 ihr Ende, vermutlich ist kein metallisches Fe mehr vorhanden. Das AES-Signal des Sauerstoffs erreicht sein Maximum, das AES-Signal des Eisens sein Minimum. Dabei wird letzteres nicht Null, da der Wert des Maximums bei 39 eV (siehe auch Abb. 6.2 (d) und (e)) in den Wert der 47eV-AES-Intensität mit einfließt.

Oberhalb 600 K verschwindet die Fe/Fe_2O_3 -Doppelschicht, welche eigentlich schon ein mehr oder weniger homogener Fe_xO_y -Film zu sein scheint, allmählich von der Oberfläche. Der Sauerstoff desorbiert größtenteils (Abnahme des 513 eV AES-Signals oberhalb 600 K; Abb. 6.3(b)). Übrig bleibt nur der schon in Abschnitt 5.2 beobachtete ultradünne Fe-Oxid-Film (Phase (II) Oxid).

Während des Anlassens wurde auch die Oberflächenmorphologie untersucht. Dazu wurde der bei 130 K aufgedampfte Fe-Film angelassen und während des Heizens kontinuierlich mittels TEAS analysiert. Abb. 6.3 (d) zeigt die gespiegelte Heliumintensität als Funktion der Probertemperatur, aufgenommen mit einer Heliumenergie von 24.4 meV. Die Heizrate weicht aus experimentellen Gründen wieder um einen Faktor 5 von der Heizrate der AES-Messungen (4 K/min) ab. Sie betrug im Falle der TEAS-Messung 20 K/min.

Wie in Abb. 6.3 (d) zu erkennen ist, fällt die Intensität bei niedrigen Temperaturen ($130K < T < 350K$) leicht ab. Vermutlich handelt es sich hierbei um den Debye-Waller Effekt. Die Oberfläche bleibt bis etwa 350 K ungeordnet. Es können keine geordneten LEED-Bilder oder TEAS-Spektren beobachtet werden. Zwischen 350 und 600 K steigt die Intensität deutlich an. Die Oberfläche ordnet sich. Bei Temperaturen oberhalb 600 K fällt die Intensität erneut ab. Dieser Abfall kann zum Teil durch die Debye-Waller Abschwächung erklärt werden (gestrichelte Linie in Abb. 6.3 (d)). Wahrscheinlich hat aber auch die bei diesen Temperaturen stattfindende strukturelle Umordnung der Oberfläche einen Einfluß auf den Kurvenverlauf ($T > 600K$).

6.1.3 Oberflächenstruktur von $Fe/Fe_2O_3/Cu(110)$

Die Struktur der $Fe/Fe_2O_3/Cu(110)$ -Oberfläche wurde mit LEED und TEAS untersucht, nachdem sie auf 530, 730 und 1020 K angelassen wurde [24]. Dabei betrug die Heizrate 20 K/min. Die LEED-Messungen wurden bei 100 K, die TEAS-Messungen bei 130 K durchgeführt, um die Debye-Waller-Abschwächung der Reflexe so gering wie möglich zu halten. Abb. 6.4 zeigt Heliumbeugungsspektren, aufgenommen in Cu-[001]-Richtung (a) und Cu-[$1\bar{1}0$]-Richtung (b).

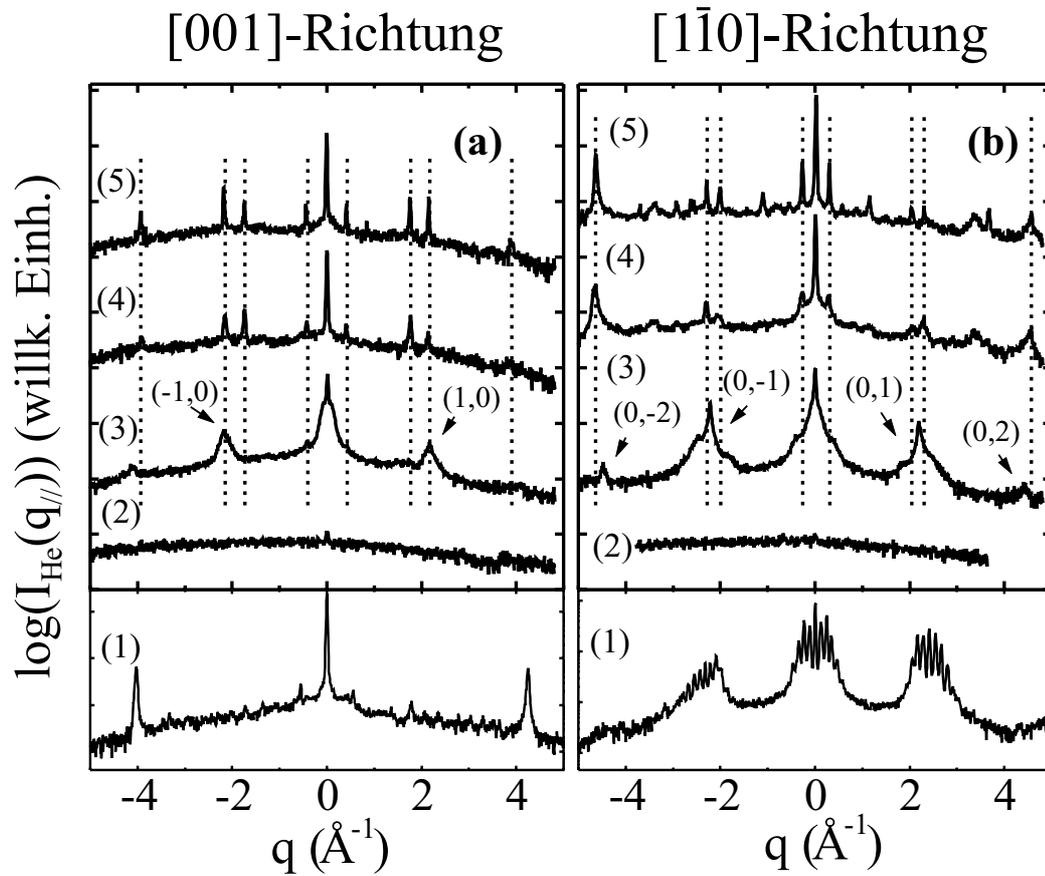


Abbildung 6.4: TEAS-Spektren in Cu-[001]-Richtung (a) und Cu-[110]-Richtung (b) von $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Cu}(110)$ (Kurven (1)) und von $\text{Fe}/\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Cu}(110)$ nach Anlassen auf 165 K (Kurven (2)), 530 K (Kurven (3)), 730 K (Kurven (4)) und 1020 K (Kurven (5)). Die He-Energie betrug 24.4 meV. Die Spektren wurden bei 130 K gemessen.

Dabei stammen die Spektren von $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Cu}(110)$ (Kurven (1)) und von $\text{Fe}/\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Cu}(110)$ nach Anlassen auf 165 K (Kurven (2)), 530 K (Kurven (3)), 730 K (Kurven (4)) und 1020 K (Kurven (5)). Dieselben Oberflächen wurden auch mit LEED untersucht. Abb. 6.5 (a) zeigt ein LEED-Bild von reinem $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Cu}(110)$. In Abb. 6.5 (b) und (c) sind Aufnahmen der $\text{Fe}/\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Cu}(110)$ -Fläche nach Anlassen auf 530 (b) bzw. 730 K (c) abgebildet. Als Vergleich dazu zeigt Abb. 6.5 (d) eine LEED-Aufnahme des ultradünnen Phase (II)-Oxides.

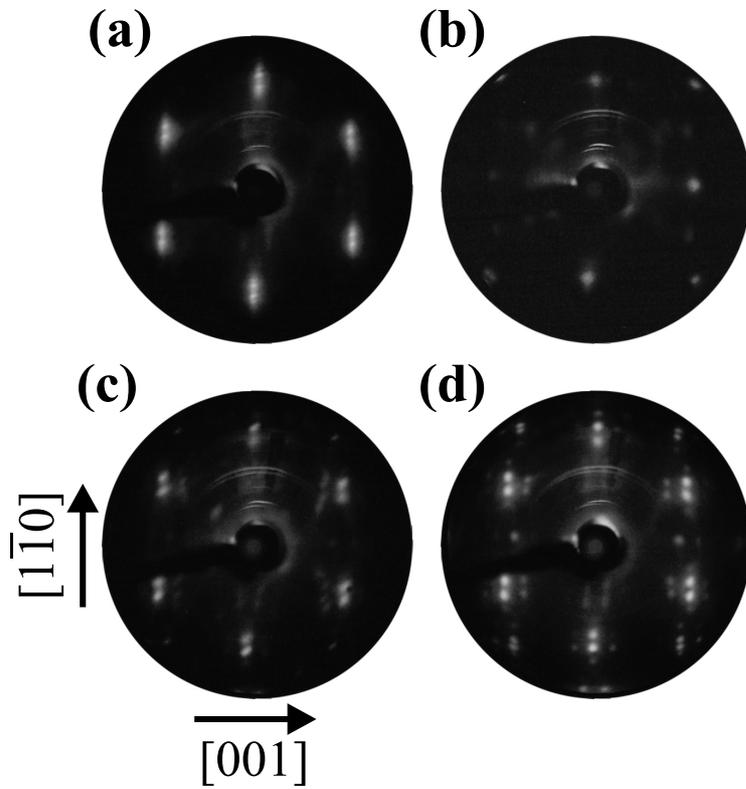


Abbildung 6.5: LEED-Bilder von $Fe_2O_3/Cu(110)$ (a) und von $Fe/Fe_2O_3/Cu(110)$ nach Anlassen auf 530 K (b) und 730 K (c). Zum Vergleich ist eine LEED-Aufnahme des Phase (II)-Oxides (d) abgebildet. Die LEED-Bilder wurden bei 100 K mit einer Elektronenenergie von 71 eV aufgenommen. Das LEED-Bild nach Anlassen von $Fe/Fe_2O_3/Cu(110)$ auf 1020 K (nicht abgebildet) ist identisch zum LEED-Bild nach Anlassen der Probe auf 730 K (c).

Die Heliumspektren in Abb. 6.4 (a) und (b), Kurven (1), und die LEED-Bilder in Abb. 6.5 (a) sind charakteristisch für $Fe_2O_3/Cu(110)$. Sie wurden bereits in Abschnitt 5.2 diskutiert und dienen hier nur als unmittelbarer Vergleich zu den Messungen an $Fe/Fe_2O_3/Cu(110)$. Nach Deposition von 4.5 ML α -Fe auf $Fe_2O_3/Cu(110)$ und anschließendem Anlassen auf 165 K werden keine Heliumbeugungsspektren beobachtet (Abb. 6.4 (a) und (b), Kurven (2)). Ebenso konnten bis etwa 400 K keine geordneten LEED-Bilder beobachtet werden. Die Oberfläche ist bei diesen Temperaturen ungeordnet.

Nach Anlassen auf Temperaturen oberhalb 400 K ordnet sich die Oberfläche. Die Kurven (3) in Abb. 6.4 (a) und (b) zeigen Heliumbeugungsspektren nach Anlassen der Probe auf 530 K. In Cu-[001]-Richtung werden breite Beugungsre-

flexe bei $q_{//} = 0$ und $\pm(2.18 \pm 0.03) \text{ \AA}^{-1}$ beobachtet (Abb. 6.4(a), Kurve (3)). In Cu-[1 $\bar{1}$ 0]-Richtung finden sich Beugungsreflexe bei -4.47 ± 0.05 , -2.22 ± 0.05 , 0 ± 0.01 , 2.19 ± 0.03 und $4.42 \pm 0.05 \text{ \AA}^{-1}$ (Abb. 6.4(b), Kurve (3)). Alle Reflexe passen sehr gut zu den Beugungsreflexen erster und zweiter Ordnung, welche für eine bcc α -Fe(001)-Oberfläche erwartet werden (siehe dazu auch Abschnitt A.1.1). Aus den Positionen der Reflexe läßt sich eine Gitterkonstante $a^* = 2.20 \pm 0.02 \text{ \AA}^{-1}$ im reziproken Raum bestimmen, welche im Ortsraum einer Gitterkonstanten a von $2.86 \pm 0.03 \text{ \AA}$ entspricht. Für die (001)-Oberfläche von bcc α -Fe wird eine Gitterkonstante von 2.87 \AA erwartet [43,60]. Die gemessene Gitterkonstante stimmt also sehr gut mit dem Literaturwert überein. Neben der Struktur kann mittels TEAS auch die Ordnung der Oberfläche charakterisiert werden. Die Halbwertsbreite des (0,0)-Reflexes Δq beträgt $\approx 0.05 \text{ \AA}^{-1}$ in beide Richtungen. Aus ihr läßt sich die mittlere Breite der kohärent streuenden Terrassenoberflächen abschätzen. Sie hat einen Wert von etwa 120 \AA ($\approx 2\pi/\Delta q$). (Dabei wurde die instrumentelle Verbreiterung durch die TEAS-Apparatur nicht berücksichtigt. Das heißt, daß die kohärent streuende Fläche eigentlich etwas größer ist, 120 \AA also nur einen unteren Wert darstellt (siehe auch Abschnitt 3.2.1).)

Die LEED-Bilder dieser Oberfläche stimmen ebenfalls mit der Existenz einer α -Fe(001)-Oberfläche überein. Das LEED-Bild in (Abb. 6.5(b)), aufgenommen nach Anlassen von Fe/Fe₂O₃/Cu(110) auf 530 K, zeigt ein quadratisches Beugungsmuster. Durch Vergleich der Reflexpositionen mit der Referenzaufnahme einer Cu(110)-Oberfläche läßt sich eine Gitterkonstante von $2.19 \pm 0.03 \text{ \AA}^{-1}$ abschätzen. Im Ortsraum ergibt sich folglich eine Gitterkonstante von $2.87 \pm 0.04 \text{ \AA}$, welche sehr gut der Gitterkonstanten von α -Fe(001) (2.87 \AA) entspricht.

Bei genauer Betrachtung des LEED-Bildes in Abb. 6.5 (b) und der Heliumbeugungsspektren (Kurven (3) in 6.4 (a) und (b)) stellt man fest, daß neben den Beugungsreflexen der α -Fe(001)-Oberfläche noch weitere Reflexe existieren. Im LEED-Bild sind diese Reflexe viel zu schwach um analysiert zu werden, dafür sind sie in den Heliumbeugungsspektren eindeutig sichtbar: Die Beugungsreflexe nullter und erster Ordnung der α -Fe(001)-Oberfläche sind insbesondere in Cu-[1 $\bar{1}$ 0]-Richtung an ihren „Füßen“ stark verbreitert (Abb. 6.4(b), Kurve (3)). Es läßt sich erahnen, daß an diesen Stellen weitere Reflexe „versteckt“ sind. Verfolgt man die Positionen der zusätzlichen Beugungsreflexe zu höheren Temperaturen (entlang den gestrichelten Linien in Abb. 6.4(b)), so stellt man fest, daß die in den Kurven (3) beobachteten Anomalien zu Reflexpositionen der Hochtemperaturspektren (Kurven (4) und (5)) passen. Man kann daraus schließen, daß die bei 730 K beobachtete Umwandlung der Struktur bereits bei 530 K einsetzt.

Nach Anlassen der Probe auf 730 K kommt es zu einer Änderung der Heliumbeugungsspektren: Es treten mehrere neue Reflexe auf (Abb. 6.4(a) und (b), Kurven (4)). Nach Anlassen auf 1020 K bleiben die Reflexpositionen nahezu gleich (Kurven (5)), die Beugungsreflexe werden jedoch schärfer, und es können einige zusätzliche Reflexe beobachtet werden. Folglich setzt sich die nach Anlassen auf 730 K beobachtete strukturelle Umwandlung der Oberfläche bei weiterem Anlassen fort. Nach Anlassen auf 1020 K hat die Oberfläche die gleiche Struktur wie bei 730 K, allerdings besser ausgeprägt. Die LEED-Bilder, welche nach Anlassen auf 730 und 1020 K aufgenommen wurden, bestätigen dieses Szenario: Nach Anlassen der Probe auf 1020 K sind die beobachteten LEED-Bilder sogar identisch zum LEED-Bild der Probe, aufgenommen nach Anlassen auf 730 K. Es werden Beugungsmuster, wie in Abb. 6.5 (c) dargestellt, beobachtet. Die Struktur, welche sich nach Anlassen der Probe auf Temperaturen zwischen 730 K und 1020 K bildet, und deren Umwandlung bereits bei 530 K einzusetzen beginnt, kann eindeutig mit LEED identifiziert werden: Das LEED-Beugungsbild, aufgenommen nach Anlassen der Probe auf 730-1020 K (Abb. 6.5(c)), entspricht dem LEED Bild des Phase (II)-Oxides (Abb. 6.5(d)), aufgenommen nach Anlassen von $Fe_2O_3/Cu(110)$ auf 1020 K (siehe auch Abschn. 5.2). Folglich bildet sich dieses ultradünne Phase (II)-Oxid auch nach Anlassen von $Fe/Fe_2O_3/Cu(110)$.

Die Helium-Beugungsmessungen bestätigen dieses Szenario. Die Heliumspektren in Abb. 6.4 (a) und (b) (Kurven (4) und (5)) sind zwar nicht identisch mit den Spektren des Phase (II)-Oxides in Abb. 5.8 (a) und (b), sie lassen sich aber durch eine (19 x 8)-Überstruktur beschreiben. In der Tat waren die Spektren des Phase (II)-Oxides auch nicht immer reproduzierbar, sondern sie konnten auch Formen annehmen, wie sie in Abb. 6.4(a) und (b), bzw. in Abb. 6.11 (a) und (b), dargestellt sind. Ursache dafür könnte sein, daß das Phase (II)-Oxid in einer Mischung aus leicht unterschiedlichen Modifikationen vorliegt.

6.1.4 Diskussion und Zusammenfassung

Untersucht wurden die Oberflächenmorphologie und die thermische Stabilität dünner Fe/Fe_2O_3 -Doppelschichten auf Cu(110). Die Oberfläche, welche sich nach Deposition von Fe bei 130 K bildet, ist zunächst ungeordnet. Nach Anlassen auf Temperaturen oberhalb 400 K ordnet sie sich. Bis zu Temperaturen von 530 K wird eine wohlgeordnete bcc- α -Fe(001)-Oberfläche beobachtet.

Bereits bei 130 K finden sich Andeutungen für eine Redoxreaktion zwischen Fe- und der Fe_2O_3 -Schicht, welche bis 350 K vermutlich auf die Grenzfläche beschränkt bleibt. In der Tat legt die Beobachtung eines Fe-Films auf der Probenoberfläche bei Temperaturen von 530 K die Vermutung nahe, daß bis etwa

350 K die Doppelschicht-Struktur noch thermisch stabil ist. Oder anders ausgedrückt, fände bereits bei Temperaturen unterhalb 350 K eine totale Oxidation von Fe durch den Sauerstoff des Fe_2O_3 statt, so wäre es unwahrscheinlich bei Temperaturen von 530 K noch reines Eisen auf der Oberfläche vorzufinden.

Bei Temperaturen oberhalb 350 K beginnt Sauerstoff allmählich an die Oberfläche zu diffundieren. AES-Messungen zeigen einen verstärkten Anstieg des Sauerstoffsignals. Folglich beginnen Fe und Fe_2O_3 chemisch zu reagieren. Es kommt wahrscheinlich zu der Bildung einer mit zunehmender Temperatur schrittweise größer werdenden Fe_xO_y -Zwischenschicht zwischen dem Fe_2O_3 und dem verbleibenden metallischen Fe . Bei Temperaturen oberhalb 530 K ist die Redoxreaktion zwischen dem Fe und dem Fe_2O_3 nahezu beendet. Die Struktur der Filmoberfläche zeigt bei 530 K schon Ansätze des unmittelbar unter dem Fe-Film liegenden Phase (II)-Oxides. Oberhalb 600 K ändert sich die Oberfläche drastisch: Ein großer Teil des Eisens und des Sauerstoffs diffundiert und/oder desorbiert von der Oberfläche. Übrig bleibt nur ein ultradünner Oxidfilm des Phase (II)-Oxides, bei welchem es sich vermutlich um ein FeO handelt.

6.2 Co/Fe_2O_3 -Multischichten auf $Cu(110)$

Die Verwendung magnetischer Schichten aus Kobalt ist mindestens ebenso interessant wie die Verwendung von Eisen als magnetische Schicht für Schichtsysteme, basierend auf Fe_2O_3 . Dabei spielt auch hier die thermische Stabilität der Multilagenstruktur eine wichtige Rolle. In Bezug auf mögliche Anwendungen in magnetoelektronischen Bauelementen ist es wichtig, daß diese Schichten zumindest bei Raumtemperatur noch in einer Mehrlagenstruktur vorliegen. Im folgenden Abschnitt wird daher die thermische Stabilität eines Co/Fe_2O_3 -Doppelschichtsystems untersucht: Bei tiefen Temperaturen wird ein dünner Kobaltfilm auf $Fe_2O_3/Cu(110)$ präpariert und anschließend auf über 1100 K angelassen. Dabei wird die chemische Zusammensetzung der Oberfläche kontinuierlich mittels AES analysiert. Außerdem wird die Morphologie der Oberfläche detailliert untersucht, wobei TEAS und LEED zum Einsatz kommen.

6.2.1 Co-Wachstum auf $Fe_2O_3/Cu(110)$ bei 130 K

Als Basissystem für die Untersuchung von Co/Fe_2O_3 -Doppelschichten dient erneut das in Kapitel 5 beschriebene $Fe_2O_3/Cu(110)$ -Schichtsystem. Vor dem Aufdampfen von Co wurde daher zunächst ein atomar glattes Fe_2O_3 auf

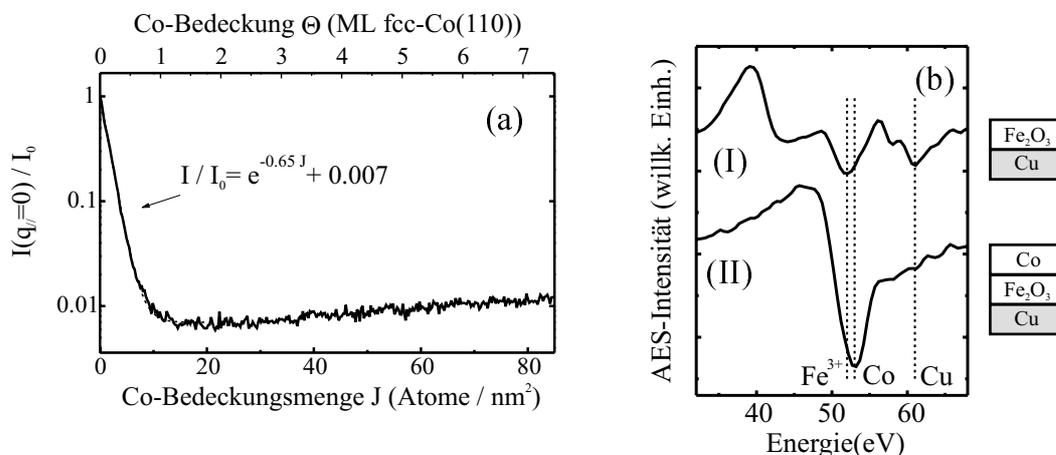


Abbildung 6.6: Co-Wachstum auf $Fe_2O_3/Cu(110)$ bei 130 K untersucht mittels TEAS und AES. Abb. (a) zeigt die gespiegelte Heliumintensität ($E_{He} = 24.4\text{meV}$) als Funktion der Fe-Bedampfungsmenge J bzw. als Funktion der Bedeckung Θ . Die Intensität ist normiert auf die Intensität einer reinen $Fe_2O_3/Cu(110)$ -Fläche. Abb. (b) zeigt AES-Spektren von $Fe_2O_3/Cu(110)$ (I) vor und (II) nach der Deposition von Co ($85\text{Atome}/\text{nm}^2$) auf dem $Fe_2O_3/Cu(110)$ -Substrat.

Cu(110) präpariert: Kupfer wurde bei 130 K mit 5 ML γ -Fe bedampft, anschließend auf 240 K angelassen (20 K/min), erneut auf 130 K abgekühlt und bei dieser Temperatur mit 25 L O_2 oxidiert. Das entstandene Oxid wurde auf 720 K angelassen (20 K/min) und sofort auf 130 K abgekühlt. Auf dem dadurch erzeugten wohlgeordneten $Fe_2O_3/Cu(110)$ wurde bei 130 K Kobalt deponiert. Abb. 6.6(a) zeigt die gespiegelte Heliumintensität, aufgenommen während des Depositionsvorgangs. Sie ist auf die Intensität I_0 zu Beginn des Wachstumsprozesses normiert, also auf die Intensität des reinen $Fe_2O_3/Cu(110)$ bei 130 K. Die Heliumenergie betrug 24.4 meV. Von Beginn an fällt die gespiegelte Heliumintensität während des Wachstums von Co rapide ab und steigt dann ab einer Bedeckung von 2 ML Co leicht an. Bis etwa 20 Co-Atome/ nm^2 kann eine Exponentialfunktion an den Kurvenverlauf angepaßt werden. Darüberhinaus bleibt die Intensität auf niedrigem Niveau. Trotz des leichten Anstiegs der Intensität ab 2 ML bleibt die Oberfläche über den gesamten Bedeckungsbereich ungeordnet. Nach Bedeckung mit 85 Co-Atome/ nm^2 (7.5 ML fcc-Co(110)) konnten keine Helium-Beugungsspektren oder LEED-Bilder von geordneten Oberflächen beobachtet werden.

Die chemische Zusammensetzung vor und nach der Deposition von Kobalt wurde mittels AES untersucht [25]. Abb. 6.6 (b) zeigt zwei AES-Spektren, aufgenommen in einem Energiebereich von 30-70 eV: Spektrum (I) wurde vor der Co-Deposition auf dem reinen Fe₂O₃/Cu(110) gemessen. Es zeigt die typischen AES-Übergänge des Fe³⁺ (Fe₂O₃) bei 52 eV und des metallischen Kupfers bei 61 eV. Spektrum (II) stammt von einer 7.5 ML (in Bezug auf fcc-Co(110)) dicken Kobaltschicht (85 Co-Atome/nm²) auf Fe₂O₃/Cu(110). Es wird eindeutig von dem AES-Übergang des Co bei 53 eV dominiert. Es scheint somit, daß hauptsächlich Kobalt auf der Oberfläche der Probe liegt. Allerdings überlagert der 53 eV Übergang des Kobalts den AES-Übergang des direkt daneben liegenden Fe³⁺ (52 eV). Eine detaillierte Beschreibung der chemischen Zusammensetzung der Oberfläche ist daher mittels des niederenergetischen AES-Bereichs nicht möglich.

6.2.2 Anlassen von Co/Fe₂O₃/Cu(110)

In den folgenden Anlaßexperimenten wurden die hochenergetischen AES-Übergänge des Kobalts (775 eV), des Sauerstoffs (513 eV), des Eisens (703 eV) und des Kupfers (920 eV) untersucht [25]. Dabei ist der AES-Übergang des Eisens (703 eV) charakteristisch für die Gesamtmenge an Eisen (Fe, Fe²⁺ und Fe³⁺) unabhängig von dessen Oxidationsstufe. Der AES-Übergang des Kobalts (775 eV) wird von einem weiteren Übergang überlagert, und zwar von dem AES-Übergang des Kupfers bei 776 eV [46]. Dessen Intensität beträgt jedoch im Mittel ein Zehntel der Intensität des 920 eV AES-Übergangs von Kupfer. Um die Überlagerung des 775 eV-Kobalt-AES-Übergangs und des 776 eV-Kupfer-AES-Übergangs zu korrigieren, wurde daher immer ein Zehntel der Intensität des 920 eV-AES-Übergangs (Cu) von der Intensität des 775 eV-AES-Übergangs (Co) abgezogen.

Abb.6.7 zeigt die AES-Intensitäten von Kobalt (a), Sauerstoff (b), Eisen (c) und Kupfer (d) während des Anlassens eines Co (85 Atome/nm²)/Fe₂O₃-Films auf Cu(110). Die Probe wurde bei 130 K präpariert und kontinuierlich auf 1100 K angelassen. Die Heizrate betrug 4 K/min. Lenkt man seine Aufmerksamkeit zunächst auf die Grenzfläche zwischen dem Cu-Substrat und der Co/Fe₂O₃-Doppelschicht, so fällt sofort auf, daß das AES-Signal von Kupfer bis zu einer Temperatur von etwa 600 K konstant bleibt (Abb. 6.7(d)). Kupfer verweilt folglich bis zu dieser Temperatur unter den Co/Fe₂O₃ Schichten, oder anders gesagt, Co und Fe₂O₃ bleiben bis 600 K stabil auf dem Substrat. Oberhalb 600 K steigt die AES-Intensität des Kupfers an, es diffundiert an die Oberfläche. Die Grenzfläche zwischen dem Co und dem Fe₂O₃ ist allerdings nur bis etwa 400 K stabil. Bis zu dieser Temperatur sind die AES-Intensitäten von

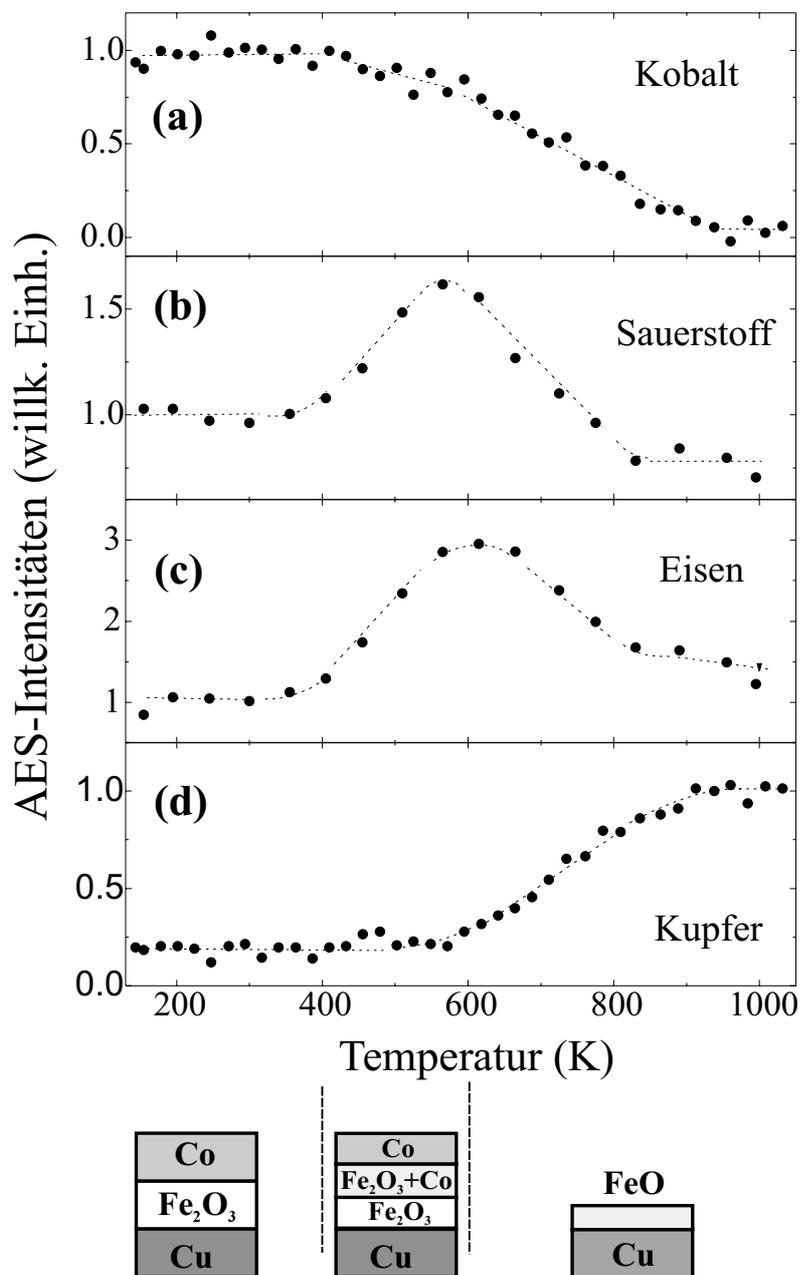


Abbildung 6.7: AES-Messungen, aufgenommen während des Anlassens von $Co/Fe_2O_3/Cu(110)$ von 130 auf 1050 K. Gezeigt werden der Verlauf der Spitze-zu-Spitze Intensitäten der AES-Übergänge von (a) Kobalt (I(768 eV)-I(775 eV)), (b) Sauerstoff (I(507 eV)-I(513 eV)), (c) Eisen (I(696 eV)-I(703 eV)) und (d) Kupfer (I(914 eV)-I(920 eV)). Die Heizrate betrug 4 K/min. Der untere Teil der Abbildung zeigt die den jeweiligen Temperaturbereichen zugeordneten Modelle der Schichtsysteme.

