



FORSCHUNGSZENTRUM JÜLICH GmbH

Institut für Grenzflächenforschung und Vakuumphysik

**Untersuchung von Defekten auf einer
gestuften Ag(111)-Fläche mit einem
Tiefemperatur-Rastertunnelmikroskop
und hochauflösender Elektronenbeugung**

von

J. Franciscus Wolf

Jül-2391

Oktober 1990

ISSN 0366-0885

$$\frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{\infty} e^{-\frac{1}{2}x^2} dx = 1$$

$$\frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{\infty} e^{-\frac{1}{2}x^2} dx = 1$$

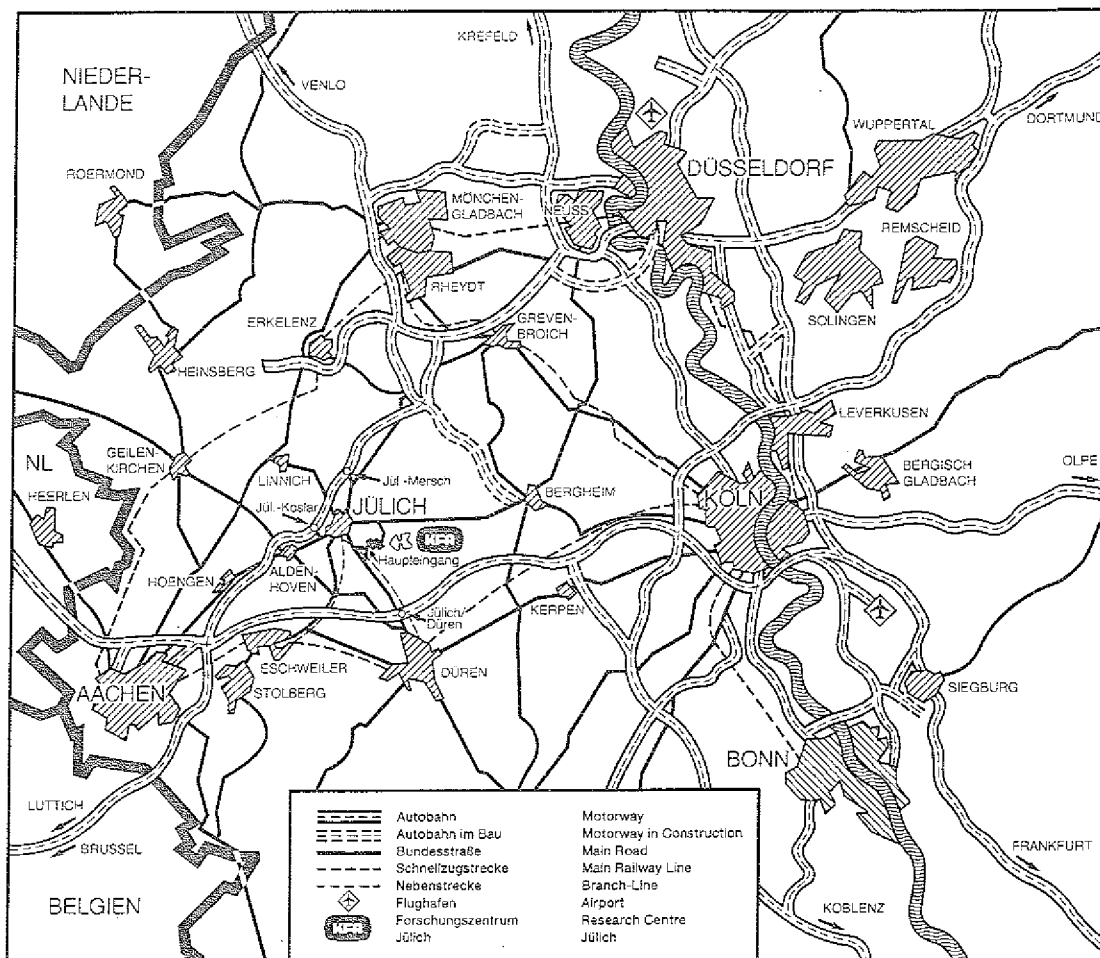
$$\frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{\infty} e^{-\frac{1}{2}x^2} dx = 1$$

$$\frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{\infty} e^{-\frac{1}{2}x^2} dx = 1$$

$$\frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{\infty} e^{-\frac{1}{2}x^2} dx = 1$$

$$\frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{\infty} e^{-\frac{1}{2}x^2} dx = 1$$

$$\frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{\infty} e^{-\frac{1}{2}x^2} dx = 1$$



Als Manuskript gedruckt

Forschungszentrum Jülich: Berichte Nr. 2391

Institut für Grenzflächenforschung und Vakuumphysik Jül - 2391

D 82 (Diss. T. H. Aachen)

Zu beziehen durch: ZENTRALBIBLIOTHEK · Forschungszentrum Jülich GmbH

Postfach 1913 · D-5170 Jülich (Bundesrepublik Deutschland)

Telefon: 024 61/61-0 · Telefax: 024 61/61-6103 · Telex: 833556-70 kfa d

1. The first part of the paper is devoted to the study of the properties of the function $f(x)$ defined by the equation

$$f(x) = \int_0^x \frac{1}{1+t^2} dt$$

It is well known that the function $f(x)$ is increasing and concave down on the interval $(-\infty, \infty)$. The function $f(x)$ is also bounded on the interval $(-\infty, \infty)$.

**Untersuchung von Defekten auf einer
gestuften Ag(111)-Fläche mit einem
Tiefemperatur-Rastertunnelmikroskop
und hochauflösender Elektronenbeugung**

von

J. Franciscus Wolf

Abstract

A new ultra-high-vacuum chamber was designed and built to study the defects and structure and growth of surfaces and thin films with a scanning tunneling microscope (STM) and high-angle-resolution low-energy-electron-diffraction (SPA-LEED). A main feature of the STM is its variable temperature capability, ranging from 10 to 20 K up to 450 K. This enables the influence of the substrate temperature on the defects of the surfaces and the structure and growth of thin films to be studied over a wide range.

The experiments focused on the defects of a vicinal Ag(111) surface, misoriented by 1.6° towards the $[2\bar{1}\bar{1}]$ direction. Single, asymmetrically broadened SPA-LEED-peaks showed the step distribution to be irregular, despite extensive preparation of the crystal surface. The mean terrace width was determined to be 150 Å.

The STM revealed the structure of the surface in more detail: it consisted of large (111) terraces separated by 300–400 Å wide strips with high step density, oriented preferentially perpendicular to the $[2\bar{1}\bar{1}]$ direction. The terrace width in these strips ranged from 10–50 Å, corresponding to a misorientation angle of roughly 5° . This can be understood in terms of a repulsive step-step interaction limiting the minimum terrace width to 10 Å and preventing low free energy (100)-facets from being formed.

Screw dislocations were imaged with the STM and their local distortion field was measured. The step associated with the screw dislocation reaches its full monatomic height at a distance of 120–200 Å from the dislocation line. The height of the (111) plane in the vicinity of the dislocation line changes linearly with the distance along a circle centered around the dislocation line. The slope is the same for different radii. The course of the step often changed abruptly to a $\langle 110 \rangle$ direction in the direct vicinity of the dislocation line. This is obviously due to the crystalline nature of the sample, which is not taken into account in classical continuum theory. It can be understood as a relaxation of tension through a slip along a $\{111\}$ plane.

Defects with step heights of $1/3$ and $2/3$ of a monatomic step height were found on the surface. They are caused by stacking faults in the $(\bar{1}11)$, $(1\bar{1}1)$ and $(11\bar{1})$ planes, which are induced by the ion bombardment during sample preparation. The submonatomic steps appeared at dislocation lines of screw dislocations, at normal monatomic steps as well as on (111) terraces. A complete stacking fault tetrahedra was imaged.

At room temperature all monatomic steps appeared rough in the STM images, in contrast to the submonatomic steps caused by stacking faults. The steps have frazzled edges parallel to the scanning direction which are one to two atoms wide. The details of this roughness are time dependent. Adatoms diffusing along the steps are proposed as the cause of the rough appearance.

Experiments performed at 27 K showed all steps to be sharp, regardless of their step height. Furthermore single adatoms and small adatom clusters adsorbed on (111) terraces were imaged and proved to be stable for the duration of the experiment.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Theoretische Aspekte	4
2.1	Grundlagen der RTM-Theorie	4
2.2	Überblick der SPA-LEED-Theorie	7
3	Beschreibung der Apparatur	11
3.1	Anforderungen an die Apparatur	11
3.2	Realisierung der Apparatur	12
3.3	Die Konstruktion des RTM	18
3.4	Probenhalterung und Probenheizung	23
4	Probenpräparation und SPA-LEED-Untersuchungen	27
5	RTM-Untersuchungen	30
5.1	Stufen	30
5.2	Schraubenversetzungen	35
5.3	1/3- und 2/3-Stufen	45
5.4	Stufenrauhigkeiten an Monostufen	55
5.5	Adatome auf (111)-Terrassen	65
6	Zusammenfassung	71
7	Ausblick	73
	Literaturverzeichnis	77

the β phase of the polymer. The β phase is the more ordered phase and is characterized by a higher density and a higher melting point than the α phase. The β phase is also the more stable phase and is the one that is most commonly observed in nature. The α phase is the less ordered phase and is characterized by a lower density and a lower melting point than the β phase. The α phase is also the less stable phase and is the one that is most commonly observed in nature.

Journal of Management Inquiry 22(1)

Figure 1. The structure of the proposed fuzzy expert system.

1. *Journal of the American Medical Association*, 1997; 277: 1039-1043.

1 Einleitung

Die Strukturbestimmung spielt in der Oberflächenphysik eine zentrale Rolle. Die Frage, ob bzw. unter welchen Einflüssen eine Oberfläche rekonstruiert oder welche Bindungsplätze Adsorbate einnehmen, ist die Motivation für einen Großteil der Arbeiten. Zu diesem Zweck existieren eine Reihe von Analysemethoden, wie z.B. die Beugung langsamer Elektronen (LEED), die Ionenstreuung oder die Heliumstreuung. Die Strukturen, die dabei untersucht werden, sind in der Regel periodisch, und es wird davon ausgegangen, daß die Oberfläche perfekt ist. Aber der Einfluß von Abweichungen von der Periodizität kann groß sein. So können Stufen die Adsorption erheblich beeinflussen. Defekte spielen auch bei dem wichtigen Prozeß des Schichtwachstums eine entscheidende Rolle. Man denke z.B. an die Schlüsselrolle von Schraubenversetzungen bei der Nukleation neuer Schichten. Möchte man Filmwachstum verstehen, ist also die Untersuchung von Defekten auf der Substratoberfläche und in der entstehenden Schicht unerlässlich. Aber allein die Abweichung von der Periodizität machen Defekte an sich zu einem interessanten Untersuchungsobjekt.

Mit den bis vor kurzem vorhandenen Analysemethoden war nur eine eingeschränkte Untersuchung von Defekten möglich. Zum Beispiel sind die drei oben genannten Methoden Streumethoden. LEED und Heliumstreuung gewinnen ihre Information im reziproken Raum. Dies macht die Auswertung der Meßergebnisse mehr oder weniger umständlich und indirekt. Alle drei haben ihre Stärken bei der Untersuchung periodischer Systeme. Bei LEED und bei der Heliumstreuung gibt es Bemühungen, ihren Anwendungsbereich auf das Gebiet der „realen“, d.h. nicht perfekten Oberflächen auszudehnen. Das SPA-LEED (Spot-Profil-Analyse-LEED) ist ein Beispiel dafür. Beide Methoden liefern hier gute quantitative Ergebnisse über Defektverteilungen, gemittelt über einen großen Bereich der Oberfläche. Allerdings müssen die untersuchten Defekte mit einer gewissen Häufigkeit auftreten, bis sie von Streumethoden wahrgenommen werden. Außerdem sind die Streumethoden nicht in der Lage, die Struktur einzelner Defekte aufzulösen. Transmissionselektronenmikroskope (TEM) besitzen zwar atomare Auflösung, aber die Proben müssen besonders dünn präpariert werden. Das ist eine Einschränkung, denn dies ist nicht bei allen Materialien möglich. Für die Feldionenmikroskopie ist die Einschränkung auf scharfe Spitzen noch gravierender. Sie liefert auch keine Information über Höhen auf der Oberfläche.

Die Entwicklung des Raster-Tunnel-Mikroskops (RTM) im Jahre 1982 [1] hatte eine große Auswirkung auf die Oberflächenphysik. Erstmals war es möglich, an nicht speziell präparierten Oberflächen atomare Auflösung zu erzielen. Dieses Instrument ist natürlich für Struktur- und Wachstumsuntersuchungen von Oberflächen und dünnen Filmen geradezu prädestiniert, ermöglicht doch ein atomares Bild der Oberfläche einen viel direkteren Zugang zu den gewünschten Größen als eine langwierige Auswertung von Meßdaten. Das RTM bietet die einzigartige Möglichkeit, sowohl größere Bereiche abzubilden und somit einen Gesamteindruck der Oberfläche zu vermitteln, als auch einzelne atomare Details aufzulösen. Damit ist es eine ideale Ergänzung und Erweiterung zu den Streumethoden. Es kann einerseits die mit Streumethoden indirekt gewonnenen Größen kontrollieren und verifizieren, andererseits ermöglicht die atomare Auflösung die Entschlüsselung kleinster Strukturen auf eine direkte und prägnante Art und Weise.

Vor diesem Hintergrund war die Aufgabe dieser Doktorarbeit, eine UHV-Apparatur für SPA-LEED und RTM aufzubauen, um die Struktur von Oberflächen, insbesondere später auch Struktur und Wachstum dünner Metallfilme zu untersuchen. Als weitere Bedingung, die eine sehr hohe Anforderung an das RTM stellt, sollte die Probe mit flüssigem Helium kühlbar sein. Es gibt weltweit nur sehr wenige Tieftemperatur-RTMs in UHV. Meistens ist die tiefe Temperatur nur in der RTM-Meßposition erreichbar. Die tiefen Temperaturen sollten bei dieser Apparatur in allen Meßpositionen erreichbar sein, um mit allen vorhandenen Analysegeräten den Einfluß der Substrattemperatur auf die Struktur und die Defekte der Oberflächen sowie auf das Wachstumsverhalten der Schichten über einen möglichst weiten Bereich studieren zu können.

Als Probe wurde eine vizinale Ag(111)-Fläche ausgewählt. Die Defekte auf einer solchen Fläche, nämlich Stufen, sollten mit beiden Methoden, SPA-LEED und RTM, untersucht werden. Silber wurde als Probenmaterial ausgesucht, weil erstens auf vizinalen Silberflächen noch nicht viele Strukturuntersuchungen durchgeführt worden sind und zweitens Silberflächen nach der Präparation lange kontaminationsfrei bleiben (dies ist beim Testen einer neuen Apparatur hilfreich).

Die Arbeit ist wie folgt gegliedert: im zweiten Kapitel wird die Theorie für das RTM und das SPA-LEED kurz vorgestellt. Die gestellten Anforderungen an die Apparatur und deren Lösung werden im dritten Kapitel beschrieben. Das vierte Kapitel befaßt sich mit der Probenpräparation und den SPA-LEED-Messungen. Die RTM-Untersuchungen der verschiedenen Oberflächendefekte werden im fünften Kapitel vorgestellt und diskutiert. Eine Zusammenfassung der Arbeit erfolgt im sechsten Kapitel. Im siebten Kapitel wird zum Abschluß noch ein Ausblick auf

2 Theoretische Aspekte

In diesem Kapitel soll jeweils ein Überblick über die Theorie des RTM und des SPA-LEED gegeben werden. Die Darstellungen sind bewußt knapp gehalten, und der näher interessierte Leser wird auf die jeweiligen Literaturstellen verwiesen.

2.1 Grundlagen der RTM-Theorie

Das RTM ist im Vergleich zu herkömmlichen Rasterelektronenmikroskopen wesentlich einfacher im Aufbau. Es ist schwer zu glauben, daß ein so kleines und unkompliziertes Instrument, das sogar leicht im Rahmen einer Diplomarbeit gebaut werden kann, dennoch mit einer einem TEM zumindest ebenbürtiger, wenn nicht sogar überlegener Auflösung aufwarten kann, und das bei einem weitaus geringerem Aufwand an Schwingungsisolation und Probenpräparation.

Beim RTM wird eine scharfe Metallspitze mit piezokeramischen Bewegungselementen im Abstand von etwa 1 nm über die Probe gerastert. Eine angelegte Tunnelspannung der Größenordnung mV–V bewirkt einen Tunnelstrom der Größenordnung 1 nA, der exponentiell vom Abstand der Tunnelspitze zur Probe abhängt. Dieser Tunnelstrom wird im normalen Topografie-Betriebsmodus durch einen Regler konstant gehalten, sodaß die Tunnelspitze den Konturen der Probenoberfläche nachfährt. Die enorme Oberflächenempfindlichkeit des RTMs ist das Ergebnis des exponentiellen Verlaufs der Strom-Abstands-Kurve. So bewirkt eine Änderung des Abstands der Tunnelspitze zur Oberfläche um nur einen Angström eine Änderung des Tunnelstroms um den Faktor 10.

Das Prinzip des RTMs beruht auf dem quantenmechanischen Tunneleffekt. Dieser besagt, daß Elektronen eine nicht verschwindende Wahrscheinlichkeit besitzen, eine Potentialbarriere zu überwinden, auch wenn ihre Energie kleiner als die Barrierenhöhe ist, sie also zu „durchtunneln“. Diese Tunnelwahrscheinlichkeit wird größer, je kleiner die Differenz von Barrierenhöhe und Elektronenenergie und je schmaler die Barriere ist. Das Tunneln wurde erstmals beschrieben für die Ionisation eines Wasserstoffatoms in einem elektrischen Feld [2]. Dies ist ein Ein-Elektronen-Problem, und obwohl das Tunneln aus größeren Atomen oder Festkörpern oder zwischen zwei Elektroden Vielkörperprobleme darstellen, wurde in vielen früheren Behandlungen der Vielteilchencharakter vernachlässigt (für einen Überblick der verschiedenen Modelle siehe [3]).

Ein sehr bekanntes Ergebnis solcher Theorien ist die Fowler-Nordheim-Gleichung [4, 5]:

$$i = 6.2 \times 10^6 \frac{(E_F/\Phi)^{1/2}}{\alpha^2(E_F + \Phi)} F^2 \exp(-6.8 \times 10^7 \Phi^{3/2} \alpha / F) \quad (2.1)$$

wobei gilt:

- i : Stromdichte
- E_F : Fermi-Energie
- Φ : Austrittsarbeit
- F : elektrische Feldstärke
- α : Korrekturfaktor für das Bildpotential.

Die Fowler-Nordheim-Gleichung stellt eine exakte Lösung für das Tunneln von unabhängigen Elektronen bei tiefen Temperaturen durch eine dreieck-förmige Barriere ins Vakuum dar.

Spätere Arbeiten versuchten die Vielteilchencharakteristik des Tunnelproblems zu berücksichtigen, so etwa Bardeen mit dem Konzept des „Transfer-Hamilton-Operators“ [6]. Er erhält folgenden Term für den Tunnelstrom:

$$I = \frac{2\pi e}{\hbar} \sum_{\mu, \nu} f(E_\mu) [1 - f(E_\nu + eV)] |M_{\mu\nu}|^2 \delta(E_\mu - E_\nu) \quad (2.2)$$

wobei gilt:

- $f(E)$: Fermi-Funktion
- V : angelegte Spannung
- $M_{\mu\nu}$: Tunnel-Matrixelement zwischen den Zuständen Ψ_μ der Sonde und Ψ_ν der Oberfläche
- E_μ : Energie des Zustandes Ψ_μ wenn kein Tunneln stattfindet

Bardeen konnte so aus den Eigenfunktionen der beiden Elektroden und dem Überlapp der Wellenfunktionen am Ort der Barriere den Tunnelstrom berechnen, ohne die Eigenfunktionen des Gesamtsystems zu kennen. Neuere theoretische Arbeiten speziell zum RTM bauen auf diesem Konzept auf [7, 8]. Sie beschreiben die Tunnelspitze als sphärischen Potentialwall dort, wo sie der Oberfläche am nächsten kommt. Mit Oberflächenwellenfunktionen, berechnet in lokaler-Dichte-Näherung, und s -Wellenfunktionen für die Spitze ($l = 0$) erhalten Tersoff und Hamann für die Tunnelleitfähigkeit:

$$\sigma \approx 0.1 \cdot R^2 \cdot e^{2kR} \cdot \rho(r_0, E_F) \quad (2.3)$$

und

$$\sigma \propto \exp(-A \cdot \Phi^{1/2} \cdot d) \quad (2.4)$$

wobei gilt:

- r_0 : Mitte des sphärischen Teils der Tunnelspitze
- R : dessen Radius (siehe auch Abb. 2.1)
- d : Abstand zwischen Tunnelspitze und Oberfläche
- $k = \hbar^{-1} \sqrt{2m\Phi}$: inverse Zerfallslänge der Wellenfunktionen im Vakuum
- $\rho(r_0, E_F)$: lokale Zustandsdichte bei der Fermi-Energie E_F am Ort r_0
- Φ : effektive Barrierenhöhe
- $A = 2\sqrt{2m}/\hbar \approx 1.028 [\text{\AA}^{-1}\text{eV}^{-1/2}]$.

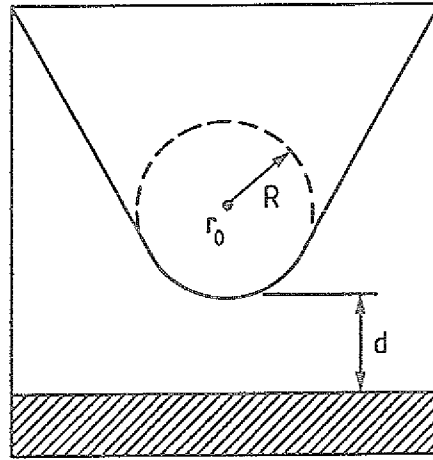


ABB. 2.1: Schematische Darstellung der Tunnelgeometrie. Am Orte kleinsten Abstandes d zur Probenoberfläche (schattiert) wird die Tunnelspitze als lokal sphärisch mit Radius R angesehen, ansonsten ist ihre Form beliebig. Der Mittelpunkt der Spitzenkrümmung ist r_0 . Aus [7, 8].

Die Leitfähigkeit zeigt also die erwartete exponentielle Abhängigkeit mit dem Abstand d . In diesem Modell rastert die Tunnelspitze die Oberfläche auf Linien konstanter Zustandsdichte an der Fermikante am Ort r_0 in der Tunnelspitze ab. Dies schreibt der Zustandsdichte am Ort r_0 allerdings keine physikalische Relevanz zu; es ist lediglich Ergebnis der Integration über die gesamte Spitzenoberfläche. Für die laterale Auflösung erhalten die Autoren $\sqrt{2\text{\AA} \cdot (R + d)}$ als grobe Abschätzung.

Ein anderer möglicher Ansatz zur Lösung des Tunnelproblems ist das Transmissionsmodell [9 – 11]. Es kommen überall ähnliche Ergebnisse wie bei Tersoff und Hamann heraus, worauf hier nicht näher darauf eingegangen werden soll. Das Modell hat Nachteile gegenüber dem Transfermatrixmodell von Tersoff und Hamann und wurde nach den ersten Arbeiten nicht weiter verfolgt [12]. Arbeiten über den

Einfluß des Bildpotentials [13], der chemischen Beschaffenheit des Tunnelatoms [14], den Einfluß einer zu einem Punkt kollabierten Fermifläche auf die Auflösung [15] und das Abbildungsverhalten von Stufen [16, 17] sollen hier auch nur erwähnt werden. Für Übersichten über das Gebiet der Rastertunnelmikroskopie wird auf [18 – 20] verwiesen.

2.2 Überblick der SPA-LEED-Theorie

Die LEED-Theorie erfährt schon über Jahrzehnten hinweg eine stetige Weiterentwicklung. Dabei sind zwei Hauptrichtungen zu erkennen: die eine Richtung versucht über die Auswertung von I - V -Kurven mit dynamischer LEED-Theorie, d.h. unter Berücksichtigung von Mehrfachstreu Prozessen, eine möglichst exakte Bestimmung der Atompositionen innerhalb der Einheitszelle zu erzielen. Dies erfordert einen immensen Rechenaufwand, der nur mit Höchstleistungsrechnern zu bewältigen ist, und mit zunehmender Größe der Einheitszelle explodiert. Für weitere Details wird der Leser auf [21] verwiesen. Die konventionelle dynamische LEED-Theorie kann aber nur geordnete Strukturen behandeln, wodurch sich sehr viele Systeme der LEED-Untersuchung entziehen. Ein neuer Ansatz, diese Einschränkung zu beseitigen, ist die diffuse LEED-Theorie [22 – 25]. Bei dieser neuen Methode wird die diffuse Intensität im k -Raum zwischen den Beugungsmaxima untersucht. Diese Intensität stammt hauptsächlich von diffus-elastischer Streuung etwa an ungeordnet adsorbierten Adatomen und enthält daher Information über die lokale Bindungsgeometrie dieser Adatome (der inelastische Intensitätsanteil, der von Phononenstreuung herrührt [26], schließt eine Auswertung nicht aus [25]). Sehr kleine R -Faktoren, die auf eine sehr gute Übereinstimmung zwischen errechneten Geometrien und den Messungen deuten [25], zeugen von dem großen Potential dieses neuen Ansatzes, welches das weite Feld der ungeordneten Systeme für LEED zugänglich macht.

Der zweite Hauptzweig der LEED-Forschungen, nämlich die Spotprofilanalyse, beschäftigt sich schon seit langem mit nicht perfekten und mehr oder weniger ungeordneten Oberflächen. Man ist hier nicht an der Anordnung der Atome innerhalb der Einheitszelle interessiert, sondern an Größen wie Terrassenbreitenverteilungen, Stufendichten, Inselgrößen und -abständen, Rauigkeiten von Oberflächen, Verteilungen von Punktdefekten etc.. Die Information wird aus Messungen der Spotprofile der Beugungsmaxima in Abhängigkeit der Einfallsennergie gewonnen. Für die Analyse reicht die kinematische Näherung aus [27], was natürlich den erfor-

derlichen Rechenaufwand drastisch reduziert. Überblicke über die Analyse von Oberflächendefekten mittels Elektronenbeugung sind in [27 – 29] und dort zitierten Arbeiten zu finden.

Ein wichtiger Begriff in der Spotprofilanalyse ist der der in-Phase bzw. anti-Phase Streubedingung. Sie hängt von Einfallsenegie und Einfallswinkel der Elektronen, vom Lagenabstand und von der Ordnung der Beugungsreflexe ab und gibt an, ob Elektronen von benachbarten Terrassen in Phase zueinander streuen oder nicht. Für eine gegebene Streugeometrie und Probenoberfläche lassen sich die Elektronenenergien für die jeweiligen Bedingungen in Volt berechnen [30]:

$$V_{hk} = \frac{150 \left[\text{V } \text{\AA} \right]}{4d^2} \cdot \left[\frac{(S - hx - ky)^2 + (h\underline{a}^* + k\underline{b}^*)^2 d^2 / 4\pi^2}{(S - hx - ky) \cos^2 \vartheta - (h|\underline{a}^*| \cos \phi_a + k|\underline{b}^*| \cos \phi_b) d \sin \vartheta / 2\pi} \right]^2 \quad (2.5)$$

wobei gilt:

- V_{hk} : Einfallsenegie für den Spot (hk) in Volt
- d : Lagenabstand
- S : Phase; ganzzahlig $\hat{=}$ in-Phase
halbzahlig $\hat{=}$ anti-Phase
- ϑ : Winkel zwischen einfallendem Elektronenstrahl und der Terrassennormalen
- ϕ_a, ϕ_b : Azimutalwinkel zwischen der Projektion der Einfallsrichtung auf eine einzelne Terasse und den Gittervektoren $\underline{a}$ bzw. $\underline{b}$.

Für den (0,0)-Strahl vereinfacht sich Gl. (4.1) zu [31]:

$$V_{00} = \frac{150S^2}{4d^2 \cos^2 \vartheta} \left[\text{V } \text{\AA}^2 \right] \quad (2.6)$$

Bei den in-Phase-Bedingungen ist der Impulsübertrag $K = k_{\text{Streue}} - k_{\text{Einf}}$ gleich einem Gittervektor des dreidimensionalen reziproken Gitters des Kristalls (siehe Abb. 2.2).

Bei diesen Bedingungen sind die Beugungsreflexe immer maximal scharf und sind nur durch die Instrumentenverbreiterung oder die Mosaikverbreiterung der Probe begrenzt, je nachdem welche größer ist. Die Halbwertsbreite des (00)-Strahls bei in-Phase-Streubedingungen ist also ein Maß für die Transferweite, d.h. die maximal meßbare Länge auf der Probe [27, 32]. Bei den anti-Phase-Bedingungen ist der Einfluß von Oberflächendefekten wie z.B. Stufen auf das Spotprofil am größten. Regelmäßige Stufenfolgen bewirken ein Aufspalten des Reflexes in zwei Maxima, deren Abstand zueinander ein Maß für die Terrassenbreite ist [33]. Eventuelle

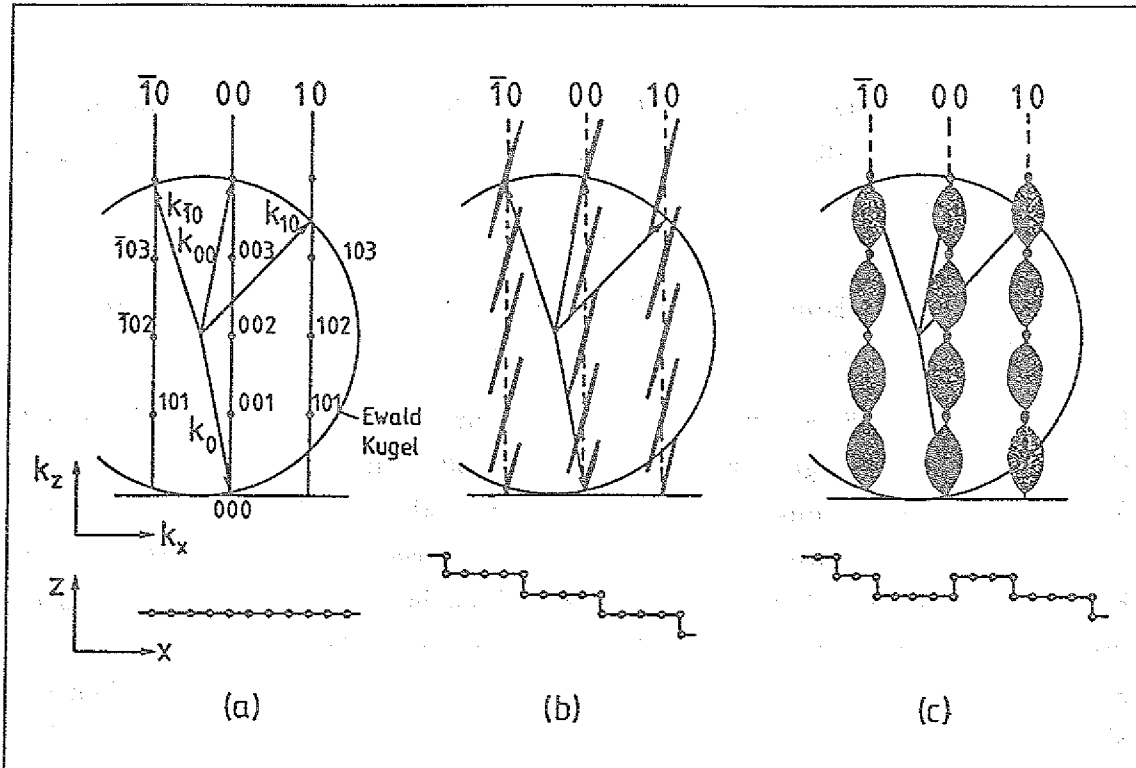


ABB. 2.2: Ewald-Konstruktion, um das LEED-Bild für verschiedene Stufenanordnungen zu erhalten: a) ebene Oberfläche, b) regelmäßige Stufenfolge und c) beliebige Stufenfolge, jeweils im Real- und reziproken Raum. k_0 ist der Wellenvektor des einfallenden Strahls; k_{00} , k_{10} und k_{100} der der gebeugten Strahlen mit den Indizes 00, 10 und $\bar{1}0$. Die dreistelligen Zahlen entsprechen Punkten des dreidimensionalen reziproken Gitters. Mit der eingezeichneten Position der Ewaldkugel ist der 00-Strahl in allen Fällen scharf. Der 10-Strahl ist für die regelmäßige Stufenanordnung in zwei gleich intensive Reflexe aufgespalten und für die zufällige Stufenanordnung einfach diffus verbreitert. Aus [30].

Verbreiterungen der beiden Maxima geben Aufschluß über die Breite der Terrassenverteilung. Unregelmäßige Stufenfolgen haben nur eine diffuse Verbreiterung zur Folge, deren Halbwertsbreite den Mittelwert der Terrassenbreitenverteilung angibt. Das geht nach der einfachen Grundformel der Profilauswertung [27]:

$$\frac{\Delta K}{K_{10}} = \frac{a_0}{D} \quad (2.7)$$

wobei gilt:

ΔK : zu untersuchender Abstand im k -Raum, z.B. Halbwertsbreite

K_{10} : Parallelkomponente des Streuvektors für den Spot (10) oder ganz einfach der Abstand zwischen (00)- und (10)-Strahl im Beugungsbild

a_0 : Gitterkonstante des Substrats, daß den Abstand K_{10} erzeugt

D : Abstand, der mit ΔK korreliert ist

Für eine detailliertere Auswertung muß die gesamte Form des Spotprofils berücksichtigt werden. Einige neuere Fortschritte sollen hier noch erwähnt werden: Terrassenweitenverteilungen [34, 35], Besetzungswahrscheinlichkeiten für die verschiedenen Oberflächenschichten bei Aufdampfprozessen [36], die Oberflächenrauigkeit [37], die Verteilung von Inhomogenitäten in der Oberfläche [37] und die Inselgrößenverteilung von unkorrelierten Inseln [38, 39] lassen sich jetzt aus den Spotprofilen ableiten. Die Methode der Spotprofiluntersuchungen entwickelt sich also zu einem äußerst mächtigen Werkzeug für die Erforschung nicht perfekter Oberflächen.

3 Beschreibung der Apparatur

3.1 Anforderungen an die Apparatur

Es sollte eine Apparatur konstruiert und gebaut werden, mit der die Struktur von Oberflächen und Struktur und Wachstum von dünnen Metallfilmen im Realraum mit dem RTM und im k -Raum mit dem SPA-LEED untersucht werden können.

Folgende Anforderungen wurden neben dem Einbau eines RTM und des SPA-LEED gestellt:

- Ultrahochvakuum (UHV)

Dies ist natürlich eine unabdingbare Voraussetzung, um saubere Oberflächen und Schichten zu präparieren und für die Zeit der Messungen kontaminationsfrei zu halten.

- Ionenkanone

Die Ionenkanone wird für die Reinigung der Substrate und das Entfernen alter Adsichten durch Ionenätzen benötigt. Desweiteren können mit ihr auch Defekte in den Proben erzeugt werden.

- Augerspektrometer

Das Augerspektrometer wird für die Reinheitskontrolle der Proben herangezogen. Außerdem kann damit bei heterogenen Schichtsystemen mit epitaktischem Wachstum eine Eichung der Aufdampföfen durch die Methode der Augerknicke [40] vorgenommen werden.

- Vibrationsisolierung für das RTM

Da ein RTM im Betrieb die Tunnelspitze im konstanten Abstand von etwa 0.4 nm über die Oberfläche rastern muß, ist je nach mechanischer Stabilität des RTMs eine mehr oder weniger gute Vibrationsisolierung ein „conditio sine qua non“. Eine sehr stabile Version des Tunnelmikroskopes kann ohne jegliche Dämpfung Graphit atomar auflösen [41, 42].

- Die Probentemperatur sollte in allen Meßpositionen im Bereich von weniger als 30 K bis hin zum Schmelzpunkt des jeweiligen Substrats einstellbar sein, beim RTM zumindest im Bereich von Zimmertemperatur bis unter 30 K (oberhalb Temperaturen von etwa 230°C wird das piezokeramische Material depolarisiert). Dadurch kann man das Wachstumsverhalten der Schichten bei verschiedenen Temperaturen untersuchen, aber auch erzeugte Schichten durch Abkühlen und die damit verbundene Unterbindung der Oberflächen-diffusion für längere Messungen in ihrer Struktur „einfrieren“.

- Zwei Aufdampföfen, um auch Mehrschichtsysteme präparieren zu können.
- Quarzwaage zur Eichung der Aufdampföfen (neben Eichung durch Auger und SPA-LEED)
- Gaseinlaßsystem zur Begasung der Probe
- Probenschleuse
Dies ist wünschenswert, um auch Halbleiter, wie z.B. MBE-Proben, schonend präparieren zu können.

3.2 Realisierung der Apparatur

Das Lastenheft für die Apparatur wurde durch das folgende Konzept gelöst (siehe Abb.3.1): Die Probe wird auf einen L-förmigen flüssig-Helium-Verdampfer-Kryostat mit der zu untersuchenden Oberfläche nach oben befestigt. Der Kryostat ist auf einer differentiell gepumpten Drehdurchführung in der Mitte der Apparatur montiert. Sie ermöglicht ein Schwenken des Kryostatenarms um 360° in der x - y -Ebene mit einer Positioniergenauigkeit von etwa 0.03° . Auf einem Radius von 220 mm um die Drehdurchführung sind die restlichen Analysegeräte nach unten gerichtet angeordnet. Die Anordnung der Probe auf dem Kryostaten ging Hand in Hand mit der Konzeption einer neuen Variante des im Institut entwickelten RTMs, auf das im nächsten Unterkapitel ausführlicher eingegangen wird. Bei dieser neuen Version bleibt die Probe fest auf dem Kryostaten befestigt und das RTM wird auf die Probe abgesetzt. Die Vorteile dieser Anordnung sind:

- Die Probe braucht nie vom Kryostaten heruntergenommen zu werden, d.h. es läßt sich eine sehr gute thermische Ankopplung an den Wärmetauscher erreichen. Außerdem herrscht exakt die gleiche Probentemperatur für alle Meßstationen. Mit einem anderen Probenhalter ist auch ein Einschleusen der Probe mit der Probenschleuse möglich. Die thermische Ankopplung der Probe wäre dann natürlich etwas schlechter.
- Für die RTM-Messungen ist kein riskanter Probentransfer nötig. Die Annäherung der Tunnelspitze an die Probe ist problemlos (siehe nächstes Unterkapitel).
- Die Probe kann einfach in alle Meßpositionen gefahren werden.
- Die Probe auf dem Kryostaten hat nur einen Freiheitsgrad (Drehung $0^\circ - 360^\circ$). Jeder zusätzliche Freiheitsgrad würde die Probenhalterung unstabiler und schwingungsempfindlicher machen.

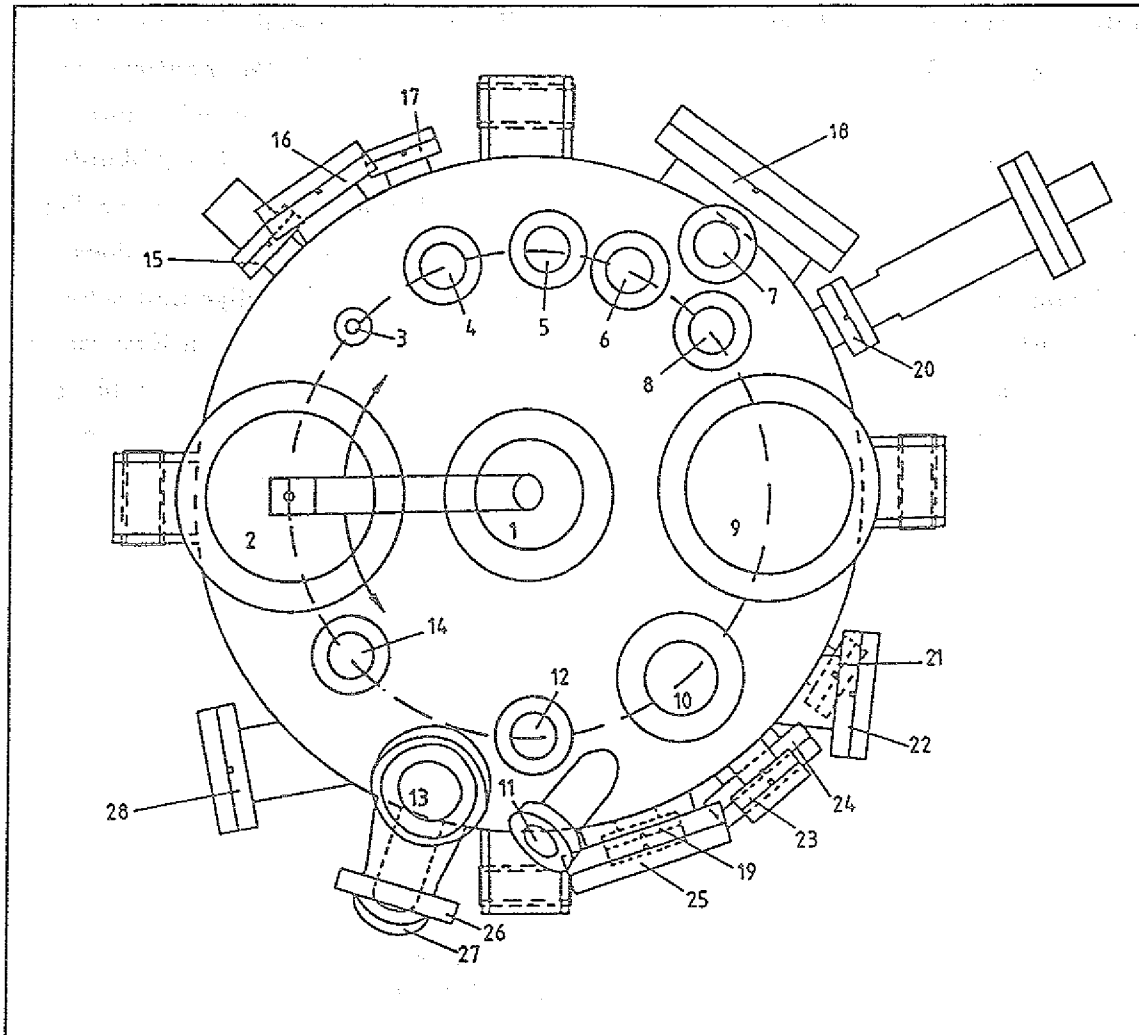


ABB. 3.1: Schematische Darstellung der Apparatur von oben. Die Probe ist mit der zu untersuchenden Oberfläche nach oben auf einem L-förmigen flüssig-Helium-Verdampfer-Kryostaten in der Mitte der Apparatur angebracht. Die Hauptanalysegeräte sind über dem Schwenkradius der Probe nach unten gerichtet angeordnet. Die Nummern an den Flanschen bedeuten im einzelnen: 1. Kryostat auf differentiell gepumpter Drehdurchführung; 2. SPA-LEED; 3. Probenbegasung; 4. Ionenkanone; 5. frei; 6. u. 8. Aufdampföfen; 7. Quarzwaage; 9. Angerspektrometer; 10. RTM; 11. Schauglas für die Annäherung des RTM; 12. u. 14. frei; 13. u. 26.-28. Probenschleuse mit Schauglas; 15. Druckmeßröhre; 16. u. 17. frei; 18. Schauglas; 20. Quadrupolmassenspektrometer; 22. u. 25. Schaugläser; 21., 23., 19. frei; 24. Spitzenpräparationsflansch. Links neben Flansch 2. und jeweils 90° versetzt sind die vier Halterungen für die Federaufhängung der Apparatur.