Kobalt, Eisen und Sauerstoff konstant (Abb.: 6.7 (a-c)). Es gibt keine Hinweise für eine Vermischung der Schichten unterhalb 400 K. Steigt die Temperatur jedoch über 400 K an, so kommt es zu einem Anstieg der AES-Intensität von Sauerstoff und Eisen (Abb. 6.7(b) und (c)) und gleichzeitig zu einem Abfall der AES-Intensität von Kobalt (Abb. 6.7 (a)). Dieses Verhalten kann als eine schrittweise Diffusion des Co in die Fe_2O_3 -Schicht gewertet werden. Da diese Vermischung an der Grenzfläche beginnt, bildet sich ab 400 K wahrscheinlich eine $(Fe_2O_3 + Co)$ -Zwischenschicht, die mit zunehmender Temperatur immer dicker wird. Bei 600 K steigen die AES-Signale von Eisen und Sauerstoff nicht weiter an. Die Vermischung erreicht ihr Maximum, vermutlich eine vollständige Vermischung beider Filme. Ab 600 K nimmt das Kobaltsignal weiter ab und kann bei 900 K nicht mehr detektiert werden. Möglicherweise diffundiert Kobalt oberhalb 600 K in den Cu -Kristall. Gleichzeitig verschwindet ein Teil des Eisenoxids von der Oberfläche, die AES-Signale von Eisen und Sauerstoff nehmen oberhalb 600 K deutlich ab. Wie im Falle von Fe_2O_3 bzw. Fe/Fe_2O_3 auf $Cu(110)$ (siehe Abschn. 5.2 und 6.1.2) bleibt allerdings bis etwa 1100 K ein nicht vernachlässigbarer Rest an Eisen und Sauerstoff auf der Probenoberfläche. Vermutlich handelt es sich wieder um ein ultradünnes FeO bzw. um das Phase (II)-Oxid.

Die Oberflächenmorphologie wurde während des Anlassens durch Messung der gespiegelten Heliumintensität verfolgt. Dazu wurde bei 130 K Kobalt (85 Atome/nm^2 , $7.5 \text{ ML fcc-Co}(110)$) auf $Fe_2O_3/Cu(110)$ deponiert und anschließend auf 1020 K angelassen. Die Heizrate betrug 20 K/min , ist also um einen Faktor 5 größer als bei den entsprechenden AES-Messungen. Abb. 6.8 zeigt die gespiegelte Heliumintensität als Funktion der Probertemperatur. Wie leicht zu erkennen ist, steigt die gespiegelte Heliumintensität ab einer Temperatur von 160 K leicht an, bleibt aber bis etwa 300 K auf niedrigem Niveau. Die Oberfläche bleibt bis zu dieser Temperatur ungeordnet. Nach Anlassen auf Temperaturen oberhalb 300 K steigt die Intensität an. Die Oberfläche ordnet sich. Sie erreicht ihre maximale Ordnung bei etwa 450 K, zu erkennen an dem beobachteten Maximum in der gespiegelten Heliumintensität. Damit ist die Oberfläche auch schon in dem Temperaturbereich sehr gut geordnet, bei welchem die Co/Fe_2O_3 Doppelschicht-Struktur noch thermisch stabil ist ($T < 400 \text{ K}$). Die Präparation einer thermisch stabilen Co/Fe_2O_3 -Doppelschicht mit geordneter Co -Oberfläche ist also verhältnismäßig einfach zu realisieren. Anlassen der Probe auf 400 K genügt. Nach Heizen oberhalb 450 K fällt die Heliumintensität in Abb. 6.8 rapide ab. Vermutlich liegt das zum großen Teil an der Umordnung der Oberfläche in ein Fe_2O_3 (siehe Abschn. 6.2.3), die Debye-Waller Abschwächung (gestrichelt eingezeichnet in Abb. 6.8) trägt jedoch sicherlich auch dazu bei. Oberhalb 450 K bleibt die Oberfläche geordnet, wie aus nachfolgenden Strukturuntersuchungen eindeutig entnommen werden kann.

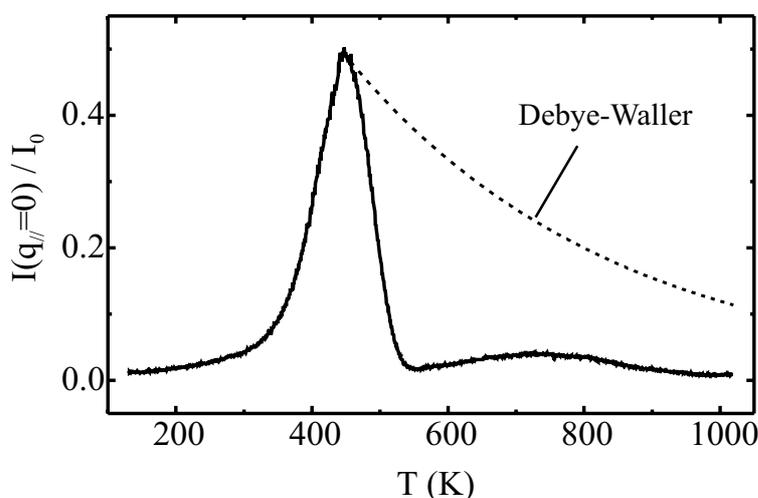


Abbildung 6.8: Gespiegelte Heliumintensität $I(q_{||} = 0)$ während des Anlassens von Co (85 Atome/nm², bzw. 7.5 ML fcc-Co(110)) auf $Fe_2O_3/Cu(110)$. Die Heliumenergie betrug 24.4 meV, die Heizrate 20 K/min. Die Intensität ist normiert auf die gespiegelte Intensität I_0 bei $T=130$ K. Die gestrichelte Linie markiert den Intensitätsabfall, der durch den Debye-Waller Effekt erwartet wird (siehe dazu Abschn. 2.1.4).

Bei 730 K tritt ein weiteres, diesmal jedoch sehr flaches Maximum auf. Wahrscheinlich liegt auch dies an der strukturellen Umwandlung der Probe bei hohen Temperaturen.

6.2.3 Oberflächenstruktur von Co/ $Fe_2O_3/Cu(110)$

Die Oberflächenstruktur wurde während des Anlassens mit TEAS und LEED untersucht [25]. Dazu wurde Kobalt (85 Atome/nm², bzw. 7.5 ML fcc-Co(110)) bei 130 K auf dem $Fe_2O_3/Cu(110)$ deponiert und anschließend angelassen. Abb. 6.9 zeigt TEAS-Spektren und LEED-Bilder, welche nach Anlassen auf eine Temperatur von 440 K beobachtet wurden. Die TEAS-Messungen in Abb. 6.9 (a) zeigen zwei Helium-Beugungsspektren, welche in Cu-[001]- und in Cu-[$\bar{1}\bar{1}0$]-Richtung aufgenommen wurden. In Cu-[$\bar{1}\bar{1}0$]-Richtung treten Beugungsreflexe bei $q_{||} = 0$ und bei $q_{||} = -4.99, -2.46, -1.74, -0.82, 0.83, 1.75 (\pm 0.04) \text{ \AA}^{-1}$ auf. Außerdem könnten bei etwa 2.45 und 4.95 \AA^{-1} Reflexe versteckt liegen. Diese sind jedoch zu schwach um deutlich vom Untergrund unterschieden zu werden. Ein Teil dieser Reflexe, gemessen in Cu-[$\bar{1}\bar{1}0$]-Richtung, nämlich diejenigen bei $q_{||} = 0, -0.82, 0.83, -2.46$ und -4.99 \AA^{-1} (markiert in Abb. 6.9(a) durch durchgezogene Linien) können als Beugungsreflexe nullter, erster, dritter und sechster Ordnung eines reziproken Gitters mit einer Gitterkonstanten von 0.83 \AA^{-1} (Mittelwert über alle 5 Reflexe) interpretiert werden. Im Ortsraum entspricht dies einer Gitterkonstanten von 7.57 \AA ($= \frac{2\pi}{0.83} \text{ \AA}$). Sie

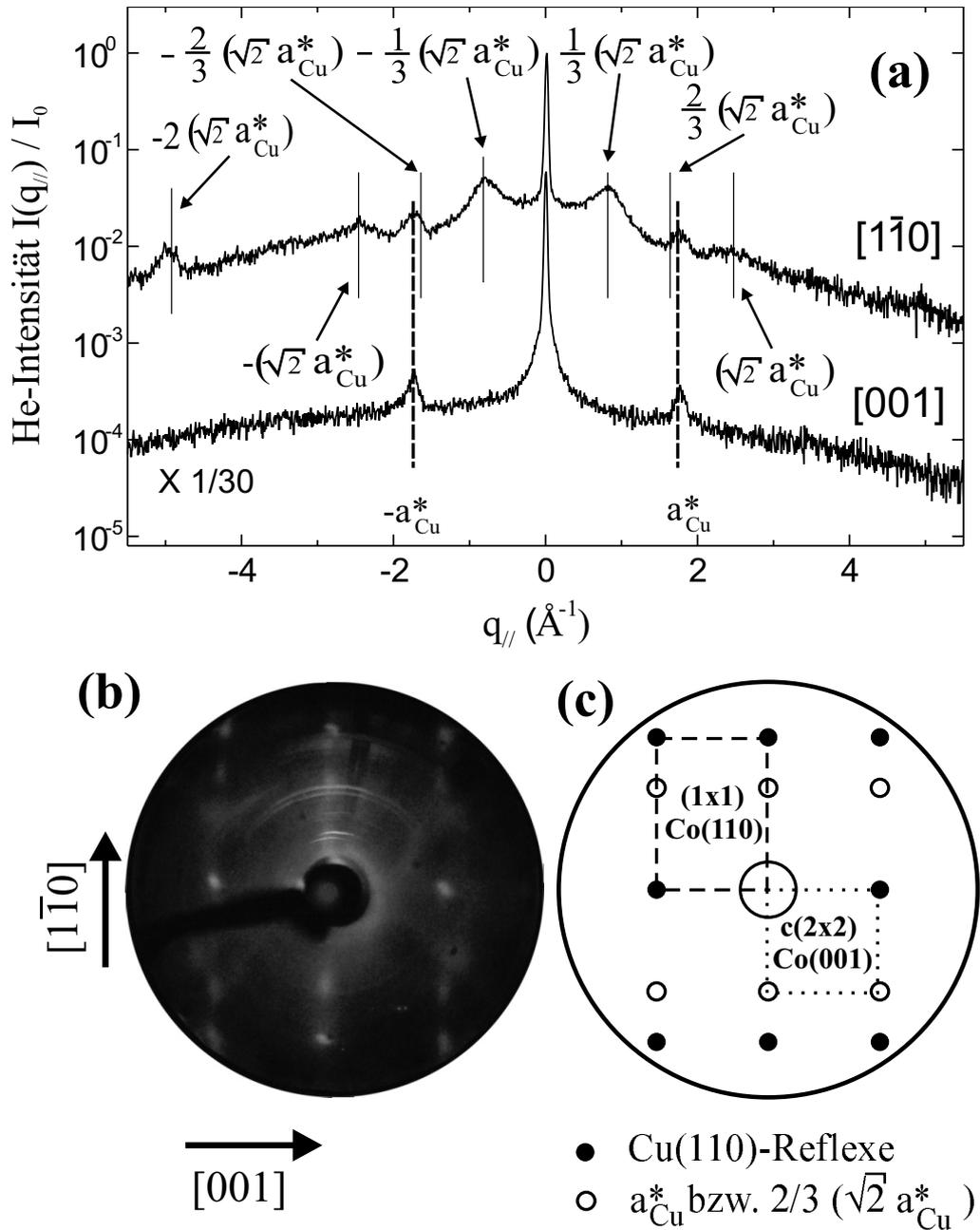


Abbildung 6.9: Struktur von Co (85 Atome/nm^2 , bzw. $7.5 \text{ ML fcc-Co}(110)$) deponiert auf $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Cu}(110)$ (130 K) nach Anlassen auf 440 K (20 K/min). Die TEAS-Messungen in Cu- $[1\bar{1}0]$ - und Cu $[001]$ -Richtung (a) wurden nach sofortigem Abkühlen der Probe auf 130 K durchgeführt. Die He-Energie betrug 24.4 meV . Beide Spektren sind auf den $(0,0)$ -Reflex in $[1\bar{1}0]$ -Richtung normiert, wobei unteres Spektrum um einen Faktor $1/30$ verschoben ist. Die LEED-Messung (b) erfolgte nach Abkühlen der Probe auf 100 K . Die Energie der verwendeten Elektronen betrug 67 eV . Abb. (c) zeigt eine Skizze der LEED-Aufnahme aus (b).

läßt sich durch ein Vielfaches der Gitterkonstanten von Co(110) darstellen: $7.57\text{\AA} = 3 \times 2.52\text{\AA} \approx 3 \times a_{Co-[1\bar{1}0]}$. In der Cu-[001]-Richtung treten Reflexe bei $q_{//} = 0$ und $\pm 1.77(\pm 0.01)\text{\AA}^{-1}$ auf. Diese können als Beugungsreflexe nullter und erster Ordnung interpretiert werden. Sie entsprechen im Ortsraum einem Gitterabstand von $3.55\text{\AA} \approx a_{Co-[001]} (= \frac{2\pi}{1.77}\text{\AA})$. Folglich kann dieser Teil der Beugungsreflexe in Abb. 6.9(a) durch die Existenz einer (3×1) rekonstruierten Co(110)-Oberfläche interpretiert werden (siehe dazu auch Abschn. A.2.1). Nicht vereinbaren mit dieser Interpretation lassen sich die bei $q_{//} = -1.74$ und $1.75 (\pm 0.04)\text{\AA}^{-1}$ in Cu-[$1\bar{1}0$]-Richtung beobachteten Beugungsreflexe. Sie entsprechen nämlich nicht den Beugungsreflexen zweiter Ordnung, welche für ein reziprokes Gitter mit einer Gitterkonstanten von 0.83\AA^{-1} erwartet werden, und welche bei $q_{//} = 1.66\text{\AA}^{-1}$ liegen sollten. Die beobachteten Beugungsreflexe liegen vielmehr auf nahezu dergleichen Position wie die Beugungsreflexe in Cu-[001]-Richtung. Sie lassen sich deshalb eher durch ein quadratisches Gitter mit einer Gitterkonstanten von etwa 1.76\AA^{-1} im reziproken Raum (markiert durch gestrichelte Linien in Abb. 6.9(a)) erklären. Sie entsprechen daher im Ortsraum einem quadratischen Gitter mit einer Gitterkonstanten von $3.57\text{\AA} (\frac{2\pi}{1.76}\text{\AA})$, und deuten somit auf die Existenz einer $c(2 \times 2)$ -rekonstruierten Co(001)-Oberfläche (siehe dazu auch Abschn. A.2.1) hin. Die TEAS-Spektren zeigen also die Koexistenz von zwei Strukturen, eine (3×1) -Rekonstruktion von fcc-Co(110) und eine $c(2 \times 2)$ -Rekonstruktion von fcc-Co(001). Zudem kann aus der Halbwertsbreite des gespiegelten Reflexes ($\approx 0.03\text{\AA}^{-1}$) die durchschnittliche Breite der kohärent streuenden Domänen auf etwa 209\AA abgeschätzt werden. (Dabei wurde die instrumentelle Verbreiterung durch die TEAS-Apparatur nicht berücksichtigt. Das heißt, daß die kohärent streuende Fläche eigentlich etwas größer ist.) Die Oberfläche des Kobalt-Films ist also ziemlich glatt.

Die LEED-Aufnahme dieser Oberfläche, aufgenommen nach Anlassen von $Co/Fe_2O_3/Cu(110)$ auf 440 K (Abb. 6.9 (b) und (c)) stimmt mit dieser Interpretation überein. Zum einen ist in Abb. 6.9 (b) ein rechteckiges Beugungsmuster sichtbar (dargestellt in Abb. 6.9 (c) durch schwarze Punkte). Ein Vergleich mit der Referenzaufnahme von reinem Cu(110) zeigt, daß diese Reflexe nahezu identisch mit den Cu(110)-Reflexen sind. Diese Reflexe könnten also von einer (110)-Oberfläche eines fcc Kobalts mit nahezu identischer Gitterkonstanten zu der des Kupfers stammen. In der Tat liegen die erwarteten Gitterkonstanten des fcc Kobalts und des Kupfers nur knapp 2% auseinander (Co: 3.54\AA , Cu: 3.61\AA [43, 60]). Es wäre aber auch möglich, und darauf deuten die TEAS-Messungen hin, daß die Co(110)-Oberfläche nicht unrekonstruiert, sondern in einer (3×1) -Rekonstruktion vorliegt. In diesem Fall entsprächen die Beugungsreflexe (schwarze Punkte in Abb. 6.9(c)) den Beugungsreflexen erster Ordnung in [001]-Richtung und den Beugungsreflexen dritter Ordnung in

$[1\bar{1}0]$ -Richtung. Für den Fall der (3×1) -Rekonstruktion wäre der Beugungsreflex erster Ordnung in $[1\bar{1}0]$ -Richtung nicht sichtbar und der Beugungsreflex zweiter Ordnung wäre unter Umständen durch die nachfolgend beschriebenen $c(2 \times 2)$ -Reflexe verdeckt. Neben den $Cu(110)$ -Reflexen (schwarze Punkte in Abb. 6.9 (c)) treten noch weitere Reflexe auf. Diese Reflexe (offene Kreise in Abb. 6.9 (c)) bilden zusammen mit einem Teil der $Co(110)$ -Reflexe ein quadratisches Beugungsgitter. Die Gitterkonstante entspricht dabei im Ortsraum etwa 3.61 \AA . Diese Reflexe lassen sich daher gut durch die Existenz einer $c(2 \times 2)$ -rekonstruierten $fcc-Co(001)$ -Oberfläche beschreiben. Abschließend läßt sich also bemerken, daß auch das LEED-Bild in Abb. 6.9 (b) auf die Existenz zweier Domänen hindeutet, nämlich auf eine $fcc-Co(110)$ -Oberfläche (bzw. eine (3×1) -rekonstruierte $fcc-Co(110)$ -Oberfläche) und eine $c(2 \times 2)$ -rekonstruierte $fcc-Co(001)$ -Oberfläche (siehe dazu auch Abschn. A.2.1).

Nach Anlassen der Probe auf 700 K ändert sich die Struktur der Oberfläche drastisch. Allerdings sind die nach Anlassen auf 700 K entstandenen Helium-Beugungsspektren sehr ähnlich zu Spektren der reinen $Fe_2O_3/Cu(110)$ -Oberfläche. Abb. 6.10(a) und (b) zeigen jeweils ein Spektrum von $Co/Fe_2O_3/Cu(110)$ nach Anlassen auf 700 K zusammen mit den entsprechenden Spektren von $Fe_2O_3/Cu(110)$. Dabei werden in Abb. (a) Spektren, aufgenommen in $[001]$ -Richtung, und in Abb. (b) Spektren, aufgenommen in $[1\bar{1}0]$ -Richtung, vorgestellt. In der $[001]$ -Richtung sind sämtliche Beugungsreflexe des Fe_2O_3 -Spektrums, bis auf den Reflex bei $q_{//} = 0.55 \text{ \AA}^{-1}$, auch im Spektrum des Co/Fe_2O_3 vorhanden (Abb. 6.10(a)). Auch in der $[1\bar{1}0]$ -Richtung gleichen sich beide Spektren sehr (Abb. 6.10 (b)): Auf beiden Oberflächen sind in der näheren Umgebung von $q_{//} = 0 \text{ \AA}^{-1}$ und $q_{//} = \pm 2.4 \text{ \AA}^{-1}$ breite „Ketten“ einzelner Beugungsreflexe sichtbar, welche nahezu exakt auf identischen Positionen liegen. Einziger Unterschied in den Spektren in Abb. 6.10 (b) sind zusätzliche Reflexe im Spektrum der Co/Fe_2O_3 -Doppelschicht, welche bei $q_{//} = \pm 1.24 \text{ \AA}^{-1}$ und $\pm 3.73 \text{ \AA}^{-1}$ beobachtet werden und welche im Fe_2O_3 -Spektrum nicht vorhanden sind. Die Positionen dieser Reflexe sind durch gestrichelte Linien in Abb. 6.10 (b) gekennzeichnet. Sie können als Beugungsreflexe erster und dritter Ordnung eines reziproken Gitters mit einer Gitterkonstanten von 1.24 \AA^{-1} betrachtet werden, welches im Ortsraum einem Abstand von $5.06 \text{ \AA} \approx 2 \cdot a_{Co-[110]}$ entspricht. Die Struktur läßt sich damit als das Ergebnis einer (2×1) -rekonstruierten $fcc-Co(110)$ -Oberfläche interpretieren. Folglich ist der Co/Fe_2O_3 -Film nach Anlassen auf 700 K noch nicht vollständig vermischt. Es befinden sich einzelne Domänen von Fe_2O_3 und auch von $fcc-Co(110)$ auf der Oberfläche.

Mit LEED wird für $Co/Fe_2O_3/Cu(110)$ nach Anlassen auf 700 K (Abb. 6.10(d)) nahezu das gleiche Beugungsbild gefunden wie für $Fe_2O_3/Cu(110)$ (Abb. 6.10 (c)). Möglicherweise sind die $fcc-Co(110)$ -Domänen im LEED-Bild (Abb. 6.10 (d)) nicht zu beobachten, wahrscheinlicher ist jedoch, daß die Reflexe nur viel zu schwach sind, um im LEED-Bild deutlich sichtbar aufgelöst zu werden.

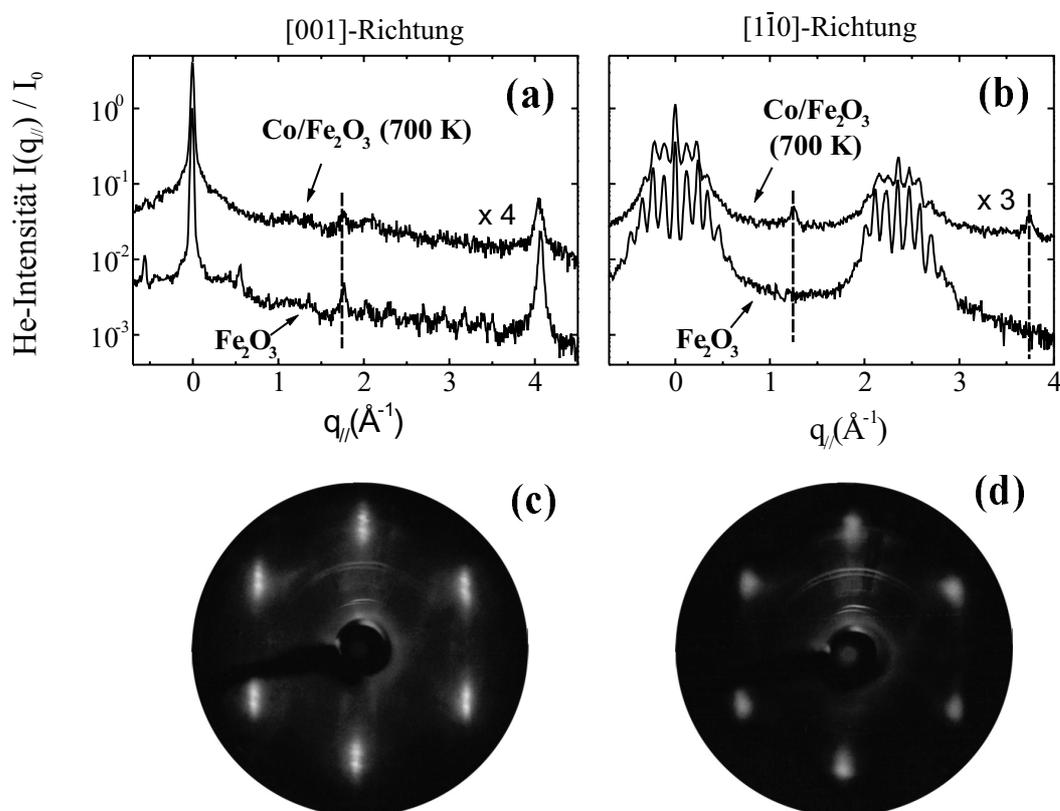


Abbildung 6.10: Struktur von Co (85 Atome/nm², bzw. 7.5 ML fcc-Co(110)) deponiert auf $Fe_2O_3/Cu(110)$ (130 K) nach Anlassen auf 700 K (20 K/min). Die Struktur wurde mittels TEAS in [001]- (a) und $[1\bar{1}0]$ -Richtung (b) untersucht. Zum Vergleich wurde jeweils ein Spektrum der reinen $Fe_2O_3/Cu(110)$ -Oberfläche eingezeichnet. Die Heliumenergie betrug 24.4 meV. Die Spektren sind normiert auf den (0,0)-Reflex von $Fe_2O_3/Cu(110)$ in [001]-Richtung. (c) zeigt eine LEED-Aufnahme von $Fe_2O_3/Cu(110)$, (d) eine LEED-Aufnahme von $Co/Fe_2O_3/Cu(110)$ nach Anlassen auf 700 K. Die verwendete Elektronenenergie betrug 67 eV.

Nach Anlassen des Systems $Co/Fe_2O_3/Cu(110)$ auf Temperaturen von etwa 1000 K ändert sich die Struktur der Oberfläche erneut, und zwar kommt es auch in diesem Fall zu der Bildung eines ultradünnen FeO auf $Cu(110)$. In der Tat entsprechen die Helium-Beugungsspektren von $Co/Fe_2O_3/Cu(110)$ nach Anlassen auf 1020 K (Abb. 6.11 (a) und (b)) den Helium-Beugungsspektren des Phase (II)-Oxides, welche nach Anlassen von $Fe_2O_3/Cu(110)$ auf 1020 K beobachtet wurden (siehe Abschnitt 5.2). Ebenso zeigen das LEED-Bild von $Co/Fe_2O_3/Cu(110)$ nach Anlassen auf 1020 K (Abb. 6.11 (d)) und das LEED-Bild des Phase (II)-Oxides (FeO , Abb. 6.11 (c)) nahezu identische Beugungsmuster.

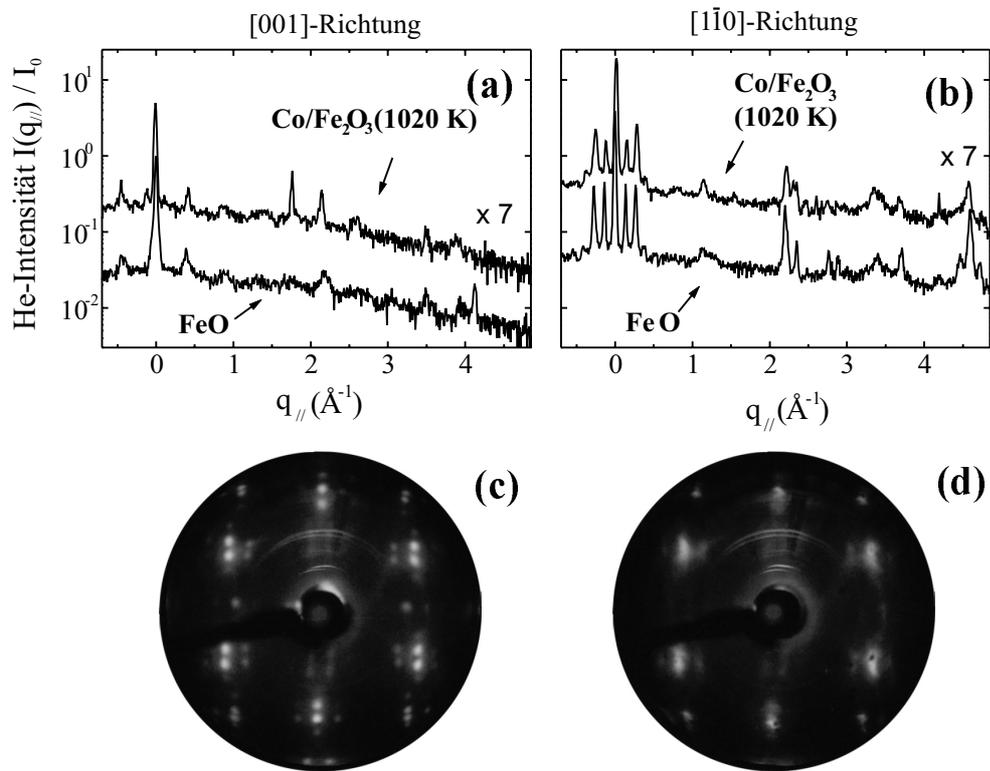


Abbildung 6.11: Struktur von Co (85 Atome/nm^2 , bzw. $7.5\text{ ML fcc-Co}(110)$) deponiert auf $Fe_2O_3/Cu(110)$ (130 K) nach Anlassen auf 1020 K (20 K/min). Die Struktur wurde mittels TEAS in $[001]$ - (a) und $[1\bar{1}0]$ -Richtung (b) untersucht. Zum Vergleich wurde jeweils ein Spektrum der reinen $FeO/Cu(110)$ -Oberfläche (Phase II - Oxid, Abschn. 5.2) eingezeichnet. Die Heliumenergie betrug 24.4 meV . Die Spektren sind normiert auf den $(0,0)$ -Reflex von $FeO/Cu(110)$ in $[001]$ -Richtung. (c) zeigt eine LEED-Aufnahme von $FeO/Cu(110)$, (d) eine LEED-Aufnahme von $Co/Fe_2O_3/Cu(110)$ nach Anlassen auf 1020 K . Die verwendete Elektronenenergie betrug 67 eV .

6.2.4 Diskussion und Zusammenfassung

In diesem Abschnitt wurde gezeigt, daß es gelungen ist, einen epitaktischen, wohlgeordneten Kobaltfilm auf $Fe_2O_3/Cu(110)$ zu präparieren. Dazu wurde Kobalt bei 130 K deponiert und auf 440 K angelassen: Es bildet sich eine fcc-Co-Schicht, die pseudomorph zum Cu-Substrat ist. Die (110) -Oberfläche dieser Schicht ist (3×1) -rekonstruiert. Zusätzlich werden einige fcc-Co (001) -Domänen beobachtet, bei welchen die $[100]$ -Richtung parallel zur Cu- $[001]$ -verläuft. Die Oberfläche dieser Domänen ist $c(2 \times 2)$ -rekonstruiert.

Eine ähnliche Oberflächenstruktur dünner Kobaltfilme wurde bereits auf verschiedenen Substraten gefunden. So zeigt $Co/O(2 \times 1)-Cu(110)$ eine (3×1) -rekonstruierte Oberfläche, allerdings nur dann, wenn ein Teil des Sauerstoffs auf der Oberfläche „schwimmt“ [35, 63, 64]. Wird der aufschwimmende Sauerstoff durch Abreagieren mit atomarem Wasserstoff entfernt, so zeigt die Oberfläche die Struktur von $Co(110)$. Auch eine $c(2 \times 2)$ -Rekonstruktion von $fcc-Co(001)$ wurde bereits beobachtet: Wird Kobalt auf mit Kohlenstoff kontaminiertem $W(110)$ [120, 121] oder auf mit Kohlenstoff kontaminiertem $Cu(110)$ [122] deponiert, so entsteht eine $c(2 \times 2)$ -rekonstruierte $Co(001)$ -Oberfläche.

Die Co/Fe_2O_3 -Doppelschicht auf $Cu(110)$ ist in ihrer Multilagenstruktur bis etwa 400 K stabil. Es wurden keine Anzeichen für eine Vermischung von Co und Fe_2O_3 gefunden. Oberhalb 400 K setzt eine Vermischung der Co/Fe_2O_3 -Doppelschicht ein. Vermutlich beginnt sie an der Grenzfläche und breitet sich mit steigender Temperatur zunehmend auf die beiden Filme aus. Oberhalb 600 K scheint die Vermischung ihr Maximum, eine vollständige Durchmischung beider Schichten, erreicht zu haben. Nach Anlassen auf 700 K (20 K/min) werden sowohl Kobalt-Domänen ((2×1) - $fcc-Co(110)$ -Oberfläche) als auch Fe_2O_3 -Domänen an der Oberfläche beobachtet. Allerdings setzt bereits nach Anlassen auf 600 K (4 K/min) auch eine Abnahme von Co und Fe_2O_3 ein. Kupfer diffundiert an die Oberfläche. Nach Anlassen auf 1000 K ist der Kobaltfilm vollständig verschwunden. Übrig bleibt nur ein ultradünner FeO -Film.

Abschließend sei hier bemerkt, daß in dem Temperaturbereich, wo sich die Kobaltschicht ordnet ($350 < T < 450K$), keine bzw. nur eine ganz langsame Mischung der Multilagenstruktur abläuft. Es ist also relativ einfach, wohlgeordnete, epitaktische Co/Fe_2O_3 -Doppelschichten zu präparieren. Zudem liegt die obere Grenze des Temperaturbereichs, in welchem die Doppellagen thermisch stabil sind ($T < 400K$), deutlich über Raumtemperatur. Co/Fe_2O_3 -Schichten sind daher aus „struktureller Sicht“ für technische Anwendungen besser geeignet als Fe/Fe_2O_3 -Doppelschichten, welche thermisch weniger stabil sind.

Kapitel 7

Oxidation von CoGa(001) - Bildung von Ga₂O₃

Dünne Oxide repräsentieren eine Gruppe interessanter Materialien. Sie finden eine Reihe von Anwendungen, welche von der chemischen Katalyse (Modellkatalysator) bis hin zur Anwendung in der Mikroelektronik reichen. Eine Besonderheit bei der Untersuchung dünner Oxidschichten bildet die Oxidation intermetallischer Legierungen, wie z.B. die Oxidation von CoGa. Sie zeichnet sich dadurch aus, daß Gallium an die Oberfläche segregiert und dort ein ultradünnes, gut geordnetes Ga-Oxid formt. In der vorliegenden Arbeit wurde die Oxidation einer CoGa(001)-Oberfläche untersucht, also einer Legierung, die je zu 50 % aus Kobalt und Gallium besteht (siehe auch Abschnitt 3.2.2). Es entsteht Ga₂O₃. Prinzipiell kann das Ga₂O₃ verschiedene Modifikationen annehmen. Die wichtigsten sind das α -Ga₂O₃ und das β -Ga₂O₃. Das metastabile α -Ga₂O₃ besitzt eine hexagonale Korund-Struktur mit Gitterkonstanten $a = 4.98\text{\AA}$ und $c = 13.43\text{\AA}$ [115]. Das β -Ga₂O₃ ist isomorph zu ϑ -Al₂O₃. Die Gitterkonstanten von β -Ga₂O₃ betragen $a = 3.04\text{\AA}$, $b = 5.80\text{\AA}$, $c = 12.23\text{\AA}$ und $\beta = 103.7^\circ$ [123, 124] (siehe auch Abschnitt A.4).

Ausführliche Studien der CoGa-Oberflächen und des Ga-Oxids wurden bereits mittels LEED, AES, STM und EELS (Elektronenenergieverlustspektroskopie, engl. Electron Energy Loss Spectroscopy) durchgeführt [125–127]. Dabei wurde beobachtet, daß die Oxidation von CoGa(001) bei Raumtemperatur zur Ausbildung eines amorphen Ga-Oxides führt, welches sich nach Anlassen auf 700 K in ein geordnetes β -Ga₂O₃ umformt [125, 126, 128]: STM-Messungen zeigen, daß Adsorption von Sauerstoff bei Raumtemperatur zur Bildung von „Oxid-Clustern“ führt, deren Anzahl mit zunehmender Sauerstoffmenge stetig zunimmt und welche bei Sättigung die Oberfläche vollständig bedecken [19, 20, 125, 126]. Im EEL-Spektrum dieser Oberfläche werden Verluste bei Wellenzahlen von 400 und 690 cm^{-1} beobachtet. Dies deutet auf die Existenz eines

amorphen Galliumoxids hin [125,126]. Nach Anlassen auf 700 K zeigen LEED und STM eine (2 x 1)-Struktur der Oberfläche [126,128]. Das EEL-Spektrum dieser Oberfläche ist charakteristisch für Ga₂O₃ [19,125,126]. Nach Anlassen der nur teilweise oxidierten CoGa(001)-Oberfläche auf eine Temperatur von 700 K ordnen sich die „Oxid-Cluster“ zu rechteckigen Inseln. Dabei hängt die Größe der Inseln von der Zeit ab, die dem System zum Ausheilen gegeben wird [19]. Wird die CoGa(001)-Oberfläche direkt bei einer Temperatur von 700 K oxidiert, so bildet sich eine geordnete β-Ga₂O₃-Oberfläche. Die maximale Dicke dieser Oxidschicht beträgt ca. (9 ± 4) Å [27], was ungefähr der Höhe der Einheitszelle des Oxids entspricht.

Im folgenden Abschnitt wird die Oxidation von CoGa erstmalig mittels Heliumstreuung untersucht. Studiert werden die Oxidation bei Raumtemperatur und das Anlassen des gebildeten Oxids auf höhere Temperaturen. Untersucht wird zusätzlich die Oxidation bei hohen Temperaturen. Hier zeigt sich, daß die bisher verwendete Temperatur von 700 K zwar zu sehr gut geordneten Oxiden führt, die Temperatur aber noch nicht optimal ist. Oxidation bei noch höheren Temperaturen, bis hin zu 900 K, liefert eine besser geordnete Oberfläche.

7.1 Temperaturstabilität der Oxidfilme - Desorption von Ga₂O₃

Bevor der Einfluß der Temperatur auf die Struktur und die Oberflächenmorphologie des Oxides untersucht werden kann, muß zunächst geklärt werden, bis zu welcher Temperatur die Ga-Oxidfilme thermisch stabil auf dem CoGa(001)-Substrat existieren. Um ihre Temperaturstabilität zu untersuchen, bzw. um die Temperatur zu finden, bei der Ga₂O₃ von der Oberfläche verschwindet, wurde folgendes Experiment durchgeführt [27]: Zunächst wurde CoGa(001) bei 300 K oxidiert und zwar mit 400 L Sauerstoff. Der dabei verwendete Sauerstoffdruck betrug $0.2 \cdot 10^{-7}$ mbar. Es bildet sich ein ungeordnetes Ga₂O₃ (siehe auch Abschnitt 7.2). Anschließend wurde der entstandene Oxidfilm auf eine Temperatur von 1000 K angelassen (Heizrate 20 K/min) und dabei kontinuierlich mittels AES analysiert.

Abb. 7.1 zeigt den dabei gemessenen Verlauf des Intensitätsverhältnisses der AES-Übergänge von Sauerstoff (511 eV) und Cobalt (775 eV) als Funktion der Probertemperatur. Bis zu einer Temperatur von etwa 850 K ist das Intensitätsverhältnis konstant. Der Ga-Oxidfilm verweilt in diesem Temperaturbereich thermisch stabil auf dem CoGa-Substrat. Ab ca. 850 K beginnt das Ga-Oxid von der Oberfläche zu verschwinden, wahrscheinlich dissoziiert es und desorbiert von der Oberfläche. Als Folge nimmt das AES-Signal von Sauerstoff ab,

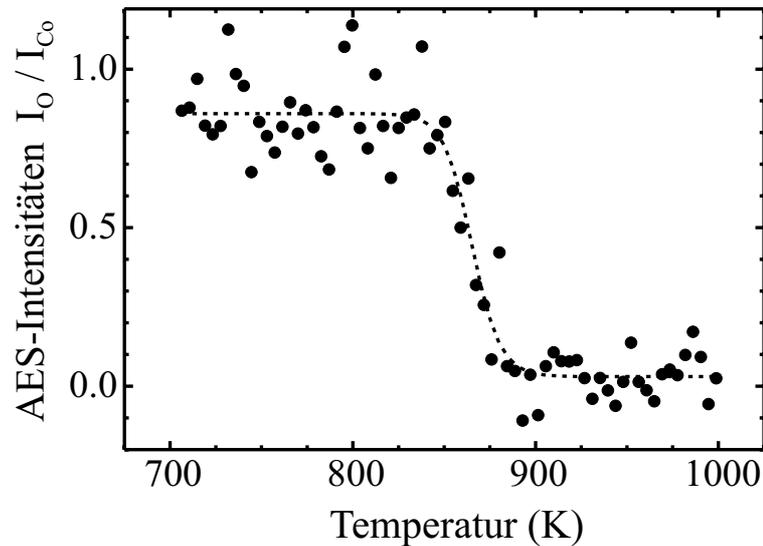


Abbildung 7.1: Anlassen einer bei Raumtemperatur bis zur Sättigung mit Sauerstoff oxidierten CoGa(001)-Oberfläche. Dabei zeigt die Abbildung das Intensitätsverhältnis der AES-Übergänge von Sauerstoff (511 eV) und Kobalt (775 eV) als Funktion der Proben temperatur. Die Heizrate betrug 20 K/min.

während sich gleichzeitig die Abschirmung der unteren Kobaltschichten verringert. Das Intensitätsverhältnis zwischen O- und Co-AES-Übergang in Abb. 7.1 geht oberhalb 850 K gegen null. Ga-Oxid verschwindet vollständig von der Oberfläche.

7.2 Oxidation von CoGa(001) bei Raumtemperatur

Abb. 7.2 zeigt das Verhalten der CoGa(001)-Oberfläche während der Adsorption von Sauerstoff bei Raumtemperatur. Dabei wurde die Probe mittels AES (Abb. 7.2 (a)) und TEAS (Abb. 7.2 (b)) untersucht [27]. Die Intensität des AES-Übergangs von Sauerstoff (511 eV) steigt mit zunehmender Sauerstoffmenge zunächst drastisch an (Abb. 7.2 (a)). Nach Zugabe von etwa 40 L geht das Signal in einen Sättigungswert über, woraus gefolgert werden kann, daß die Dicke der gebildeten Oxidschicht nicht weiter zunimmt. Die maximale Schichtdicke des Oxides beträgt ca. $(9 \pm 4) \text{ \AA}$ [27], entspricht also in etwa der Höhe einer Einheitszelle des $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ (siehe auch Abschn. A.4).

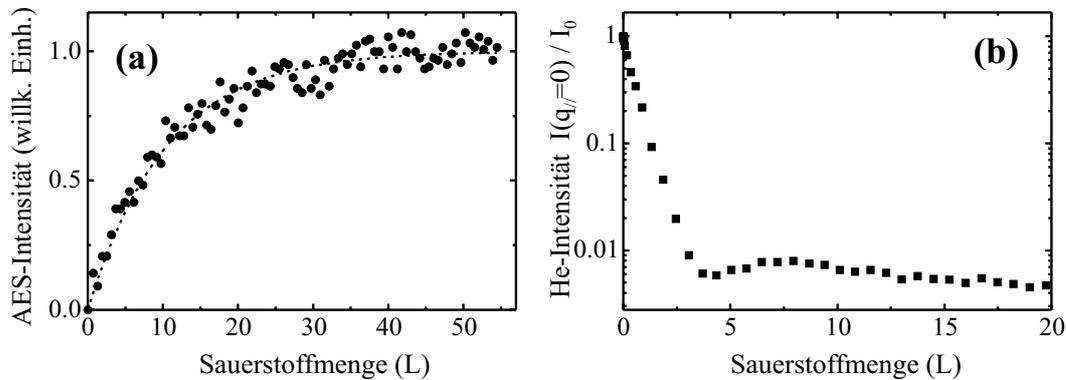


Abbildung 7.2: Adsorption von Sauerstoff auf $\text{CoGa}(001)$ bei Raumtemperatur. Abb. (a) zeigt den Verlauf der AES-Intensität von Sauerstoff (511 eV), Abb. (b) das Verhalten der gespiegelten He-Intensität als Funktion der angebotenen Sauerstoffmenge. Dabei ist die Sauerstoffmenge in Langmuir angegeben. Die AES-Intensität ist normiert auf ihren Wert, der bei Sättigung mit Sauerstoff erreicht wird. Die gespiegelte He-Intensität ist normiert auf die Intensität der reinen $\text{CoGa}(001)$ -Oberfläche. Die TEAS-Messung wurde mit einer He-Energie von 24.4 meV durchgeführt. Der Sauerstoffdruck betrug $0.2 \cdot 10^{-7}$ mbar.

Die Morphologie der Oberfläche wurde während der Oxidation mittels TEAS charakterisiert. Abb. 7.2 (b) zeigt die gespiegelte He-Intensität während der Zugabe von Sauerstoff bei Raumtemperatur. Sie fällt zu Beginn nahezu exponentiell ab, nimmt dann aber bei etwa 3 L ein Minimum an und steigt bei weiterer Sauerstoffzugabe noch einmal leicht an. Bei etwa 7 L bildet sich ein sehr flaches Maximum aus. Ein ähnliches Verhalten der gespiegelten Heliumintensität wurde bereits für das Wachstum dünner Eisenfilme auf Kupfer beobachtet (Abb. 4.3 in Abschn. 4.2). In diesem Fall konnte die Ausbildung eines Maximums in der gespiegelten Heliumintensität durch Koaleszenz von Eiseninseln erklärt werden (siehe auch Abschn. 4.2). Auf $\text{CoGa}(001)$ wurde die Bildung von Oxid-Clustern während der Oxidation bei Raumtemperatur beobachtet [128]. Es ist daher wahrscheinlich, daß das in Abb. 7.2 (b) beobachtete Maximum in der gespiegelten Heliumintensität auf die Koaleszenz der Oxid-Cluster zurückzuführen ist.

7.3 Anlassen des ungeordneten Ga_2O_3

Das nach Sättigung mit Sauerstoff entstandene Oxid ist ungeordnet. Es können weder LEED-Bilder noch TEAS-Spektren beobachtet werden. Nach Anlassen auf 700 K beobachtet man mit LEED eine (2×1) -Struktur in zwei Domänen, welche um 90° gedreht sind [128] (siehe auch Abschn. A.4). Aus STM-Untersuchungen fand man die Gitterkonstante der (2×1) -Elementarzelle zu $a = 2.9 \text{ \AA}$ und $b = 5.8 \text{ \AA}$. Daraus konnte Schmitz [128] schließen, daß es sich nach Anlas-

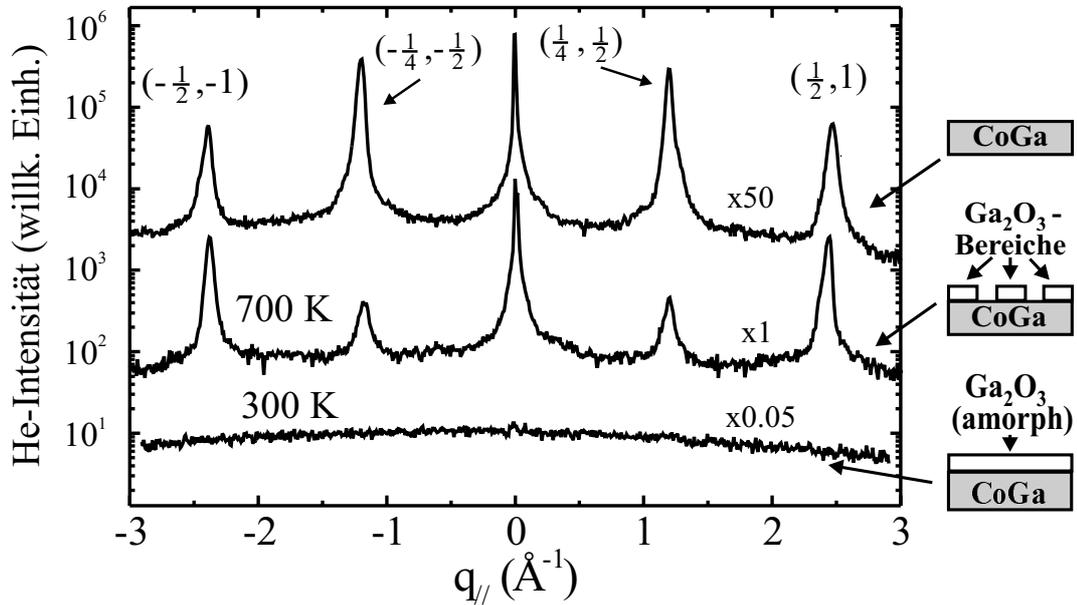


Abbildung 7.3: Helium-Beugungsspektren in $[120]$ -Richtung von $CoGa(001)$ (oberes Spektrum), $\beta-Ga_2O_3/CoGa(001)$, präpariert bei 300 K mit 450 L O_2 (unteres Spektrum) und angelassen auf 700 K (mittleres Spektrum). Die Spektren wurden bei einer Temperatur von 300 K gemessen. Die He-Energie betrug 24.4 meV. Der linke Teil der Abbildung zeigt die den Spektren zugeordneten Modelle der Schichtstruktur von Ga_2O_3 auf $CoGa(001)$.

sen auf 700 K um dünne, wohlgeordnete (Kristall-)Schichten von $\beta-Ga_2O_3$ auf $CoGa(001)$ handelt. Außerdem fand er, daß diese Oxidschichten den $CoGa(001)$ -Kristall nicht vollständig bedecken, sondern ein Teil des Substrates frei bleibt.

Diese Ergebnisse konnten mit TEAS bestätigt werden: Abb. 7.3 zeigt TEAS-Spektren der bei Raumtemperatur oxidierten $CoGa(001)$ -Oberfläche (450 L O_2) vor (unters Spektrum) und nach Anlassen auf 700 K (mittleres Spektrum). Zudem ist ein Spektrum der der reinen $CoGa(001)$ -Fläche eingezeichnet (oberes Spektrum). Sie wurden in $[120]$ -Richtung gemessen, in welcher man die $c(4 \times 2)$ -Rekonstruktion der reinen $CoGa(001)$ -Oberfläche sehr genau durch das Auftreten der $\pm(\frac{1}{4}, \frac{1}{2})$ -Reflexe (siehe auch Abb. 3.4 in Abschn. 3.2.2) beobachten kann. Das untere Spektrum in Abb. 7.3 zeigt keine Beugungsreflexe. Das Ga-Oxid ist bei 300 K ungeordnet. Nach Anlassen auf 700 K (mittleres Spektrum in Abb. 7.3) treten die für $\beta-Ga_2O_3$ typischen $\pm(\frac{1}{2}, 1)$ -Reflexe auf, allerdings sind auch die für eine $c(4 \times 2)$ - $CoGa(001)$ erwarteten $\pm(\frac{1}{2}, \frac{1}{4})$ -Reflexe sichtbar. Folglich kann dieses Spektrum als das Ergebnis einer Überlagerung des $CoGa(001)$ - und des $\beta-Ga_2O_3$ -Spektrums interpretiert werden. Neben dem geordneten $\beta-Ga_2O_3$ sind also noch unbedeckte Bereiche des $CoGa$ -Substrates vorhanden. Diese Bereiche erzeugen die $\pm(\frac{1}{2}, \frac{1}{4})$ -Reflexe.

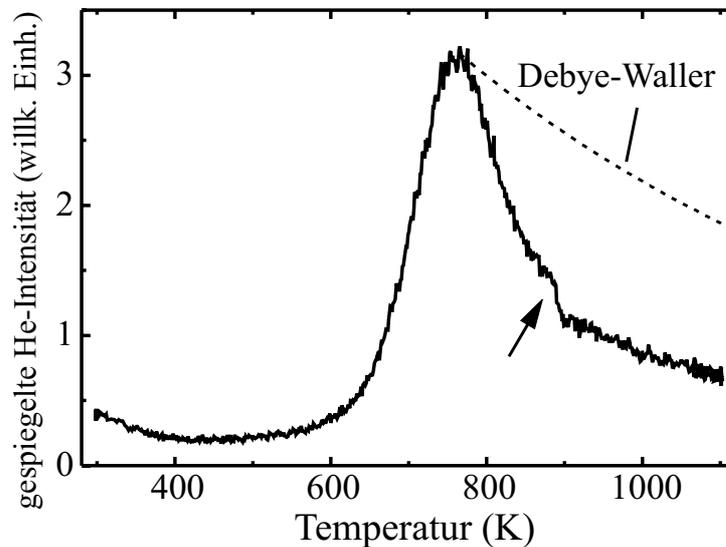


Abbildung 7.4: Gespiegelte He-Intensität aufgenommen während des Anlassens einer mit 400 L oxidierten CoGa(001)-Oberfläche (bei 300 K) von 300 auf 1100 K. Die Heizrate betrug 40 K/min, die Energie der verwendeten He-Atome 24.4 meV. Die gestrichelte Linie markiert den Intensitätsabfall, der durch den Debye-Waller Effekt erwartet wird (siehe dazu auch Abschn. 2.1.4).

Um den Ordnungsprozeß während des bei Raumtemperatur gebildeten Oxides zu analysieren, wurden TEAS-Messungen durchgeführt: Abb. 7.4 zeigt die gespiegelte He-Intensität, aufgenommen während des Anlassens einer CoGa(001)-Oberfläche, welche zuvor bei 300 K mit 400 L oxidiert wurde ($p_{O_2} \approx 0.2 \cdot 10^{-7}$ mbar). Die Heizrate betrug 40 K/min.

Wie man in Abb. 7.4 leicht erkennt, bleibt die Oberfläche bis etwa 500 K ungeordnet. Die gespiegelte Heliumintensität ist dementsprechend niedrig. Oberhalb 500 K beginnt die Intensität anzusteigen. Die Oberfläche ordnet sich. Es bildet sich ein geordnetes Oxid. Allerdings ist dieser Ordnungsprozeß erst ab einer Temperatur von etwa 600 K so schnell, daß ein deutlicher Anstieg der He-Intensität beobachtet werden kann. Bei 750 K schließlich erreicht die Intensität ihr Maximum und fällt zu höheren Temperaturen wieder ab. Trotzdem bleibt die Oberfläche des Oxids auch oberhalb 750 K noch geordnet, denn auch bei diesen Temperaturen können noch scharfe Beugungsspektren mit LEED und TEAS beobachtet werden. Der beobachtete Abfall der gespiegelten He-Intensität oberhalb 750 K kann zumindest zum Teil durch den Debye-Waller Effekt erklärt werden (gestrichelte Linie in Abb. 7.4). Bei ca. 850 K zeigt die Intensität einen plötzlichen Abfall (Pfeil in Abb. 7.4), was aber auf die bei dieser Temperatur stattfindende Desorption von Sauerstoff zurückzuführen ist (siehe auch Abschnitt 7.1).

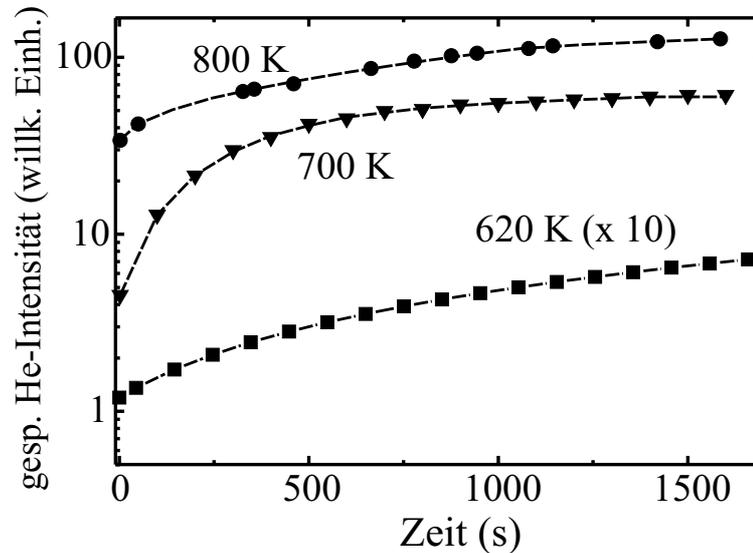


Abbildung 7.5: Gespiegelte He-Intensität als Funktion der Zeit, aufgenommen nach Oxidation einer $CoGa(001)$ -Oberfläche mit 400 L O_2 bei 300 K and anschließendem Anlassen des Oxides auf verschiedene Temperaturen. Die Kurve, aufgenommen während des Ausheilens der Probe bei 620 K, ist um einen Faktor 10 auf der y-Achse verschoben.

Abb. 7.5 zeigt den Ausheilprozeß des Oxids als Funktion der Zeit. Dazu wurde $CoGa(001)$ bei 300 K mit 400 L Sauerstoff oxidiert ($p_{O_2} \approx 0.2 \cdot 10^{-7}$ mbar) und anschließend unverzüglich mit maximaler Heizrate auf 620, 700 und 800 K angelassen. Der daraufhin einsetzende zeitliche Anstieg der gespiegelten He-Intensität, welcher durch den Ausheilprozeß verursacht wird, ist in Abb. 7.5 eingezeichnet. Wie man in dieser Abbildung leicht erkennt, ordnet sich das $Ga_2O_3/CoGa(001)$ bei allen drei Temperaturen, also auch bereits bei einer Temperatur von 620 K. Die Heliumintensität steigt in allen drei Fällen mit der Zeit an. Dabei ist der Anstieg umso schneller, je höher die verwendete Ausheiltemperatur ist. Nach einer Zeit von 25 min (1500 s) wird unter Benutzung einer Ausheiltemperatur von 700 K eine um einen Faktor 100 höhere Heliumintensität beobachtet als bei Verwendung einer Ausheiltemperatur von 620 K. Bei Verwendung einer Ausheiltemperatur von 800 K ist die gespielte Heliumintensität nach 25 min sogar um einen Faktor 200 größer. Folglich ist die Oberfläche nach 25 min umso besser geordnet, je höher die verwendete Temperatur ist, bei welcher der Ausheilprozeß stattfindet. In allen drei Fällen kann auch nach 25 min noch kein asymptotisches Verhalten der Kurven gefunden werden. Die Intensität steigt sogar bei 800 K nach 25 min noch stetig an, was bedeutet, daß der Film noch nicht vollständig geordnet ist.

7.4 Oxidation von CoGa(001) bei hohen Temperaturen

Die Resultate der Oxidation bei hohen Temperaturen [28] unterscheiden sich von denen der Oxidation bei Raumtemperatur mit anschließendem Anlassen auf hohe Temperaturen [27]. Wie in den folgenden Experimenten dargestellt wird, führt die isotherme Oxidation bei 800 K zur Bildung eines geordneten β -Ga₂O₃-Films, welcher die Oberfläche vollständig bedeckt. Abb. 7.6 zeigt Helium-Beugungsspektren der reinen und der oxidierten CoGa(001)-Oberfläche, welche in [120]-Richtung aufgenommen wurden: Das untere Spektrum wurde nach Oxidation der CoGa(001)-Oberfläche bei 800 K aufgenommen (80 L O₂), das obere stammt von der reinen Substratoberfläche. Die Probe wurde in einer Sauerstoffatmosphäre von $0.2 \cdot 10^{-7}$ mbar oxidiert.

Die Struktur der entstandenen β -Ga₂O₃/CoGa(001)-Oberfläche kann durch vier Domänen mit rechteckigen Einheitszellen (Gitterkonstante 2.88 Å und 2·2.88Å) beschrieben werden, welche um je 90° gegeneinander gedreht sind. Die einzelnen Einheitszellen weisen eine (2 x 1)-Periodizität in Bezug auf die unrekonstruierte CoGa(001)-Oberfläche auf (siehe auch Abschn. A.4). Nach Oxidation der CoGa(001)-Oberfläche bei 800 K wird diese Struktur, und zwar nur diese, mit Heliumstreuung deutlich beobachtet (unteres Spektrum in Abb. 7.6): Das Beugungsspektrum in [120]-Richtung zeigt die erwarteten $\pm(\frac{1}{2}, 1)$ -Reflexe der β -Ga₂O₃/CoGa(001)-Oberfläche. Im Gegensatz zum Spektrum der bei 300 K oxidierten und auf 700 K angelassenen Probe (Abb. 7.3, mittleres Spektrum) sind im unteren Spektrum von Abb. 7.6 keine $\pm(\frac{1}{4}, \frac{1}{2})$ -Reflexe sichtbar, welche im Falle einer c(4 x 2)-rekonstruierten CoGa(001)-Fläche zu beobachten wären. Folglich wird das Substrat vollständig von dem β -Ga₂O₃-Film bedeckt.

Die isotherme Oxidation bei hohen Temperaturen unterscheidet sich aber nicht nur in der erhöhten Bedeckung des Substrates mit Ga₂O₃. Wie in den folgenden Experimenten gezeigt wird, kann durch direkte Oxidation bei hohen Temperaturen auch eine bessere Ordnung der Oxidschicht erzielt werden. Die Anlaßexperimente in Abschnitt 7.3 deuten darauf hin, daß sich die Oxidschicht umso besser ordnet, je höher die verwendete Temperatur (Anlaßtemperatur oder Oxidationstemperatur) ist. Die obere Grenze dieser Temperatur wird durch die einsetzende Desorption von Sauerstoff bei etwa 850 K bestimmt (siehe auch Abschn. 7.1). Trotzdem ist es möglich, auch bei 900 K noch eine Ga-Oxidschicht zu präparieren. Dazu muß ein erhöhter Sauerstoffpartialdruck verwendet werden. Abb. 7.7 (a) zeigt die Intensität des AES-Übergangs von Sauerstoff (511 eV) während der Oxidation bei einer Temperatur von 900 K. Dabei ist hier der Sättigungswert der Intensität als Funktion des während

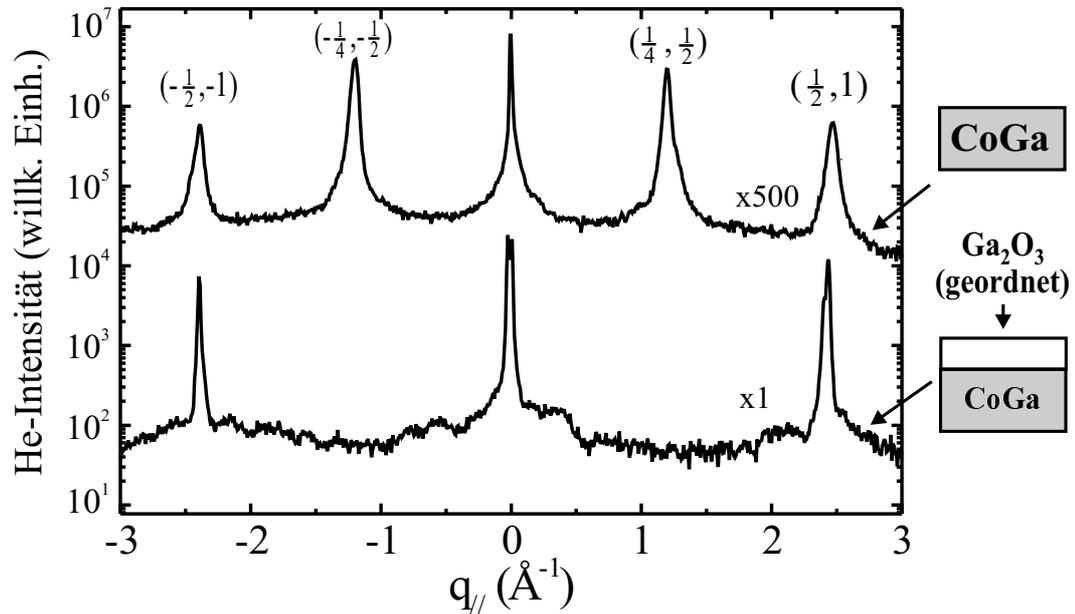


Abbildung 7.6: Helium-Beugungsspektren in $[120]$ -Richtung von $\text{CoGa}(001)$ (oberes Spektrum) und präpariert durch isotherme Oxidation (80 L O_2) bei 800 K . Die Spektren wurden bei einer Temperatur von 300 K gemessen. Die He-Energie betrug 24.4 meV . Der linke Teil der Abbildung zeigt die den Spektren zugeordneten Modelle der Schichtstruktur von Ga_2O_3 auf $\text{CoGa}(001)$.

der Oxidation verwendeten Sauerstoffpartialdruckes aufgetragen. Man erkennt leicht: Bis zu einem Druck von etwa $0.7 \cdot 10^{-7} \text{ mbar}$ ist das AES-Signal von Sauerstoff null. Die Desorption von Sauerstoff läuft bei diesen Drücken und bei dieser Temperatur (900 K) schneller ab, als die Geschwindigkeit, mit der neues Oxid gebildet wird. In einem Druckbereich zwischen $0.7 \cdot 10^{-7}$ und $2 \cdot 10^{-7} \text{ mbar}$ steigt das AES-Signal von Sauerstoff an und erreicht bei noch höheren Drücken einen Sättigungswert. Folglich ist die Neubildung von Ga-Oxid bei Drücken oberhalb $2 \cdot 10^{-7} \text{ mbar}$ schneller als der Zerfall desselben. Es ist somit möglich, auch bei Temperaturen von 900 K eine Ga-Oxidschicht zu präparieren. Stellt man den Sauerstoffzufuß während der Oxidation bei 900 K wieder ab, so verschwindet das AES-Signal von Sauerstoff. Wahrscheinlich zerfällt das Ga_2O_3 und Sauerstoff desorbiert von der Oberfläche.