Eine verbreitete Methode zur Schwingungsisolierung von RTMs ist der sogenannte Viton-Plattenstapel [43], ein Stapel von Metallplatten, die jeweils durch eine Zwischenlage von Vitonstückchen getrennt sind, auf dem das RTM montiert wird. Eine Verwendung des Viton-Plattenstapels in dieser Konstruktion wäre ungeeignet gewesen, da Viton nur bis etwa 200°C heiß werden darf und bei Abkühlung auf tiefe Temperaturen spröde wird und seine dämpfenden Eigenschaften verliert. Die Vitonteile des Plattenstapels hätten also thermisch von der Probenheizung und vom Kryostaten isoliert sein müssen, was eine recht aufwendige und schwere Konstruktion bedingt hätte. Die hohe Masse am Ende des L-förmigen Kryostaten hätte negative Auswirkungen auf dessen Resonanzfrequenz gehabt, die für den Betrieb eines RTM möglichst hoch sein sollte. Da auch eine Federaufhängung innerhalb des Rezipienten ausschied (ein Probentransfer vom Kryostaten herunter in eine getrennte RTM-Meßposition wäre nötig gewesen), wurde die Apparatur von außen als Ganzes gegen Schwingungen isoliert.

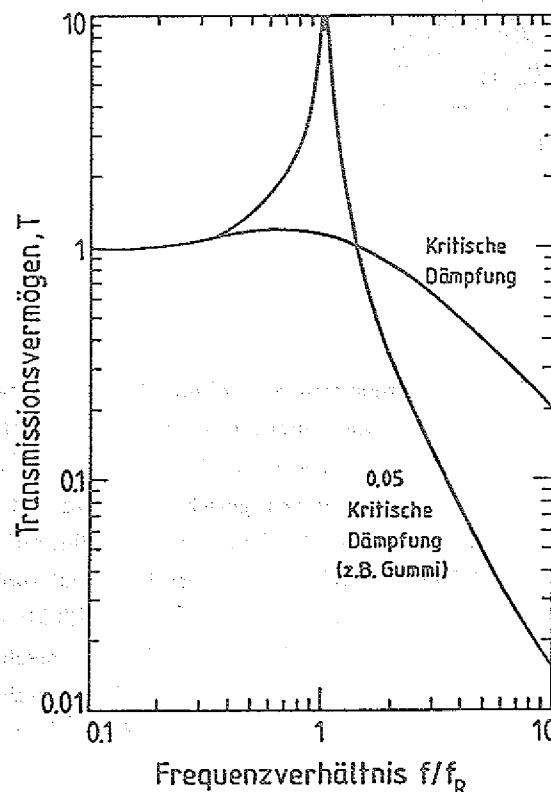


ABB. 3.2: Transmissionsvermögen T in Abhängigkeit des Frequenzverhältnisses f/f_R für verschieden stark gedämpfte Systeme. Aus [18].

Das Auftragen der Transmission eines Systems mit gegebener Resonanzfrequenz f_R in Abhängigkeit des Frequenzverhältnisses f/f_R (Abb.3.2) zeigt, daß die Transmission erst ab der $\sqrt{2}$ -fachen der Resonanzfrequenz kleiner als 1 wird, d.h. erst Frequenzen oberhalb von $\sqrt{2} \cdot f_R$ gedämpft werden. Ein gutes Dämpfungssystem sollte also eine möglichst niedrige Resonanzfrequenz haben. Ein System mit kritischer Dämpfung zeigt zwar kaum Verstärkung nahe der Resonanzfrequenz, hat dafür aber nur eine Dämpfung um den Faktor 5 bei der zehnfachen Resonanzfrequenz. Ein Dämpfungswert von 5% der kritischen Dämpfung ergibt zwar eine zehnfache Verstärkung der Resonanzfrequenz, aber auch eine fünfzigfache Dämpfung der zehnfachen Resonanzfrequenz. Ungedämpfte Stahlfedern haben typischerweise Dämpfungswerte von 0.5% der kritischen Dämpfung, was eine Verstärkung um den Faktor 100 bei f_R und eine Dämpfung auch um etwa den Faktor 100 bei $10 \cdot f_R$ ergibt. Eine gewisse Dämpfung ist also wünschenswert, aber unnötiger, je tiefer die Resonanzfrequenz liegt.

Die Resonanzfrequenz eines Systems läßt sich mit folgender Formel angeben [18]:

$$f_R = (1/2\pi)\sqrt{g/\Delta} = 0.5 \text{ Hz} \sqrt{1/\Delta(\text{in Meter})}$$

d.h. die Resonanzfrequenz eines Systems ist einfach gegeben durch die Ruheauslenkung Δ (siehe hierzu auch Abb.3.3).

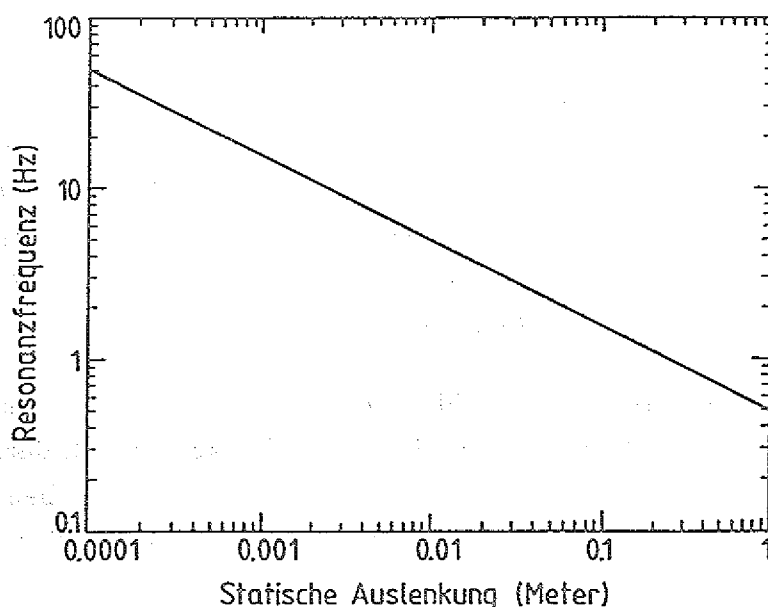


ABB. 3.3: Resonanzfrequenz eines Systems, das die elastische Aufhängung um einen gegebenen Betrag statisch auslenkt bzw. komprimiert. Aus [18].

Daraus folgt, daß sich für eine gewünschte Resonanzfrequenz nur mit Kenntnis des Gewichts der zu isolierenden Apparatur ein Dämpfungssystem z.B. mit Federn berechnen läßt, und zwar auch in räumlicher Hinsicht.

Es stellte sich noch die Frage, ob die Apparatur auf dem Boden auf Druckfedern bzw. luftgedämpften Füßen o.ä. gestellt oder aber an Federn von der Decke hängen sollte. Aus folgenden Überlegungen heraus wurde die zweite Möglichkeit gewählt:

1. Das Labor, in dem die neue Apparatur aufgebaut werden sollte, befindet sich im zweiten und damit obersten Stockwerk des Institutsgebäudes. Somit sollten auf der Labordecke sehr viel weniger von Trittschall herrührende Schwingungen vorhanden sein als auf dem Fußboden. Da Trittschallschwingungen eine sehr niedrige Frequenz haben (etwa 1 – 3 Hz gegenüber etwa 10 – 50 Hz für Gebäudeschwingungen), sind sie viel schwerer zu dämpfen als Gebäudeschwingungen.
2. Durch Aufhängen der Apparatur an die Labordecke sind große Ruheauslenkungen von mehreren Dezimetern und damit tiefe Resonanzfrequenzen ohne weiteres möglich. Hochfrequente Schwingungen werden außerdem an der schweren Masse der Apparatur reflektiert.
3. Die Schwingungen senkrecht zur Decke werden durch die Federn gedämpft, aber auch die lateralen Gebäudeschwingungen, die an der Decke größer sind als auf dem Fußboden, werden gedämpft, da die an den Federn aufgehängte Apparatur wie ein Pendel mit sehr großer Pendellänge wirkt.

Abb.3.4 zeigt die Aufhängung der Apparatur von der Labordecke an vier Stahlfedern. Die Federn haben einen Winkel von etwa 11° zur Senkrechten, um übermäßiges Pendeln zu unterbinden. Trotzdem bleibt eine gute Dämpfung der lateralen Schwingungen erhalten. Die Ruheauslenkung beträgt in senkrechter Richtung etwa 60 cm, womit sich eine Resonanzfrequenz von etwa 0.65 Hz ergibt. Somit werden schon Frequenzen ab etwa 0.92 Hz gedämpft.

Die Apparatur hängt etwa 5–10 cm über dem Laborboden. Unter den Standfüßen der Apparatur wurden Klemmfüße in den Fußboden geschraubt, deren Oberteile sich nach oben gegen die Apparatur drehen und mit ihr festschrauben lassen. Dies sorgt für eine stabile Position der Apparatur bei Umbauten jeglicher Art und hat den Vorteil eines Feststellens in der Ruhelage, d.h. es werden keine zusätzlichen Kräfte erzeugt.

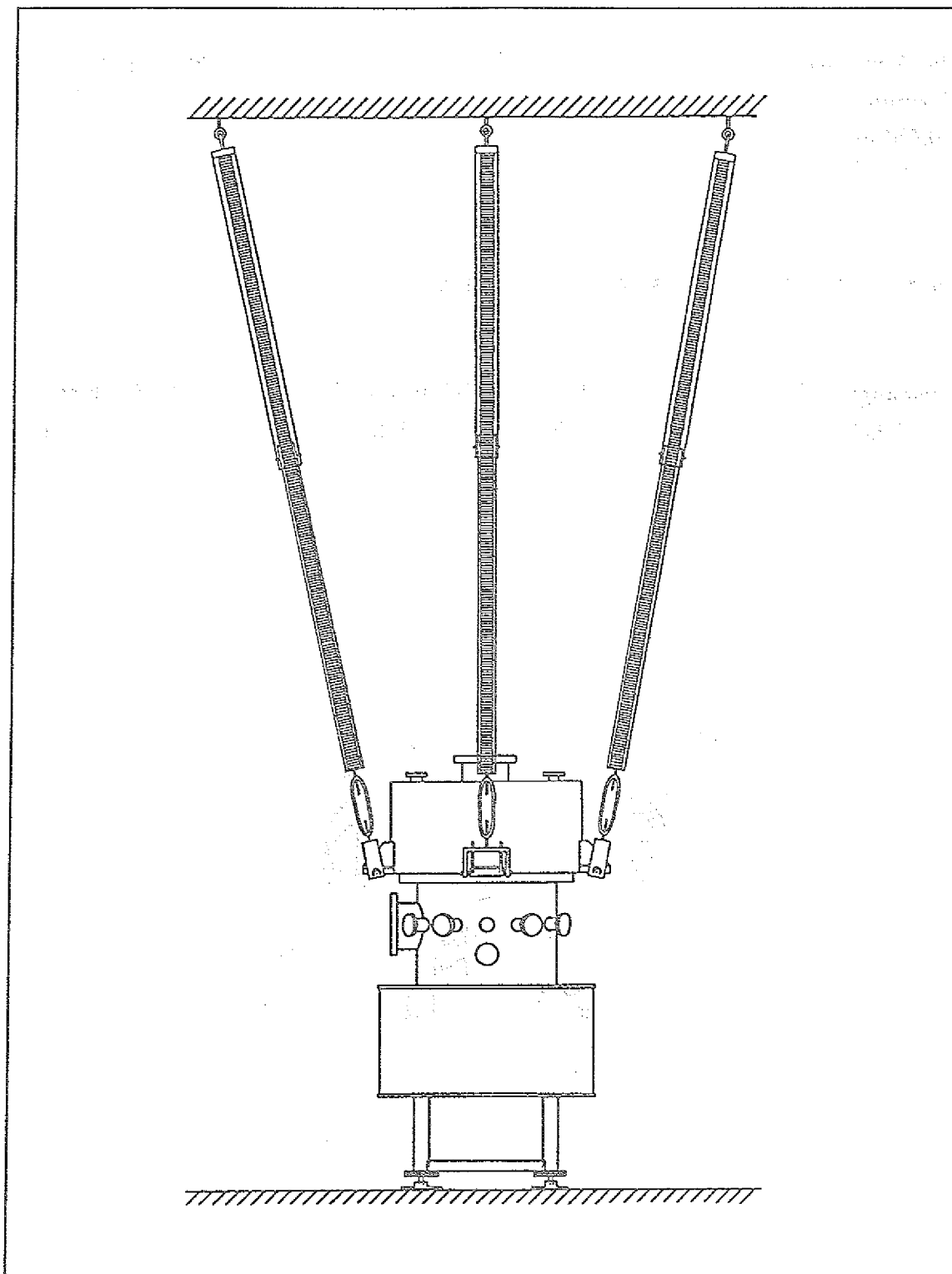


ABB. 3.4: Vibrationsisolierte Aufhängung der gesamten UHV-Apparatur an die Labordecke. Der Übersichtlichkeit halber sind die Analyseinstrumente und einige Flansche nicht eingezeichnet. Die Federn haben einen Winkel von etwa 11° zur Labordecke, um übermäßiges Pendeln zu vermeiden. Die statische Auslenkung senkrecht zur Decke beträgt etwa 60 cm. Dies entspricht einer Resonanzfrequenz von etwa 0.65 Hz.

Die Apparatur wird von einer Turbomolekularpumpe mit Drehschieberpumpe als Vorpumpe, von einer Ionenzerstäuberpumpe und von einer mit flüssigem Stickstoff gekühlten Titansublimationspumpe gepumpt. Damit wird ein Basisdruck von $4 \cdot 10^{-11}$ mbar erreicht.

3.3 Die Konstruktion des RTM

Ausgangspunkt für die Konstruktion des RTM war das von Besocke im Institut entwickelte Modell [44, 45]. Es zeichnet sich durch hohe mechanische Stabilität und eine inhärente thermische Kompensation aus. Beides sind Grundvoraussetzungen für ein RTM, das über einen weiten Temperaturbereich einsetzbar sein soll.

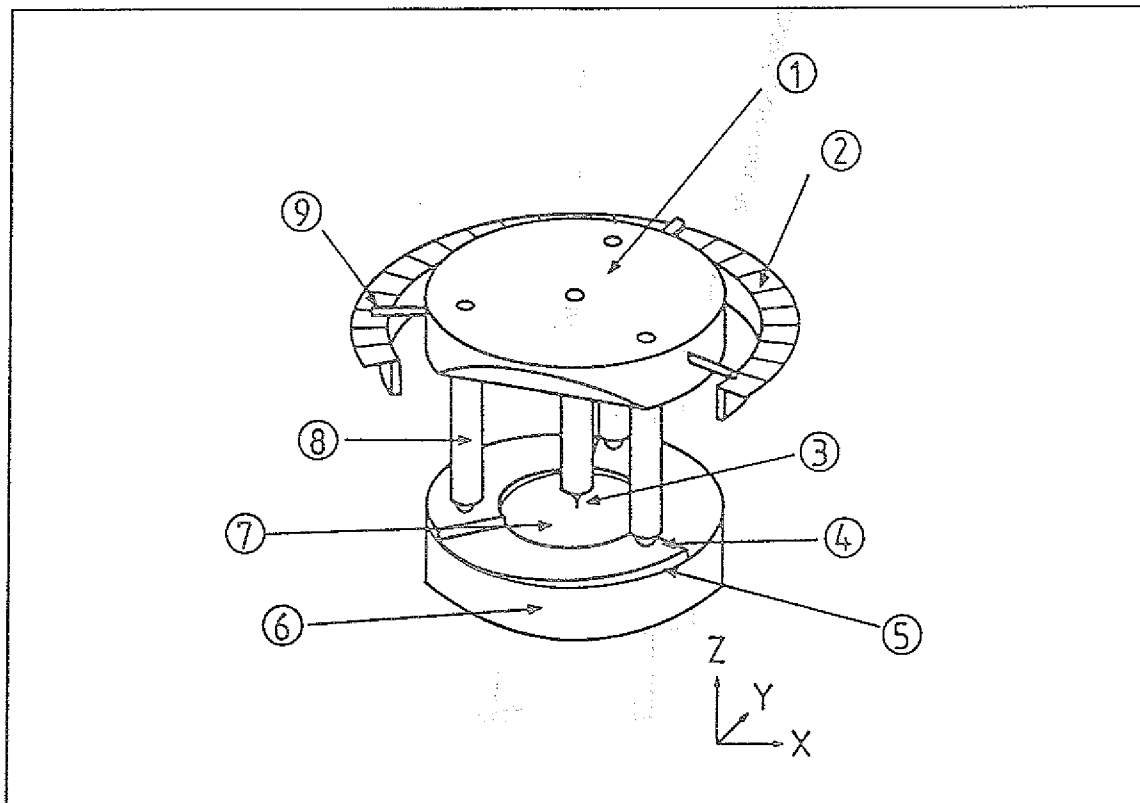


ABB. 3.5: Schematische Darstellung des RTM mit Laufring als Grobannäherung. 1. Mikroskopscheibe, 2. Haltering, 3. Tunnelspitze, 4. Kugelchen, 5. Rampe, 6. Laufring, 7. Probe, 8. Piezoröhrchen, 9. Haltestift.

Wie im vorherigen Unterkapitel bereits erwähnt, bedingte die Auslegung der Apparatur aber die Entwicklung einer neuen Variante des RTMs, da einerseits das Mikroskop umgedreht, und zweitens eine neue Grobannäherung der Tunnelspitze

an die Probe entwickelt werden mußte (in einer umgedrehten Version ist eine Grobannäherung wie in [45] beschrieben nicht praktikierbar). Das Ergebnis ist in Abb.3.5 und 3.6 dargestellt (siehe auch [46]). Es besteht hauptsächlich aus der Mikroskopscheibe mit den vier Piezoröhrchen. Die drei Haltestifte der Mikroskopscheibe liegen, wenn nicht gemessen wird, auf dem Haltering auf, der mit einem z -Hub-Manipulator mit zusätzlicher Kippvorrichtung verbunden ist. Die elektrischen Anschlüsse der Piezoröhrchen erfolgen mit langen, $63\ \mu$ dicken Drähtchen, damit keine Schwingungen über die Drähtchen auf das Mikroskop übertragen werden. An einer am Manipulator angebrachten Macor-Platte erfolgt der Übergang auf normal dicke Drähte. Der Laufring fungiert sowohl als Grobannäherung, als auch als Probenhalter, mit der die hutförmige Probe an die Probenhalter-Bodenplatte festgeschraubt wird (siehe Abb.3.9).

Er ist im wesentlichen ein Ring, in dessen Oberseite drei Rampen eingefräst sind, die jeweils einen Bogen von 120° überspannen. Die Rampenhöhe beträgt jeweils 0.3 mm (sie könnte auch ohne weiteres bis etwa 0.5 mm betragen, nur werden dann die mechanischen Schwierigkeiten bei der Herstellung viel größer). Durch diese kompakte Konstruktion ist das gesamte Mikroskop samt Grobannäherung auf drei Teile reduziert worden: das Mikroskop selber, den Laufring mit der Probe und den z -Hub-Manipulator. Die Größe des Mikroskops mit dem Laufring beträgt nur wenige Kubikzentimeter. Die neue Grobannäherung hat gegenüber dem Hebelmechanismus von [45] den großen Vorteil, daß alle Piezoröhrchen auf einer Scheibe fest miteinander verbunden sind. Dies erhöht die mechanische und thermische Stabilität des Mikroskops erheblich. Außerdem ist der Fangbereich der Grobannäherung mit einer 0.3 mm hohen Rampe um den Faktor 3 erhöht worden. Damit sind die Präzisionsanforderungen beim Einbau der Tunnelspitze wesentlich entschärft worden.