Abb. 7.7 (b) zeigt den Verlauf der AES-Intensität von Sauerstoff (511 eV) während der isothermen Oxidation von $\text{CoGa}(001)$ bei $600, 700, 800$ und 900 K . Um die Statistik der Meßdaten zu verbessern wurde der Kurvenverlauf gefittet. Die AES-Daten lassen sich gut durch eine Exponentialfunktion $(I_{AES}/I_{AES}(\text{max}))=1-\exp(-c \cdot x)$ beschreiben. Hierbei ist c eine Konstante und x die Sauerstoffmenge. Abb. 7.7 (b) zeigt das Ergebnis dieser Fits als Funktion

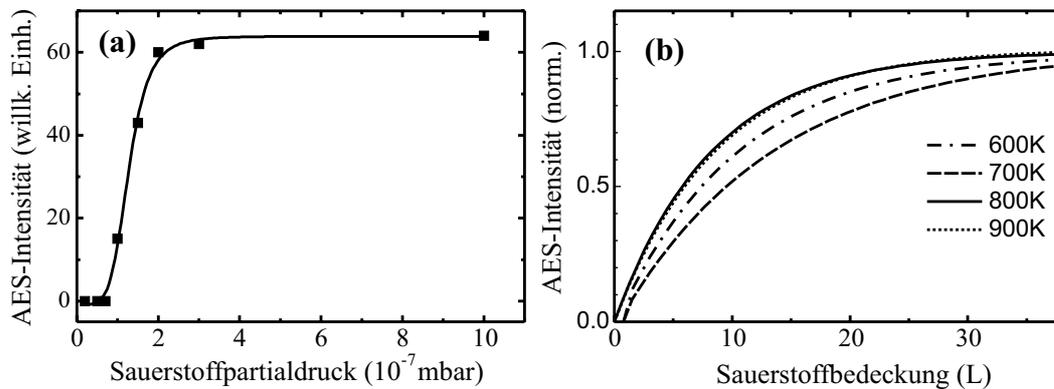


Abbildung 7.7: AES-Intensität von Sauerstoff (511 eV), aufgenommen während der isothermen Oxidation von $\text{CoGa}(001)$ bei 900 K unter Verwendung verschiedener Sauerstoffpartialdrücke (a). Abb. (b) zeigt die Intensität desselben AES-Übergangs während der isothermen Oxidation bei 600, 700, 800 und 900 K als Funktion der angebotenen Sauerstoffmenge. Der Sauerstoffpartialdruck betrug hierbei $0.2 \cdot 10^{-7}$ mbar (600 K-800 K), bzw. $5 \cdot 10^{-7}$ mbar (900 K). Die Intensitäten sind normiert auf den Sättigungswert bei 38 L O_2 .

der angebotenen Sauerstoffmenge. Die Oxidation bei 600, 700 und 800 K wurde mit einem Sauerstoffpartialdruck von $0.2 \cdot 10^{-7}$ mbar durchgeführt. Während der Oxidation bei 900 K wurde ein Sauerstoffdruck von $5 \cdot 10^{-7}$ mbar verwendet, also ein Druck, der nach Abb. 7.7 (a) zur Ausbildung eines Ga-Oxides führt. Wie man in Abb. 7.7 (b) leicht erkennt, ist der Kurvenverlauf der AES-Intensität für alle vier verwendeten Oxidationstemperaturen im Rahmen der Meßgenauigkeit nahezu gleich. Folglich handelt es sich in allen vier Fällen um einen ähnlichen Oxidationsprozeß.

Um die Ordnung der Oberfläche bzw. deren Morphologie zu analysieren, wurden Heliumbeugungsmessungen durchgeführt. Nach Oxidation bei 600, 700, 800 und 900 K zeigen die Heliumbeugungsspektren eine Beugungsstruktur mit scharfen Beugungsreflexen. Die Positionen der Reflexe entsprechen der erwarteten $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ -Struktur (siehe auch Abschn. A.4): In $[120]$ -Richtung wird in allen vier Fällen ein Spektrum beobachtet, welches dem in Abb. 7.6 (unteres Spektrum) ähnelt. Dabei hängen die Intensität und die Halbwertsbreite der Beugungsreflexe von der Temperatur ab, bei welcher die Probe oxidiert wurde. Abb. 7.8 zeigt Intensität und Halbwertsbreite der Beugungsreflexe des $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3/\text{CoGa}(001)$ -Spektrums ($[120]$ -Richtung) als Funktion der verwendeten Oxidationstemperatur. Dabei wurden die verwendeten Heliumbeugungsmessungen nach maximalem Ausheilen der Probe (charakterisiert durch maximale Intensität der Beugungsreflexe) und anschließendem Abkühlen

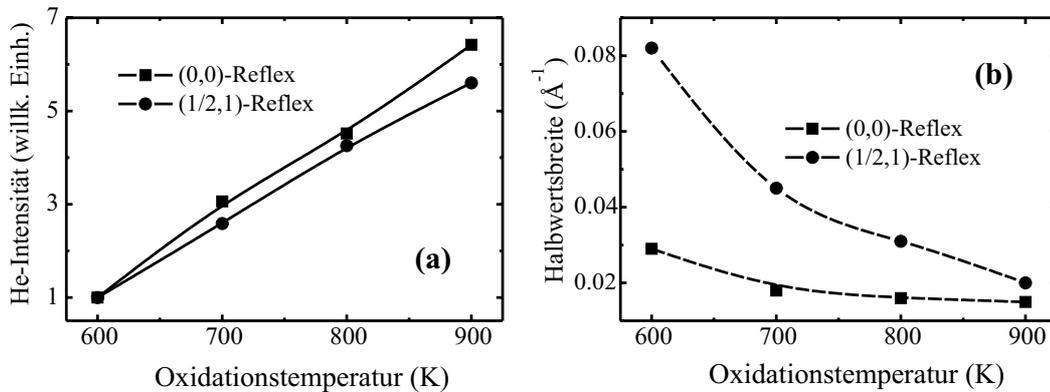


Abbildung 7.8: Intensität (a) und Halbwertsbreite (b) der Beugungsreflexe von $\beta-Ga_2O_3/CoGa(001)$ nach Oxidation von $CoGa(001)$ bei 600, 700, 800 und 900 K. Dabei zeigen die Bilder die Werte des gespiegelten Reflexes ((0,0)-Reflex), sowie die Mittelwerte aus $(\frac{1}{2}, 1)$ - und $(-\frac{1}{2}, -1)$ -Reflex. Die Oxidation bei Temperaturen bis 800 K wurde mit einem Sauerstoffdruck von $0.2 \cdot 10^{-7}$ mbar durchgeführt. Für die Oxidation bei 900 K wurde ein Sauerstoffdruck von $5 \cdot 10^{-7}$ mbar verwendet. Die Helium-Beugungsmessungen wurden nach maximalem Ausheilen der Probe (charakterisiert durch maximale Intensität der Beugungsreflexe) und anschließendem Abkühlen auf 300 K durchgeführt.

auf 300 K durchgeführt. Die Oxidation bei Temperaturen bis 800 K wurde mit einem Sauerstoffdruck von $0.2 \cdot 10^{-7}$ mbar durchgeführt. Für die Oxidation bei 900 K wurde ein Sauerstoffdruck von $5 \cdot 10^{-7}$ mbar verwendet.

Wie man in Abb. 7.8 (a) leicht erkennt, ist die Intensität der Beugungsreflexe umso größer, je höher die verwendeten Oxidationstemperaturen sind. Im Rahmen der Meßgenauigkeit kann ein linearer Anstieg der Intensität des (0,0)-Reflexes und der mittleren Intensität des $(\frac{1}{2}, 1)$ -Reflexes (Mittelwert aus $(\frac{1}{2}, 1)$ - und $(-\frac{1}{2}, -1)$ -Reflex) mit zunehmender Oxidationstemperatur beobachtet werden. Folglich wird die Qualität der Oberfläche, d.h. der Grad der Ordnung, verbessert, wenn die Oxidationstemperatur erhöht wird. Die beobachteten Halbwertsbreiten der Beugungsreflexe (Abb. 7.8 (b)) stimmen mit dieser Interpretation überein: Sowohl die $(\frac{1}{2}, 1)$ -Beugungsreflexe als auch der gespiegelte Reflex werden mit zunehmender Oxidationstemperatur immer schärfer; die Halbwertsbreiten dieser Reflexe nehmen ab. Ga-Oxide, die bei höheren Temperaturen präpariert wurden, besitzen also lateral größere, kohärent streuende Domänen. Die Oberfläche ist glatter und besser geordnet. Zur Zeit werden an $Ga_2O_3/CoGa(001)$ STM-Untersuchungen durchgeführt. Diese bestätigen den mit der Heliumstreuung gefundenen Effekt [129].

7.5 Diskussion und Zusammenfassung

Die Oxidation von CoGa(001) wurde mittels TEAS und AES analysiert. Oxidation bei 300 K führt zur Ausbildung eines ungeordneten Ga-Oxides. Weder mit LEED noch mit TEAS können Beugungsbilder beobachtet werden. Nach Anlassen auf 700 K zeigen EELS-, LEED- und STM-Experimente, daß sich ein geordneter β -Ga₂O₃-Film bildet [19]. Dieser Film besitzt eine (2 x 1)-Periodizität in Bezug auf die reine CoGa(001)-Oberfläche. Auch mit TEAS wird diese Struktur beobachtet. Sie bildet sich nach Anlassen bei Temperaturen oberhalb 600 K. Dabei ist die Ordnung der gebildeten Oxidoberfläche umso besser, je höher die verwendete Anlaßtemperatur ist. Höchstmögliche Anlaßtemperatur ist 850 K. Bei höheren Temperaturen zerfällt Ga₂O₃ und Sauerstoff desorbiert von der Oberfläche.

Nach Anlassen (auf 800 K) der bei Raumtemperatur oxidierten CoGa(001)-Oberfläche werden noch Beugungsstrukturen beobachtet, welche von der reinen Substratoberfläche stammen. Oxidation bei Raumtemperatur und anschließendes Anlassen der Probe führen also zur Ausbildung einer Oxidschicht, welche die Oberfläche nicht vollständig bedeckt. Ein β -Ga₂O₃-Film, welcher die Oberfläche vollständig bedeckt, wird nach Oxidation der CoGa(001)-Oberfläche bei Temperaturen zwischen 600 und 850 K beobachtet. Dabei gilt auch hier: Je höher man die verwendete Oxidationstemperatur wählt, umso besser ordnet sich der Film. Durch Verwendung eines erhöhten Sauerstoffdruckes ($p > 2 \cdot 10^{-7}$ mbar) kann sogar bei Temperaturen von 900 K ein geordneter β -Ga₂O₃-Film präpariert werden, obwohl diese Temperatur etwa 50 K über der Desorptionstemperatur von Sauerstoff auf CoGa(001) liegt. Wahrscheinlich verläuft die Neubildung des Oxides bei diesen hohen Sauerstoffdrücken schneller ab als der Zerfall desselben. Allerdings muß der bei 900 K entstandene Oxidfilm noch innerhalb der erhöhten Sauerstoffatmosphäre wieder unter 850 K abgekühlt werden, um einen Zerfall zu vermeiden. Der bei 900 K entstandene β -Ga₂O₃-Film ist am besten geordnet und besitzt die glatteste Oberfläche.

Kapitel 8

Wachstum von Fe auf CoGa(001)

In der vorliegenden Arbeit wurde nicht nur die Oxidation der CoGa(001)-Oberfläche untersucht. Es wurde auch das Wachstum dünner Eisenfilme auf dieser Fläche analysiert. Im Falle des Eisenwachstums auf Cu(110) zeigte sich (siehe Abschnitt 4), daß das Substrat die aufwachsende Filmstruktur extrem beeinflussen kann: Die Cu(110)-Oberfläche zwingt den Eisenfilm in eine fcc-Struktur(γ -Fe), also in eine Kristallstruktur, welche Eisen im Festkörper eigentlich nur bei hohen Temperaturen oberhalb 1070 K annimmt. Grund dafür ist wahrscheinlich die gute Übereinstimmung der Gitterkonstanten von γ -Fe (3.64 Å [43, 60]) und Cu (3.61 Å [43, 60]). Bei Raumtemperatur kristallisiert Eisen im Festkörper in einer bcc-Struktur (α -Fe). Die Gitterkonstante der bcc-Einheitszelle beträgt 2.87 Å (siehe auch Abschnitt A.1).

Im Fall des Wachstums von Fe auf CoGa(001) sind die Voraussetzungen völlig verschieden: Die Gitterkonstante von bcc-Fe entspricht nahezu perfekt der Gitterkonstanten des CoGa-Substrates (2.88 Å [61]). Man kann daher erwarten, daß der Eisenfilm isomorph zum CoGa-Substrat aufwächst, also eine bcc-Struktur annimmt. Wie im folgenden Abschnitt gezeigt wird, trifft dies auch zu. Die nahezu perfekte Übereinstimmung beider Gitterkonstanten führt sogar zu einem außergewöhnlich gut wachsenden Schichtsystem. Eisen bleibt bis zu großen Schichtdicken isomorph zum CoGa-Substrat, wobei sich atomar glatte Oberflächen bilden. Zudem wächst Eisen lagenweise auf. Dadurch kann die aufgewachsene Schichtdicke mit TEAS sehr präzise bestimmt werden. Wachstum, Struktur und Oberflächenmorphologie der Filme wurden wieder mit LEED und TEAS analysiert. AES diente zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung der Oberfläche.

8.1 Temperaturstabilität von Fe auf CoGa(001)

Zunächst wurde untersucht, in welchem Temperaturbereich Eisenfilme auf dem CoGa(001)-Substrat thermisch stabil existieren. Dazu wurde Eisen bei Raumtemperatur auf CoGa(001) aufgedampft und anschließend auf 930 K angelassen. Während des Anlassens wurde die chemische Zusammensetzung der Oberfläche mittels AES analysiert. Die Schichtdicke des Eisenfilms betrug 7 Monolagen α -Fe(001) (85 Fe-Atome/nm²). Sie konnte durch in situ-Analyse der gespiegelten Heliumintensität während des Wachstumsprozesses (Aufdampfen bis zur sechsten Oszillation; vgl. dazu auch die durchgezogene Kurve in Abb. 8.3 (a)) exakt bestimmt werden. Abb. 8.1 zeigt Ausschnitte aus vier AES-Spektren dieser Fe/CoGa(001)-Oberfläche, welche unmittelbar nach dem Aufdampfen von Eisen bei 310 K (Spektrum (I)) und nach anschließendem Anlassen der Probe auf 650 K (Spektrum (II)), 810 K (Spektrum (III)) und 890 K (Spektrum (IV)) aufgenommen wurden. Die Heizrate betrug 4 K/min. Die AES-Übergänge von Eisen (47 eV), Kobalt (52 und 775 eV) und Gallium (55 und 1070 eV) sind durch gestrichelte Linien markiert. Im niederenergetischen Bereich ($E < 70$ eV) kommt es zu einer teilweisen Überlagerung der AES-Übergänge von Eisen (47 eV) und Kobalt (52 eV), wobei der Einfluß des AES-Übergangs von Kobalt auf die Spitze-zu-Spitze Amplitude des AES-Übergangs von Eisen (I (42 eV)-I(47 eV)) allerdings nicht sehr groß ist. Der AES-Übergang von Kobalt bei 52 eV wird zusätzlich vom AES-Übergang des Galliums (55 eV) überlagert. Nur die hochenergetischen AES-Übergänge von Kobalt (775 eV) und Gallium (1070 eV) fallen mit keinem weiteren AES-Übergang zusammen.

Unmittelbar nach dem Aufdampfen von Eisen auf CoGa(001) bei 310 K sind im AES-Spektrum (Spektrum (I) in Abb. 8.1) deutlich die Übergänge von Eisen, Kobalt und Gallium sichtbar. Dabei wird das Spektrum im niederenergetischen Bereich ($E < 70$ eV) durch den AES-Übergang des metallischen Eisens (47 eV) dominiert. Eisen befindet sich auf dem CoGa-Substrat und schirmt einen Großteil der Kobalt- und Galliumatome ab. Nach Anlassen auf höhere Temperaturen bleiben die Spektren zunächst unverändert. Das Spektrum, gemessen nach Anlassen der Probe auf 650 K (Spektrum (II) in Abb. 8.1), stimmt noch immer in Struktur und Form mit dem Spektrum (I) überein. Folglich findet unterhalb 650 K keine Veränderung der Oberflächenzusammensetzung statt. Eisen verweilt thermisch stabil auf dem CoGa-Substrat. Ab etwa 650 K ändern sich die AES-Spektren. Nach Anlassen der Probe auf 810 K hat sich der AES-Übergang von Fe (47 eV) deutlich verringert (Spektrum (III) in Abb. 8.1). Die AES-Übergänge von Kobalt bei 52 und 775 eV sowie der AES-Übergang von Gallium bei 1070 eV treten stärker hervor. Es deutet sich an, daß Eisen von der Oberfläche verschwindet. Dadurch werden Kobalt und Gal-

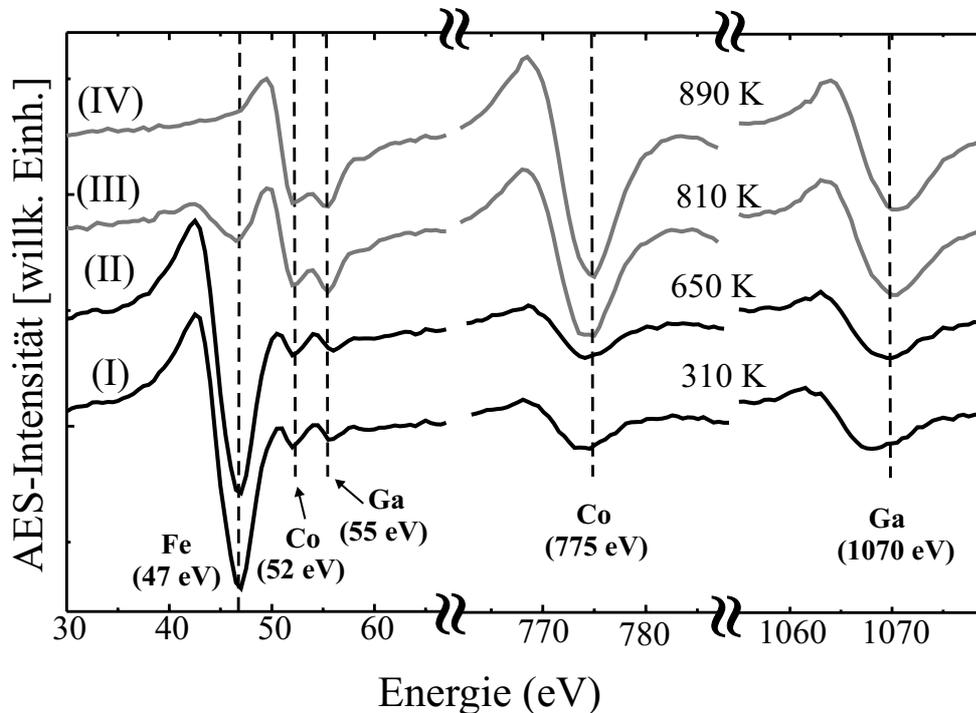


Abbildung 8.1: AES-Spektren von 7 ML α -Fe(001) (85 Fe-Atome/nm^2) auf CoGa(001): Spektrum (I) wurde unmittelbar nach Aufdampfen des Fe-Filmes bei 310 K aufgenommen. Die Spektren (II)-(IV) stammen von Fe/CoGa(001) nach Anlassen auf 650, 810 und 890 K. Gestrichelte Linien markieren die AES-Übergänge von Fe (47 eV), Co (52 und 775 eV) und Ga (55 und 1070 eV).

lium weniger abgeschirmt. Nach Anlassen auf eine Temperatur von 890 K ist der AES-Übergang von Eisen verschwunden (Spektrum (IV) in Abb. 8.1). Das Spektrum bei 890 K entspricht dem Spektrum einer reinen CoGa-Oberfläche. Eisen ist vollständig von der Oberfläche verschwunden.

Abb. 8.2 zeigt eine weitergehende Analyse des obigen Experimentes. Dargestellt sind hier die Spitze-zu-Spitze-Intensitäten der AES-Übergänge von Eisen (I(42 eV)-I(47 eV)), Kobalt (I(768 eV)-I(775 eV)) und Gallium (I(1064 eV)-I(1070 eV)) während des Anlassens von Fe/CoGa(001) von 300 auf 930 K. Die Heizrate betrug 4 K/min . Bis zu einer Temperatur von etwa 650 K sind die AES-Intensitäten von Eisen, Kobalt und Gallium nahezu konstant. Eisen verweilt in diesem Temperaturbereich thermisch stabil auf dem CoGa-Substrat. Ab etwa 650 K beginnt das AES-Signal von Eisen (Kurve (a) in Abb. 8.2) zu verschwinden. Der Eisenfilm zerfällt. Wahrscheinlich diffundiert Eisen in den CoGa-Kristall hinein. Gleichzeitig steigen die AES-Intensitäten von Kobalt

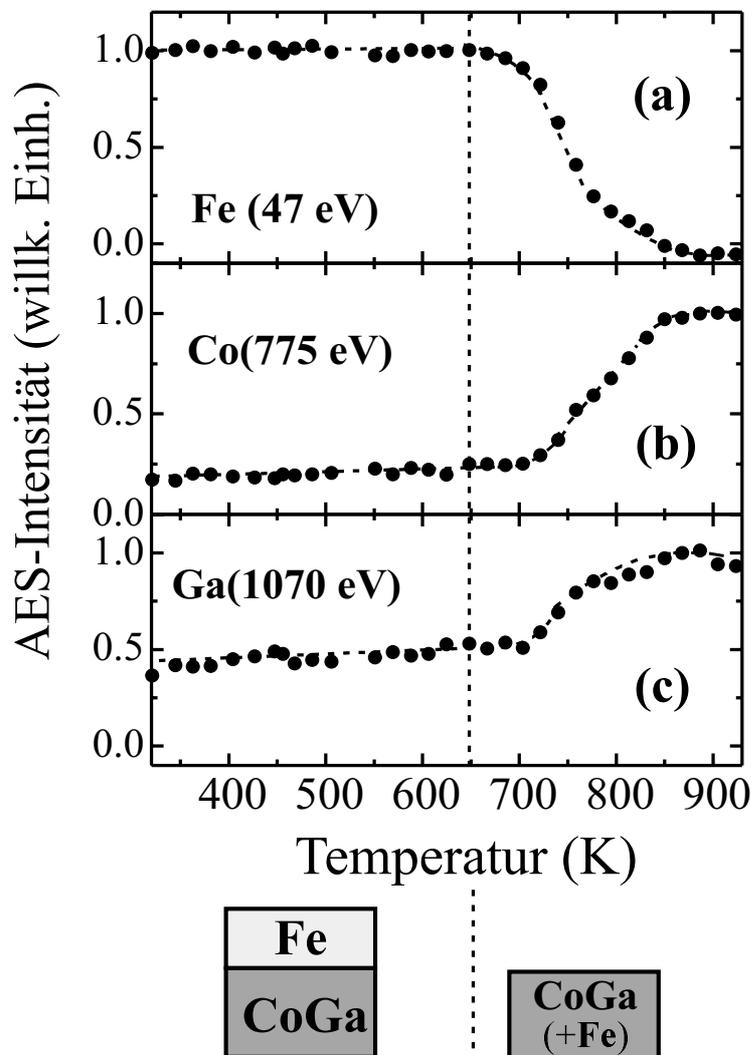


Abbildung 8.2: Spitze-zu-Spitze Intensitäten der AES-Übergänge von Eisen (I(42 eV)-I(47 eV)), Kobalt I(768 eV)-I(775 eV)) und Gallium (I(1064 eV)-I(1070 eV)) aufgenommen während des Anlassens eines Fe/CoGa(001)-Films von 300 auf 930 K. Die Schichtdicke des Eisenfilms betrug 7 ML α -Fe(001) (85 Fe-Atome/nm²). Die Probe wurde mit einer Heizrate von 4 K/min angelassen. Der untere Teil der Abbildung zeigt die den jeweiligen Temperaturbereichen zugeordneten Modelle der Schichtstruktur von Fe auf CoGa(001).

und Gallium an (Kurven (b) und (c) in Abb. 8.2), was sich aber leicht durch die verringerte Abschirmung von Kobalt und Gallium durch die verkleinerte Menge an Eisen erklären läßt. Oberhalb 850 K ist das AES-Signal von Eisen vollständig verschwunden. Der Eisenfilm ist vollständig in das Substrat hineindiffundiert.

8.2 Wachstum von Fe auf CoGa(001) bei verschiedenen Temperaturen

Im vorigen Abschnitt wurde der thermisch stabile Temperaturbereich von Eisen auf CoGa(001) bestimmt. Bis zu einer Temperatur von 650 K verweilen Eisenfilme auf dem CoGa-Substrat. Im folgenden wird nun geklärt, wie sich das Wachstum von Eisen in diesem Temperaturbereich verhält. Dazu wurde der Wachstumsprozeß für Temperaturen von 310, 370 und 550 K untersucht. Es sind jedoch Tendenzen erkennbar, die Rückschlüsse auf das Wachstum innerhalb des gesamten Temperaturbereichs ($310\text{K} < T < 650\text{K}$) zulassen. Der Wachstumsprozeß wurde mit Heliumstreuung charakterisiert.

Abb. 8.3 zeigt die gespiegelte Heliumintensität, aufgenommen während des Wachstums bei 310, 370 und 550 K. Die Bedampfungsrate betrug $0.9 \text{ ML-}\alpha\text{-Fe(001)/min}$ ($\approx 67 \text{ s/ML}$). Die Intensität ist in allen drei Fällen normiert auf die gespiegelte Heliumintensität der reinen CoGa(001)-Oberfläche, gemessen bei der jeweilig verwendeten Aufdampftemperatur. Alle drei Kurven sind als Funktion der Eisenbedeckung Θ dargestellt, wobei Θ sowohl in Monolagen $\alpha\text{-Fe(001)}$ als auch in Fe-Atome/nm² angegeben ist. Die Energie der verwendeten He-Atome betrug 24.4 meV, was einem Wellenvektorbetrag $|\vec{k}|$ von 6.84 \AA^{-1} entspricht (siehe auch Gleichung 2.3). Nimmt man an, daß zwei Monolagen $\alpha\text{-Fe(001)}$ durch eine Höhe $h = \frac{2.87}{2} \approx 1.44 \text{ \AA}$ getrennt sind, so liefert Einsetzen von h und $|\vec{k}|$ in Gleichung 2.9 eine Phasenverschiebung ϕ von 13.9 rad in Bezug auf die Streuung der Heliumatome zwischen zwei benachbarten $\alpha\text{-Fe(001)}$ -Terrassen. Diese Zahl läßt sich weder durch ein ungerades noch ein gerades Vielfaches von π beschreiben. Die Messungen wurden also mit einer Phasenverschiebung durchgeführt, die zwischen exakter anti-Phase- und exakter in-Phase-Bedingung liegt.

Bei Betrachtung von Abb. 8.3 fällt sofort auf, daß die gespiegelte Heliumintensität in allen drei Fällen periodisch oszilliert. Sie erreicht in allen drei Kurven recht hohe Werte, was auf die Existenz gut geordneter Eisenfilme hindeutet. Während des Wachstums bei Raumtemperatur (durchgezogene Kurve in Abb. 8.3 (a)) wird nach dem Auftreten der vierten Oszillation eine gespiegelte Heliumintensität beobachtet, die etwa dem 1.6-fachen der Intensität einer

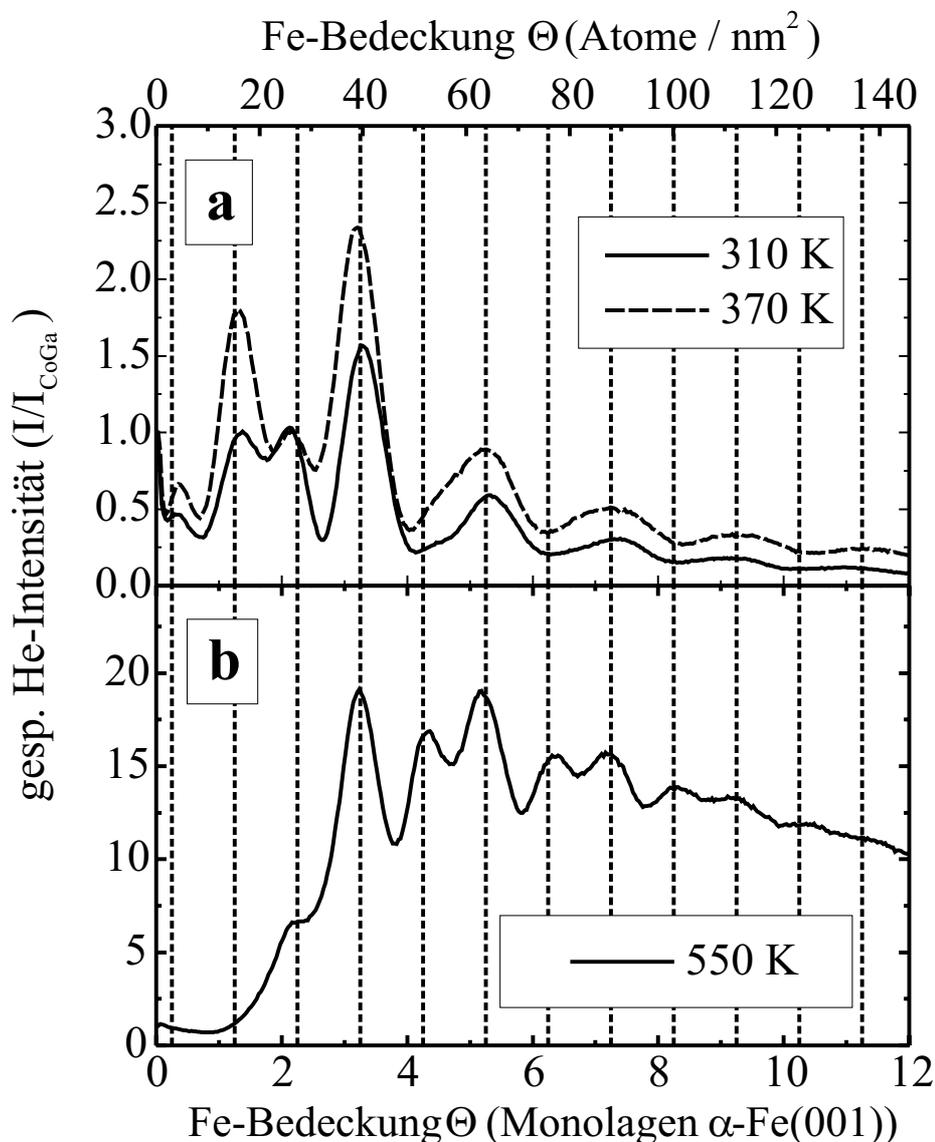


Abbildung 8.3: Gespiegelte Heliumintensität aufgenommen während des Wachstums von Fe auf CoGa(001) bei 310 K (durchgezogene Kurve in Abb. (a)), 370 K (gepunktete Kurve in Abb. (a)) und 550 K (Abb. (b)). Die Bedampfungsrates betrug $0.9 \text{ ML-}\alpha\text{-Fe(001)/min}$ ($\approx 67 \text{ s/ML}$). Die Kurven sind als Funktion der Eisenbedeckung Θ aufgetragen. Dabei ist Θ sowohl in Monolagen $\alpha\text{-Fe(001)}$ als auch in Fe-Atome/ nm^2 angegeben. Die gespiegelte He-Intensität ist für alle Kurven auf die Intensität von CoGa bei der jeweiligen Temperatur normiert. Die Energie der verwendeten He-Atome betrug 24.4 meV . Die senkrechten, gestrichelten Linien entsprechen Bedeckungen von $\frac{1}{4}$, $1\frac{1}{4}$, $2\frac{1}{4}$, ... ML $\alpha\text{-Fe(001)}$.

CoGa(001)-Einkristalloberfläche entspricht. Durch Verwendung einer Wachstumstemperatur von 370 K erreicht die Heliumintensität des Eisenfilms an dieser Stelle sogar den 2.4-fachen Wert der Intensität von CoGa(001) (gepunktete Kurve in Abb. 8.3 (a)). Die Intensität wird also mit zunehmender Wachstumstemperatur höher. Während des Wachstums bei 550 K erreicht sie den höchsten Wert. Die gespiegelte Heliumintensität, beobachtet nach Auftreten der dritten und fünften Oszillation, ist fast zwanzigmal so hoch wie die Intensität von reinem CoGa (Abb. 8.3 (b)). Aus dieser Beobachtung kann man schließen, daß sich die Oberfläche umso besser ordnet, je höher die verwendete Wachstumstemperatur ist. Folglich werden weniger Heliumatome diffus gestreut. Die gespiegelte Heliumintensität wird mit zunehmender Wachstumstemperatur größer. Wahrscheinlich setzt sich dieser Trend auch für noch höhere Temperaturen oberhalb 550 K fort. Je näher man allerdings der maximal möglichen Temperatur von 650 K kommt, desto stärker läuft man Gefahr, daß sich Eisen und CoGa vermischen. Es ist schwierig, aus den Intensitäten eine qualitative Aussage über die Oberflächenrauigkeit zu machen, denn die Oberfläche befindet sich während des Wachstumsprozesses noch nicht im thermischen Gleichgewicht. Für alle drei Kurven (310, 370 und 550 K) gilt: Stoppt man den Aufdampfprozeß, so ordnet sich die Oberfläche zunächst noch als Funktion der Zeit. Es kommt zu einem zeitabhängigen Anstieg der Heliumintensität (siehe auch Abb. 8.4 in Abschnitt 8.2.2). Dabei deutet sich jedoch auch hier an, daß große Intensitäten nur bei hohen Temperaturen erreicht werden.

Die Wachstumstemperatur hat aber nicht nur einen Einfluß auf die maximale Intensität des (0,0)-Reflexes. Auch die Positionen in Abb. 8.3 (a) und (b), bei welchen Oszillationen auftreten, variieren mit der Temperatur. Tabelle 8.1 zeigt eine Auflistung der Oszillationen für die drei verschiedenen Wachstumstemperaturen. Dabei sind hier jeweils die Positionen der Oszillationsmaxima als Funktion der aufgedampften Eisenmenge (ML α -Fe(001)) aufgetragen.

Oszillation Nr.		1	2	3	4	5	6	7	8	9
Oszillations- maximum (ML α -Fe(001))	310 K	$\frac{1}{4}$	$1\frac{1}{4}$	$2\frac{1}{4}$	$3\frac{1}{4}$	$5\frac{1}{4}$	$7\frac{1}{4}$	$9\frac{1}{4}$	-	-
	370 K	$\frac{1}{4}$	$1\frac{1}{4}$	$2\frac{1}{4}$	$3\frac{1}{4}$	$5\frac{1}{4}$	$7\frac{1}{4}$	$9\frac{1}{4}$	$11\frac{1}{4}$	-
	550 K	$2\frac{1}{4}$	$3\frac{1}{4}$	$4\frac{1}{4}$	$5\frac{1}{4}$	$6\frac{1}{4}$	$7\frac{1}{4}$	$8\frac{1}{4}$	$9\frac{1}{4}$	$10\frac{1}{4}$

Tabelle 8.1: Positionen der Oszillationsmaxima aus Abb. 8.3, welche sich in der gespiegelten He-Intensität während des Wachstums von Fe auf CoGa(001) bei 310, 370 und 550 K bilden.

8.2.1 Wachstum von Fe auf CoGa(001) bei 310 K und 370 K

Das Wachstum von Eisen bei 310 und 370 K (Abb. 8.3 (a)) verläuft sehr ähnlich. In beiden Fällen oszilliert die gespiegelte Intensität periodisch, was auf lagenweises Wachstum hindeutet. Zwar ist die gespiegelte Heliumintensität während des Wachstums bei 370 K etwas größer als bei 310 K, die Oszillationen treten jedoch in beiden Fällen bei ungefähr denselben Eisenbedeckungen auf. Folglich bildet die Oberfläche während des Wachstums bei 310 und 370 K die gleiche Strukturfolge, nur ist die Struktur bei 370 K etwas besser geordnet.

Es ist wahrscheinlich, daß der Eisenfilm in derselben Struktur wie die unrekonstruierte CoGa(001)-Substratoberfläche aufwächst, denn CoGa(001) und α -Fe(001) sind strukturell nahezu identisch (siehe auch Abschn. 3.2.2 und A.1.1). Mit Hilfe dieser Annahme kann die in Abb. 8.3 (a) beobachtete Oszillationsfolge als Funktion der Eisenbedeckung wie folgt interpretiert werden: Das Maximum der ersten Oszillation tritt bei einer Eisenbedeckung von ca. $\frac{1}{4}$ ML α -Fe(001) (3 Fe-Atome/nm^2) auf. Erklärt werden kann dieses Verhalten dadurch, daß die erste $\frac{1}{4}$ ML Eisen in die äußerste Atomlage der $c(4 \times 2)$ -Rekonstruktion von CoGa(001) (siehe auch Abschn. 8.3) eingebaut wird. Erst danach beginnt der Film lagenweise aufzuwachsen: Die zweite Oszillation in Abb. 8.3 (a) tritt nach Bedampfung mit einer Eisenmenge von $1\frac{1}{4}$ ML auf, die dritte folgt bei Bedeckung mit $2\frac{1}{4}$ ML und die vierte nach einer Bedeckung mit $3\frac{1}{4}$ ML α -Fe(001) (siehe auch Tabelle 8.1). Zwischen dem Auftreten der ersten und vierten Oszillation befindet sich also jeweils eine Differenz von genau einer Monolage α -Fe(001) pro Oszillation. Folglich kann das Wachstum des Eisenfilms in diesem Bereich durch ein lagenweises Wachstum (Frank-van der Merwe) beschrieben werden, bei welchem die n -te Monolage zunächst vollständig gefüllt wird, bevor die $(n+1)$ -te Schicht ($n=1,2,3$) aufwächst. Bei weiterer Zugabe von Eisen ändert sich die Oszillationsfolge. Das fünfte, sechste, siebte und achte Maximum wird nach Zugabe von jeweils zwei Monolagen α -Fe(001) beobachtet (siehe Tabelle 8.1). Man kann daraus folgern, daß der Eisenfilm oberhalb Bedeckungen mit $3\frac{1}{4}$ ML α -Fe in Doppellagen aufwächst.

8.2.2 Wachstum von Fe auf CoGa(001) bei 550 K

Wachstumsprozeß

Das Wachstum bei 550 K (Abb. 8.3 (b)) weicht vom Wachstum bei 310 K bzw. 370 K ab. Zum einen ist die Heliumintensität viel größer. Die Oberfläche des Eisenfilms ist folglich besser geordnet. Zum anderen treten die beobachteten Oszillationsmaxima in einer anderen Folge auf: Das erste Oszillationsmaximum, welches in Abb. 8.3 (b) bei $2\frac{1}{4}$ ML zu beobachten ist, ist nicht sehr gut ausgeprägt. Es hebt sich nur schwach aus der linken Flanke der zweiten Oszillation hervor. Nach Auftreten der zweiten Oszillation folgen die weiteren Maxima (3 bis 9) sukzessive nach jeweils einer Bedeckung mit einer Monolage α -Fe(001) (siehe auch Tabelle 8.1). Folglich beginnt der Eisenfilm auch im Falle des Wachstums bei 550 K zunächst mit dem Auffüllen der $c(4 \times 2)$ -Struktur von CoGa(001) und wächst danach lagenweise auf. Dabei ist allerdings bei einer Bedeckung mit $1\frac{1}{4}$ ML keine Oszillation sichtbar. (Möglicherweise beginnt der Film mit dem Wachstum einer Doppellage.)

Während des Wachstums bei 550 K wurde die Struktur der Oberfläche analysiert. Dazu wurde die Probe etappenweise mit Eisen bedampft und zwar in Etappen von 3, 1, 2, 3, 5, 5 und 26 Monolagen α -Fe(001). Abb. 8.4 zeigt die gespiegelte Heliumintensität während dieses etappenweisen Aufdampfens als Funktion der absoluten Schichtdicke. Die Pausen zwischen den einzelnen Bedampfungsvorgängen betrug zwei Stunden. In dieser Zeit wurde der Eisenfilm auf 300 K abgekühlt und mittels Heliumstreuung und LEED strukturell analysiert. Die zugehörigen Helium-Beugungsmessungen sind in Abb. 8.6 aufgetragen.

Wie man bei näherer Betrachtung von Abb. 8.4 erkennt, verhält sich das etappenweise Wachstum von Fe auf CoGa(001) nur zum Teil ähnlich zum kontinuierlichen Wachstum (Abb. 8.3 (b)). Den ersten Ansatz eines Oszillationsmaximums erkennt man in Abb. 8.4 bei einer Bedeckung von $2\frac{1}{4}$ ML α -Fe(001). Danach folgt jede weitere Oszillation bei jeder weiteren Bedeckung mit einer Monolage α -Fe(001). Folglich wächst der Film auch in diesem Experiment lagenweise (in Monolagen) auf. Allerdings gibt es auch Unterschiede zwischen dem kontinuierlichen und dem etappenweisen Wachstum von Fe bei 550 K: Nach jeder Unterbrechung des Bedampfungsprozesses steigt die Intensität mit der Zeit an. Der Eisenfilm heilt also jedesmal noch aus, nachdem die Eisenbedampfung abgestellt wurde. Dabei bildet sich immer wieder eine gut geordnete Oberfläche. Selbst nach Bedeckung mit 20 ML Eisen steigt die Intensität noch auf etwa die zwanzigfache Heliumintensität einer reinen CoGa(001)-Einkristalloberfläche an (Abb. 8.4). Die Oberfläche wird aber nicht nur immer wieder gut geordnet, das TEAS-Signal fängt auch jedesmal erneut

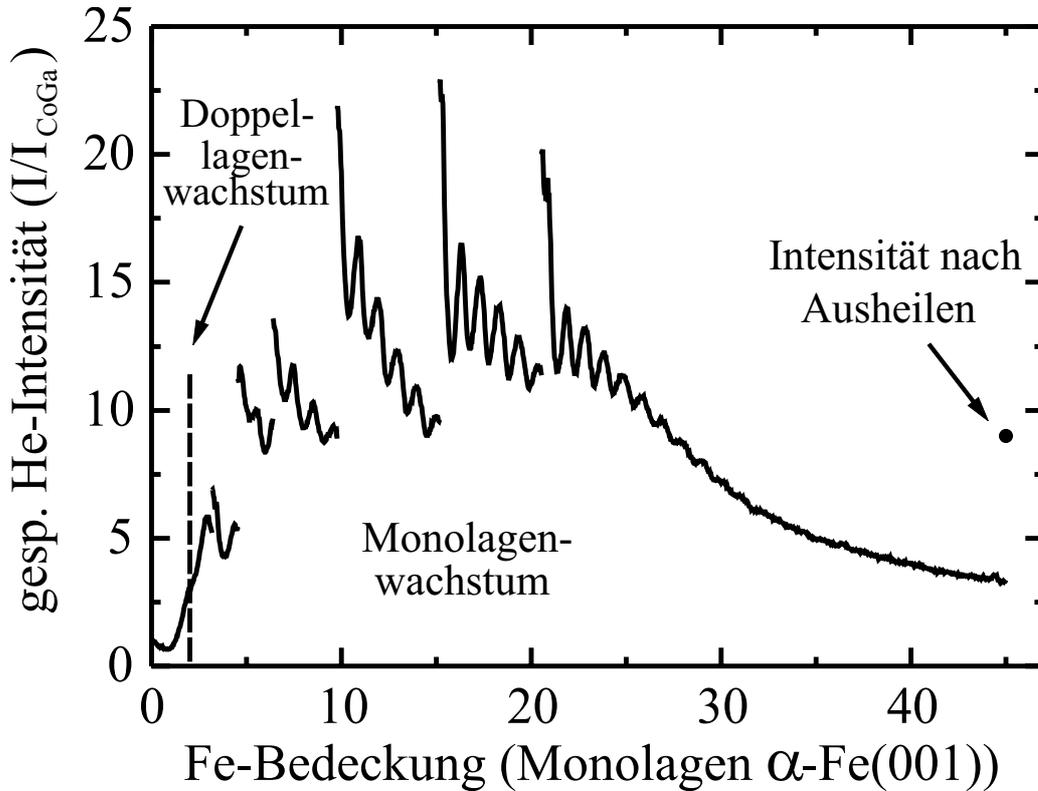


Abbildung 8.4: Gespiegelte Heliumintensität aufgenommen während des Wachstums von Fe auf CoGa(001) bei 550 K. Die Bedampfungsrates betrug $0.9 \text{ ML-}\alpha\text{-Fe}(001)/\text{min}$ (67 s/ML). Die Bedampfung wurde nach Bedeckung mit 3, 4, 6, 9, 14, 19 und 45 Monolagen $\alpha\text{-Fe}(001)$ für jeweils zwei Stunden unterbrochen. In dieser Zeit wurden die Strukturuntersuchungen durchgeführt, welche in Abb. 8.6 abgebildet sind.

an zu oszillieren. Es war somit möglich, einen isomorphen Eisenfilm bis zu sehr hohen Schichtdicken (hier 30 ML) in lagenweisem Wachstum auf dem CoGa-Einkristall aufzubringen und dabei TEAS-Oszillationen zu beobachten. Auch nach einer Bedeckung mit 45 ML $\alpha\text{-Fe}$ steigt die Intensität wieder an (markiert durch einen Punkt in Abb. 8.4). Es ist also noch kein Ende dieses periodischen Wachstum-Ausheil-Prozesses abzusehen. Wahrscheinlich kann dieser bei etappenweisen Wachstum beobachtete (Frank-van der Merwe)-Mechanismus noch bis zu sehr viel höheren Schichtdicken durchgeführt werden. Die maximale Schichtdicke, bis zu der Eisen bei diesem Verfahren lagenweise und isomorph zum Substrat aufwächst, wurde noch nicht ermittelt. Aus zeitlichen Gründen und da der Film wegen anderer Experimente wieder vom Substrat entfernt werden mußte, wurden die hier vorgestellten Experimente bei einer Eisenschichtdicke von 45 ML abgebrochen.

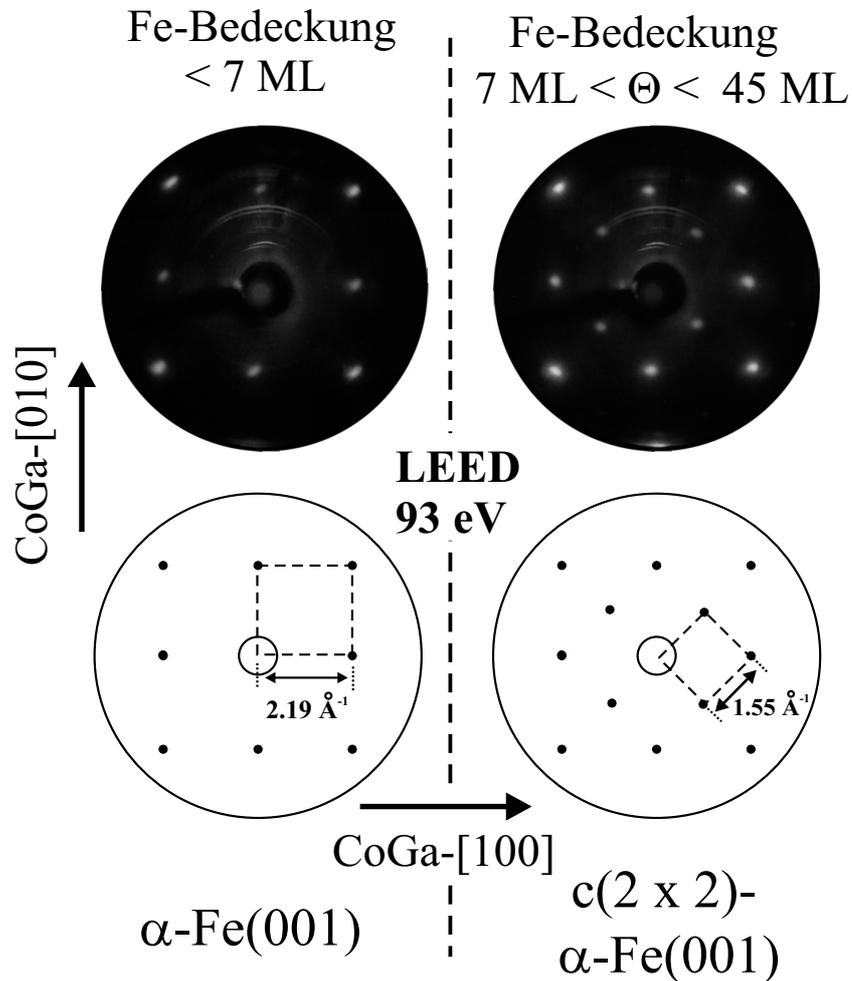


Abbildung 8.5: LEED-Bilder von α -Fe(001) auf CoGa(001), aufgedampft bei 550 K. Das linke Bild stammt von einem 6 ML dicken Eisenfilm, das rechte von einem 15 ML dicken Film. Für Eisenfilmdicken (< 7 ML) sind die Beugungsmuster identisch. Sie entsprechen dem linken Bild. Auch für Schichtdicken innerhalb $7 \text{ ML} < \Theta < 45 \text{ ML}$ werden identische Beugungsmuster beobachtet (rechtes Bild). Die Energie der verwendeten Elektronen betrug 93 eV. Der untere Teil der Abbildung zeigt die den entsprechenden Bedeckungen zugeordneten Skizzen der darüberliegenden LEED-Bilder.

Struktur der Oberfläche

Die Struktur wurde während des Wachstums bei 550 K mit LEED und TEAS untersucht. Abb. 8.5 zeigt ein typisches LEED-Bild, welches für Eisenbedeckungen < 7 ML α -Fe(001) beobachtet wird (linkes Bild). Das hier gezeigte Bild wurde bei einer Schichtdicke von 6 ML aufgenommen. Oberhalb einer Eisen-

bedeckung von 7 ML ändern sich die LEED-Bilder. Das rechte Bild in Abb. 8.5 stammt von einer 15 ML dicken Eisenschicht auf CoGa. Es repräsentiert sämtliche LEED-Beugungsmuster, die für Schichtdicken zwischen 7 und 45 ML beobachtet werden.

Dünne Eisenschichten (< 7 ML) zeigen im LEED-Bild (linkes Bild in Abb. 8.5) ein quadratisches Beugungsmuster. Durch Vergleich des Bildes mit einer Referenzaufnahme der reinen CoGa(001)-Oberfläche konnte die Gitterkonstante dieser Struktur ermittelt werden: Sie beträgt $a^* = 2.19 \text{ \AA}^{-1}$ im reziproken Raum, was im Ortsraum einer Gitterkonstanten a von 2.87 \AA entspricht. Das beobachtete Beugungsmuster entspricht also hervorragend dem erwarteten Beugungsbild einer α -Fe(001)-Oberfläche (bcc-Eisen). Diese besitzt eine quadratische Einheitszelle mit einer Gitterkonstanten von 2.866 \AA im Ortsraum [43, 60] (siehe auch Abschn. A.1.1). Bei Bedeckungen oberhalb 7 ML α -Fe(001) ändern sich die LEED-Bilder. Es treten zusätzliche Beugungsreflexe auf (siehe Abb. 8.5, rechtes Bild). Dabei befinden sich diese zusätzlichen Reflexe in der Mitte der quadratischen Einheitszellen, welche für Bedeckungen (< 7 ML) beobachtet werden. Das Beugungsmuster dickerer Eisenfilme (dicker als 7 ML) zeigt also eine quadratische Struktur, welche gegenüber der α -Fe(001)-Struktur um 45° verdreht ist. Die Gitterkonstante dieser Struktur beträgt 1.55 \AA^{-1} im reziproken Raum, was $\approx \frac{1}{2}\sqrt{2}a_{\alpha\text{-Fe}}^*$ entspricht. Damit hat das beobachtete Beugungsmuster dieselbe Struktur, welche man für eine $c(2 \times 2)$ -Rekonstruktion von α -Fe(001) erwartet. Folglich kommt es bei Eisenbedeckungen > 7 ML α -Fe(001) zu einer Änderung der Oberflächenstruktur, in dem Sinne, daß sich auf der α -Fe(001)-Fläche eine geordnete $c(2 \times 2)$ -Rekonstruktion ausbildet.

TEAS-Messungen bestätigen diese strukturelle Umwandlung der Oberfläche. Abb. 8.6 zeigt Helium-Beugungsspektren, aufgenommen nach Bedampfung der CoGa(001)-Oberfläche mit 3, 4, 6, 9, 14, 19 und 45 Monolagen α -Fe(001) bei 550 K. Die Helium-Beugungsmessungen wurden in CoGa-[010]- (Abb. 8.6 (a)) und CoGa-[110]-Richtung (Abb. 8.6 (b)) durchgeführt. Zur besseren Orientierung ist eine LEED-Skizze von $c(2 \times 2)$ - α -Fe(001) beigegefügt (Abb. 8.6 (c)), in welcher die Messrichtungen eingezeichnet sind. Die Energie der verwendeten He-Atome betrug 24.4 meV. Die zugehörigen Bedampfungsvorgänge, welche jeweils unmittelbar vor den Beugungsmessungen stattfanden, sind in Abb. 8.4 dargestellt.

Bis zu Schichtdicken von etwa 4 ML α -Fe(001) sind nur in den Helium-Beugungsspektren der [010]-Richtung scharfe Reflexe sichtbar (Abb. 8.6 (a)). Diese Reflexe entsprechen den $\pm(0, 1)$ -Beugungsreflexen erster Ordnung von α -Fe(001). In [110]-Richtung (Abb. 8.6 (b)) sind keine Reflexe sichtbar, bzw. die $\pm(\frac{1}{2}, \frac{1}{2})$ -Reflexe sind extrem flach und stark verbreitert. Möglicherweise ist ein großer Teil der Oberfläche bei diesen Bedeckungen unrekonstruiert. Eine

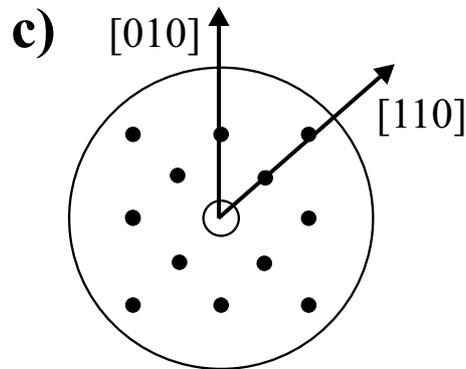
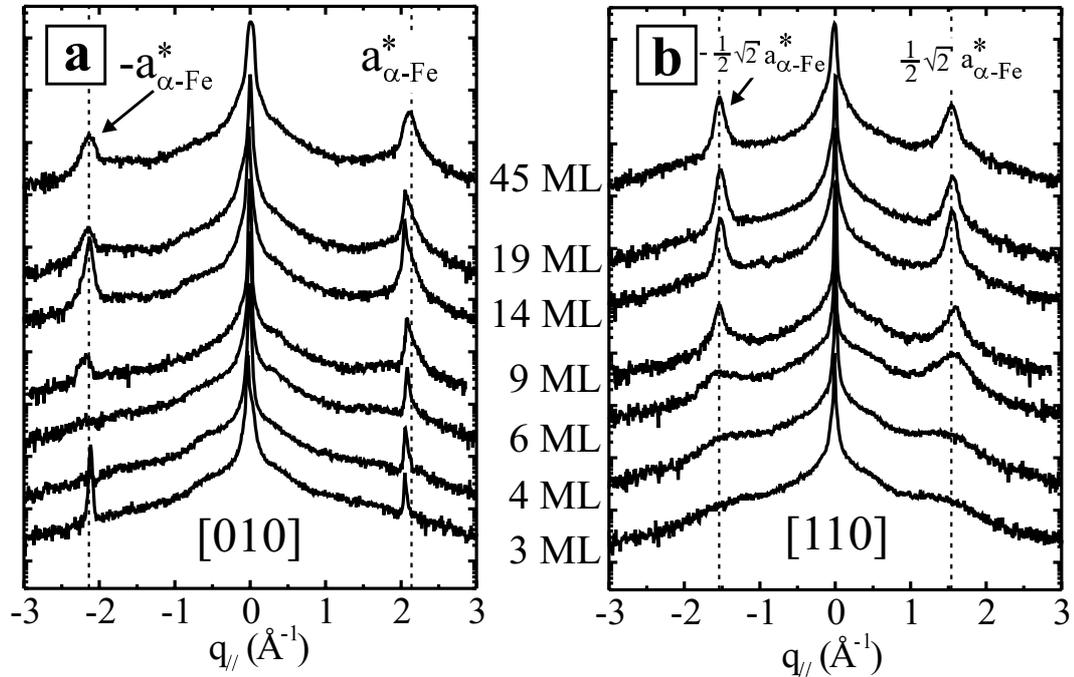


Abbildung 8.6: Helium-Beugungsspektren dünner α -Fe-Filme auf CoGa(001), welche bei 550 K aufgedampft wurden. Die Schichtdicken der Fe-Filme betrug 3, 4, 6, 9, 14, 19 und 45 ML. Die Beugungsbilder wurden in CoGa-[010]- und CoGa-[110]-Richtung aufgenommen. Zur besseren Orientierung sind die Richtungen in einer beigefügten LEED-Skizze dieser Oberfläche ($\Theta > 7$ ML) eingetragen. Die Messungen wurden bei 300 K mit einer He-Energie von 24.4 meV durchgeführt. Die zugehörigen Aufdampfvorgänge sind in Abb. 8.4 dargestellt.

weitere Möglichkeit ist aber auch, daß die $c(2 \times 2)$ -Rekonstruktion bereits bei diesen Bedeckungen zumindest zum Teil vorhanden ist, jedoch nur sehr ungeordnet. Ab Schichtdicken von etwa 6 ML Eisen ändern sich die Spektren: Die Intensität der $\pm(0, 1)$ -Reflexe in $[010]$ -Richtung nimmt mit zunehmender Fe-Bedeckung zu (Abb. 8.6 (a)). Der wesentliche Unterschied zu den Spektren der dünnen Fe-Filme auf CoGa(001) ($\Theta \leq 4$ ML), besteht jedoch in dem Erscheinen der $\pm(\frac{1}{2}, \frac{1}{2})$ -Reflexe in den Spektren der $[110]$ -Richtung (Abb. 8.6 (b)). Diese $\pm(\frac{1}{2}, \frac{1}{2})$ -Reflexe, welche erstmalig ab Schichtdicken von 6 ML α -Fe(001) auftreten, weisen eindeutig auf die Entstehung einer geordneten $c(2 \times 2)$ - α -Fe(001)-Oberfläche hin. Sie bestätigen damit die bereits in den LEED-Bildern gefundene Oberflächentransformation aus der unrekonstruierten Oberfläche (oder z.T. ungeordneten $c(2 \times 2)$ -rekonstruierten-Oberfläche) in eine geordnete $c(2 \times 2)$ -Rekonstruktion ab Schichtdicken von etwa 6-7 ML Eisen. Die $\pm(\frac{1}{2}, \frac{1}{2})$ -Reflexe werden zwischen 6 und 19 ML α -Fe(001) immer schärfer und ihre Intensität steigt an. Die $c(2 \times 2)$ -Rekonstruktion bildet sich mit steigender Schichtdicke zunehmend aus. Bei Eisenfilmen von ca. 19 ML Dicke ändern sich die Reflexe nicht mehr. Die Oberfläche hat sich bestmöglich geordnet. Die Spektren deuten auf die Existenz einer gut geordneten, atomar glatten $c(2 \times 2)$ - α -Fe(001)-Oberfläche hin.

8.3 Diskussion und Zusammenfassung

Untersucht wurden die thermische Stabilität und das Wachstum dünner Eisenfilme auf einem CoGa-Einkristall. Eisenfilme auf CoGa(001) sind bis zu Temperaturen von etwa 650 K thermisch stabil. Oberhalb 650 K kommt es zu einer Diffusion von Eisen in den Kristall hinein. Im gesamten Temperaturbereich oberhalb Raumtemperatur bis hin zur Grenze der thermischen Stabilität wächst Eisen lagenweise auf. Mit Heliumstreuung kann ein oszillierendes Verhalten der gespiegelten Intensität während des Wachstums beobachtet werden, was die periodische Bildung der einzelnen Monolagen widerspiegelt.

Während des Wachstums bei 310 und 370 K wurde lagenweises Wachstum bis hin zu Schichtdicken von $3\frac{1}{4}$ ML α -Fe(001) beobachtet. Ab $3\frac{1}{4}$ ML wächst Fe in Doppellagen auf. Dabei beginnt das lagenweise Wachstum erst dann, nachdem bereits $\frac{1}{4}$ ML Eisen auf dem CoGa(001)-Substrat deponiert wurde. Folglich sind die in Abb. 8.3 (a) gezeigten Oszillationen alle um eine viertel Monolage auf der x-Achse verschoben (siehe auch Tabelle 8.1). Erklärt werden kann dieses Verhalten durch die Tatsache, daß der Wachstumsprozeß auf der $c(4 \times 2)$ -rekonstruierten CoGa(001)-Oberfläche startet. Es wird zunächst eine viertel Monolage Eisen in die $c(4 \times 2)$ -Rekonstruktion der äußersten Lage des CoGa(001) eingebaut, bevor das lagenweise Wachstum von Eisen beginnt.

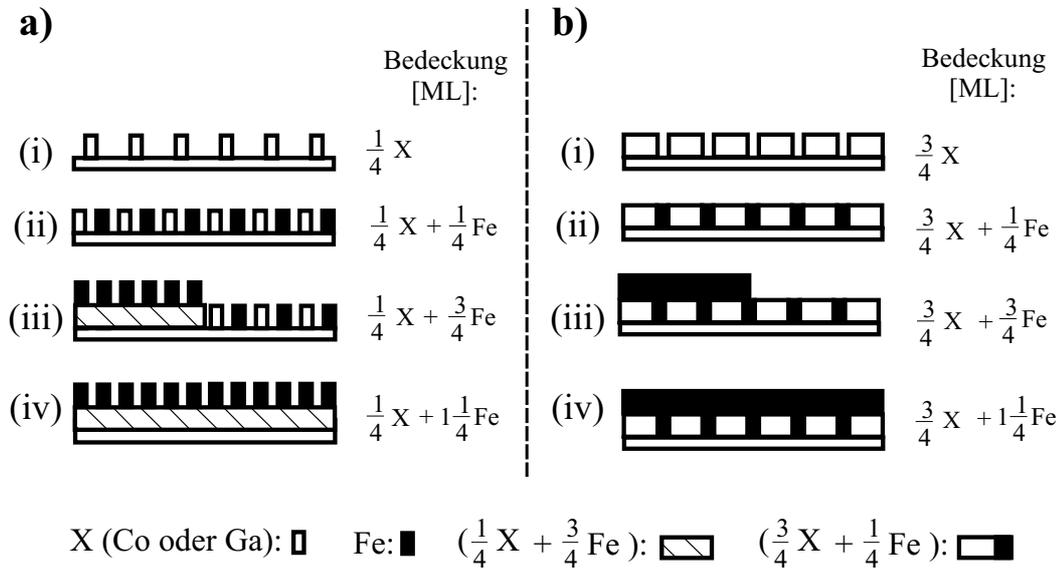


Abbildung 8.7: Modelle des Wachstums von Eisen auf der $c(4 \times 2)$ -rekonstruierten $\text{CoGa}(001)$ -Oberfläche, welche zu $1/4$ (a) und welche zu $3/4$ (b) mit Co bzw. Ga-Atomen in der äußersten Lage belegt ist.

Hierbei gibt es mindestens zwei Möglichkeiten, wie dieser Einbau von Eisen in die $c(4 \times 2)$ -Rekonstruktion interpretiert werden kann. Diese zwei Möglichkeiten und ihr Einfluß auf den Wachstumsprozeß sind schematisch in Abb. 8.7 illustriert.