Die Grobannäherung funktioniert wie folgt: das RTM hängt zuerst im Haltering am z -Hub-Manipulator und kann mehrere Zentimeter von der Probe entfernt sein, je nach Hub des Manipulators. Es wird dann so auf dem Laufring abgesetzt, daß jedes äußere Piezoröhrchen oben auf einer der drei Rampen des Laufringes steht. Die Tunnelspitze befindet sich noch nicht im Tunnelbereich. Der Manipulator wird nun etwas weiter abgesenkt, so daß die drei Haltestifte keinen Kontakt mehr zum Haltering haben und das Mikroskop frei auf dem Laufring steht. Die einzige Verbindung zum Manipulator sind die dünnen Drähtchen der elektrischen Anschlüsse. Über diese Anschlüsse wird das Mikroskop zum Annähern der Tunnelspitze an die Probe in eine Drehbewegung im Uhrzeigersinn um die Probennormale versetzt. Dazu werden die drei äußeren Piezoröhrchen mit einem Sägezahnsignal angesteuert, die sie zuerst alle mit gleichem Drehsinn tangential zur Mikroskop-

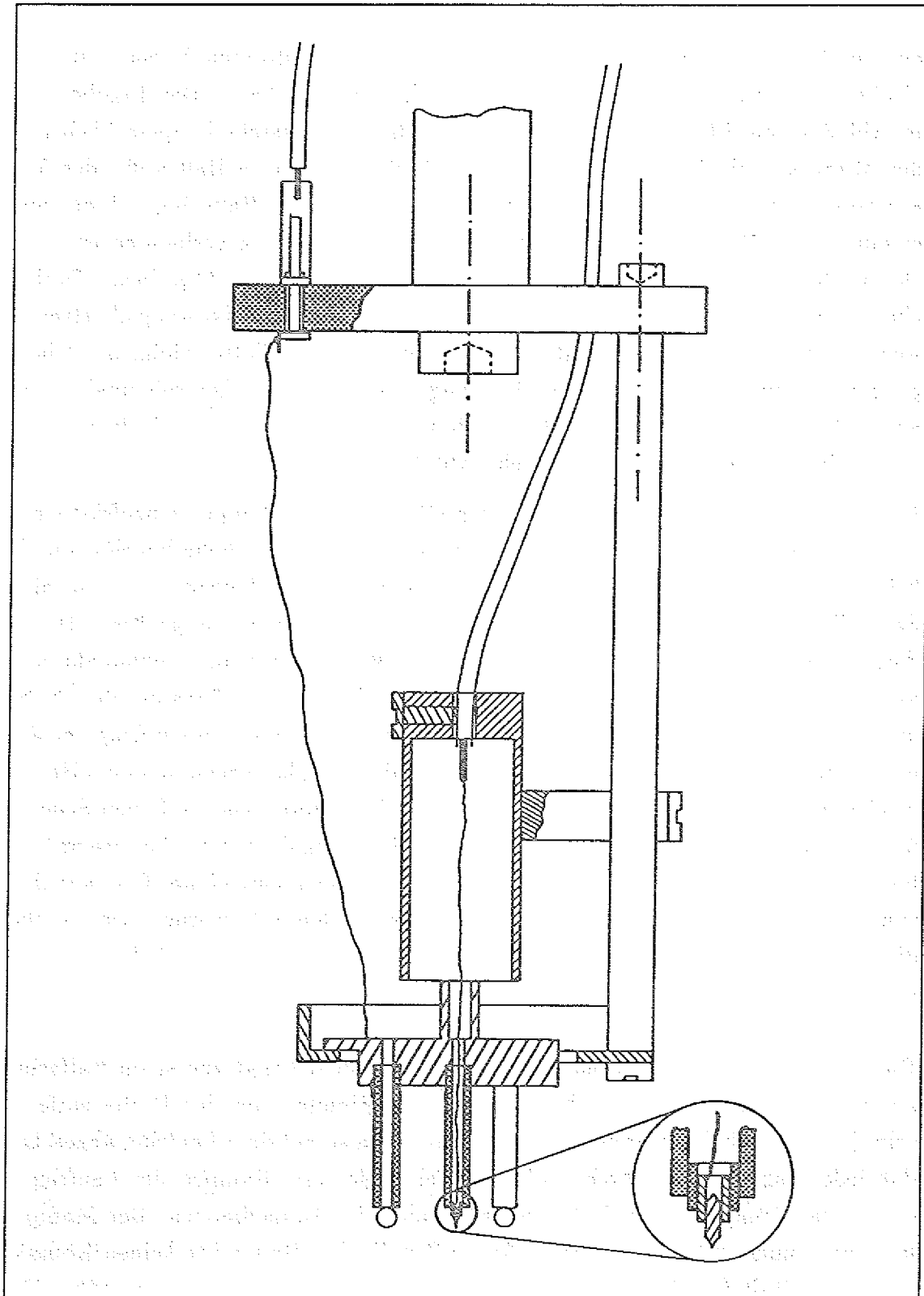


ABB. 3.6: Die Anordnung des RTM am z-Hub-Manipulator. Die elektrischen Anschlüsse erfolgen über 63 μ dicke Drähtchen. Der Tunneldraht ist bis zum Übergang auf normal dicken, geschirmten Draht durch einen Metallzylinder geschirmt.

scheibe langsam auslenkt, dann sehr schnell in die entgegengesetzte Richtung biegt und zum Schluß wieder langsam in die Ruhelage zurückfährt. Bei den langsamen Auslenkungen wird die Haftreibung der Kugeln an den äußeren Röhrchen mit dem Laufring nicht überwunden und die Kugeln bewegen sich nicht auf den Rampen. Bei den schnellen Auslenkungen herrscht jedoch Gleitreibung und sie rutschen über die Rampen. Nach einem solchen Zyklus hat sich das Mikroskop um einen Schritt im Uhrzeigersinn gedreht. Da das Mikroskop auf den drei Rampen steht, hat es sich auch gleichzeitig einen Schritt die Rampe hinunterbewegt, und die Tunnelspitze ist der Probe ein wenig nähergekommen.

Bei diesem Mikroskop entsprechen laterale Schritte auf dem Laufring in der Größe von 100 bis 2200 Å eine Annäherung der Tunnelspitze um etwa 2 bis 55 Å pro Schritt. Durch eine schnelle Abfolge solcher Laufpulse läuft das Mikroskop den Laufring hinunter, bis eine Automatik bei einsetzendem Tunnelstrom die Annäherung unterbricht.

Nachdem die Tunnelspitze in den Tunnelbereich angenähert worden ist, werden die äußeren Röhrchen nun gleich angesteuert, so daß sie sich alle in dieselbe Richtung auslenken, und zwar mit Sägezahnpulsen für Schritte und mit Dreieckspulsen für die Rasterbewegungen. Die Rasterbewegungen bewegen die Mikroskopscheibe hin und her und bewirken ein Abrastern der Oberfläche mit der Tunnelspitze. Das Mikroskop bewegt sich dabei nicht auf der Rampe. Durch einen $360^\circ \sin / \cos$ Potentiometer sind Bewegungen in jede beliebige Richtung in der x - y -Ebene möglich. Durch Schritte in der x - y -Ebene kann ein Bereich von einigen Quadratmillimetern auf der Probenoberfläche erfaßt werden, je nach Breite des Laufrings und Mikroskopgröße. Eine Bewegung des Mikroskops in der x - y -Ebene hat nur einen sehr geringen Einfluß auf die z -Position der Tunnelspitze, der durch den Regelkreis der Steuerelektronik kompensiert wird. Diese kleinen Änderungen können genauso gut von ungleichen Rampen oder von einer Schräge der Probenoberfläche zur Ebene der Mikroskopscheibe herrühren und sind in jedem Fall belanglos. Falls der Regelbereich überschritten wird, kann auf alle drei äußeren Röhrchen eine zusätzliche Spannung angelegt werden, welche die Mikroskopscheibe in z -Richtung bewegt und so die Tunnelspitze wieder in den Regelbereich zurückfährt. Sollte auch diese Spannung (etwa 300 V) nicht ausreichen, so genügen ein paar Schritte die Rampe hinauf oder hinab. Sind die Tunnel-Messungen beendet, so läuft das Mikroskop wieder die Rampen hinauf und wird dann mit dem Manipulator vom Laufring gehoben.

Mit dem Laufring ist eine berührungsfreie Annäherung der Tunnelspitze von makroskopischen bis hinunter zu atomaren Dimensionen problemlos und routinemäßig möglich. Außerdem sind keine mechanischen Manipulationen mehr nötig, die in

UHV-Bedingungen und zusätzlich bei tiefen Temperaturen kritisch sein können. Tatsächlich führte die einzige verbleibende mechanische Bewegung, nämlich das Rutschen der Kugeln auf dem Laufring, anfänglich zu Problemen: mit der gewählten Kombination aus Glaskugeln (für einen schlechten Wärmeübergang zwischen Probe und Mikroskop) und Molybdän-Laufring (um möglichst flexibel bei Proben-Ausheiztemperaturen zu sein) lief das RTM schon nach zwei Annäherungen nicht mehr. Als Abhilfe wurden erstens die Glaskugeln durch anoxidierte Stahlkugeln ersetzt [47]. Die Oxidation der Kugeln sollte ihnen eine stabile, inerte und abriebfeste Oberfläche geben. Als zweites wurde der Molybdän-Laufring in einer Plasmaentladung mit einer dünnen a:C-H-Schicht beschichtet und anschließend in UHV auf 800°C für 2 Stunden geglüht, wobei sich die a:C-H-Schicht zersetzen und eine stabile Molybdäncarbidoberfläche entstehen sollte [47, 48]. Nach diesen Modifikationen funktionierte die Grobannäherung absolut problemlos über den gesamten Temperaturbereich des Mikroskops von etwa 20 – 30 K bis hin zu 450 K.

Mit diesem Mikroskop gelang es, ohne jegliche Dämpfung monoatomare Stufen auf Si(111) aufzulösen. Außerdem wurde zur Eichung des Mikroskops Graphit an Luft aufgelöst, wobei alle sechs Atome der Einheitszelle sichtbar waren (siehe Abb.3.7).

Ein großer Vorteil dieses Mikroskoptyps liegt auch darin, daß sich eine RTM-Schleuse ohne weiteres verwirklichen läßt (siehe Abb.3.8): das RTM braucht nur an einem Manipulator mit genügend großem z-Hub montiert zu werden. Dann läßt es sich nach oben in eine Schleusenkammer zurückfahren, so daß zwischen Haupt- und Schleusenkammer ein Plattenventil geschlossen werden kann. Die Möglichkeit, einen Tunnelspitzenwechsel ohne Brechen des UHV in der Hauptkammer zu tätigen, ist ein unschätzbarer Vorteil im alltäglichen Betrieb der Apparatur. Tunnelspitzen sind auch mit eingebauter *in situ*-Spitzenpräparation immer noch Verschleißteile, und gerade bei schwierig zu reinigenden Metalloberflächen sollte jedes Belüften der Apparatur möglichst vermieden werden. Eine *in situ*-Spitzenpräparation ist auch ohne großen Aufwand realisierbar: das RTM braucht bei weggedrehter Probe nur tiefer als die Tunnelposition gefahren werden und ist dann für Felddesorption an der Spitze, Ionenätzen der Spitze mit anschließendem Heizen oder gar FIM (Feldionenmikroskopie) zugänglich. All diese Spitzenbehandlungsmethoden wurden aus Zeitgründen noch nicht eingebaut, wurden aber von vornherein in der Planung der Apparatur vorgesehen und berücksichtigt.

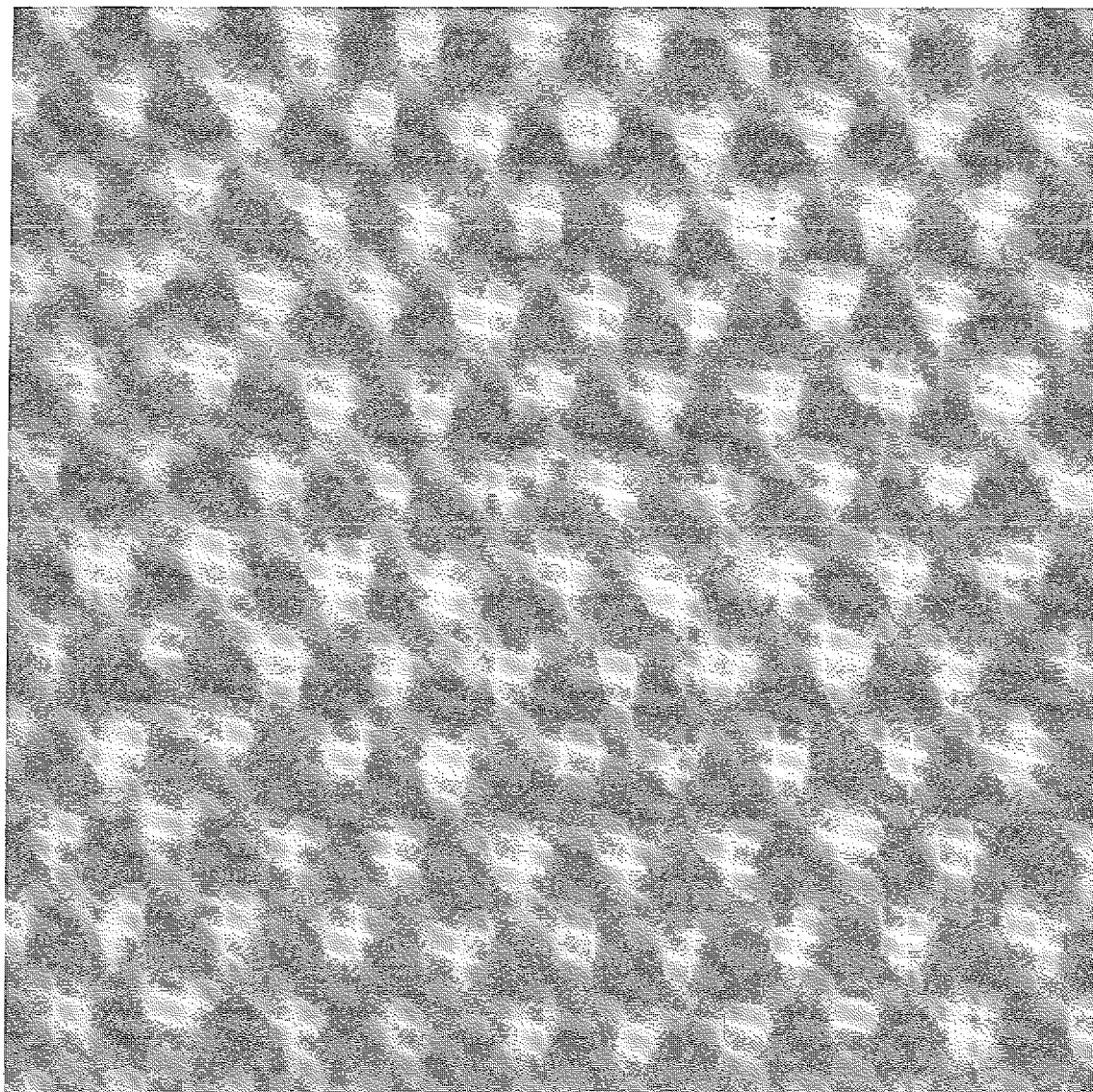


ABB. 3.7: Graphit atomar aufgelöst an Luft. Deutlich sind alle sechs Atome der Einheitszelle zu sehen. Bildausschnitt $25 \times 25 \text{ \AA}^2$.

3.4 Probenhalterung und Probenheizung

Wie im vorherigen Unterkapitel schon erwähnt, dient der Laufring gleichzeitig als Probenhalter, in dem die hutförmige Probe zwischen einer Bodenplatte und dem Laufring festgeschraubt wird (siehe Abb.3.9). Die Bodenplatte ist elektrisch isoliert am Kühlblock des Kryostaten befestigt.

In den unteren Rand der Probe wurde mit Funkenerosion ein Loch gebohrt, in das das NiCr-Ni-Thermoelement mit einem Stückchen Silberblech festgeklemmt wurde. Ein zweites NiCr-Ni-Thermoelement wurde unter einer Schraube an der Probenhalterbodenplatte befestigt. Ein drittes Thermoelement aus Rhodium-

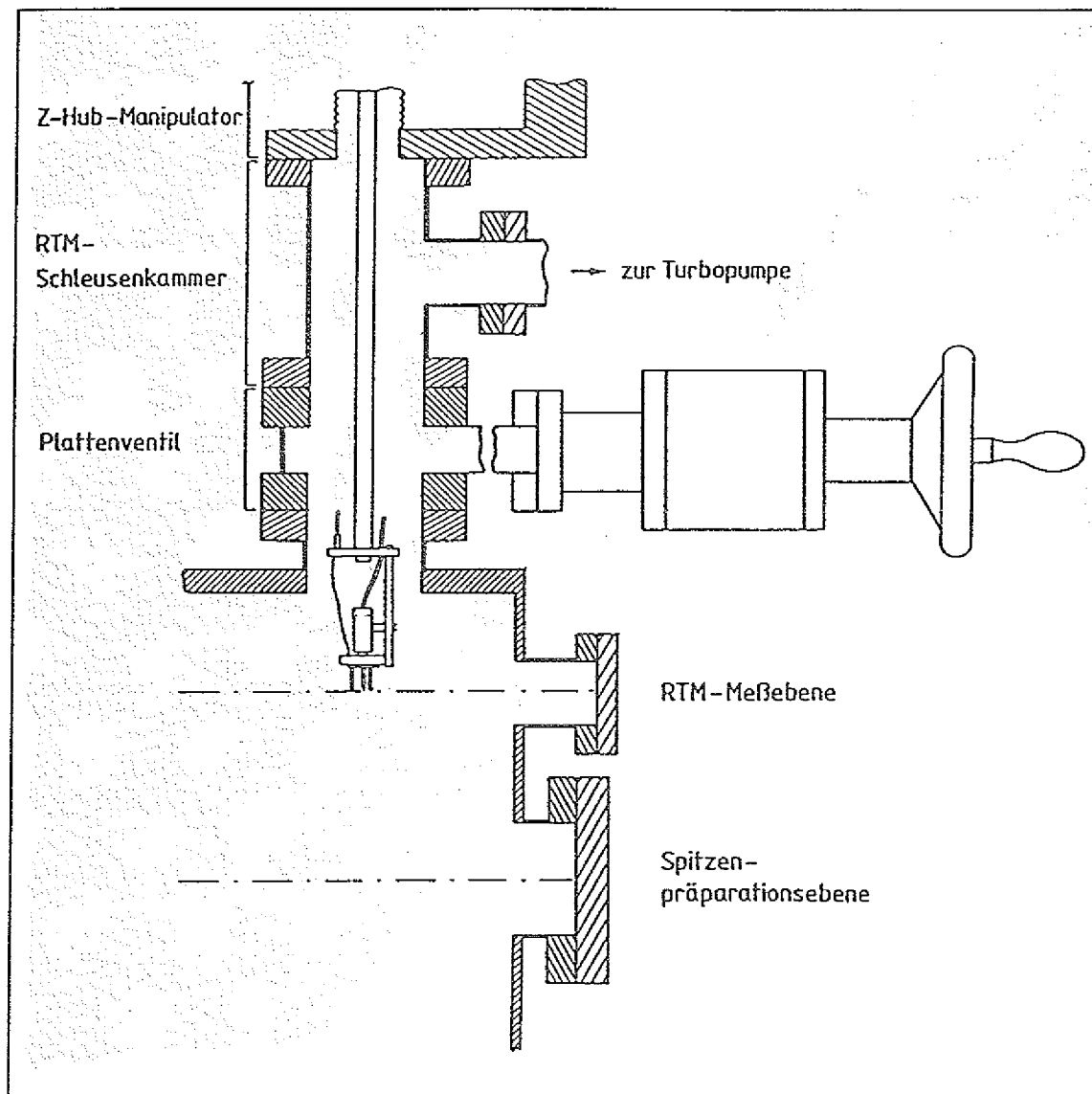


ABB. 3.8: Schematische Ansicht der RTM-Anordnung mit Schleuse und Spitzenpräparationsposition.

Eisen ist direkt im Kühlblock des Helium-Kryostaten eingebaut. Zwecks einer hohen Temperaturbeständigkeit wurden sowohl der Laufring, als auch die Bodenplatte aus Molybdän gefertigt. Außerdem hat Molybdän eine bessere Wärmeleitfähigkeit bei tiefen Temperaturen als Edelstahl [49] und läßt sich besser bearbeiten als Wolfram. Probleme gibt es allerdings an den Grenzflächen von Molybdän zu anderen Metallen, da dort die Wärmeübertragung sehr schlecht ist [50]. Deswegen wurde die gesamte Bodenplatte außen mit Silberblech umkleidet, so daß die thermische Ankopplung der Probe über das Silberblech erfolgte [51]. Kupfer schied aus, weil es mit der Silberprobe eine Legierung hätte bilden können.

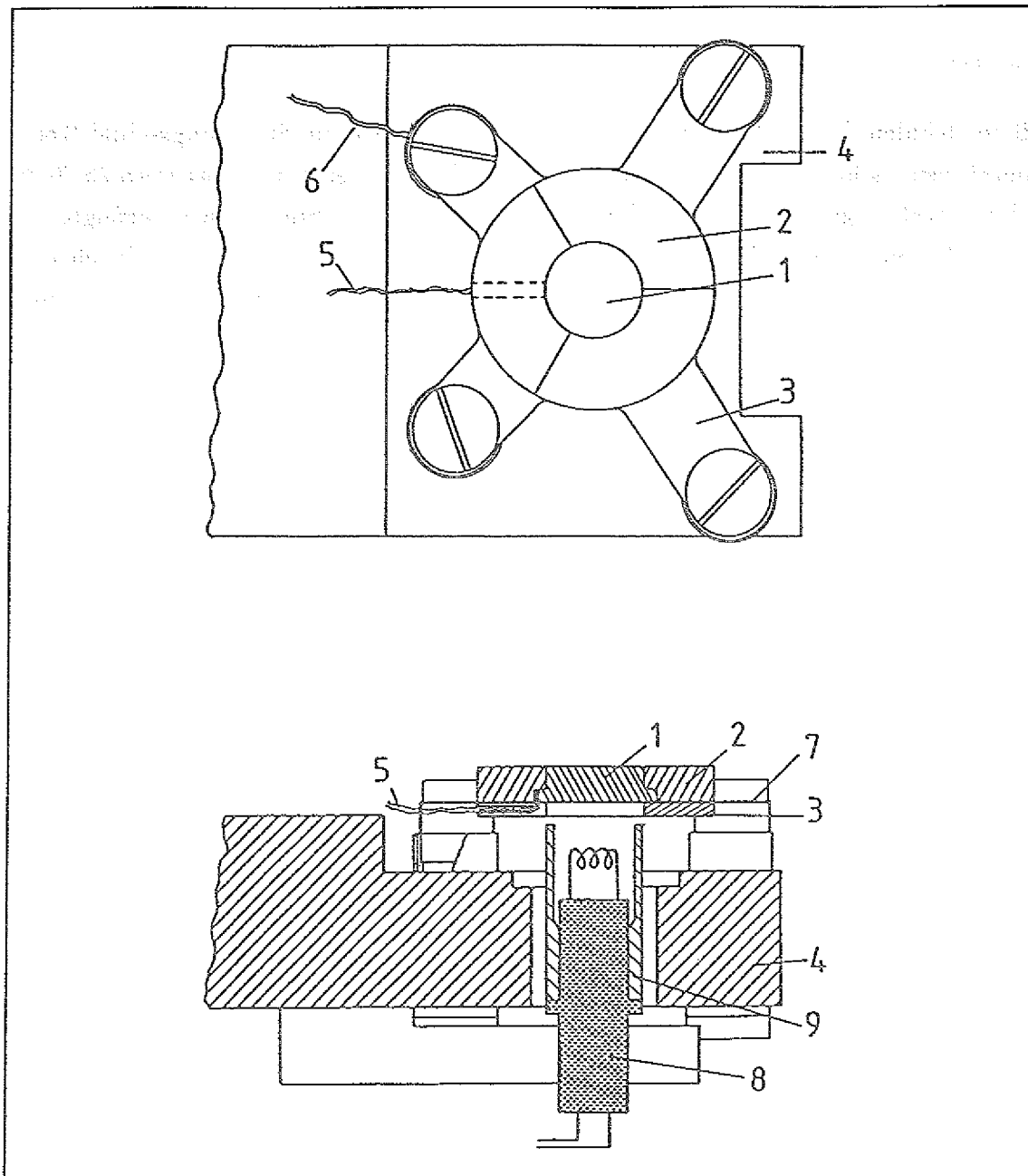


ABB. 3.9: Probenhalterung und -heizung. 1. Probe, 2. Laufring, 3. Bodenplatte, 4. Kühlblock, 5. u. 6. Thermoelement, 7. Silberblech, 8. Keramik mit Heizwendel, 9. Wehneltzylinder.

Die in dem Kühlblock des Kryostaten eingebaute Heizung reichte für die Präparation der Proben nicht aus (sie erreicht nur 500 K). Deswegen mußte eine Zusatzheizung für hohe Temperaturen gebaut werden. Da nur wenig Platz vorhanden war, wurde eine im Institut von David entwickelte Probenheizung in etwas verkleinerter Version übernommen. Der auf negative Hochspannung gelegte Glühfaden emittiert Elektronen, die von dem elektrisch isolierten Wehneltzylinder fokussiert auf die Rückseite der Probe beschleunigt werden. Damit konnten Probentempe-

raturen jenseits von 1000°C erzielt werden.

Beim Kühlen der Probe wurden am Kühlblock sogar ohne Strahlungsschild Temperaturen bis hinunter zu 5 K erreicht. Die Probentemperatur betrug etwa 25–30 K ohne Strahlungsschild. Das Abkühlen auf diese tiefen Temperaturen erfolgte innerhalb von etwa 15 Minuten durch Hindurchziehen des Kühlmittels durch den Kryostaten mit einer Membranpumpe. Danach genügte der in der Heliumkanne herrschende leichte Überdruck, um die Temperatur zu halten; die Pumpe konnte ausgeschaltet werden.



Während des Abkühlens wurde die Probe mit einem Strahlungsschild versehen, um die Temperatur zu halten.

Die Probe wurde in einem Kryostat mit einer Membranpumpe abgekühlt. Die Temperatur wurde mit einem Strahlungsschild gehalten. Die Probe wurde in einem Kryostat mit einer Membranpumpe abgekühlt. Die Temperatur wurde mit einem Strahlungsschild gehalten.

4 Probenpräparation und SPA-LEED-Untersuchungen

Die Messungen wurden an einem Ag(111)-Einkristall durchgeführt, der $1.6^\circ \pm 0.2^\circ$ in Richtung $[2\bar{1}\bar{1}]$ fehlorientiert war. Die Fläche ist also etwa eine $(33\ 33\ 35)$ -Fläche. Etwas anschaulicher läßt sich die Fläche in der „Mikro-Facetten-Notation“ [52] als $33_{33}(111) \times 2_1(001)$ -Fläche oder in der „Stufen-Notation“ [53] als $34(111) \times (001)$ -Fläche beschreiben. Sie sollte also rein geometrisch aus 34 Atomen bzw. $84.5\text{ \AA}$ breiten (111)-Terrassen bestehen, die durch monoatomare Stufen entlang einer dichtgepackten $\langle 110 \rangle$ -Richtung mit (100)-Facette voneinander getrennt sind.

Die Probe wurde zuerst mit Zyklen von Beschuß mit 500 eV Ne^+ -Ionen mit anschließendem Heizen auf $500 - 600^\circ\text{C}$ präpariert. Die chemische Reinheit der Probe war relativ schnell hergestellt (siehe Abb. 4.1).

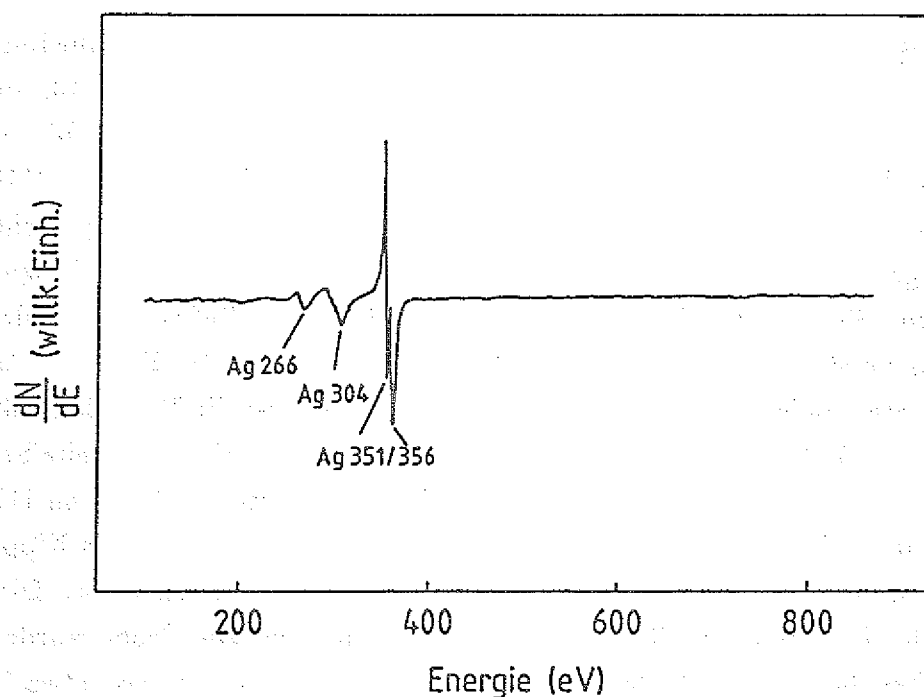


ABB. 4.1: Augerspektrum der sauberen Silberoberfläche. Die Hauptverunreinigungen waren Kohlenstoff und Schwefel. Bei einem Verhältnis von $Ag_{266}/Ag_{304} = 0.5$ ist die Oberfläche kohlenstofffrei [54].

Allerdings war kein LEED-Bild zu sehen, d.h. es herrschte offenbar keine langreichweitige Ordnung auf der Oberfläche. Dies änderte sich auch nach Heizen bei

Temperaturen bis etwa 725°C nicht. Mit der Zeit war die Probe immer matter geworden, so daß sie schließlich ausgebaut wurde. Unter dem Lichtmikroskop zeigte sich, daß die Probe facettiert war. Dies liegt vermutlich daran, daß beim Polieren des Kristalls aufgrund der geringen Härte von Silber eine sehr viel dickere Schicht als bei anderen Metallen amorph wird. Diese zerstörte Oberflächenschicht rekristallisiert beim Heizen der Probe mit unterschiedlichen Orientierungen und muß daher durch Ionenbeschuß vollständig entfernt werden, um den darunterliegenden unbeschädigten Einkristall freizulegen. Nach dem erneuten Einbau der nachpolierten Probe wurde die Oberfläche deswegen zuerst nur mit Ionenbeschuß behandelt. Diesmal wurden Ar^+ -Ionen verwendet, da jetzt eine gute Abtragung von Silberatomen wichtig war (Massenverhältnis Ar/Ag besser als Ne/Ag), und zusätzlich die Energie auf 2 keV und der Ar-Druck von $9 \cdot 10^{-5}$ mbar auf $3 \cdot 10^{-4}$ mbar erhöht. Der Beschuß wurde so lange durchgeführt, bis Beugungsreflexe im LEED zu sehen waren und diese nicht mehr heller und schärfer wurden. Danach wurde die Probe wieder mit Zyklen von Ionenätzen und Heizen auf etwa 200° – 500°C behandelt. Die Oberfläche war wieder schnell chemisch rein. Der Ordnungsprozeß auf der Oberfläche wurde mit dem SPA-LEED kontrolliert.

Abb.4.2 zeigt zwei Spotprofile des (00)-Reflexes für eine Antiphasenbedingung ($S \sim 3.5$). Bei a) ist das Profil von rechts nach links in Richtung $[1\bar{1}0]$ aufgenommen, also genau senkrecht zur Richtung der Fehlorientierung. In b) ist die Aufnahmerichtung von rechts nach links genau entlang der Kipprichtung $[2\bar{1}\bar{1}]$. In b) ist nur ein Maximum zu sehen, d.h. die Stufenfolge entlang der Kipprichtung ist nicht regelmäßig. Der Pfeil markiert die Position, an der das zweite Maximum aufgrund von 85 Å breiten Terrassen auftreten sollte. Der Reflex ist stattdessen nur stark assymetrisch verbreitert, wie es bei einer fehlorientierten Probe mit unregelmäßiger Stufenfolge zu erwarten ist. Etwas erstaunlich ist die Tatsache, daß das Profil in der $[1\bar{1}0]$ -Richtung eine nur unwesentlich kleinere Halbwertsbreite besitzt (entsprechend einer leicht größeren mittleren Terrassenbreite von 123 Å zu 117 Å). Die Ordnung in dieser Richtung ist also im Mittel nur wenig besser als in Kipprichtung. Allerdings kommen sehr kleine Terrassen wesentlich seltener vor. Dies ist an den fehlenden langen Ausläufern im Profil zu erkennen. Die Probe wurde weiter behandelt, bis in $[2\bar{1}\bar{1}]$ -Richtung eine mittlere Terrassenbreite von etwa 151 Å vorlag, aber die Stufenfolge wurde nicht regelmäßiger. Dies steht im Gegensatz zu Messungen auf vizinalen Platin (111)-Flächen [55]. Dort wurden auf zum (100)-Pol gekippten (111)-Flächen mit Fehlorientierungswinkeln zwischen 9.6° und 2.2° immer regelmäßige monoatomare Stufenfolgen mit Reflexaufspaltung im LEED nachgewiesen. Auf diese Thematik wird im nächsten Unterkapitel ausführlicher eingegangen. Ein weiteres Ergebnis der SPA-LEED -Messungen ist die Erkennt-

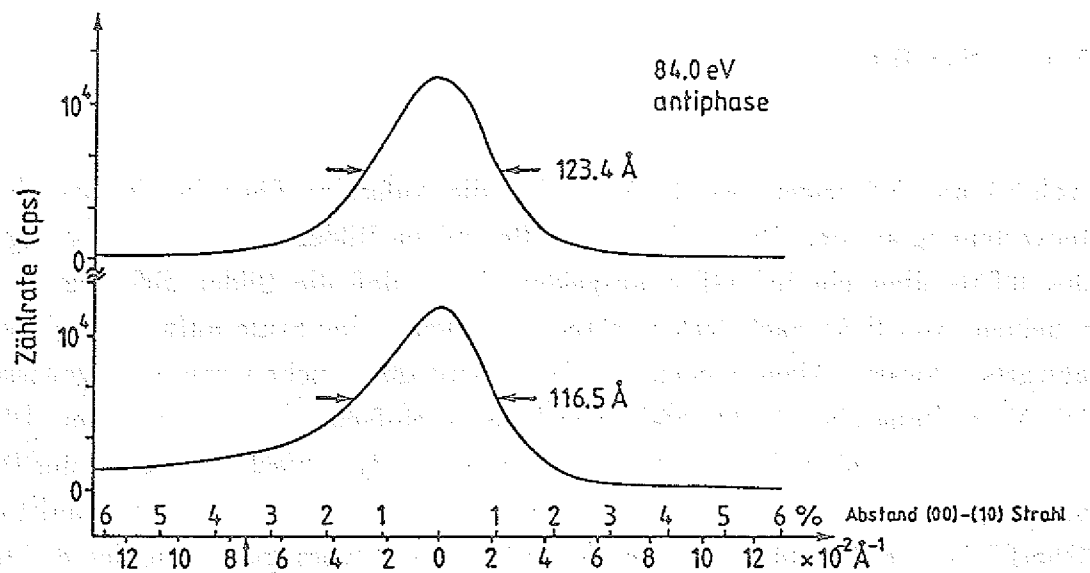


ABB. 4.2: Zwei Profile des (00)-Reflexes bei einer Energie von 85 V (Antiphase, $S = 3.5$). Das obere Profil ist senkrecht zur Verkipprungsrichtung aufgenommen, das untere parallel dazu. Der Reflex ist nicht aufgespalten, d.h. daß die Oberfläche offenbar unregelmäßige Stufen hat. Die Halbwertsbreiten geben die Mittelwerte der Terrassenbreitenverteilungen in den jeweiligen Richtungen an. In b) markiert der Pfeil die Position, in der das zweite Maximum aufgrund einer regelmäßigen Stufenfolge zu erwarten wäre.

nis, daß die Stufenhöhen auf der Probe immer monoatomar waren. Dies sah man daran, daß die nach Formel (2.6) für eine monoatomare Stufenhöhe d errechneten Phasenbedingungen immer mit den gemessenen übereinstimmten. Den gesamten Verlauf der Terrassenbreitenverteilung aus den Spotprofilen zu erhalten, wäre nur mit Hilfe von umfangreicher Auswertesoftware möglich, die im Rahmen dieser Doktorarbeit nicht erstellt werden konnte. Aber mit Hilfe des RTM konnten genauere Erkenntnisse gewonnen werden.

5 RTM–Untersuchungen

5.1 Stufen

Abb.5.1 und 5.2 zeigen zwei RTM–Bilder, die Aufschluß über die Terrassenbreitenverteilung auf der Oberfläche geben. Bei beiden Bildern wurde das Regelsignal des RTMs über ein RC–Glied ausgekoppelt, so daß die Bilder differenziert erscheinen: von links nach rechts rasternd erscheint eine Stufe aufwärts weiß und abwärts schwarz. Allen ebenen Bereichen wird der gleiche Grauton zugewiesen. Die Vorstellung eines Lichteinfalls von links vereinfacht die Interpretation. Diese Art der Bildaufnahme hat den Vorteil eines großen dynamischen Bereichs der Darstellungen. Beide Bilder stellen einen etwa $2200 \times 2200 \text{ \AA}^2$ großen Ausschnitt der Oberfläche dar. In Abb.5.1 laufen die Stufen zwar bevorzugt entlang den dichtgepackten $\langle 110 \rangle$ –Richtungen, aber die erwartete Bevorzugung der Senkrechten zur $[2\bar{1}\bar{1}]$ –Richtung ist nicht zu erkennen. In Abb.5.1 und 5.2 wird der grundlegende Charakter der Oberfläche sichtbar: sie besteht aus sehr großen (111) –Terrassen, die durch 300–400 Å breite Bereiche mit dicht aufeinanderfolgenden Stufen voneinander getrennt sind. Diese Erkenntnis ergänzt das aus den LEED–Daten gewonnene Bild: die Terrassenbreitenverteilung hat offenbar zwei, allerdings nicht scharfe Maxima, eine bei kleinen und eine bei großen Terrassenbreiten. Bei einem solchen Extremfall einer Verteilung hat die alleinige Kenntnis des Mittelwertes der Verteilung natürlich nur eine begrenzte Aussagekraft. Abb.5.2 ist aus zwei Gründen interessant. Erstens wird deutlich, daß die erwartete feste Richtung abwärtsgehender Stufen, nämlich $[2\bar{1}\bar{1}]$, nicht existiert, und zweitens stimmt die durch die Stufen ausgezeichnete Richtung hier gar nicht wie sonst üblich mit der Senkrechten zur $[2\bar{1}\bar{1}]$ –Richtung überein. Abb.5.1 und 5.2 erklären also, warum die LEED–Profile in der $[1\bar{1}0]$ –Richtung eine nur unwesentlich kleinere Halbwertsbreite als in der $[2\bar{1}\bar{1}]$ –Richtung besitzen. Eine weitere Information aus diesen Bildern ist die, daß die Stufen immer monoatomar und die schmalen Terrassen etwa 10 bis 50 Å breit sind, also von Facettenbildung mit niedrigindizierter Fläche eigentlich nicht gesprochen werden kann. Dies ist in Übereinstimmung mit den LEED–Daten.

Die entscheidende Größe bei der Betrachtung vizinaler Oberflächen ist die freie Oberflächenenergie $F = E - TS$ (E ist die innere Energie, T die Temperatur und S die Entropie). Die Oberfläche mit der kleinsten freien Energie wird sich ausbilden, vorausgesetzt, dies wird nicht durch kinematische Einschränkungen wie zu geringe Oberflächendiffusion verhindert. Diese Flächen kleinster freier Energie bilden die Gleichgewichtskristallform, die sich aus einem Auftragen der

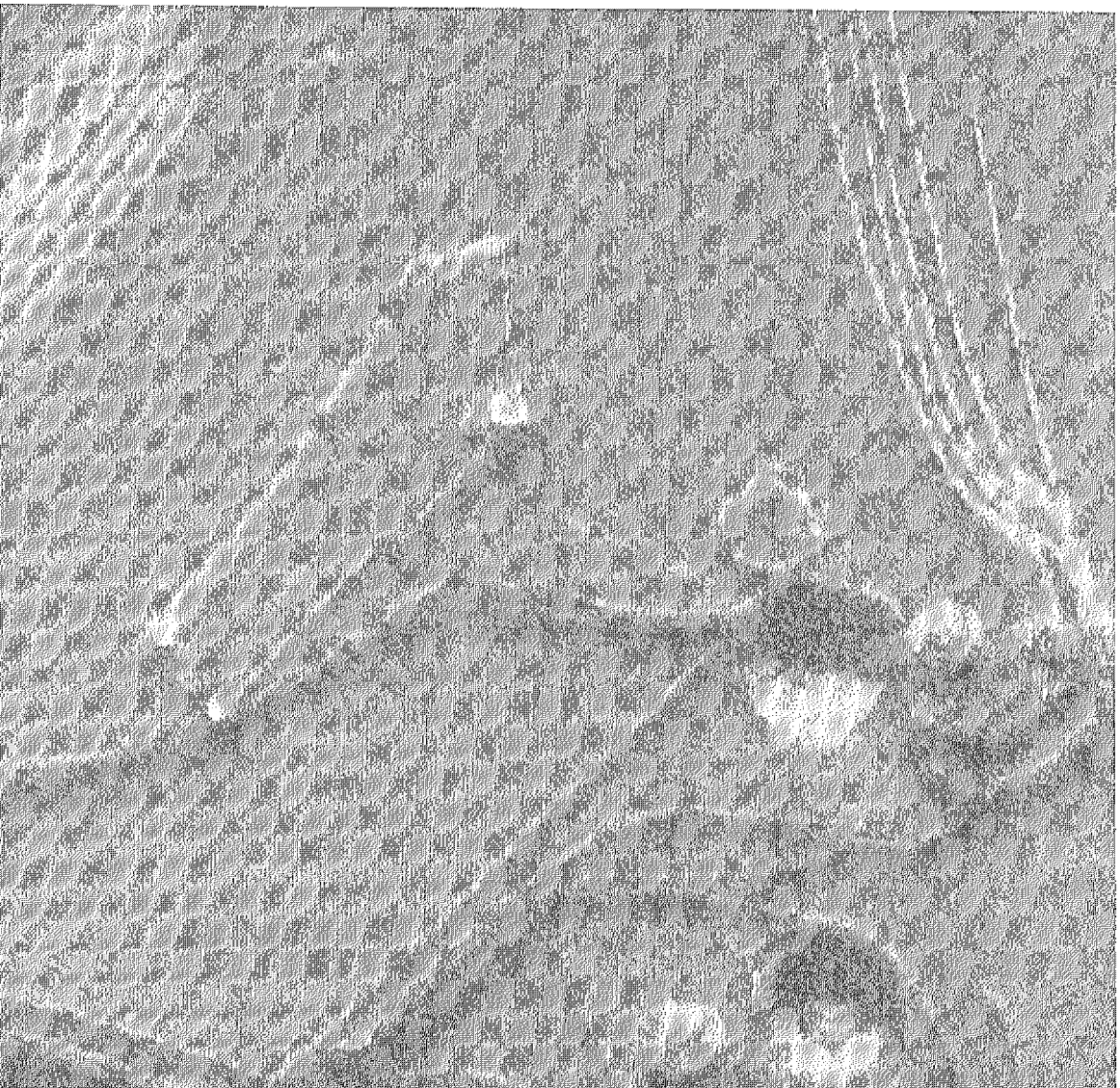
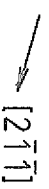
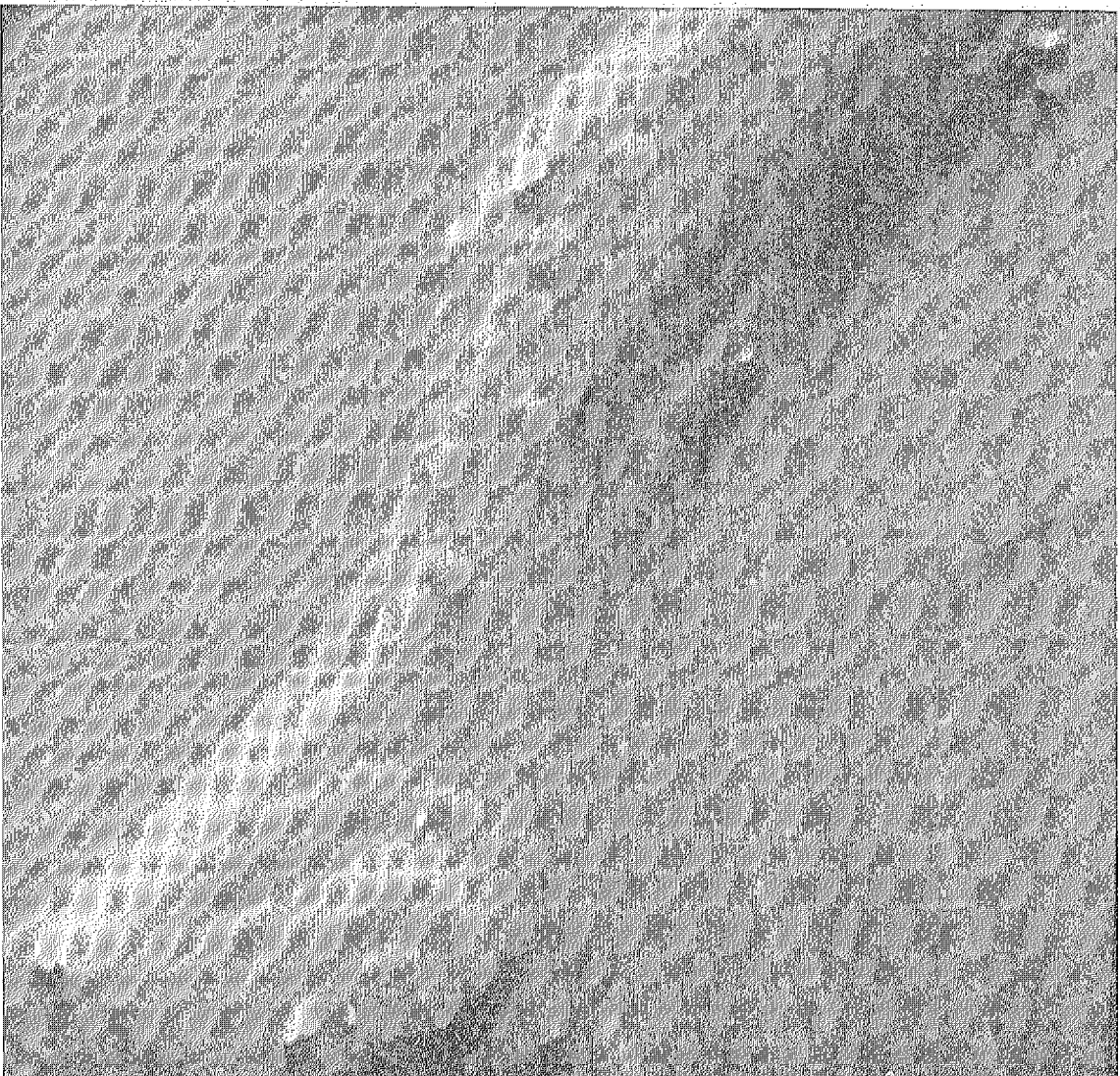


Abb. 5.1: Bildausschnitt $2200 \times 2200 \text{ \AA}^2$, differenziert. Die $[2\bar{1}\bar{1}]$ -Richtung ist markiert. Alle $\{110\}$ -Richtungen sind in den Stufen vertreten, nicht nur die senkrecht zur $[2\bar{1}\bar{1}]$ -Richtung.