Die erste Interpretation des Wachstumsprozesses (dargestellt in Abb. 8.7 (a)) basiert auf der Annahme, daß die $c(4 \times 2)$ -Rekonstruktion von $\text{CoGa}(001)$ so wie in Abb. 3.4 (b) (Abschn. 3.2.2) dargestellt aussieht, also $\frac{1}{4}$ der Oberflächenplätze mit Co- bzw. Ga-Atomen besetzt sind. Eine solche Substratoberfläche ist schematisch in Abb. 8.7 (a) (i) illustriert. Durch Zugabe von Fe wird die Oberfläche zunächst glatter, wodurch ihre Reflektivität zunimmt und als Folge die Heliumintensität ansteigt. Nach Zugabe einer viertel Monolage Fe tritt in Abb. 8.3 (a) das erste Oszillationsmaximum auf. Bei dieser Bedeckung ist die $\text{CoGa}(001)$ -Oberfläche zur Hälfte mit Fe- und Co-Atomen (oder Ga-Atomen) besetzt (Abb. 8.7 (a), Fig. (ii)). Nimmt man ferner an, daß an dieser Stelle das lagenweise Wachstum einsetzt, die hinzukommenden Fe-Atome also nicht nur weiterhin die erste Lage auffüllen, sondern gleichzeitig auch schon in der zweiten Lage eine neue Schicht bilden, so läßt sich erklären, warum die Heliumintensität wieder abnimmt. Dies kann nämlich durch Interferenzeffekte zwischen der zweiten und der ersten Lage gedeutet werden. Wenn die äußerste Lage bei diesem Wachstumsprozeß dabei stets nur halb gefüllt wird, ist nach Zugabe einer $\frac{3}{4}$ Monolage Fe (Abb. 8.7 (a) (iii)) genau der Zustand erreicht, bei

welchem der Interferenzeffekt maximal wird und in der gespiegelten Heliumintensität ein Minimum auftritt. Nach Zugabe einer weiteren halben Monolage Fe, also nach Deposition von insgesamt $1\frac{1}{4}$ Monolagen Fe ist der Ausgangszustand einer halbgefüllten Oberfläche wieder erreicht (Abb. 8.7 (a) (iv)) und der lagenweise Wachstumsprozeß beginnt von neuem.

Die zweite Möglichkeit zur Interpretation des Wachstumsprozesses und damit des Kurvenverlaufs in Abb. 8.3 (a) basiert auf der Annahme, daß die $c(4 \times 2)$ -Rekonstruktion der reinen CoGa(001)-Oberfläche nicht so wie in Abb. 3.4 (b) (Abschn. 3.2.2) dargestellt aussieht, sondern eine Struktur besitzt, in der $\frac{1}{4}$ Monolage Co oder Ga fehlen. Eine solche Oberfläche ist in Abb. 8.7 (b) (i) illustriert. Nimmt man an, daß das Fe-Wachstum auf dieser Oberfläche startet, so tritt das erste Oszillationsmaximum der gespiegelten Heliumintensität in Abb. 8.3 (a) auf (nach Zugabe von $\frac{1}{4}$ ML α -Fe(001)), wenn die Leerstellen in der $c(4 \times 2)$ -Struktur von CoGa(001) vollständig gefüllt sind (Abb. 8.7 (b) (ii)). Danach wächst der Fe-Film bis zu $3\frac{1}{4}$ ML α -Fe(001) lagenweise auf, wobei die n -te Schicht zunächst vollständig gefüllt wird, bevor das Wachstum auf der $(n+1)$ -ten Schicht beginnt. Ein solcher Wachstumsprozeß ist für das Wachstum der zweiten Lage in Abb. 8.7 (b) (iii) und (iv) illustriert. Bei diesem Modell wird angenommen, daß die Oberfläche bei Auftreten der Oszillationsmaxima stets vollständig bedeckt und damit unrekonstruiert ist. Nach Bedeckung mit $3\frac{1}{4}$ ML wächst Fe in Doppellagen auf.

Bei 550 K beobachtet man ein anderes Verhalten als bei 310 und 370 K: Oszillationen mit einer Periode von einer Monolage können hier erst nach der Deposition von $2\frac{1}{4}$ ML Fe beobachtet werden (Abb. 8.3 (b)). Folglich beginnt das Eisen bei dieser Temperatur zunächst mit dem Wachstum einer Doppellage und erst danach setzt lagenweises Wachstum ein. Für das Wachstum von Fe auf CoGa(001) bei 550 K wurden auch Strukturuntersuchungen durchgeführt. Diese zeigen, daß die Oberfläche des Eisenfilms (α -Fe(001)) ab Schichtdicken von etwa 7 ML eine $c(2 \times 2)$ -Rekonstruktion aufweist. Dünnere Schichten (< 7 ML) besitzen eine überwiegend unrekonstruierte Oberfläche.

Abb. 8.4 zeigt die gespiegelte Heliumintensität, aufgenommen während des etappenweisen Wachstums von Fe auf CoGa(001) bei 550 K. Es wurde festgestellt, daß sich die Struktur des Eisenfilm nach jeder Unterbrechung des Aufdampfprozesses als Funktion der Zeit ordnet. Zudem wächst Fe bei jeder erneuten Bedampfung lagenweise auf dem zuvor präparierten Film auf, wenn man diesem genügend Zeit zum Ausheilen gegeben hat. Durch etappenweises Aufdampfen von jeweils wenigen Schichten gefolgt von anschließendem Ausheilen derselben, konnte ein lagenweises Wachstum bis zu sehr hohen Schichtdicken induziert werden. TEAS-Oszillationen wurden so bis zu 30 ML beobachtet. Ein Ende diese Wachstum-Ausheil-Prozesses war aber auch nach Bedeckungen mit

45 ML Fe noch nicht zu finden. Wahrscheinlich kann man durch etappenweises Aufdampfen noch zu sehr viel dickeren Schichten gelangen, die lagenweise aufwachsen. Aus experimentellen und zeitlichen Gründen wurden aber keine dickeren Eisenfilme als 45 ML untersucht.

Abschließend sei bemerkt, daß die entstandenen Eisenfilme im gesamten Temperaturbereich ($300\text{ K} < T < 650\text{ K}$) gut geordnet sind. Die gespiegelte Heliumintensität erreicht Werte, die bei 310 K etwa dem 1.6-fachen und bei 370 K dem 2.4-fachen der Intensität einer reinen CoGa(001)-Oberfläche entsprechen. Bei 550 K werden sogar Intensitäten mit mehr als der zwanzigfachen Intensität von CoGa(001) erzielt. Folglich werden die Eisenfilme umso besser geordnet, je höher die verwendete Aufdampftemperatur ist. Allerdings besteht bei hohen Temperaturen auch die Gefahr einer Vermischung von Eisen und CoGa, und zwar umso mehr, je näher man der Grenztemperatur der thermischen Stabilität der Filme bei 650 K kommt.

Kapitel 9

Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit befaßt sich mit dem Wachstum und der Charakterisierung einiger für die Anwendung in magnetoelektronischen Bauelementen wichtiger Metall- und Oxidschichten. Dabei steht nicht die Präparation fertiger Bauelemente im Vordergrund, vielmehr handelt es sich hierbei um eine gezielte Untersuchung von Wachstumsdynamik, Struktur, Oberflächenmorphologie und thermischer Stabilität einzelner dünner Filme, sowie um den Versuch der Optimierung dieser Parameter. Die hier vorgestellten Filme zeichnen sich insbesondere durch ihre geringen Schichtdicken und zum Teil durch ihre gut geordneten Oberflächen aus.

Auf einem Kupfer-Einkristall(Cu(110)-Oberfläche) wurden das Wachstum dünner Eisenfilme sowie die Präparation wohlgeordneter Eisenoxidfilme untersucht. Außerdem wurde die Präparation dünner Doppelschichten bestehend aus Fe/Fe_2O_3 und Co/Fe_2O_3 auf Cu(110) studiert, sowie deren thermisches Verhalten analysiert. Ferner wurde die Oxidation einer intermetallischen Legierung bestehend aus 50 % Kobalt und 50 % Gallium untersucht: Auf der CoGa(001)-Oberfläche bildet sich durch Adsorption von Sauerstoff und der dadurch induzierten Segregation von Gallium ein ultradünnes, wohlgeordnetes Ga_2O_3 . Auf demselben Substrat, CoGa(001), wurde Eisen aufgedampft. Eisen wächst hier lagenweise auf, es entsteht ein gut geordneter α -Fe-Film mit einer zum Substrat isomorphen Struktur.

Fe auf Cu(110)

Im Gegensatz zu dem Wachstum auf den anderen niedrig indizierten Kupferflächen bilden sich auf Cu(110) Eisenfilme mit rauen Oberflächen. Dadurch steigt in Beugungsexperimenten der Untergrund bereits bei niedrigen Eisenbedeckungen extrem an. Die beobachteten Beugungsreflexe verschwinden. In der vorliegenden Arbeit konnte mit Heliumstreuung bei Raumtemperatur ein

Wachstumsprozeß beobachtet werden, welcher sich durch die Bildung von Eiseninseln und deren anschließende Koaleszenz interpretieren läßt. Einen atomar glatten Eisenfilm auf Cu(110) erhält man durch Aufdampfen von Eisen bei tiefen Temperaturen und anschließendes Anlassen des Films: Dazu wurde bei 130 K ein 5 ML (in Bezug auf γ -Fe(110)) dicker Eisenfilm auf Cu(110) aufgedampft, welcher zunächst ungeordnet ist. Durch Anlassen auf höhere Temperaturen ordnet er sich. Nach Anlassen auf 240 K (20 K/min) wird ein zum Substrat isomorpher γ -Fe-Film mit atomar glatter (110)-Oberfläche beobachtet. Dieser Film ist nicht stabil. Nach Anlassen auf Temperaturen oberhalb 240 K kommt es zur Bildung von (110)-Terrassen, (111)-Facetten sowie $(1\ 1\ \bar{1})$ -Facetten. Diese Facettenbildung setzt bereits bei 240 K ein. Sie kann allerdings vermieden werden, wenn der Film sofort wieder abgekühlt wird. Abkühlen auf Temperaturen unterhalb 200 K reicht aus, um die atomar glatte γ -Fe(110)-Oberfläche über mehrere Stunden hinweg zu konservieren.

In der vorliegenden Arbeit wurde auch die Temperaturstabilität dünner Eisenfilme auf Cu(110) untersucht. Eisen verweilt bis etwa 540 K thermisch stabil auf dem Kupfer-Substrat. Bei höheren Temperaturen diffundiert Eisen in den Kupfer-Kristall hinein.

Eisenoxid auf Cu(110)

Untersucht wurde die Oxidation des zuvor präparierten atomar glatten γ -Fe-Films auf Cu(110). Da der glatte γ -Fe(110)-Film nur bei tiefen Temperaturen stabil ist, mußte auch die Oxidation bei tiefen Temperaturen erfolgen. Der Eisenfilm wurde bei 130 K oxidiert. Nach Zugabe von 25 L O_2 entsteht ein ungeordneter Fe_2O_3 -Film auf dem Cu-Substrat. Es kann allerdings nicht ausgeschlossen werden, daß der Eisenfilm unvollständig oxidiert, daß also ein ultradünner Fe-Film unter dem Oxid verborgen bleibt. Nach Anlassen auf höhere Temperaturen ordnet sich der Fe_2O_3 -Film, und zwar bereits nach Anlassen auf ca. 400 K. Mit der hier verwendeten Heizrate von 20 K/min muß die Probe allerdings bis auf mindestens 550 bis 600 K geheizt werden, um die Ordnung zu optimieren. In etwa demselben Temperaturbereich beginnt die schrittweise Reduktion des Fe_2O_3 , vermutlich durch den zwischen Fe_2O_3 und Cu verborgenen Fe-Film. Ein Einfluß auf die Oberflächenstruktur wird dabei bis etwa 720 K nicht beobachtet. Oberhalb 700 K kommt es zusätzlich zu einem Zerfall des Oxides. Übrig bleibt nur eine weitere Oxidphase, welche zwischen 900 und 1100 K thermisch stabil ist. Vermutlich handelt es sich hierbei um ein ultradünnes FeO .

Fe/Fe₂O₃- und Co/Fe₂O₃-Doppelschichten auf Cu(110)

Auf dem zuvor präparierten, geordneten Fe₂O₃/Cu(110) wurde bei 130 K ein 4.5 ML (in Bezug auf α -Fe(001)) dicker Eisenfilm aufgedampft. Dieser Film ist zunächst ungeordnet. Er ordnet sich nach Anlassen auf Temperaturen oberhalb 400 K. Nach Anlassen auf 530 K kann eine wohlgeordnete α -Fe(001)-Oberfläche beobachtet werden. Allerdings findet bei diesen Temperaturen schon eine Vermischung (Redoxreaktion) zwischen der Fe- und der Fe₂O₃-Schicht statt. Erste Anzeichen für eine solche Reaktion finden sich bereits bei 130 K, wahrscheinlich ist sie jedoch bis ca. 350 K auf die Grenzfläche zwischen dem Fe und dem Fe₂O₃ beschränkt. Oberhalb 350 K kommt es zu einer deutlich meßbaren Diffusion von Sauerstoff in Richtung Oberfläche. Es ist also nur möglich, einen gut geordneten Eisenfilm auf Fe₂O₃/Cu(110) zu präparieren (Anlassen auf 530 K), wenn dabei eine Redoxreaktion zwischen dem Fe und dem Fe₂O₃ in Kauf genommen wird. Im Gegensatz dazu ist es gelungen einen wohlgeordneten, epitaktischen Kobalt-Film auf Fe₂O₃/Cu(110) aufzubringen, der zudem thermisch stabil ist: Aufdampfen von Kobalt (7.5 ML fcc-Co(110)) auf Fe₂O₃/Cu(110) bei 130 K führt zwar auch zunächst zur Ausbildung eines ungeordneten Kobaltfilms. Nach Anlassen auf Temperaturen oberhalb 300 K beginnt sich der Film jedoch zu ordnen. Vermischung von Kobalt und Fe₂O₃ findet aber erst oberhalb 400 K statt. Es ist also relativ einfach, einen wohlgeordneten, thermisch stabilen Kobaltfilm zu präparieren: Anlassen auf Temperaturen zwischen 300 und 400 K genügt.

CoGa(001) und Ga₂O₃/CoGa(001)

Erstmalig wurde in dieser Arbeit die reine CoGa(001)-Oberfläche mit Heliumstreuung untersucht: Auch TEAS zeigt bei Raumtemperatur die erwarteten Reflexe einer c(4 x 2)-rekonstruierten CoGa(001)-Oberfläche. Zudem finden sich in verschiedenen Messungen Anzeichen für die Koexistenz einer ($\sqrt{5} \times \sqrt{5}$)-Rekonstruktion. Nach Anlassen auf Temperaturen oberhalb 500 K verschwinden im Heliumbeugungsbild einzelne Reflexe der c(4 x 2)-Rekonstruktion. Es ist nicht ganz geklärt, wie dies zu interpretieren ist. Möglicherweise verschwindet die c(4 x 2)-Rekonstruktion schrittweise bei hohen Temperaturen, zumindest aber verliert sie ihre langreichweitige Ordnung. Mit AES konnte eine Anreicherung der Oberfläche mit Kobalt bei Temperaturen oberhalb 850 K festgestellt werden.

Untersucht wurde auch die Oxidation der CoGa(001)-Oberfläche. Bei Raumtemperatur bildet sich ein ungeordnetes Ga-Oxid. Dieses Oxid ist bis etwa 850 K thermisch stabil. Darüber dissoziiert es und Sauerstoff desorbiert. Nach Anlassen der bei Raumtemperatur oxidierten Oberfläche auf Temperaturen ober-

halb 600 K beginnt sich das Oxid zu ordnen. Dabei ist die Oberfläche umso besser geordnet, je höher die verwendete Anlaßtemperatur ist. Allerdings ist die Oberfläche des CoGa(001) bei diesem Verfahren, Oxidation bei Raumtemperatur und anschließendes Anlassen der Probe, nicht vollständig mit $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ bedeckt. Einen geordneten Oxidfilm, der das Substrat vollständig bedeckt, erhält man bei direkter Oxidation bei hohen Temperaturen ($600\text{K} < T < 900\text{K}$). Dabei gilt auch hier: Je höher die verwendete Oxidationstemperatur ist, umso besser ist das Oxid geordnet. Bei diesem Verfahren kann die CoGa(001)-Oberfläche auch bei Temperaturen von 900 K, also oberhalb der Zerfallstemperatur (850 K) des Oxids, oxidiert werden. Allerdings muß dabei ein erhöhter Sauerstoffdruck von mindestens $2 \cdot 10^{-7}$ mbar verwendet und das entstandene Oxid in der Sauerstoffatmosphäre auf unter 850 K abgekühlt werden.

Fe auf CoGa(001)

Untersucht wurde auch das Wachstum dünner Eisenfilme auf einem CoGa(001)-Substrat. Dünne Eisenfilme auf CoGa(001) sind bis etwa 650 K thermisch stabil. Oberhalb 650 K verschwindet Eisen von der Oberfläche, wahrscheinlich diffundiert es in den CoGa-Kristall hinein. Während des Wachstums bei 310, 370 und 550 K wurden mit Heliumstreuung periodische Oszillationen beobachtet, welche auf lagenweises Wachstum hindeuten. (Dabei beginnt das Wachstum bei 310 und 370 K lagenweise und geht ab $3\frac{1}{4}$ ML Fe in ein Doppellagenwachstum über, während bei 550 K zunächst die Bildung einer Doppellage und erst ab $2\frac{1}{4}$ ML Fe ein lagenweises Wachstum beobachtet wird.) Bei allen drei Temperaturen, 310, 370 und 550 K, entstehen geordnete Filme mit atomar glatten Oberflächen. Es deutet sich aber an, daß sich die Oberfläche der Filme umso besser ordnet, je höher die verwendete Aufdampf-temperatur ist. Mit der hier verwendeten Aufdampfgeschwindigkeit (≈ 1 min/ML) befand sich die Oberfläche während des Wachstumsvorgangs nicht im thermodynamischen Gleichgewicht. Wurde der Aufdampfvorgang gestoppt, so ordnete sich die Oberfläche jedesmal als Funktion der Zeit. Während des Wachstums bei 550 K wurde dieser Effekt ausgenutzt, um dickere Schichten in lagenweisem Wachstum zu präparieren. Durch etappenweises Aufdampfen, d.h. unter Verwendung von Pausen, in welchen dem Film Gelegenheit zur Ausheilung gegeben wurde, konnte ein 30 ML dicker Eisenfilm in lagenweisem Wachstum auf dem CoGa(001) aufgebracht werden. Möglicherweise können mit diesem Verfahren noch viel dickere, geordnete Fe-Filme präpariert werden.

Bei den bei 550 K aufgedampften Eisenfilmen handelt es sich um $\alpha\text{-Fe}$ mit einer zum Substrat isomorphen Struktur. Bei dünnen Eisenfilmen ($< 7\text{ML}$) wurde die Existenz einer unrekonstruierten $\alpha\text{-Fe}(001)$ Oberfläche beobachtet. Filme mit Schichtdicken $> 7\text{ML}$ weisen eine $c(2 \times 2)$ -rekonstruierte $\alpha\text{-Fe}(001)$ Oberfläche auf.

Anhang A

Die verwendeten Materialien - eine Übersicht über Struktur und Eigenschaften

Der folgende Abschnitt liefert einen kurzen Überblick über die verwendeten Materialien. Die benutzten Substrate wurden bereits in Abschnitt 3.2 diskutiert. Vorgestellt werden hier deshalb nur die Eigenschaften der aufgedampften Filme. Der folgende Abschnitt stellt die wichtigsten physikalischen Eigenschaften der aufgedampften Filme vor. Dabei wird sowohl auf die allgemein bekannte Festkörperstruktur der Filme als auch speziell auf einige der beobachteten Oberflächen eingegangen.

A.1 Eisen

Im Festkörper kristallisiert Eisen in vier Phasen: α -Fe, γ -Fe, δ -Fe und ϵ -Fe. Bei Raumtemperatur liegt Eisen gewöhnlich in der α -Fe-Phase vor. Es handelt sich hierbei um eine kubisch raumzentrierte Struktur. Die Gitterkonstante beträgt 2.866 \AA [43, 60]. Ein Modell der Einheitszelle von α -Fe ist in Abb. A.1 dargestellt. In seltenen Fällen kann Eisen bei Raumtemperatur und hohem Druck auch in einer hexagonalen Struktur vorkommen [60]. Diese ϵ -Fe-Phase wurde in der vorliegenden Arbeit jedoch nicht beobachtet, weswegen auch nicht weiter auf sie eingegangen wird. Das normalerweise bei Raumtemperatur vorliegende α -Fe ist nur bis etwa $910 \text{ }^\circ\text{C}$ stabil. Bei höheren Temperaturen kommt es zu einem strukturellen Phasenübergang: α -Fe geht in eine fcc-Struktur über, das sog. γ -Fe (Abb. A.2). Die Gitterkonstante von γ -Fe beträgt 3.64 \AA [43, 60]. Auch γ -Fe ist nicht bis zum Schmelzpunkt thermisch stabil. Ab etwa $1390 \text{ }^\circ\text{C}$ verwandelt sich die fcc-Struktur von γ -Eisen zurück in eine kubisch raumzen-

trierte Struktur, jetzt allerdings mit einer Gitterkonstanten von $2,93 \text{ \AA}$ [43,60]. Diese Phase von Fe wird δ -Fe genannt. Auch sie wurde in der vorliegenden Arbeit nicht beobachtet. Ab $1535 \text{ }^\circ\text{C}$ schließlich schmilzt Eisen. Tabelle 3.1 zeigt noch einmal eine Zusammenfassung der wichtigsten Kristallstrukturdaten von Eisen:

Name	Struktur	Gitterkonstante (\AA)	Dichte ($g \cdot cm^{-3}$)	thermisch stabiler Temperaturbereich ($^\circ\text{C}$)
α -Fe	bcc	2.8662 (T=20 $^\circ$)	7.86	< 910
γ -Fe	fcc	3.6460 (T=916 $^\circ$)	7.648	910 < T < 1390
δ -Fe	bcc	2.9322 (T=1394 $^\circ$)	7.355	1390
Schmelzpunkt				1535

Tabelle A.1: Kristallstrukturdaten von Eisen nach Landoldt-Börnstein [60]

A.1.1 α -Fe-Oberflächen: α -Fe(001), $c(2 \times 2)$ - α -Fe(001)

Beobachtet wurde in der vorliegenden Arbeit die Existenz von α -Fe und γ -Fe. Sowohl auf $Fe_2O_3/Cu(110)$ (Abschn. 6.1) als auch auf $CoGa(001)$ (Abschn. 8) bilden sich bei Bedampfung mit Eisen wohlgeordnete α -Fe-Filme. In beiden Fällen kann eine (001)-Oberfläche beobachtet werden. Abb. A.1 (a) zeigt ein Strukturmodell des bcc-Eisenfilms. Dabei ist die (001)-Fläche grau schraffiert eingezeichnet. Die linke Seite von Abb. A.1 (b) liefert eine Draufsicht auf die α -Fe(001)-Oberfläche im Ortsraum. Rechts daneben ist die Struktur im reziproken Raum abgebildet. In beiden Räumen handelt es sich um ein quadratisches Gitter. Die Gitterkonstante im Ortsraum beträgt $\approx 2.87 \text{ \AA}$, was im reziproken Raum einer Gitterkonstanten von $\approx 2.19 \text{ \AA}^{-1}$ ($\frac{2\pi}{2.87} \text{ \AA}^{-1}$) entspricht. Auf $CoGa(001)$ kann neben der (001)-Oberfläche auch eine $c(2 \times 2)$ -Rekonstruktion von α -Fe(001) beobachtet werden. Diese tritt bei Eisenfilmen mit Schichtdicken größer $\approx 7 \text{ ML}$ auf. Eine mögliche Struktur der $c(2 \times 2)$ rekonstruierten Oberfläche ist in Abb. A.1 (c) eingezeichnet. Sie entspricht im Ortsraum einem α -Fe(001)-Gitter, bei welchem in [100]- und in [010]-Richtung jedes zweite Atom fehlt. Zusätzlich ist der Platz des Zentralatoms in der Mitte der Einheitszelle besetzt (linkes Bild in Abb. A.1 (c)). Die Oberfläche ist also nicht vollständig mit Fe-Atomen gefüllt. In Bezug auf die α -Fe(001)-Oberfläche fehlt die Hälfte der Atome. Im reziproken Raum ergibt sich für die $c(2 \times 2)$ - α -Fe(001)-Oberfläche eine Beugungsstruktur, wie sie im rechten Bild von Abb. A.1 (c) eingezeichnet ist.

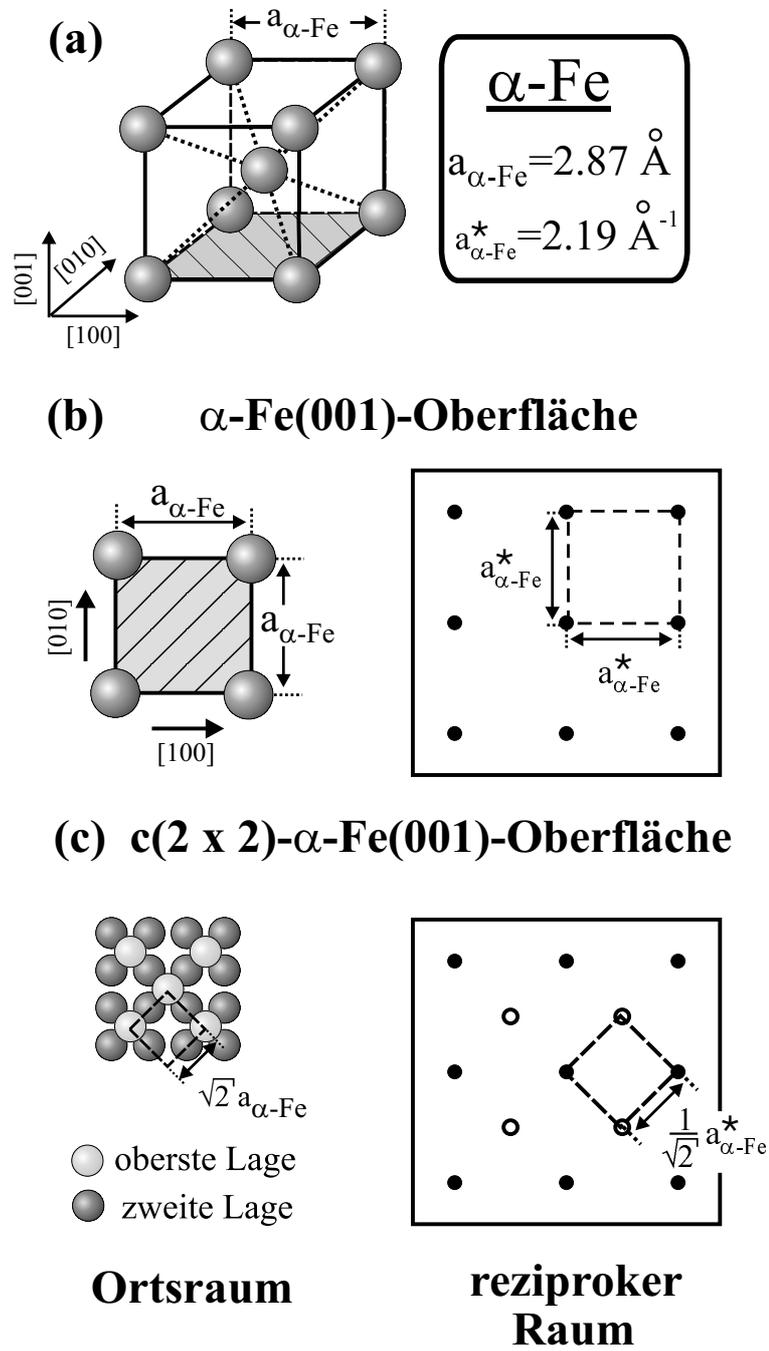


Abbildung A.1: Struktur von bcc α -Eisen (a). Die grau schraffierte Fläche markiert die (001)-Fläche. Abb. (b) zeigt eine Draufsicht auf die $\alpha\text{-Fe}(001)$ -Oberfläche im Ortsraum und reziproken Raum. In der vorliegenden Arbeit wird auch die $c(2 \times 2)$ -Rekonstruktion von $\alpha\text{-Fe}(001)$ beobachtet, bei welcher die Oberfläche nur zur Hälfte bedeckt ist (c).

A.1.2 γ -Fe-Oberflächen: γ -Fe(110), γ -Fe(111), γ -Fe(11 $\bar{1}$)

Auf Cu(110) wird nach Bedampfung der Oberfläche mit Eisen ein fcc γ -Eisenfilm gefunden (siehe Abschn. 4). Der atomar glatte Eisenfilm, welcher nach Bedampfung der Cu(110)-Oberfläche und anschließendem Anlassen auf 240 K beobachtet wird, besitzt eine (110)-Oberfläche. Abb. A.2 (a) zeigt ein Strukturmodell von γ -Fe, bei dem die (110)-Fläche schraffiert eingezeichnet wurde. Eine Draufsicht auf die (110)-Fläche im Ortsraum ist in Abb. A.2 (b) eingezeichnet. Die Einheitszelle dieser Oberfläche besitzt eine rechteckige Struktur mit Kantenlängen von 3.64 \AA ([001]-Richtung) und 2.57 \AA ($[1\bar{1}0]$ -Richtung). Auch im reziproken Raum weist das Beugungsmuster der γ -Fe(110)-Oberfläche eine rechteckige Einheitszelle auf (Abb. A.2 (c)). Die Kantenlängen betragen hier in [001]-Richtung $\approx 1.73 \text{ \AA}^{-1}$ ($\frac{2\pi}{3.64} \text{ \AA}^{-1}$) und in $[1\bar{1}0]$ -Richtung $\approx 2.44 \text{ \AA}^{-1}$. Neben der (110)-Oberfläche von γ -Fe wird auf Cu(110) unter bestimmten Bedingungen auch die Existenz von Facetten beobachtet. Bei den Facettenoberflächen handelt es sich um die (111)- und die (11 $\bar{1}$)-Fläche von fcc γ -Fe. Abb. A.2 (d) zeigt die Struktur von γ -Fe mit eingezeichneter (11 $\bar{1}$)-Fläche (schraffiert). Aus Gründen der Übersicht wurde hier auf die Markierung der (111)-Fläche verzichtet. Sie ergibt sich durch Spiegelung der (11 $\bar{1}$)-Fläche an der (110)-Fläche. Die Draufsichten auf die (11 $\bar{1}$)- und die (111)-Fläche sind jedoch identisch. Eine solche Ansicht ist in Abb. A.2 (e) abgebildet. Im Ortsraum besitzt die (111)-Fläche (sowie die (11 $\bar{1}$)-Fläche) eine hexagonale Struktur, welche sich aus gleichseitigen Dreiecken mit einer Kantenlänge von $\approx 2.57 \text{ \AA}$ zusammensetzt. Im reziproken Raum ergibt sich ein reziprokes Gitter, welches ebenfalls eine hexagonale Struktur aufweist und deren Kantenlänge $\approx 2.82 \text{ \AA}^{-1}$ ($\frac{2\pi}{2.57 \sin 60^\circ}$) beträgt. Das reziproke Gitter der γ -Fe(111)-Oberfläche ((11 $\bar{1}$)-Oberfläche) ist in Abb. A.2 (f) abgebildet.

$$\underline{\gamma\text{-Fe}}: a_{\gamma\text{-Fe}}=3.64 \text{ \AA} ; a_{\gamma\text{-Fe}}^*=1.73 \text{ \AA}^{-1}$$

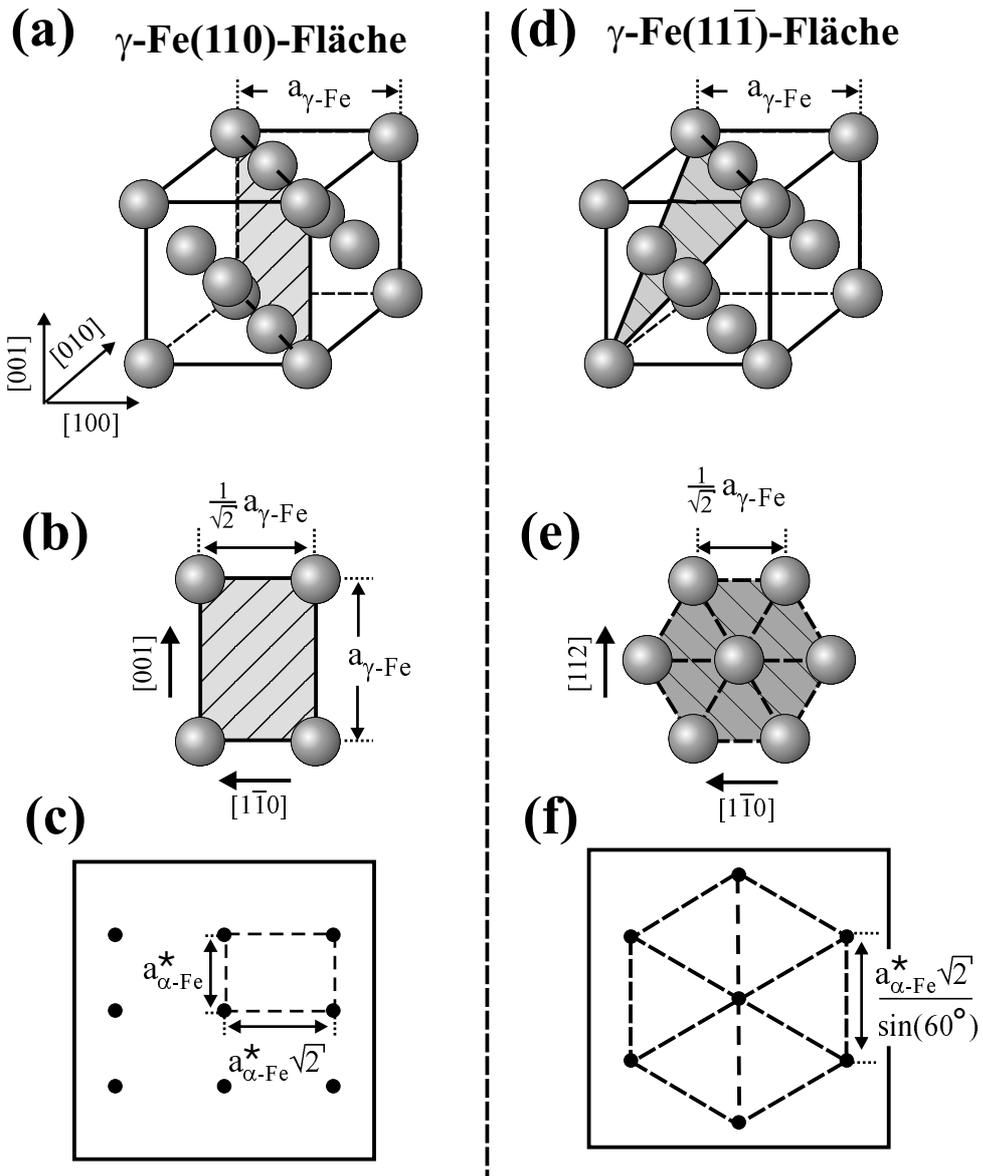


Abbildung A.2: Struktur von fcc γ -Eisen. Grau schraffiert eingezeichnet sind die (110) - (a) und die $(11\bar{1})$ -Oberfläche (d). Dabei ist letztere strukturell identisch zur (111) -Fläche. Abb. (b) zeigt eine Draufsicht auf die $\gamma\text{-Fe}(110)$ -Oberfläche im Ortsraum. Eine Draufsicht auf die $\gamma\text{-Fe}(11\bar{1})$, bzw. $\gamma\text{-Fe}(111)$ -Oberfläche ist in Abb.(e) dargestellt. Abb. (c) und (f) zeigen diese Flächen im reziproken Raum.