↗ $[2\ \bar{1}\ \bar{1}]$

Abb. 5.2: Bildausschnitt $2200 \times 2200 \text{ \AA}^2$, differenziert. Die Stufen sind zu Strängen zusammenge-
 laufen und haben Abstände von $10\text{--}50 \text{ \AA}$ zueinander. Dies entspricht einer etwa 5° fehl-
 orientierten Oberfläche. Üblicherweise verlaufen diese hochindizierten Bereiche senk-
 recht zur $[211]$ -Richtung.

freien Oberflächenenergie gegen Oberflächenorientierung in Polarkoordinaten ergibt (Wulff-Plot, siehe [56] und dort zitierte Arbeiten). Nicht alle möglichen Kristallorientierungen sind auch thermodynamisch stabil [56]. Die stabilen Oberflächenorientierungen sind Tangentialebenen zur Gleichgewichtskristallform. Sind nicht alle Orientierungen erlaubt, so besitzt die Gleichgewichtskristallform scharfe Kanten und Ecken. Versuche, Oberflächen mit instabilen Orientierungen zu präparieren, führen zu einer Phasenseparation der Oberfläche in zwei oder mehrere Gebiete mit stabilen Orientierungen [57]. Oft sind dies eine niedrigindizierte und eine gestufte Fläche. Eine solche Oberfläche wird als facettiert oder als „hill-and-valley-Struktur“ bezeichnet. Eine Phasenseparation heißt nichts anderes, als daß die facettierte Oberfläche eine niedrigere freie Oberflächenenergie hat als die regelmäßig gestufte. Die freie Oberflächenenergie hängt von der Entropie und der Temperatur ab. Die Stufenkonfiguration geht über die Entropie in die freie Energie ein: die Entropie wird für weitverteilte Stufen größer sein als für eng benachbarte, aufgrund der größeren Anzahl möglicher Konfigurationen des Ensembles. Es hängt dann auch von der Temperatur ab, ob das Minimum der freien Energie einer solchen Konfiguration entspricht.

Die Tatsache, daß die $\text{Ag}(33\ 33\ 35)$ -Oberfläche facettiert, zeigt, daß sie keine Gleichgewichtsorientierung ist. Die sich tatsächlich bildende Fläche mit großen (111)-Terrassen und hochindizierten Facetten hat also eine niedrigere freie Oberflächenenergie als die regelmäßig gestufte. Dies liegt in der sehr niedrigen freien Energie für die (111)-Fläche begründet, die sich folglich ausbreitet. Die Entstehung einer (100)-Facette mit ebenfalls geringer freier Energie wird durch eine repulsive Stufenwechselwirkung verhindert. Sie führt zu einer Mindestterrassenbreite von etwa 10 Å. Die kleinen Terrassen sind im allgemeinen 10–50 Å breit.

Dies steht im Gegensatz zu vizinalen $\text{Pt}(111)$ -Oberflächen, wo sich regelmäßige Stufenfolgen ausbilden [55]. Für $\text{Pt}(111)$ sind sie also offenbar Gleichgewichtsorientierungen. Die Ursache könnte in einer stärkeren Stufenrepulsion liegen, die die regelmäßig gestufte Oberfläche stabilisiert.

Diese Ergebnisse legen eine Reihe weiterer Versuche nahe. Zum einen muß sichergestellt werden, daß die facettierte Oberfläche tatsächlich eine Gleichgewichtsphase und kein eingefrorener Zustand ist. Ein Einfluß von „step-pinning“, der auf einigen RTM-Bildern zu sehen war, muß ausgeschlossen werden. „Step-pinning“ heißt, daß die Stufen bei ihrer Diffusion auf der Oberfläche an Fremdatomen hängen bleiben und sich deswegen dort eine lokal höhere Stufendichte ausbildet. Desweiteren sollte die Temperaturabhängigkeit der Oberflächenkonfiguration untersucht werden. Ab einer gewissen Temperatur könnte eine Stufenkonfiguration mit auseinandergeratenen Stufen und größerer Entropie energetisch günstiger sein. Ein solches Verhalten wurde für eine vizinale $\text{Ni}(111)$ -Oberfläche beobachtet [58]: eine

facettierte Konfiguration wandelte sich oberhalb von 570 K in eine mit auseinandergerlaufenen Stufen um. Dieser Phasenübergang ist reversibel. Unter der groben Annahme, die Übergangstemperatur skaliere mit der Schmelztemperatur, könnte vielleicht ein solcher Übergang auf vizinalen Ag(111)-Flächen bei etwa 140°C erwartet werden. Diese Temperatur liegt noch im Einsatzbereich des RTMs. Der Übergang von der facettierten zur nicht-facettierten Fläche könnte also im Realraum studiert werden. Auf jeden Fall wäre er mit dem SPA-LEED beobachtbar.

Auch die Abhängigkeit der Orientierungen der facettierten Bereiche von dem Fehlorientierungswinkel wäre Gegenstand interessanter Experimente. Arbeiten auf verschieden stark fehlorientierten Si(111)- [59] und Au(111)-Oberflächen [60] finden jeweils gleiche Orientierungen auf den Facetten, unabhängig von dem makroskopischen Verkipfungswinkel. Desweiteren wurde gezeigt, daß auf verschiedenen vizinalen Ni(100)-Flächen der Rauigkeitsübergang für Stufen von der mittleren Terrassenbreite abhängt [61]: für kleinere Terrassen ist die Übergangstemperatur höher. Die zwei bestimmenden Faktoren für die Übergangstemperatur sind die Bildungsenergie für Halbkristallagen und die repulsive Stufenenergie, die die gestuften Flächen stabilisiert. Bei abnehmender Terrassenweite wird der Beitrag der Stufenrepulsion stärker und die Übergangstemperatur steigt. Ganz allgemein ist die Thematik der Rauigkeitsübergänge ([62, 63] und dort zitierte Arbeiten), die in letzter Zeit großes Interesse erweckt, sehr eng mit Fragen der temperaturabhängigen Oberflächenstufenkonfigurationen verknüpft. Die oben vorgeschlagenen Messungen könnten zum Verständnis von Stufenwechselwirkungen und temperaturabhängigen Gleichgewichtskristallformen beitragen.

Eine theoretische Arbeit zur langreichweitigen Stufenwechselwirkung auf Si(111) [64] soll hier nur kurz erwähnt werden. Dort werden für verschiedene, konkrete Stufeengeometrien mit der „Statics Computer Simulation Technique“ [65] die Energie- und Spannungsverteilungen für die verschiedenen Stufen im Vergleich zur perfekten Oberfläche berechnet. Dazu wird eine Potentialenergiefunktion mit Zwei- und Dreikörpertermen verwendet [66]. Die Autoren finden eine repulsive Stufenwechselwirkung für Monostufen über den Einfluß der Stufen auf den Spannungstensor bis hin zu Abständen von 50 Å. Dies stimmt mit den gemessenen Terrassenbreiten für die kleinen Terrassen auf dieser Ag-Fläche (10–50 Å) überein, obwohl eine gewisse Vorsicht geboten ist, denn die Si- und Ag-Flächen sind natürlich sehr verschieden voneinander.

5.2 Schraubenversetzungen

Eine der beiden fundamentalen Versetzungstypen ist die Schraubenversetzung [67] (die andere ist die Stufenversetzung). Ihre Entstehung kann man sich folgendermaßen vorstellen: Der Kristall wird teilweise durchgeschnitten und parallel zur Schnittfläche um einen Atomabstand verschoben. Die Endkante des Einschnitts wird Versetzungslinie genannt. Um diese Versetzungslinie schrauben sich die ehemals planen Netzebenen hoch. Auf der Oberfläche erscheint die Schraubenversetzung als endende Stufe. Im Rahmen der elastischen Kontinuumstheorie wird angenommen, der Anstieg der Ebene auf einer Kreislinie um die Versetzungslinie herum erfolge linear mit der Länge der zurückgelegten Strecke [68, 69]. Diese Annahme kann aber nicht für den Bereich sehr nahe bei der Versetzungslinie gültig sein, da dort die Spannungen im Gitter zu groß sind, als daß die Kontinuums- oder lineare Elastizitätstheorie noch anwendbar wäre. Da erscheint es interessant, Schraubenversetzungen mit dem RTM zu untersuchen, um einerseits die Einflußzone der Versetzung zu messen, d.h. die Entfernung von der Versetzungslinie, ab der die Stufe die normale monoatomare Höhe erlangt, andererseits um etwaige Abweichungen von der Kontinuumstheorie aufgrund des kristallinen Charakters der Probe festzustellen.

Abb.5.3 zeigt eine Serie von vier RTM-Bildern, die nacheinander aufgenommen worden sind. Der Ausschnitt beträgt in allen vier Bildern etwa $550 \times 550 \text{ \AA}^2$. Die $[2\bar{1}\bar{1}]$ -Richtung ist markiert. Zu sehen sind jeweils links unten und auf der rechten Seite einige monoatomare Stufen. In a) ist in der Mitte eine Schraubenversetzung zu sehen. Die dazugehörige monoatomare Stufe hat im oberen Bildteil erst eine andere Richtung als $\langle 110 \rangle$, schwenkt aber kurz vor der Versetzungslinie auf die $\langle 110 \rangle$ -Richtung ein und verschwindet in der Oberfläche.

Abb.5.4 zeigt den Verlauf der Stufenhöhe entlang der Stufe von oben bis zur Versetzungslinie. Die Stufenhöhe ist zuerst monoatomar, d.h. bei $\text{Ag}(111)$ $2.36 \text{ \AA}$, nimmt aber dann anfangs langsam, später linear ab und verschwindet schließlich. Die Abnahme spielt sich auf einer Länge von etwa $150 \text{ \AA}$ ab. Der in die $\langle 110 \rangle$ -Richtung abgeknickte Teil hat eine Länge von etwa $50 \text{ \AA}$, d.h. die Höhenabnahme hat nicht nur an diesem Teil stattgefunden, allerdings ist der Abfall hier steiler. Teil b) und c) sind nach längerem Messen mit größerer Auflösung in der Mitte von a) gemacht worden. Es hat sich ein Loch gebildet, ohne daß eine Berührung der Oberfläche mit der Tunnelspitze festgestellt worden ist. In c) ist das entstandene Loch etwas zur Seite diffundiert und demonstriert schön den dreidimensionalen Charakter der Schraubenversetzung, die nicht zerstört worden ist. In d), das etwa vier Minuten nach c) aufgenommen wurde, ist das Loch wieder zudiffundiert.

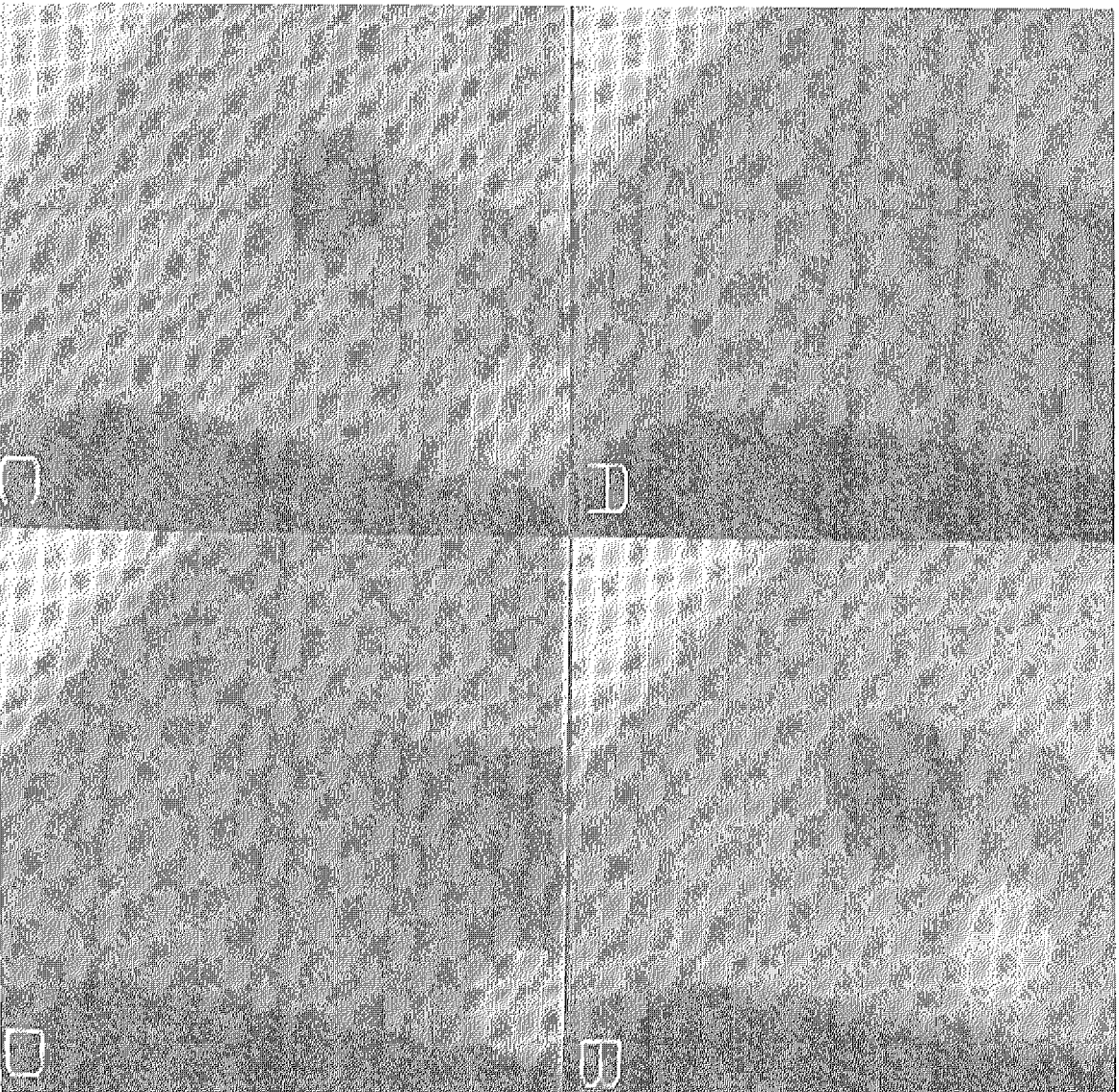


Abb. 5.3: Bildausschnitt jeweils $550 \times 550 \text{ \AA}^2$. Die Serie zeigt eine Schraubenversetzung und ihre Veränderung durch wiederholte Aufnahme von Bildern mit größerer Auflösung in der Mitte von a), aber ohne daß die Spitze die Oberfläche berührt hätte. Die Schraubenversetzung hat in d) ihren Verlauf auf eine (110) -Richtung geändert.  $[2 \bar{1} \bar{1}]$

Die einzigen verbleibenden Spuren sind die Insel oben rechts und vielleicht die Tatsache, daß die Stufe an der Schraubenversetzung jetzt auf der ganzen Länge ungefähr entlang einer $\langle 110 \rangle$ -Richtung verläuft. Es läßt sich darüber spekulieren, ob die an der Stufe fehlenden Atome das Loch aufgefüllt haben. Auf die Möglichkeit von an Stufen entlang diffundierenden Atomen soll im nächsten Unterkapitel näher eingegangen werden. Auf jeden Fall findet auf einer $\text{Ag}(111)$ -Fläche schon bei Raumtemperatur eine erhebliche Oberflächendiffusion statt. Auch mit Teilbild d) wurde die Stufenhöhe entlang der Stufe bestimmt.

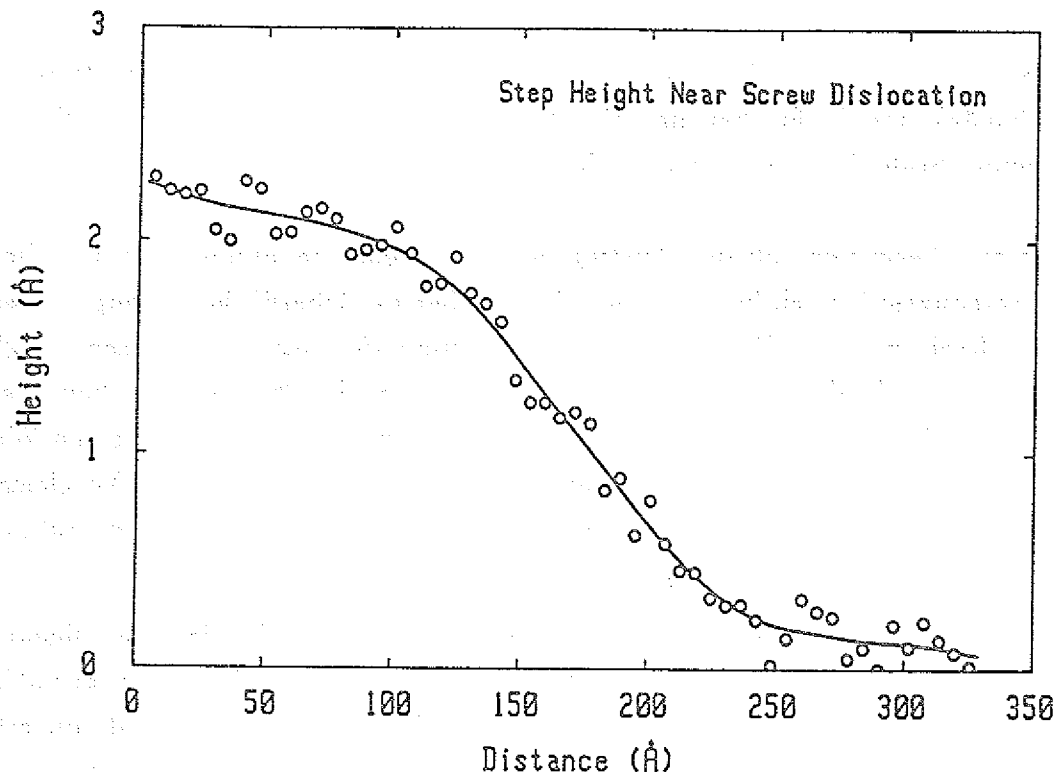


ABB. 5.4: Verlauf der Stufenhöhe in der Nähe der Schraubenversetzung von Abb.5.3a (von oben nach unten). Die Abnahme der Stufenhöhe erfolgt über eine Länge von etwa 150 Å.

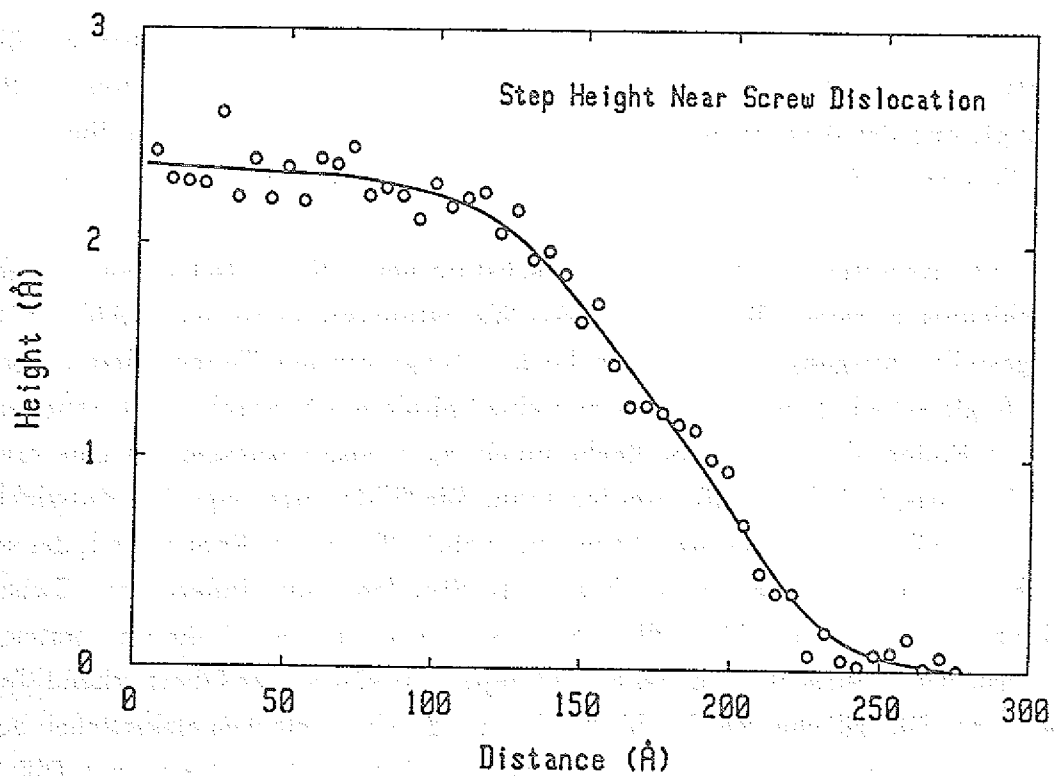


ABB. 5.5: Verlauf der Stufenhöhe in der Nähe der Schraubenversetzung von Abb.5.3d (von oben nach unten). Die Abnahme der Stufenhöhe erfolgt über eine Länge von etwa 150 Å.

Das Ergebnis ist in Abb.5.5 dargestellt. Es bestätigt die Auswertung von Abb.5.3a). Das heißt aber, daß ein Teil der Stufe, der noch nicht die volle monoatomare Stufenhöhe erreicht hat, dennoch schon beweglich ist.

Um zu überprüfen, ob der Anstieg der Netzebenen in unmittelbarer Nähe zur Versetzungslinie noch linear ist, wurde die Höhe der Oberfläche entlang konzentrischer Kreislinien um die Versetzungslinie herum aufgetragen. Bei diesem Vergleich muß man sich aber darüber im klaren sein, daß die Theorie Netzebenen senkrecht zur Versetzungslinie betrachtet, die Versetzungslinie hier aber einen Winkel von 54.74° zur (111)-Oberfläche hat. Um einen direkten, einfachen Vergleich zur Theorie zu haben, wäre eine Untersuchung von Schraubenversetzungen auf (110)-Flächen von *kfz*-Kristallen geeignet.

Abb.5.6 zeigt das Ergebnis. Der Anstieg ist für alle drei Radien noch linear und mit der gleichen Steigung. Etwas überraschend ist das Minimum direkt nach der Stufe für den größten und mittleren Radius. Dies könnte vielleicht damit erklärt werden, daß die Versetzungslinie entlang der [101]-, [110]- oder $[\bar{1}\bar{1}0]$ -Richtung und nicht senkrecht zur Oberfläche verläuft (im *kfz*-Gitter sind die Gleitebenen immer {111}-Ebenen und die Gleitrichtungen immer $\langle 110 \rangle$ -Richtungen).

Zwei weitere Schraubenversetzungen wurden ausgewertet und ergaben ein übereinstimmendes Bild: die Stufe hat nach etwa $150 \text{ \AA}$ die volle monoatomare Höhe erlangt, und der Anstieg der Netzebenen in der Nähe der Versetzungslinie erfolgt für die verschiedenen gemessenen Radien linear und mit gleicher Steigung.

Schraubenversetzungen können das Wachstum neuer Kristallschichten wesentlich beschleunigen (siehe z.B. [70]). Eine Art Wachstumsspirale ist in den Abb.5.7–5.10 dargestellt. Ausgangspunkt ist ein Loch, erzeugt von der Tunnelspitze aufgrund von Reglerschwingungen. Es entstand eine Spirale mit Schraubenversetzungen an beiden Enden, die in die Oberfläche hineinragte, also sozusagen als eine inverse Wachstumsspirale betrachtet werden kann. Die Bilderfolge zeigt ihre Entwicklung über einen Zeitraum von etwa 5 Stunden. Abb.5.10b) ist der Endzustand, der sogar noch am nächsten Tag, also nach etwa 18 Stunden, unverändert war. Zwischen Abb.5.8b) und c) und Abb.5.9b) und c) waren jeweils zwei Minuten verstrichen. Offensichtlich herrscht schon bei Raumtemperatur eine starke Oberflächendiffusion auf dieser Silberfläche. Zur Problematik einer durch die starken elektrischen Felder in der Nähe der Tunnelspitze (Größenordnung 10^9 V/m) hervorgerufenen Diffusion läßt sich nur soviel sagen: die starken Felder sind sicherlich nicht die alleinige Ursache der Diffusion, denn die meisten Stufenstrukturen konnten über etliche Bilder hinweg unverändert reproduziert werden.

Nun zu den Bildern: der Prozeß des Wachstums neuer Schichten an Schraubenversetzungen ist deutlich zu sehen. Der innere Teil der Spirale schraubt sich um die Versetzungslinie herum. Dabei ist das Verhalten des in die $[\bar{1}01]$ -Richtung abgelenkten Teils interessant. In Abb.5.7a)–d) ist die Orientierung so, daß von unten nach oben kommend die Stufe aufwärts geht. Ab Abb.5.8a) ist die innere Stufe der Spirale an der Versetzungslinie vorbeigewachsen, und die Orientierung des abgelenkten Teils ist nun so, daß die Stufe von unten nach oben abwärts geht, aber ohne daß sich an der Position etwas geändert hätte. In Abb.5.8b) ist von links kommend ein monolagen-tiefes Loch in die Spirale hineindiffundiert und in c) schon vollends integriert worden. Zwischen Abb.5.8d) und 5.9a) ist die obere Schraubenversetzung offensichtlich nach unten gewandert. Dies läßt sich einerseits an dem geringer gewordenen Abstand der beiden Schraubenversetzungen erkennen, andererseits an der geänderten Position der oberen Schraubenversetzung relativ zum kerbenähnlichen Defekt rechts im Bild, auf den im nächsten Unterkapitel näher eingegangen wird. Die Gleitrichtung der Versetzung ist entlang der $[0\bar{1}1]$ -Richtung, was zu erwarten ist, und die zurückgelegte Strecke beträgt etwa $70 \text{ \AA}$. Das Loch füllt sich danach immer weiter auf, bis die begrenzenden Stufen aufgrund der inkorporierten Defekte nicht mehr wandern können: die 2 Schraubenversetzungen und die oben erwähnte Kerbe (wie im weiteren gezeigt eine $2/3$ -Stufe wegen eines Stapelfehlers in der $(1\bar{1}\bar{1})$ -Ebene) verhindern weitere Bewegungen.

Die Kontinuumstheorie kann natürlich keine Einflüsse des Kristallgitters berücksichtigen. Daß diese aber eine Rolle spielen, wird gerade durch das häufige Abknicken der Schraubenversetzungen in $\langle 110 \rangle$ -Richtungen deutlich. Dieses Verhalten könnte als Spannungsabbau durch Abgleiten verstanden werden, dort wo die Spannungen am größten sind, in der Nähe der Versetzungslinie (die Kontinuumstheorie liefert eine $1/r$ -Proportionalität, mit r als Abstand zur Versetzungslinie). Da die $\{111\}$ -Ebenen die primären Gleitebenen in einem kfz-Gitter sind, kommt ein Stufenverlauf an der Oberfläche entlang einer $\langle 110 \rangle$ -Richtung zustande.

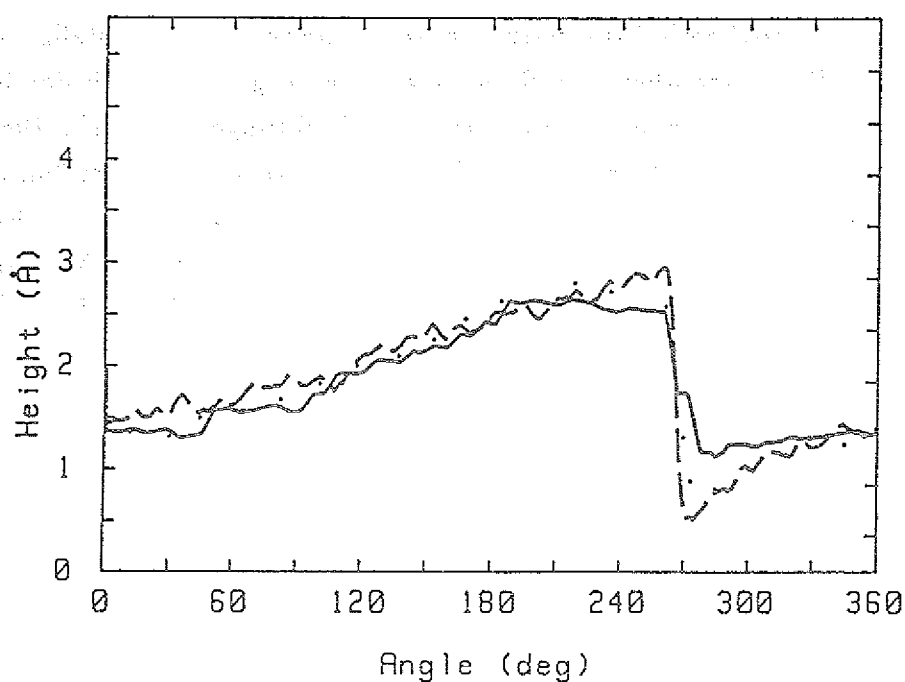
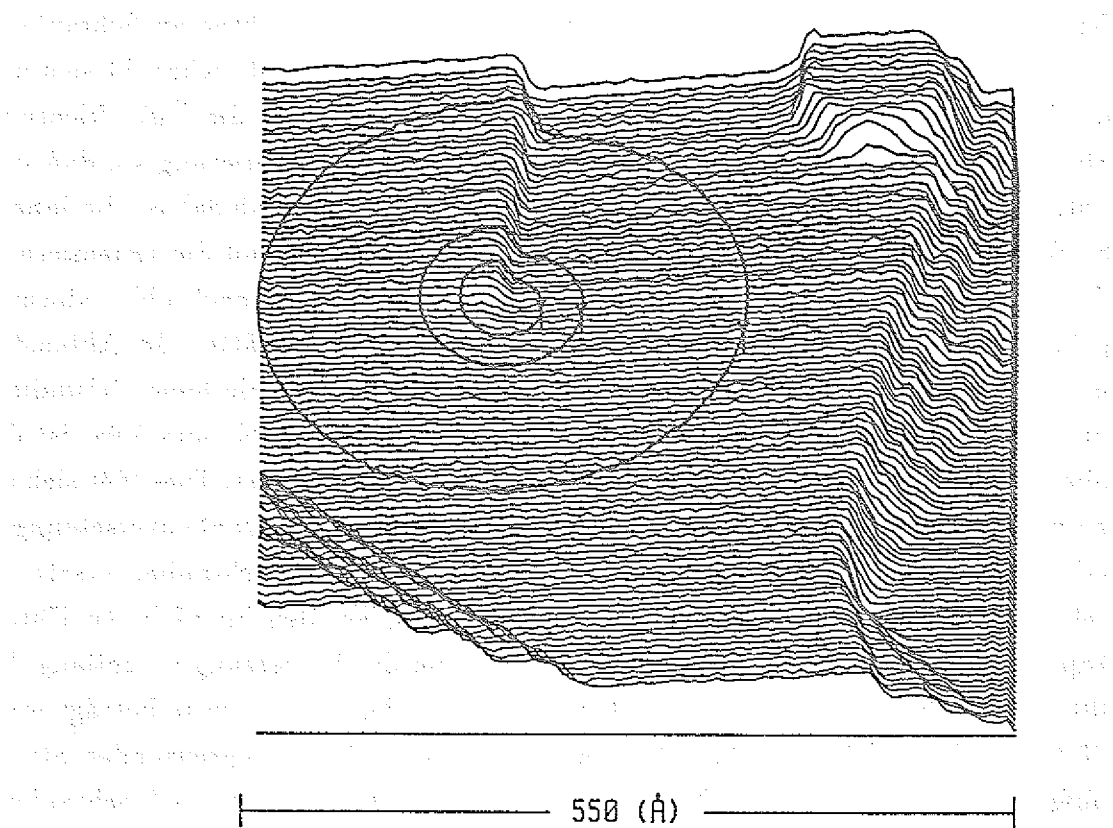


ABB. 5.6: Anstieg der Netzebene um die Schraubenversetzung in Abb.5.3d. Teil b) zeigt den Höhenverlauf entlang der in a) eingezeichneten Kreise (durchgezogene Linie – kleinster Kreis; gepunktet – mittlerer Kreis; gestrichelt – größter Kreis). Der Anstieg erfolgt für alle Radien linear und mit gleicher Steigung.

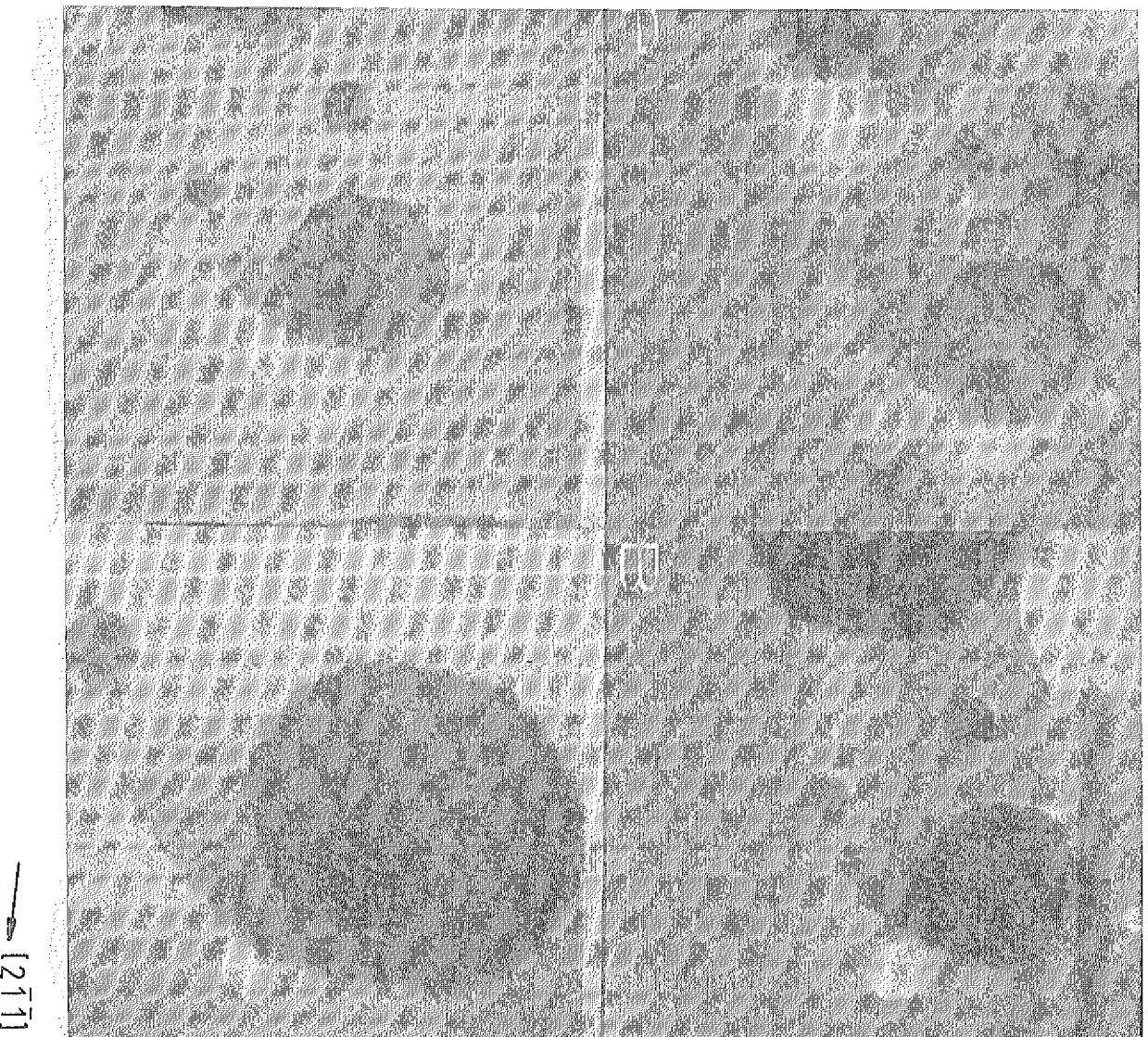
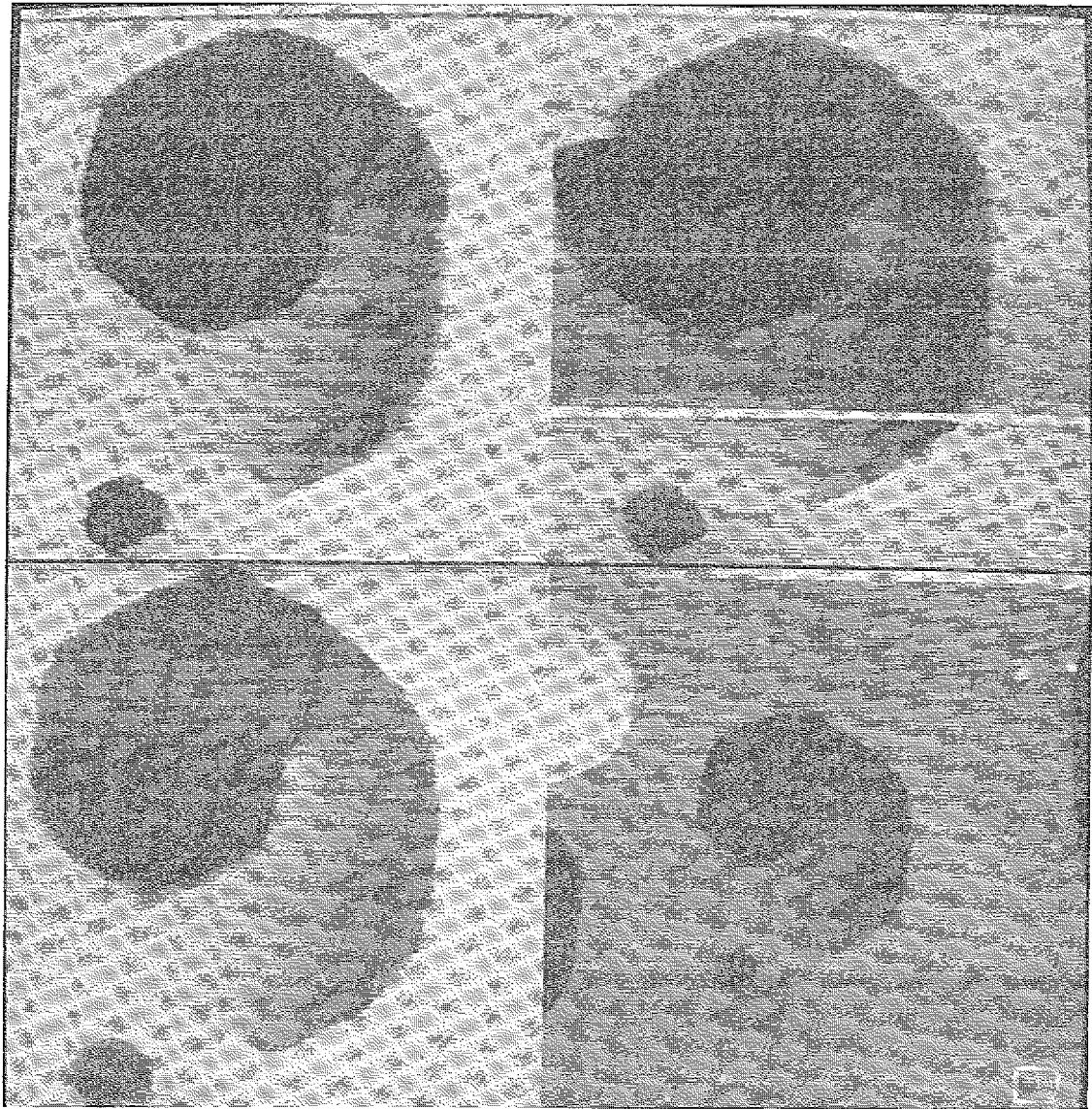
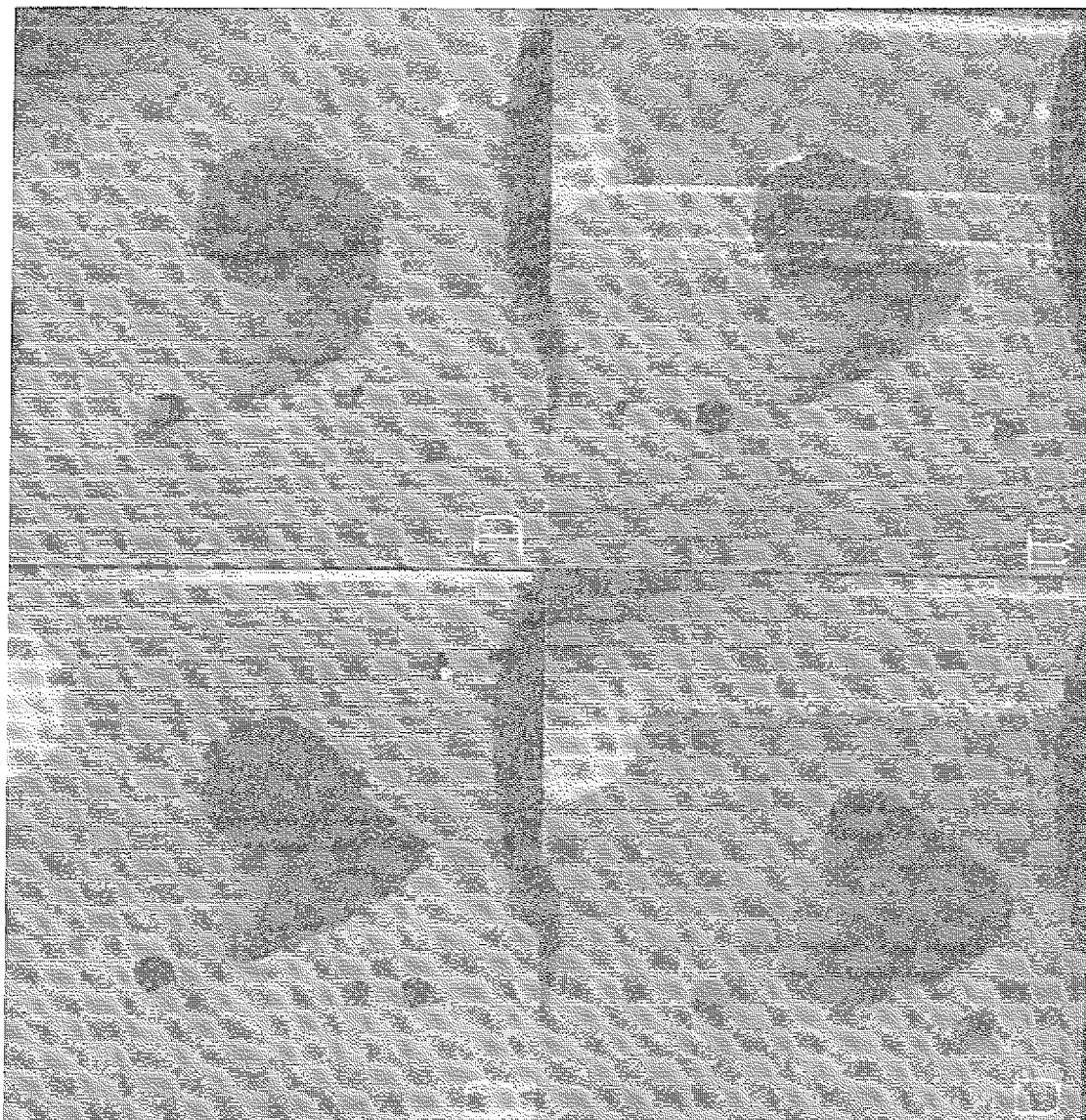


ABB. 5.7: Zeitliche Entwicklung der Wachstumsspirale. Bildausschnitt in d) $550 \times 550 \text{ \AA}^2$, sonst $1100 \times 1100 \text{ \AA}^2$. Nur a) ist differenziert. Die hellen Streifen in b) stammen von Tun-
nelpitzenwechsel. Die hellen Streifen oben in c) und d) stammen von einer manuellen
Anpassung des Grauwertbereichs während der Messung.