A.2 Kobalt

In der Literatur findet man für Kobalt zwei mögliche Strukturen, welche im Festkörper vorkommen können. Verschiedene Autoren weisen auf die Existenz einer kubisch flächenzentrierten Struktur (fcc) und einer hexagonalen Struktur (hcp) hin [43, 60, 116, 130]. Die Gitterkonstante der fcc-Struktur beträgt 3.544 \AA , die hexagonale Struktur hat Gitterkonstanten $a=2.507 \text{ \AA}$ und $c=4.069 \text{ \AA}$ [60]. Nach Landoldt-Börnstein ist die hexagonale Struktur stabil unterhalb $400 \text{ }^\circ\text{C}$, während man die fcc-Struktur bei Temperaturen oberhalb $400 \text{ }^\circ\text{C}$ vorfindet. Allerdings wurde die Gitterkonstante von fcc-Co bei Raumtemperatur ($18 \text{ }^\circ\text{C}$) gemessen und zwar an einer Pulverprobe nach Abschrecken von 520 oder $550 \text{ }^\circ\text{C}$. Andere Autoren geben neben der gemessenen Gitterkonstanten ebenfalls Raumtemperatur an [43]. Der Schmelzpunkt von Kobalt liegt bei $1492 \text{ }^\circ\text{C}$ [60]. Tabelle A.2 zeigt die Strukturdaten von Co, entnommen aus Referenz [60]:

Name	Struktur	Gitterkonstante (\AA)	Dichte ($g \cdot cm^{-3}$)	thermisch stabiler Temperaturbereich $^\circ\text{C}$
Co	fcc	3.5441 (T=18 $^\circ\text{C}$)	8.793	> 400
Co	hcp	a=2.507 c=4.069 (T=18 $^\circ\text{C}$)*	8.9	< 400
Schmelzpunkt				1492

Tabelle A.2: Kristallstrukturdaten von Kobalt nach Landoldt-Börnstein [60]

(*) Pulverprobe, gemessen nach Abschrecken von 520 oder $550 \text{ }^\circ\text{C}$

A.2.1 fcc-Co-Oberflächen:

c(2 x 2)-fcc-Co(001); (3 x 1)-fcc-Co(110)

Beobachtet werden in der vorliegenden Arbeit nur Beugungsbilder, die sich durch die Existenz eines fcc-Kobaltfilms interpretieren lassen (siehe auch Abschn. 6.2). Hinweise auf einen hexagonal strukturierten Kobaltfilm werden nicht gefunden. Daher beschränkt sich der folgende Abschnitt auf die Beschreibung der fcc-Struktur von Kobalt. Auf $Co/Fe_2O_3/Cu(001)$ wird eine Struktur beobachtet, die sich durch eine Mischung einer (3 x 1)-fcc-Co(110)-Oberfläche und einer c(2 x 2)-fcc-Co(001)-Oberfläche erklären läßt.

Die (3 x 1)-fcc-Co(110)-Oberfläche läßt sich wie folgt beschreiben; dabei wird zunächst auf die unrekonstruierte fcc-Co(110)-Oberfläche eingegangen: Die An-

(3 x 1)-fcc-Co(110)-Oberfläche

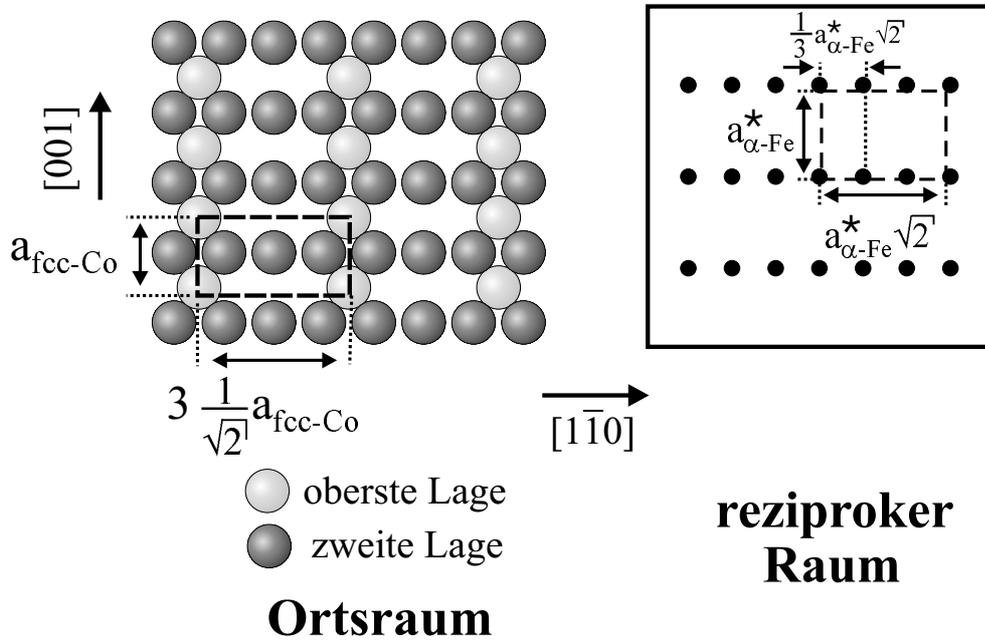


Abbildung A.3: Struktur der (3 x 1)-rekonstruierten fcc-Co(110)-Oberfläche. Die Gitterkonstante von fcc-Co beträgt $a_{fcc-Co} \approx 3.54 \text{ \AA}$ im Ortsraum und $a_{fcc-Co}^* \approx 1.77 \text{ \AA}^{-1}$ im reziproken Raum ($\frac{2\pi}{3.54} \text{ \AA}^{-1}$).

ordnung einer (110)-Fläche in einem fcc-Kristall, sowie die Draufsicht auf eine solche (110)-Fläche im Ortsraum und reziproken Raum wurden bereits mehrfach abgebildet (siehe z.B. Abb. A.2 (a-c)). Die fcc-Co(110)-Fläche sieht im Prinzip genauso aus. Lediglich die Gitterkonstante von fcc-Co ist verschieden zu Abb. A.2 (a-c). Die Gitterkonstante von Kobalt beträgt im Ortsraum $a_{fcc-Co} \approx 3.54 \text{ \AA}$. Im reziproken Raum ergibt sich eine Gitterkonstante a_{fcc-Co}^* von 1.77 \AA^{-1} ($\frac{2\pi}{3.54} \text{ \AA}^{-1}$). Die (3 x 1)-Rekonstruktion von fcc-Co(110) unterscheidet sich von der unrekonstruierten Oberfläche durch eine fehlende Anzahl von Oberflächenatomen. Eine mögliche Struktur der (3 x 1)-Rekonstruktion von Co(110) ist in Abb. A.3 dargestellt: In Bezug auf die unrekonstruierte fcc-Co(110)-Oberfläche ist bei der (3 x 1)-Rekonstruktion nur jedes dritte Atom in $[1\bar{1}0]$ -Richtung vorhanden. In $[001]$ -Richtung dagegen ist die Oberfläche vollständig besetzt. Folglich besteht die (3 x 1)-fcc-Co(110) Oberfläche aus „Atomketten“ entlang der $[001]$ -Richtung, die in $[1\bar{1}0]$ -Richtung einen Abstand von $3a_{[1\bar{1}0]}$ ($= 3\frac{1}{\sqrt{2}}a_{fcc-Co}$) besitzen. Im reziproken Raum ergibt sich für die (3 x 1)-fcc-Co(110)-Oberfläche ein rechteckiges Gitter mit Kantenlängen von 0.84 \AA^{-1} ($\frac{1}{3}\sqrt{2}a_{fcc-Co}^*$) in $[1\bar{1}0]$ -Richtung und 1.77 \AA^{-1} ($= a_{fcc-Co}^*$) in $[001]$ -Richtung.

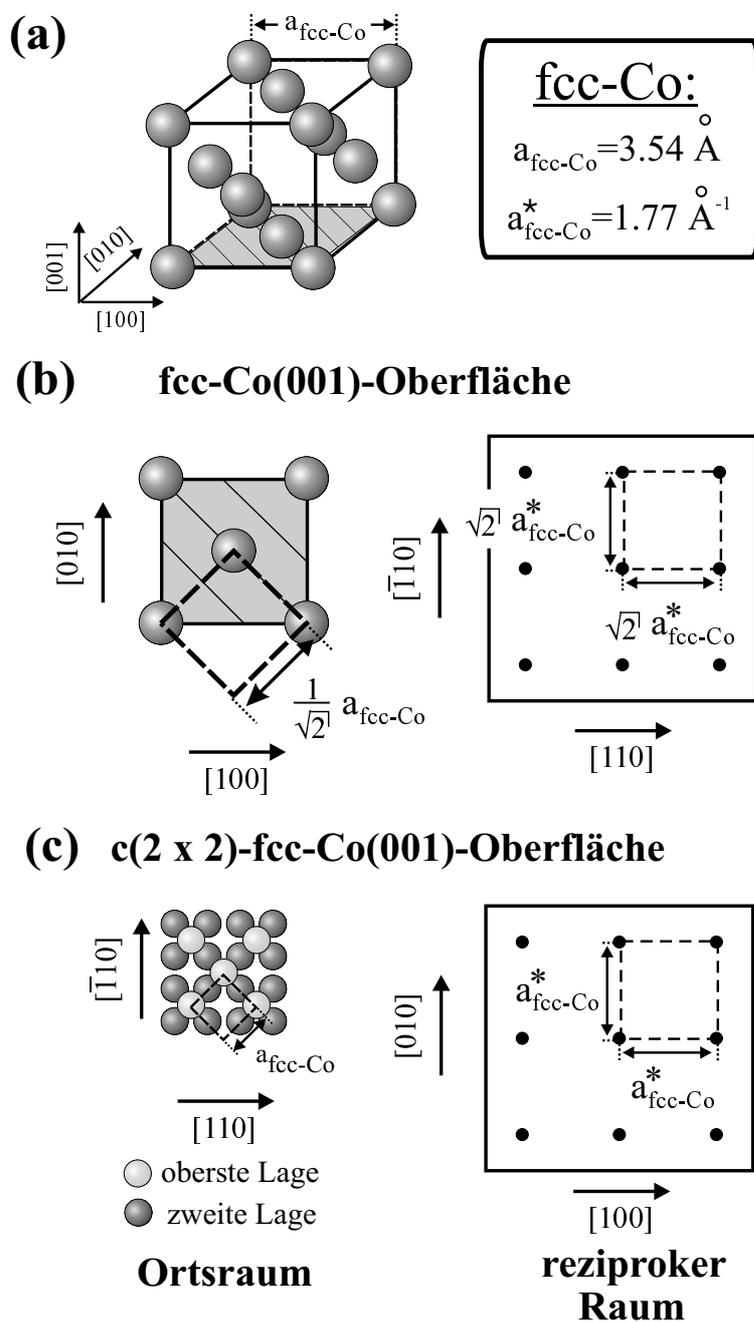


Abbildung A.4: Struktur von fcc-Kobalt mit eingezeichneter (001)-Oberfläche (grau schraffiert) (a). Abb. (b) zeigt eine Draufsicht auf die fcc-Co(001)-Oberfläche im Ortsraum, sowie im reziproken Raum. Beobachtet wurde in der vorliegenden Arbeit die c(2 x 2)-Rekonstruktion von fcc-Co(001) (siehe auch Abschn. 6.2). Diese Oberfläche ist in Abb. (c) dargestellt.

Die $c(2 \times 2)$ -fcc-Co(001)-Oberfläche basiert auf der (001)-Fläche von fcc-Kobalt. Die Lage der (001)-Fläche im fcc-Kristall ist in Abb. A.4 (a) eingezeichnet (schraffiert). Abb. A.4 (b) zeigt eine Draufsicht auf die fcc-Co(001)-Fläche im Ortsraum und reziproken Raum. Sie besitzt in beiden Räumen eine quadratische Einheitszelle, deren Kanten entlang der $[\bar{1}10]$ - und $[110]$ -Richtung verlaufen. Die Gitterkonstante beträgt im Ortsraum 2.50 \AA ($\frac{1}{\sqrt{2}}a_{fcc-Co}$) und im reziproken Raum 2.51 \AA^{-1} ($\frac{2\pi}{2.50} \text{ \AA}^{-1}$). Eine mögliche Struktur der $c(2 \times 2)$ -Rekonstruktion von fcc-Co(001) ist in Abb. A.4 (c) eingezeichnet: Sie besitzt sowohl im Ortsraum als auch im reziproken Raum eine quadratische Einheitszelle. Diesmal verlaufen die Kanten der Quadrate jedoch entlang der $[100]$ - und $[010]$ -Richtung. Die Gitterkonstante beträgt im Ortsraum 3.54 \AA ($= a_{fcc-Co}$) und im reziproken Raum 1.77 \AA^{-1} ($= a_{fcc-Co}^*$).

A.3 Eisenoxide

Im Gegensatz zu den bisher betrachteten Elementen Eisen und Kobalt, welche nur in relativ wenigen Modifikationen auftreten, kann Eisenoxid eine große Anzahl verschiedener Strukturen annehmen. Eine Literaturrecherche über Eisenoxid liefert ein umfangreiches Sortiment an Strukturdaten und Eigenschaften der Eisenoxide [43, 115, 116, 130–132]. Die wichtigsten Eisenoxide sind das Wüstit ($Fe_{1-x}O$), das Haematit ($\alpha-Fe_2O_3$), sowie das Magnetit (Fe_3O_4). Die anderen Strukturen weichen mehr oder weniger von diesen Strukturen ab. Im folgenden wird daher nur auf diese drei Eisenoxide näher eingegangen. Eine Zusammenfassung der Strukturdaten ist in Tabelle A.3 dargestellt.

Name	Struktur	Gitterkonstante (\AA)	Dichte ($g \cdot cm^{-3}$)	Schmelzpunkt $^{\circ}C$
Wüstit, FeO	NaCl-Typ	4.3125		1377
Haematit, $\alpha-Fe_2O_3$	Korund-Typ, isomorph zu $\alpha-Al_2O_3$	a=5.0340 c=13.752 c/a=2.732 (T=20 $^{\circ}C$)		1570
Magnetit, Fe_3O_4	Spinell-Typ, isomorph zu $MgAl_2O_4$	a=8.3940 (T=22 $^{\circ}C$)	5.128 (T=20 $^{\circ}C$)	1527

Tabelle A.3: Kristallstrukturdaten von Eisenoxid nach Landoldt-Börnstein [60]

A.3.1 Wüstit - Fe_{1-x}O ($x \approx 0$)

Struktur im Festkörper

Das Wüstit (Fe_{1-x}O) kristallisiert in einer NaCl-Struktur, also in einer Struktur, die aus zwei ineinander verschachtelten fcc-Kristallen besteht. Eine schematische Skizze der NaCl-Struktur ist in Abb. A.5 abgebildet. Die Gitterkonstante von Fe_{1-x}O hängt nach Referenz [115] von der exakten Stöchiometrie des Kristalls ab. Für leicht unterschiedliche Stöchiometrien in der Nähe von ($x \approx 0$) werden verschiedene Gitterkonstanten angegeben, die sich allerdings nur geringfügig unterscheiden. Im Fall $x=0$, d.h. für FeO, beträgt die Gitterkonstante 4.3125 \AA . Der Schmelzpunkt eines solchen Einkristalls ist mit $1377 \text{ }^\circ\text{C}$ angegeben [115].

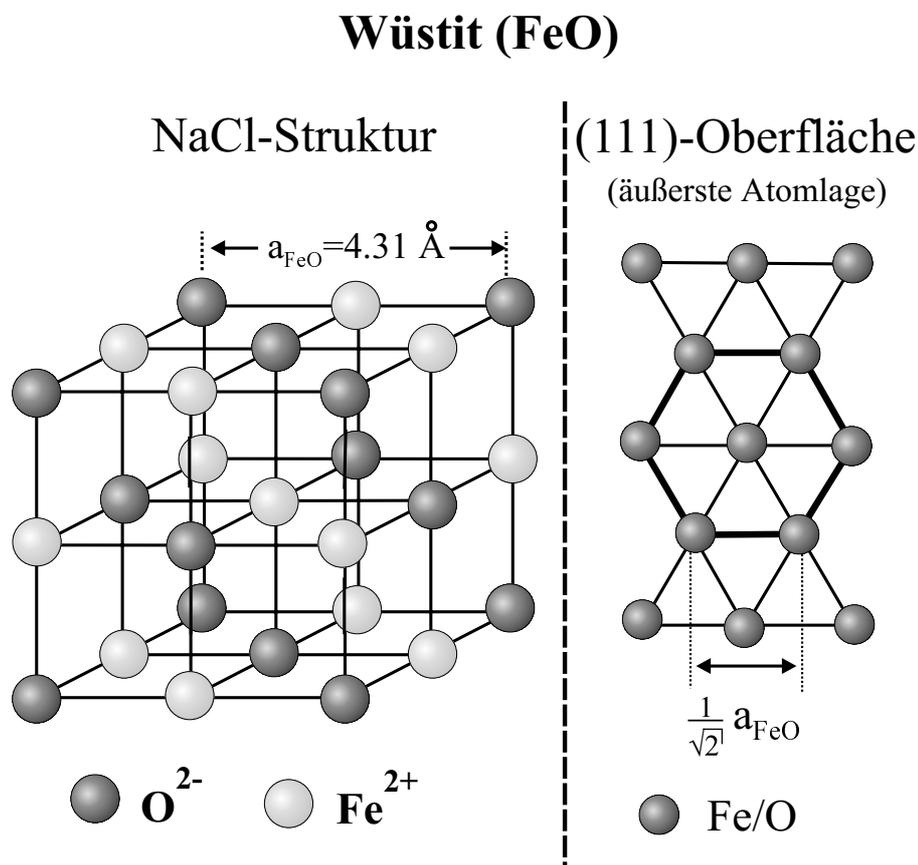


Abbildung A.5: Struktur von Wüstit (FeO): Wüstit kristallisiert in einer NaCl-Struktur (linkes Bild, entnommen aus Ref. [133]). Die Gitterkonstante a_{FeO} beträgt 4.31 \AA [115]. Folglich handelt es sich bei der äußersten Atomlage der (111)-Oberfläche um eine hexagonale Struktur (rechtes Bild). Die Kantenlänge dieser Hexagone beträgt 3.04 \AA ($\frac{1}{\sqrt{2}} a_{\text{FeO}}$). Die äußerste Atomlage von FeO(111) kann theoretisch aus Eisenatomen oder aus Sauerstoff bestehen.

Die FeO(111)-Oberfläche

In der vorliegenden Arbeit werden Beugungsbilder beobachtet, die auf die Existenz hexagonal strukturierter Eisenoxid-Oberflächen hindeuten (siehe auch Abschn. 5.2.2). Solche Oberflächen sind daher von besonderem Interesse. Auch Wüstit besitzt eine hexagonal strukturierte Oberfläche: die (111)-Fläche. Das rechte Bild in Abb. A.5 illustriert schematisch die (111)-Oberfläche von FeO. Dabei ist aus Gründen der Übersicht nur die äußerste Atomlage abgebildet, welche sowohl aus Eisenatomen, als auch aus Sauerstoff bestehen kann. Die Kantenlänge der Hexagone beträgt 3.05 \AA .

A.3.2 Haematit - ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$)

Struktur im Festkörper

Haematit, $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, besitzt eine Kristallstruktur, welche isomorph zum $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ist [115]. Es handelt sich hier um den sog. „Korund-Typ“. Eine vollständige Skizze dieser Struktur wird sehr unübersichtlich. Daher ist die hier gezeigte Skizze des $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (Abb. A.6) auf die nur teilweise Darstellung einer Einheitszelle beschränkt. Der prinzipielle Aufbau der Struktur von $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, bzw. $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, läßt sich hieraus leichter erkennen. Die Skizze wurde entnommen aus Referenz [134]. Der Korund-Typ ist wie folgt aufgebaut: Die Sauerstoffatome sind in einer hexagonal dichtgepacktesten Kugelpackung angeordnet (offene Kreise in Abb. A.6). Sie sind also innerhalb der (0001)-Fläche hexagonal strukturiert, und in [0001]-Richtung stapeln sich die Sauerstoffhexagone in der Stapelfolge ABABAB... . Zwischen den hexagonal strukturierten Sauerstoff-(0001)-Flächen befinden sich die Aluminium-Kationen, bzw. im Fall des $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ die Eisen-Kationen (schwarze Punkte in Abb. A.6). Diese Kationen besetzen oktaedrische Lückenplätze, wobei allerdings nicht sämtliche der möglichen Lückenplätze mit Kationen aufgefüllt werden. Um die Stöchiometrie zu wahren, werden nur zwei Drittel der oktaedrischen Lücken besetzt. Ein Drittel dieser Lücken bleibt unbesetzt (Leerstellen, symbolisiert durch Quadrate in Abb. A.6). Die Position dieser Leerstellen variiert in jeder Kationenebene. Die verschiedenen Kationenebenen, die sich zwischen den Sauerstoff(0001)-Flächen befinden, sind in Abb. A.6 durch γ_I , γ_{II} und γ_{III} symbolisiert. Aus Gründen der Übersicht wurde die vollständige Einheitszelle nicht gezeichnet.

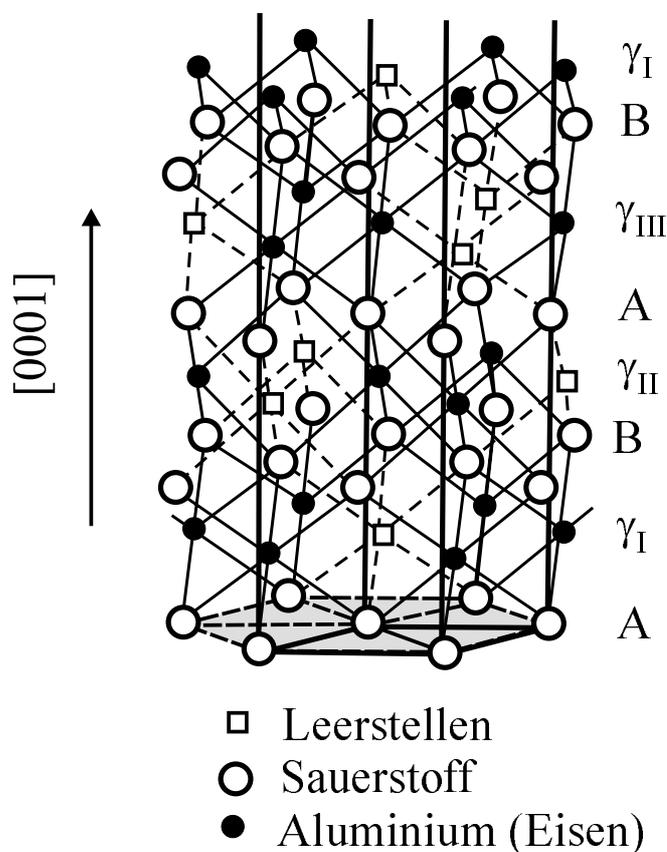


Abbildung A.6: Struktur von Haematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), welche isomorph zu $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ist. Dargestellt ist hier der untere Teil der hexagonalen Elementarzelle. Diese ist nicht die Einheitszelle von Korund. A und B bezeichnen die Positionen der O-Schicht, γ die Position der Al- (bzw. Fe-) Schicht und I, II, III die Positionen der Leerstellen in der Al- (Fe-) Schicht. Die Abbildung wurde aus Referenz [134] entnommen.

Die $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3(0001)$ -Oberfläche

Die (0001)-Oberfläche von Haematit weist eine hexagonale Struktur auf. Daher ist sie für die Auswertung der beobachteten Eisenoxide (siehe Abschnitt 5.2.2) von besonderem Interesse. Abb. A.7 (a) zeigt eine Draufsicht auf die $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ - ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ -)(0001)-Oberfläche. Abb. A.7 (b) liefert einen „räumlichen“ Eindruck über die Tiefe der einzelnen Lagen: Sie zeigt eine Seitenansicht der (0001)-Fläche, wobei der Blickwinkel entlang der $[10\bar{1}0]$ -Richtung verläuft. Die oberste Lage von $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3(0001)$ ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3(0001)$) besteht aus Al-Atomen (Fe-Atomen), welche hexagonal angeordnet sind. Darunter befinden sich die Sauerstoffatome (2. und 5. Lage), welche ebenfalls hexagonal angeordnet sind.

Zwischen der 2. und der 5. Lage aus Sauerstoff befinden sich zwei Lagen Al (Fe), wiederum in hexagonaler Anordnung. Der Abstand zwischen den Al-Atomen (Fe-Atomen) innerhalb einer Lage ist verschieden zum Innerlagenabstand der Sauerstoffatome. Der Abstand zwischen den Sauerstoffatomen (Kantenlänge der Hexagone) beträgt für $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3(0001)$ 2.906 \AA [114].

$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3(0001)$ -Oberfläche (bzw. $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3(0001)$)

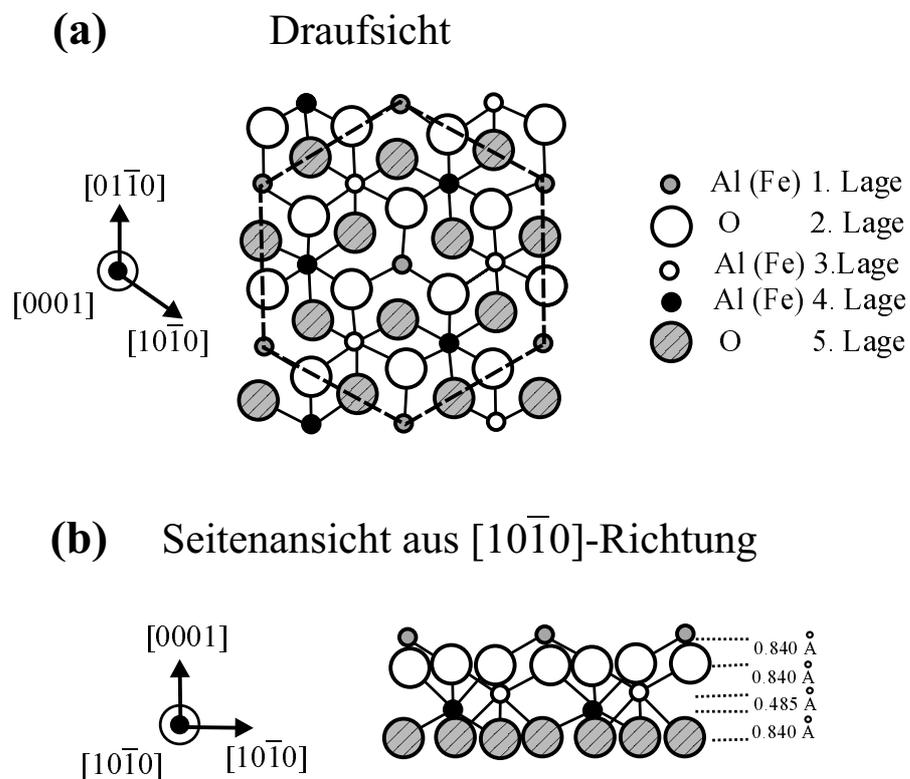


Abbildung A.7: Struktur von $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3(0001)$ (bzw. $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3(0001)$). Abb. (a) zeigt eine Draufsicht auf die (0001) -Oberfläche. In Abb. (b) ist eine Seitenansicht dieser Oberfläche (Blickwinkel entlang der $[10\bar{1}0]$ -Richtung) dargestellt. Diese liefert einen Überblick über die Tiefe der einzelnen Schichten aus Abb. (a). Die Abbildungen wurden aus Referenz [135] entnommen.

A.3.3 Magnetit - Fe_3O_4

Magnetit (Fe_3O_4) kristallisiert in einer „Spinell-Struktur“, d.h. in einer Struktur, die isomorph zu $MgAl_2O_4$ ist [115]. Abb. A.8 zeigt die Spinell-Struktur von $MgAl_2O_4$ [136, 137]. Die Skizze wurde aus Referenz [137] entnommen. Die Einheitszelle dieser Struktur ist wie folgt aufgebaut: Die Sauerstoffionen sind in einer fcc-Struktur angeordnet. Dabei bilden die Einheitszellen der fcc-Struktur jeweils eine „Unterzelle“ der Einheitszelle von $MgAl_2O_4$. Innerhalb dieser fcc-Unterzellen befinden sich die Kationen (Mg^{2+} und Al^{3+}), und zwar sind sie so, wie in Abb. A.8 (a) eingezeichnet, angeordnet. Sie besetzen jeweils oktaedrische bzw. tetraedrische Lücken. Wie man in Abb. A.8 (a) erkennt, bilden sich zwei verschiedene fcc-Unterzellen. Diese sind mit „T“ und „O“ gekennzeichnet. Ordnet man jeweils vier „T-Unterzellen“ und vier „O-Unterzellen“ gemäß der Skizze in Abb. A.8 (b) an, so erhält man die Einheitszelle von $MgAl_2O_4$, bzw. Fe_3O_4 . Die Gitterkonstante von Fe_3O_4 beträgt $a_{Fe_3O_4} = 8.3940 \text{ \AA}$ [115]. Folglich beträgt die Gitterkonstante einer fcc-Unterzelle $\tilde{a} = 4.1970 \text{ \AA}$ ($\frac{1}{2}a_{Fe_3O_4}$).

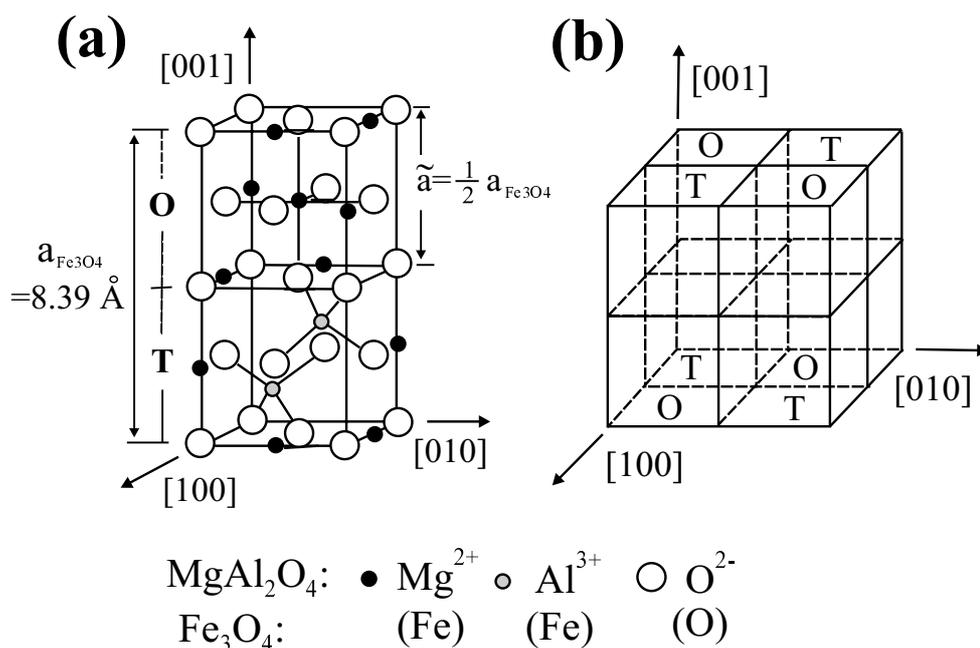


Abbildung A.8: Spinell-Struktur von $MgAl_2O_4$ (oder Fe_3O_4). Die Skizzen wurden aus Referenz [137] entnommen. Die Sauerstoffatome sind in einer fcc-Struktur angeordnet. Mg und Al sitzen auf oktaedrischen und tetraedrischen Lücken, wie in Abb. (a) dargestellt. Die Einheitszellen der fcc-Struktur bilden „Unterzellen“ der Einheitszelle von $MgAl_2O_4$. Dabei gibt es zwei verschiedene Unterzellen, die „T“- und die „O“-Unterzelle. Die Anordnung von jeweils vier solcher „T“- und „O“-Unterzellen gemäß Abb. (b) liefert die Einheitszelle von $MgAl_2O_4$.

Wie im vorigen Abschnitt bereits erwähnt wurde sind die hexagonal strukturierten Oberflächen der Eisenoxide von besonderem Interesse. Auch Fe_3O_4 besitzt eine Fläche, in welcher die Sauerstoffatome eine hexagonale Struktur bilden. Da die Sauerstoffatome in einer fcc-Struktur angeordnet sind, ist die (111)-Fläche wie bei jeder fcc-Struktur hexagonal strukturiert (siehe z.B. auch Abb. A.2 (d-f)). Die Kantenlänge der Hexagone, d.h. die Abstände der Sauerstoffatome in der $Fe_3O_4(111)$ -Oberfläche beträgt 2.968 \AA ($\frac{1}{2}\sqrt{2}\tilde{a} = \frac{1}{4}\sqrt{2}a_{Fe_3O_4}$).

A.4 Galliumoxid - (β - Ga_2O_3)

In der vorliegenden Arbeit wurde die Oxidation von CoGa(001) untersucht. Die Oxidation zeichnet sich dadurch aus, daß Gallium aus dem CoGa-Kristall an die Oberfläche segregiert und dort ein wohlgeordnetes Galliumoxid formt. Das Oxid kann verschiedene geordnete Strukturen annehmen. Beobachtet wurde in der vorliegenden Arbeit allerdings nur das β - Ga_2O_3 . Der folgende Abschnitt geht deshalb nur auf dieses Oxid ein. Eine ausführliche Übersicht über die weiteren möglichen Galliumoxide liefern z.B. die Referenzen [19, 20].

Abbildung A.9 zeigt ein Strukturmodell von β - Ga_2O_3 auf CoGa(001), welches aus Referenz [19] entnommen wurde. Abgebildet ist hier das CoGa-Substrat (*CsCl*-Struktur, siehe auch Abschnitt 3.2.2). Darüber befindet sich eine Schicht aus β - Ga_2O_3 . Dabei ist das Oxid wie folgt strukturiert: Die Sauerstoffatome sind in einem fcc-Gitter angeordnet. Die Struktur ähnelt daher ein wenig der Struktur von Fe_3O_4 . Im Gegensatz zur Spinellstruktur des Fe_3O_4 sind die oktaedrischen und tetraedischen Lücken aber gleichhäufig besetzt [19]. Zudem ist die Einheitszelle von β - Ga_2O_3 monoklin. Die Gitterparameter von β - Ga_2O_3 betragen $a=3.04 \text{ \AA}$, $b=5.80 \text{ \AA}$, $c=12.23 \text{ \AA}$ und $\beta=103.7^\circ$ [19, 123, 124].

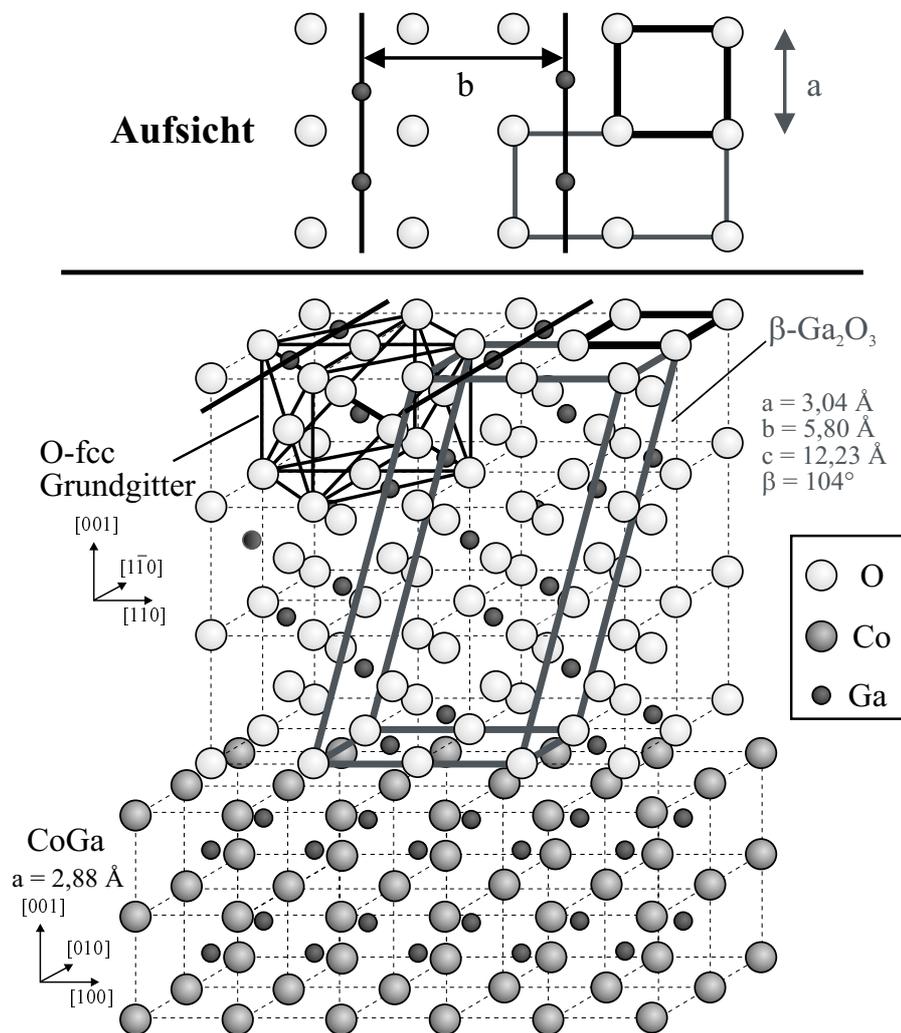


Abbildung A.9: Strukturmodell des $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ -Films auf CoGa(001). Eingezeichnet ist sowohl die monokline Einheitszelle von $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ sowie die Unterzelle der dichtgepackten fcc-Sauerstoffstruktur. Aus Gründen der Übersicht ist nur die Besetzung der Oktaederplätze mit Ga^{3+} -Ionen dargestellt. Die Abbildung wurde aus Referenz [19] entnommen.

Der obere Teil von Abb. A.9 zeigt eine Draufsicht auf die Oberfläche von $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3/\text{CoGa}(001)$. Man erkennt deutlich das quadratische Gitter der Sauerstoffatome sowie die dazwischen eingelagerten Galliumatome. Diese bilden eine (2×1) -Struktur in Bezug auf das Sauerstoffgitter. Eine detailliertere Skizze der $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3/\text{CoGa}(001)$ -Oberfläche ist in Abb. A.10 gezeichnet: Die Oberfläche besitzt zwei Domänen, welche um 90° gegeneinander gedreht sind. Die Einheitszelle der Oberflächenstruktur (schraffierter Bereich in Abb. A.10 (a))

besteht aus je einem Rechteck mit Kantenlängen $a_1 = 2.88\text{\AA}$ und $a_2 = 2a_1 = 5.76\text{\AA}$. Im reziproken Raum erhält man ebenfalls eine (2 x 1)-Struktur in zwei Domänen, welche um 90° gegeneinander gedreht sind (Abb. A.10 (b)). Dabei bezeichnen die schwarzen Punkte in Abb. A.10 (b) die Reflexe, welche für eine ideale unrekonstruierte Oberfläche erwartet würden. Die Zusatzreflexe, entstanden durch die Rekonstruktion der Oberfläche, werden durch offene Kreise dargestellt.

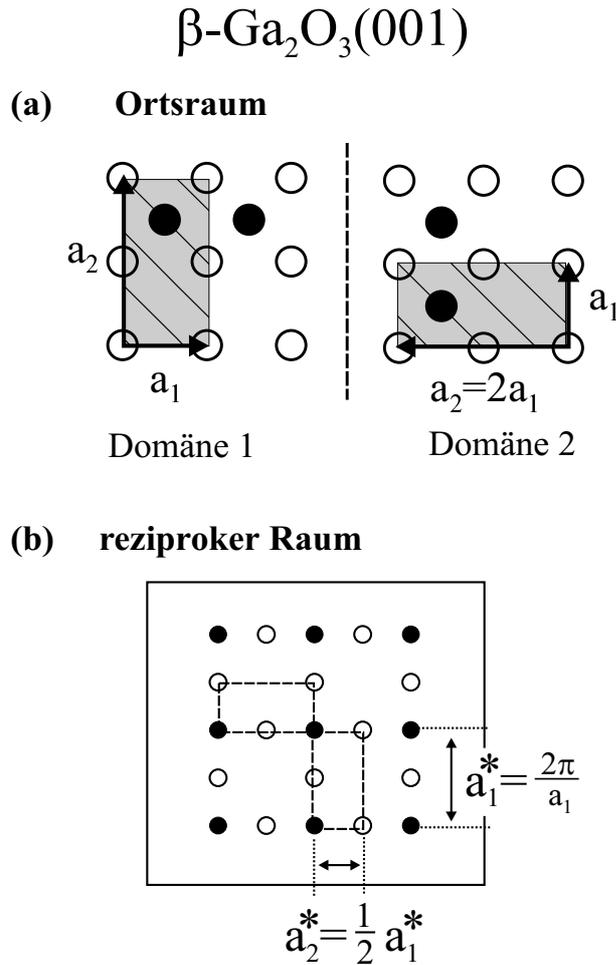


Abbildung A.10: Struktur der β -Ga₂O₃(001)-Oberfläche. Die Einheitszelle der β -Ga₂O₃(001)-Oberfläche (schraffiert in Abb. (a)) ist rechteckig mit Kantenlängen $a_1 = 2.88\text{\AA}$ und $a_2 = 2a_1 = 5.76\text{\AA}$. Im Ortsraum (a) existieren zwei Domänen, die um 90° gegeneinander gedreht sind. Dadurch entsteht im reziproken Raum ebenfalls eine (2 x 1)-Struktur in zwei um 90° zueinander gedrehten Domänen (b).

Literaturverzeichnis

- [1] G. Binash, P. Grünberg, F. Saurenbach und W. Zinn, Phys. Rev. B **39** (1989) 4828.
- [2] P. Grünberg, Physikalische Blätter **49** (1993) 27.
- [3] P. Grünberg, Physikalische Blätter **51** (1995) 1077.
- [4] M. Baibich, J. Broto, A. Fert, F. H. V. Dau, F. Petroff, P. Etienne, G. Creuzet, A. Friedrich und J. Chazelas, Phys. Rev. Lett. **61** (1988) 2472.
- [5] P. Grünberg, Patent Nr. P3820475 (1988).
- [6] E. Zabler, R. Dietz, A. Dukart, F. Jost und K. Marx, VDI-Berichte **1255** (1996).
- [7] U. Rüdiger und C. Kleye, Elektronik Revue (Juni/Juli 1998).
- [8] W. Clemens, *GMR Sensoren in der industriellen Anwendung - Ferienkurs des Instituts für Festkörperphysik des Forschungszentrum Jülich: Magnetische Schichtsysteme*, Bd. 30 (Forschungszentrum Jülich, 1999).
- [9] K. Derbyshire und E. Korczynski, Solid State Technology (September 1995).
- [10] S. Mengel, *Technologiefrüherkennung XMR-Technologien; VDI-Technologiezentrum Zukünftige Technologien*, Bd. 20 (VDI, 1997).
- [11] J. Brown und A. Pohm, IEEE on Components and Manufacturing Technology A **17** (1994) 373.
- [12] P. Grünberg, T. Miyazaki und K. Takanashi, Future Electron Devices Journal **9** (1998) 32.
- [13] N. Hasegawa, A. Makino, F. Koike und K. Ikarashi, IEEE Trans. Magn. **32** (1996) 4618.

- [14] Y. Kawawake, Y. Sugita, M. Satomi und H. Sakakima, J. Appl. Phys. **85** (1999) 5024.
- [15] Y. Kawawake, Y. Sugita, M. Satomi und H. Sakakima, J. Appl. Phys. **87** (2000) 6983.
- [16] Y. Sugita, Y. Kawawake, M. Satomi und H. Sakakima, Jpn. J. Appl. Phys. **37** (1998) 5984.
- [17] T. Miyazaki und T. Tezuka, J. Magn. Magn. Mater. **139** (1995).
- [18] R. Franchy, Surf. Sci. Rep. **38** (2000) 195.
- [19] G. Schmitz, *Neuartige Dünnschichtsysteme auf Basis der intermetallischen Verbindungen CoGa und InPd*, Dissertation, Universität Düsseldorf, Berichte des Forschungszentrum Jülich Nr. 3634 (1999).
- [20] P. Gassmann, *Ultradünne Oxid- und Nitritschichten auf den intermetallischen Verbindungen NiAl und CoGa*, Dissertation, RWTH Aachen, Berichte des Forschungszentrum Jülich Nr. 3305 (1996).
- [21] C. Pflictsch, R. David, L. K. Verheij und R. Franchy, Surf. Sci. **468** (2000) 137.
- [22] C. Pflictsch, R. David, L. K. Verheij und R. Franchy, Europhys. Lett. **53** (2001) 388.
- [23] C. Pflictsch, R. David, L. K. Verheij und R. Franchy, Surf. Sci. **488** (2001) 32.
- [24] C. Pflictsch, R. David, L. K. Verheij und R. Franchy, J. Appl. Phys. **90** (2001) 1215.
- [25] C. Pflictsch, R. David, L. K. Verheij und R. Franchy, *Thermal stability and structure of ultrathin Co/Fe₂O₃ films on the Cu(110) surface*, eingereicht bei Journal of Applied Physics.
- [26] F.-M. Pan, C. Pflictsch, R. David, L. K. Verheij und R. Franchy, Phys. Rev. B **63** (2001) 125414.
- [27] F.-M. Pan, C. Pflictsch, R. David, L. K. Verheij und R. Franchy, Surf. Sci. **478** (2001) 191.
- [28] F.-M. Pan, C. Pflictsch, R. David, L. K. Verheij und R. Franchy, Surf. Sci. **490** (2001) L609.

- [29] H. Ibach und H. Lüth, *Festkörperphysik* (Springer Verlag, 1999).
- [30] G. Ertl und J. Küppers, *Low Energy Electrons and Surface Chemistry* (VCH Verlagsgesellschaft, 1985).
- [31] H. Lüth, *Surface and Interfaces of Solid Materials* (Springer Verlag, 1998).
- [32] M. Prutton, *Introduction to Surface Physics* (Oxford University Press, 1995).
- [33] B. Poelsema und G. Comsa, *Scattering of Thermal Energy Atoms*, Bd. 115 von *Springer Tracts In Modern Physics* (Springer Verlag, 1989).
- [34] G. Rosenfeld, *Manipulation von Wachstumsmodi in der Homoepitaxie am Beispiel einer Ag(111)Fläche*, Dissertation, Universität Bonn, Berichte des Forschungszentrum Jülich Nr. 2914 (1994).
- [35] C. Tölkes, *Wachstumsarchitektur ultradünner Kobaltfilme; Struktur, Dynamik, Reaktivität*, Dissertation, Universität Bonn, Berichte des Forschungszentrum Jülich Nr. 3614 (1998).
- [36] P. Debye, *Ann. Phys.* **43** (1914) 49.
- [37] I. Waller, *Z. Phys.* **17** (1923) 398.
- [38] J. Pendry, *Low Energy Electron Diffraction* (Academic Press, New York, 1974).
- [39] R. Glauber, *Phys. Rev.* **98** (1998) 1692.
- [40] J. Manson, in *Helium Atom Scattering From Surfaces*, Bd. 27 von *Springer Series in Surface Science* (Springer Verlag, 1992).
- [41] V. Bortolani, V. Celli, A. Franchini, J. Idiodi, G. Santoro, K. Kern, B. Poelsema und G. Comsa, *Surf. Sci.* **208** (1989) 1.
- [42] G. Armand und J. Manson, *Phys. Rev. B* **37** (1988) 4363.
- [43] *American Institute of Physics Handbook*, Third Edition (McGraw-Hill Book Company, 1971).
- [44] D. Dohy und J. Gavarri, *Journal of Solid State Chemistry* **49** (1983) 107.
- [45] D. Farias und K.-H. Rieder, *Rep. Prog. Phys.* **61** (1998) 1575.

- [46] P. W. Palmberg, G. E. Riach, R. E. Weber und N. C. MacDonald, *Handbook of Auger Electron Spectroscopy* (Physical Electronics Industries, Inc., 1972).
- [47] G. Somerjai, *Chemistry in Two Dimensions* (Surface University Press, Ithaca, NY, 1981).
- [48] M. Seah und W. Dench, *Surface and Interface Analysis* **1** (1979) 2.
- [49] M. A. Krzyzowski, *Struktur und Kinetik von Reinen und Silberbedeckten Platinoberflächen*, Dissertation, Universität Bonn, Berichte des Forschungszentrum Jülich Nr. 3077 (1995).
- [50] C. Romainczyk, *Struktur und Kinetik von Reinen und Silberbedeckten Platinoberflächen*, Dissertation, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (1994).
- [51] K.-E. Kuhnke, Diplom-Arbeit, Universität Bonn (1987).
- [52] K.-E. Kuhnke, *Untersuchung von Struktur und Dynamik der Pt(100)-Oberfläche mit hochauflösender Heliumstreuung*, Dissertation, Universität Bonn, Berichte des Forschungszentrum Jülich Nr. 2490 (1991).
- [53] R. David, private Mitteilung.
- [54] K. Kern, *Untersuchung dynamischer Oberflächeneigenschaften und zweidimensionaler Phasenübergänge an einer reinen und adsorbatbedeckten Pt(111)-Oberfläche mittels hochaufgelöster He-Streuung*, Dissertation, Universität Bonn, Berichte des Forschungszentrum Jülich Nr. 2040 (1986).
- [55] K. Kuhnke, K. Kern, R. David und G. Comsa, *Rev. Sci. Instrum.* **65** (1994) 3458.
- [56] K. Kuhnke, K. Kern, R. David, B. Lindenau und G. Comsa, *Rev. Sci. Instrum.* **52** (1994) 789.
- [57] G. Comsa, R. David und B. Schumacher, *Rev. Sci. Instrum.* **52** (1981) 789.
- [58] P. Zeppenfeld, *Aufbau eines hochauflösenden pseudostatistischen He-Flugzeitspektrometers - Anwendung auf physisorbierete Kr-Filme auf Pt(111)*, Diplom-Arbeit, Universität Bonn (1986).

- [59] P. Zeppenfeld, *Phasenübergänge und Dynamik von Festkörperoberflächen und physisorbierten Schichten*, Dissertation, Universität Bonn, Berichte des Forschungszentrum Jülich Nr. 2305 (1989).
- [60] *Landoldt-Börnstein: Structure Data of Elements and Intermetallic Phases*, New Series Bd. III/6 (Springer Verlag, 1971).
- [61] P. Villars und L. Calvert, *Pearson's Handbook of Crystallographic Data for Intermetallic Phases*, Bd. 2-3 (ASM, Metals Park, OH, 1985).
- [62] *Katalog: Forschungskemikalien, Metalle und Materialien* (Alfa Aesar - A Johnson Matthey Company, 1999).
- [63] C. Tölkes, R. Struck, R. David, P. Zeppenfeld und G. Comsa, Phys. Rev. Lett. **80** (1998) 2877.
- [64] C. Tölkes, R. David, K. Tschersich, G. Comsa und P. Zeppenfeld, Europhys. Lett. **46** (1999) 589.
- [65] P. Zeppenfeld, *Nanostrukturen auf Oberflächen: Formen, Muster, Stabilität* (Habilitationsschrift, Universität Bonn, 1995).
- [66] W.F. Egelhoff Jr. und D.A. Steigerwald, J. Vac. Sci. Technol. A **7** (1989) 2167.
- [67] J. Thomassen, F. May, B. Feldmann, M. Wuttig und H. Ibach, Phys. Rev. Lett. **69** (1992) 3831.
- [68] J. Thomassen, B. Feldmann und M. Wuttig, Surf. Sci. **264** (1992) 406.
- [69] M. Wuttig, B. Feldmann, J. Thomassen, F. May, H. Zillgen, A. Brodde, H. Hannemann und H. Neddermeyer, Surf. Sci. **291** (1993) 14.
- [70] M. Kief und W. E. Jr., Phys. Rev. B **47** (1993) 10785.
- [71] J. Giergiel, J. Kirschner, J. Landgraf, J. Shen und J. Woltersdorf, Surf. Sci. **310** (1994) 1.
- [72] J. Giergiel, J. Shen, J. Woltersdorf, A. Kirilyuk und J. Kirschner, Phys. Rev. B **52** (1995) 8528.
- [73] M. Zharnikov, A. Dittscher, W. Kuch, C. Schneider und J. Kirschner, Phys. Rev. Lett. **76** (1996) 4620.
- [74] A. Kirilyuk, J. Giergiel, J. Shen, M. Straub und J. Kirschner, Phys. Rev. B **54** (1996) 1050.

- [75] J. Shen, M. Klaua, P. Ohresser, H. Jenniches, J. Barthel, C. Mohan und J. Kirschner, *Phys. Rev. B* **56** (1997) 11134.
- [76] R. Vollmer, S. van Dijken, M. Schleberger und J. Kirschner, *Phys. Rev. B* **61** (2000) 1303.
- [77] P. Dastoor, M. Arnott, E. McCash und W. Allison, *Surf. Sci.* **272** (1992) 154.
- [78] K. Heinz, S. Müller und P. Bayer, *Surf. Sci.* **337** (1995) 215.
- [79] S. Müller, P. Bayer, C. Reischl, K. Heinz, B. Feldmann, H. Zillgen und M. Wuttig, *Phys. Rev. Lett.* **74** (1995) 765.
- [80] M. Arnott, E. McCash und W. Allison, *Surf. Sci.* **269/270** (1992) 724.
- [81] T. Detzel und N. Memmel, *Phys. Rev. B* **49** (1994) 5599.
- [82] J. Shen, J. Giergiel, A. Schmid und J. Kirschner, *Surf. Sci.* **328** (1995) 32.
- [83] D. Tian, F. Jona und P. Marcus, *Phys. Rev. B* **45** (1992) 11216.
- [84] G. Gubbiotti, L. Albini, G. Carlotti, S. Loreti, C. Minarini und M. D. Crescenzi, *Surf. Sci.* **433-435** (1999) 680.
- [85] A. Brodde, K. Dreps, J. Binder, C. Lunau und H. Neddermeyer, *Phys. Rev. B* **47** (1993) 6609.
- [86] H. Jenniches, M. Klaua, H. Höche und J. Kirschner, *Appl. Phys. Lett.* **69** (1996) 3339.
- [87] A. Theobald, S. Bao, V. Fernandez, K. Schindler, O. Schaff, V. Fritzsche, A. Bradshaw, N. Booth und D. Woodruff, *Surf. Sci.* **385** (1997) 107.
- [88] R. Xu, S. Bao, C. Fan, D. Bao und Y. Xu, *Surf. Sci.* **313** (1994) 227.
- [89] J. Marcano, Y. Darici, H. Min, Y. Yin und P. Mantano, *Surf. Sci.* **217** (1989) 1.
- [90] C. Tölkes, R. Struck, R. David, P. Zeppenfeld und G. Comsa, *Appl. Phys. Lett.* **73** (1998) 1059.
- [91] L. Verheij, B. Poelsema und G. Comsa, *Surf. Sci.* **162** (1985) 858.
- [92] S. Finberg, J. Lakin, G. Vidali und R. Diehl, *Journal of Physics: Condensed Matter* **11** (1999) 5735.

- [93] N. W. Ashcroft und N. D. Mermin, *Solid State Physics* (Sounders College Publishing, 1976).
- [94] C. Kittel, *Einführung in die Festkörperphysik* (R. Oldenbourg Verlag, 1993).
- [95] R. Koch, M. Borbonus, O. Haase und K. Rieder, *Applied Physics A* **55** (1992) 417.
- [96] J. Gimzewski, R. Berndt und R. Schlittler, *Surf. Sci.* **247** (1991) 327.
- [97] W. Moritz und D. Wolf, *Surf. Sci. Lett.* **88** (1979) L29.
- [98] P. Fery, W. Moritz und D. Wolf, *Phys. Rev. B* **38** (1988) 7275.
- [99] J. Kuntze, S. Speller und W. Heiland, *Surf. Sci.* **402-404** (1998) 764.
- [100] L.K. Verheij, J.A. van den Berg und D.G. Armour, *Surf. Sci.* **84** (1979) 408.
- [101] L. Mezey und J. Giber, *Jpn. J. Appl. Phys.* **21** (1982) 1569.
- [102] S. Bae, J. H. Judy, J. W.F. Egelhoff und P. Chen, *J. Appl. Phys.* **87** (2000) 6980.
- [103] J. Fujikata, K. Hayashi, M. Saito und M. Nakada, *IEEE Trans. Magn.* **34** (1998) 954.
- [104] Y. Sugita, Y. Kawawake, M. Satomi und H. Sakakima, *IEEE Trans. Magn.* **35** (1999) 2961.
- [105] M. Sano, S. Araki, M. Ohta, K. Noguchi, H. Morita und M. Mtsuzaki, *IEEE Trans. Magn.* **34** (1998) 372.
- [106] N. den Daas, O. Gijzeman und J. Geus, *Surf. Sci.* **285** (1993) 15.
- [107] R. Kurtz, J. Karunamuni und R. Stockbauer, *Phys. Rev. B* **60** (1999) 16342.
- [108] J. Karunamuni, R. Kurtz und R. Stockbauer, *Surf. Sci.* **442** (1999) 223.
- [109] C. Ruby und J. Fusy, *Appl. Surf. Sci.* **99** (1996) 393.
- [110] O. van Pruissen, G. van Leerdam, O. Gijzeman und J. Geus, *Appl. Surf. Sci.* **29** (1986) 86.

- [111] E. Yagasaki und K. Kishi, *J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom.* **69** (1994) 133.
- [112] M. Seo, J. Lumsden und R. Staehle, *Surf. Sci.* **232** (1975) 113.
- [113] V. Smentkowski und J. J.T. Yates, *J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom.* **69** (1994) 133.
- [114] S. Gota, E. Guiot, M. Henriot und M. Gautier-Soyer, *Phys. Rev. B* **60** (1999) 14387.
- [115] *Landoldt-Börnstein: Kristallstrukturdaten anorganischer Verbindungen*, New Series Bd. III/7 b1 (Springer Verlag, 1971).
- [116] R. W. Wyckoff, *Crystall Structures*, Bd. 1-3 (Robert E. Krieger Publishing Company, Malabar, Florida, 1982).
- [117] D. Dimitrov, A. Murthy, G. Hadjipanayis und C. Swann, *J. Appl. Phys.* **79** (1996) 5106.
- [118] J. Schneider, A. Stoffel und G. Trippel, *IEEE Trans. Magn.* **9** (1973) 183.
- [119] Y. Ichikawa, M. Hiramoto, N. Matsukawa, K. Iijima und M. Kitagawa, *Materials Research Society Symposium Proceedings* **494** (1998) 143.
- [120] H. Pinkvos, H. Poppa, E. Bauer und J. Hurst, *Ultramicroscopy* **47** (1992) 339.
- [121] A. Bettac, J. Bansmann, V. Senz und H. Meiwes-Broer, *Surf. Sci.* **454** (2000).
- [122] A. Clarke, G. Jennings, R. Willis, P. Rous und J. Pendry, *Surf. Sci.* **187** (1987) 327.
- [123] S. Geller, *J. Chem. Phys.* **15** (1960) 1488.
- [124] J. Åhman, G. Svensson und J. Albertsson, *Acta Crystallographica C* **52** (1996) 1336.
- [125] G. Schmitz, P. Gassmann und R. Franchy, *Surf. Sci.* **397** (1998) 339.
- [126] R. Franchy, G. Schmitz, P. Gassmann und F. Bartolucci, *Applied Physics A* **65** (1992) 551.
- [127] M. Eumann, G. Schmitz und R. Franchy, *Appl. Phys. Lett.* **72** (1998) 3340.

- [128] G. Schmitz, P. Gassmann und R. Franchy, *J. Appl. Phys.* **83** (1998) 2533.
- [129] R. Franchy und L. K. Verheij, private Mitteilung.
- [130] E. Preuss, B. Krahl-Urban und R. Butz, *Laue Atlas; Plotted Laue Back-Reflection Patterns of the Elements, the Compounds RX and RX₂* (Bertelsmann Universitätsverlag, Düsseldorf, 1974).
- [131] D. R. Lide, *Handbook of Chemistry and Physics*, 78th Edition (Chapman and Hall, London, 1998).
- [132] H. Schröcke und K.-L. Weiner, *Mineralogie* (Walter de Gruyter - Berlin - New York, 1981).
- [133] E. Riedel, *Allgemeine und Anorganische Chemie*, 5. Auflage (Walter de Gruyter - Berlin - New York, 1990).
- [134] Kleber, Bautsch und Bohm, *Einführung in die Kristallographie* (Verlag Technik, Berlin, 1983).
- [135] M. Gautier-Soyer, *Des surfaces aux couches nanométriques d'oxydes* (Habilitationsschrift, Université de Paris Sud Centre d'Orsay, 1999).
- [136] F. D. Bloss, *Crystallography and Crystal Chemistry* (Holt, Rinehart and Winston, Inc. - New York, 1971).
- [137] C. Giacovazzo, H. Monaco, D. Viterbo, F. Scordari, G. Gilli, G. Zanotti und M. Catti, *Fundamentals of Crystallography* (International Union of Crystallography, Oxford Science Publications; Oxford University Press, 1992).

Danksagung

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. René Franchy für die Vergabe des interessanten Themas und die Betreuung dieser Arbeit.

Herrn Prof. Dr. Harald Ibach danke ich für die Möglichkeit, an seinem Institut, dem Institut für Schichten und Grenzflächen 3 (ehemals: Institut für Grenzflächenforschung und Vakuumphysik) des Forschungszentrum Jülich, diese Doktorarbeit anfertigen zu dürfen.

Ich danke Herrn Prof. Dr. Andreas Otto für die Übernahme des Zweitgutachtens meiner Dissertation.

Weiterhin danke ich den Herren Dr. Rudolf David und Dr. Laurens Verheij für die fachliche Betreuung und die Durchsicht des Manuskripts.

Bei Herrn Dr. Feng-Ming Pan bedanke ich mich für die hervorragende Zusammenarbeit während der Experimente mit dem CoGa-Einkristall.

Als sehr angenehm empfand ich das ausgesprochen gute Arbeitsklima, für das ich mich bei allen Mitarbeitern des Instituts herzlich bedanke.