→ $[2\bar{1}\bar{1}]$

ABB. 5.8: Zeitliche Entwicklung der Wachstumsspirale. Bildausschnitt in d) $1100 \times 1100 \text{ \AA}^2$, sonst $550 \times 550 \text{ \AA}^2$.



→ $[2\bar{1}\bar{1}]$

ABB. 5.9: Zeitliche Entwicklung der Wachstumsspirale. Bildausschnitt jeweils $1100 \times 1100 \text{ \AA}^2$. Die Streifen in b) und d) stammen von Spitzenwechsel. Der Defekt rechts in a) hat eine Stufenhöhe von einem Drittel einer Monostufe. Nach dem Hochklappen der Spirale in b) und c) hat er eine Höhe von zwei Drittel.

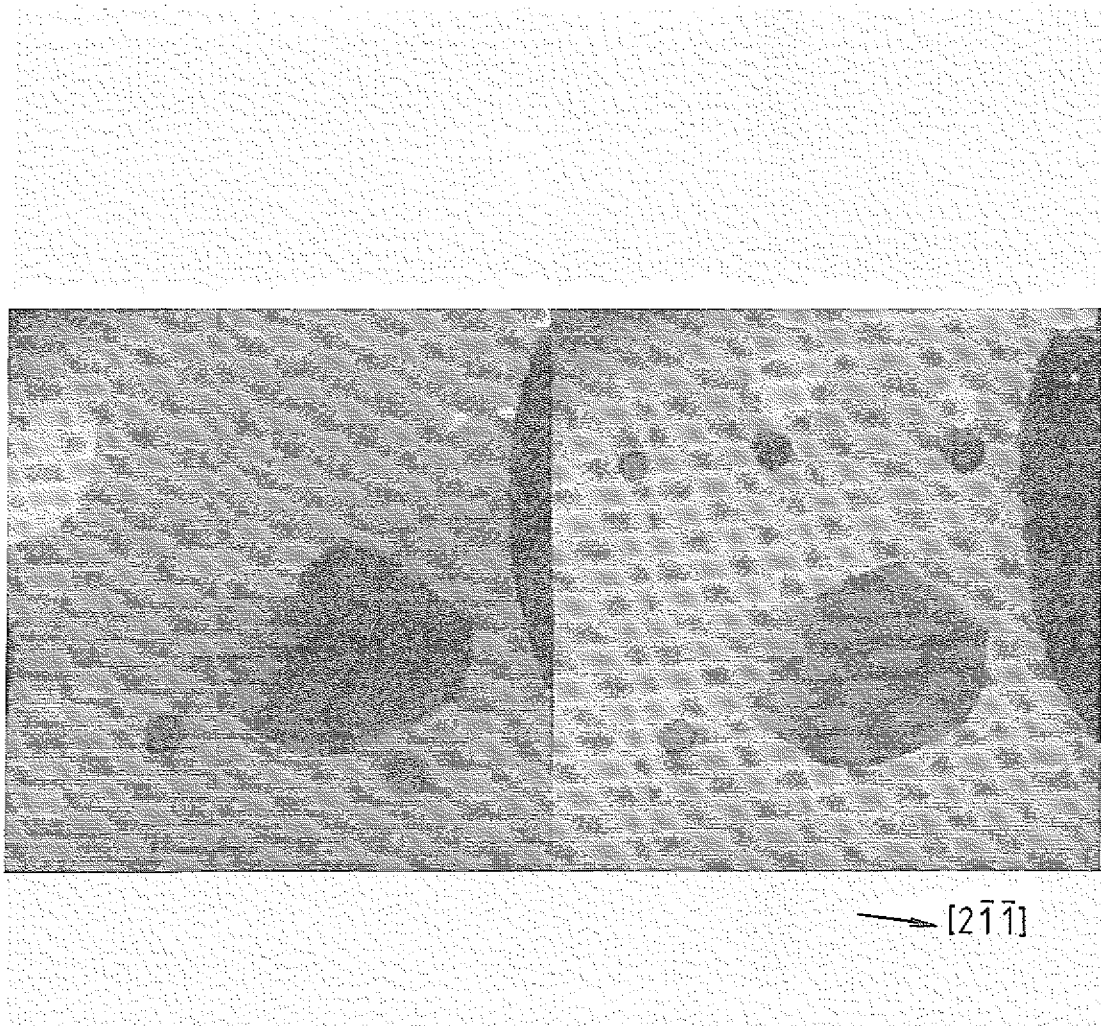


ABB. 5.10: Endstadium der zeitlichen Entwicklung der Wachstumsspirale, erreicht nach etwa 5 Stunden. Der Zustand von b) blieb danach auch über Nacht erhalten, was durch RTM-Messungen am nächsten Tag (etwa 18 Stunden später) gezeigt wurde. Bildausschnitt jeweils $1100 \times 1100 \text{ \AA}^2$.

5.3 $1/3$ - und $2/3$ -Stufen

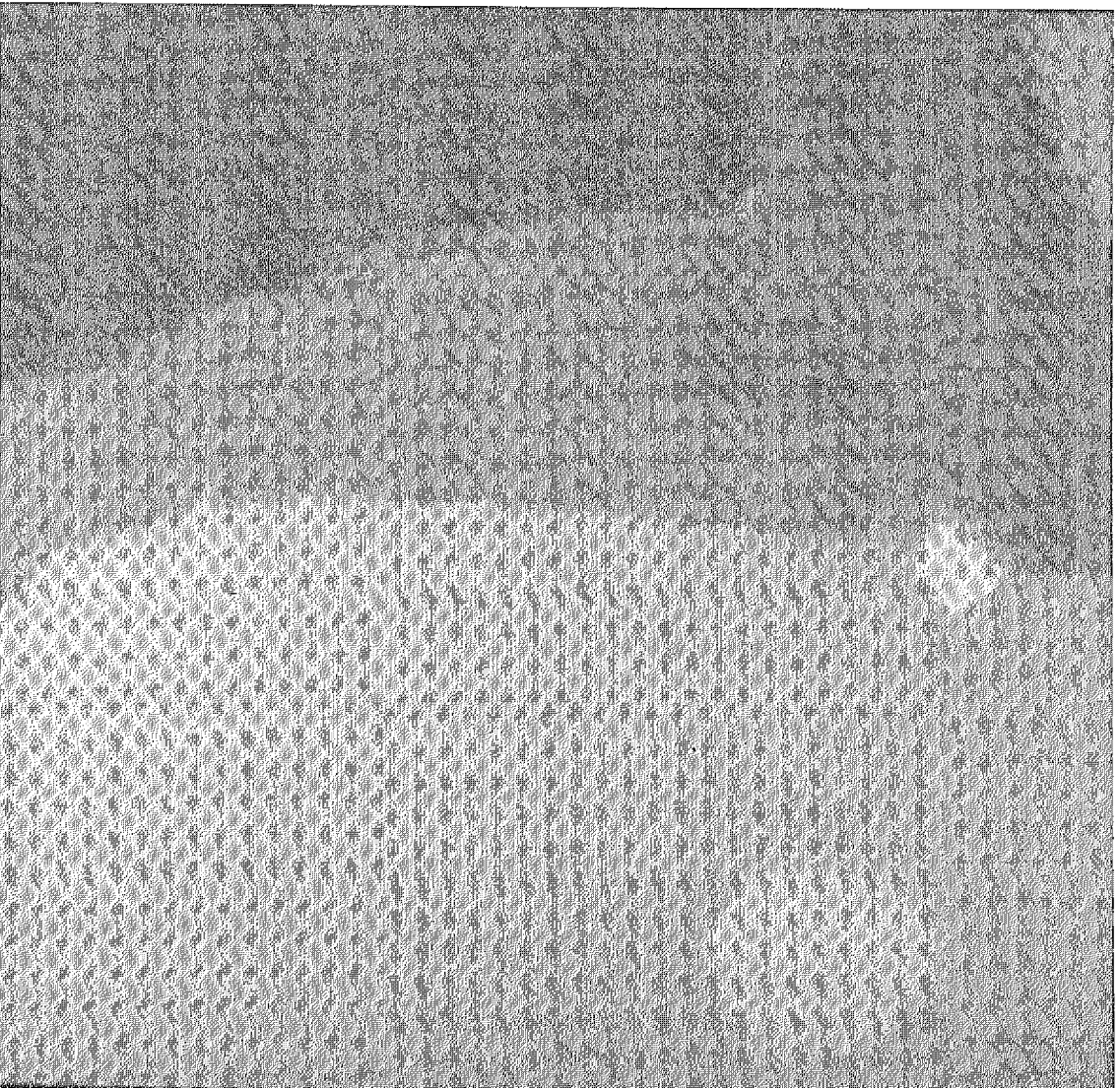


Abb. 5.11: Schraubenversetzung mit doppelt abgknicktem Verlauf in $\langle 110 \rangle$ -Richtungen. Die abgknickten Teile haben eine Höhe von einem Drittel einer Monostufe. Bildausschnitt $550 \times 550 \text{ \AA}^2$. Die fast senkrechten Streifen kommen von einer tieffrequenten Störung.

→ $[2\bar{1}\bar{1}]$

Abb.5.11 zeigt eine Variante einer Schraubenversetzung, die in dieser Form mehrmals gefunden wurde. Anstatt des sehr häufigen, einfachen Abknickens in eine $\langle 110 \rangle$ -Richtung, knickt hier die Stufe gleich danach ein zweites Mal in eine andere $\langle 110 \rangle$ -Richtung ab und verschwindet erst danach im Volumen. Entlang der zwei abgknickten Kanten ist die Stufenhöhe bis kurz vor Ende der Stufe konstant. Sie beträgt überraschenderweise $1/3$ einer monatomaren Stufe.

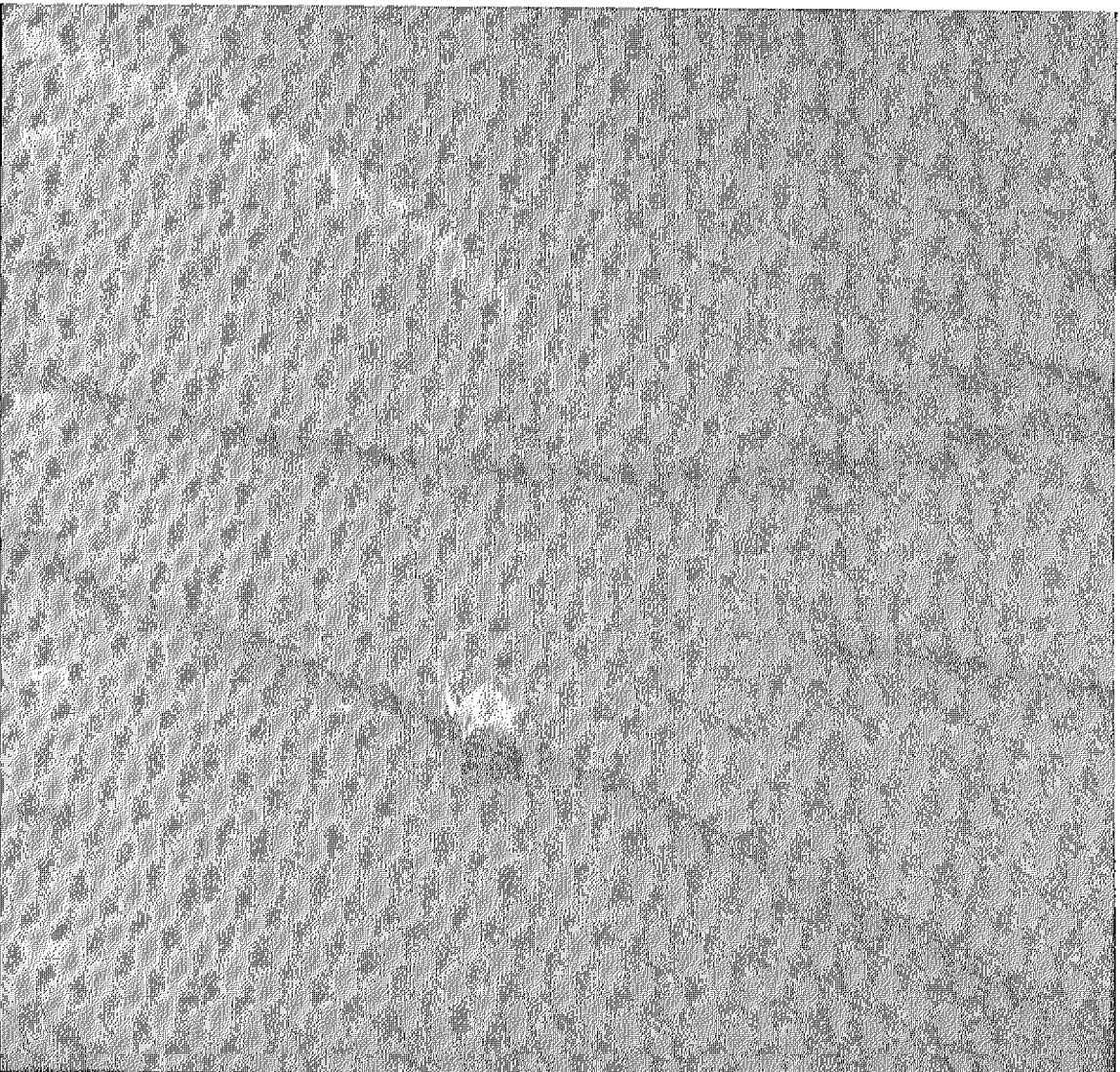


Abb. 5.12: Einbrüche mit $1/3$ -monatomarer Stufenhöhe an Schraubenversetzungen und in der Mitte von (111)-Terrassen. Unten im Bild ist ein $2\text{ \AA}$ -Rechtecksignal zum Vergleich. Probentemperatur etwa 90°C . Bildausschnitt $550 \times 550\text{ \AA}^2$, differenziert.

→ $[2\bar{1}\bar{1}]$

Ähnliche Einbrüche sind in Abb.5.12 zu sehen. Dieses Bild wurde bei einer höheren Probentemperatur von etwa 90°C in der Nähe eines Loches aufgenommen, welches von einer massiven Spitze-Proben-Berührung erzeugt wurde. In der Nähe des Loches waren sehr viele Defekte entstanden. Auf der höheren Seite der Schraubenversetzung ist ein Einbruch zu sehen, der auch von Kanten entlang $\langle 110 \rangle$ -Richtungen begrenzt wird. Das Bild ist differenziert aufgenommen worden, und man kann deutlich erkennen, daß der Einbruch eine Tiefe von weniger als eine Monolage hat (Die monatomaren Stufen erscheinen dunkler. Unten im Bild ist ein $2\text{ \AA}$ hohes Rechtecksignal zum Vergleich.). Das Interessante ist, daß dieser Einbruch auf zuvor aufgenommenen Bildern dieser Schraubenversetzung nicht zu sehen war, er also erst kurz vorher entstanden sein kann.

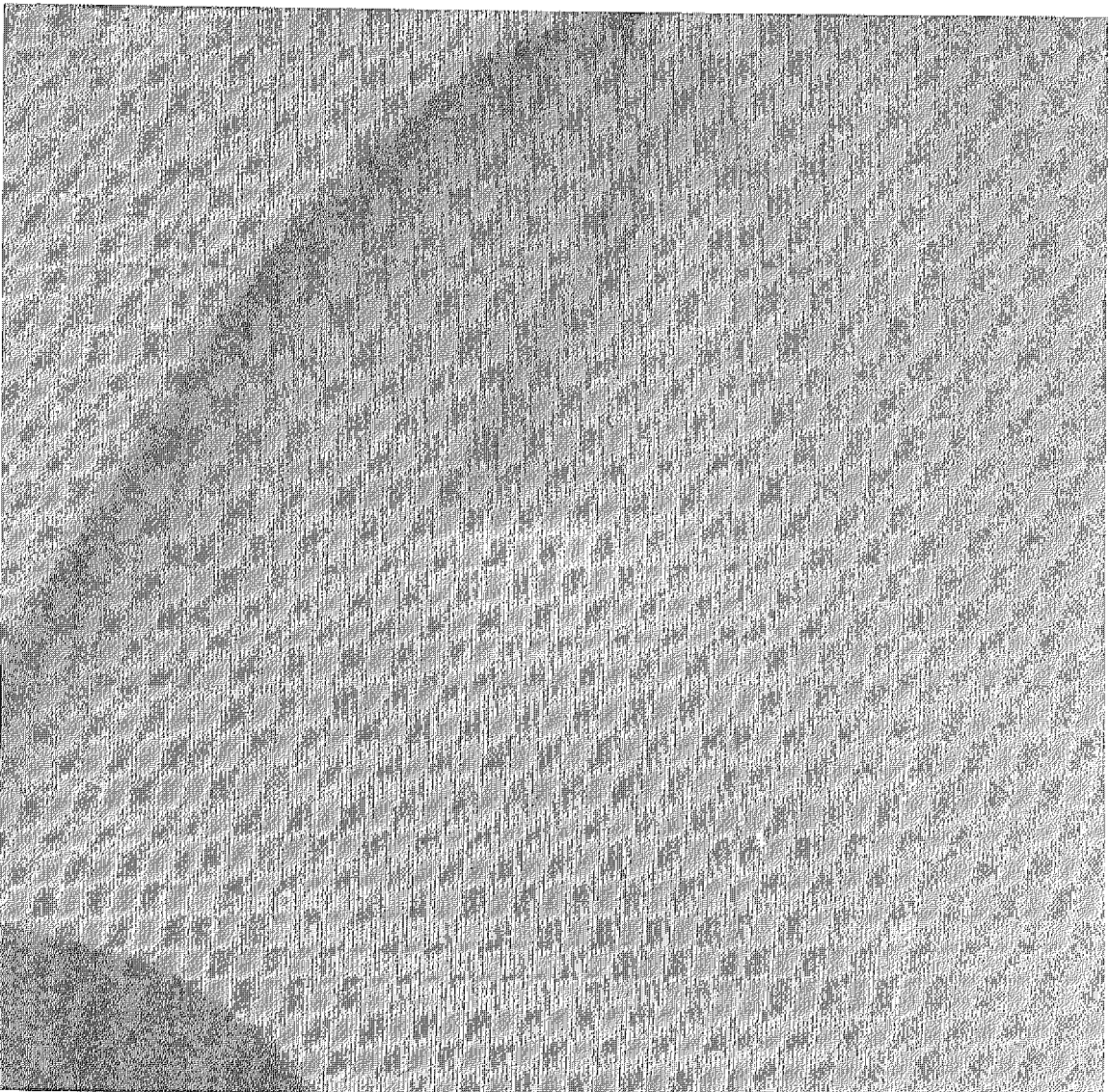


Abb. 5.13: Einbruch mit $1/3$ -monatomarer Stufenhöhe. Dieser Einbruch ist nicht mit einer monatomaren Stufe verbunden. Bildausschnitt $550 \times 550 \text{ \AA}^2$, differenziert. $\longrightarrow [2\bar{1}\bar{1}]$

Diese Einbrüche sind aber nicht auf die unmittelbare Verbindung zu einer Stufe beschränkt. Abb.5.13 zeigt einen Einbruch ohne Anbindung an die monatomare Stufe, die unten links zu sehen ist. Bei diesem Einbruch sind sogar zwei Ecken und drei $\langle 110 \rangle$ -Kanten vorhanden. In den Abbildungen der Wachstumsspirale ist ein Einbruch mit nur einer Ecke zu sehen. Dieser Einbruch war in der Mitte einer großen $\{111\}$ -Terrasse und sollte eigentlich untersucht werden, bis die Tunnelspitze aufgrund von Reglerschwingungen genau dort die Oberfläche berührte. Der Einbruch ist aber nicht zerstört worden, was auf die recht große Stabilität dieser Defekte schließen läßt.

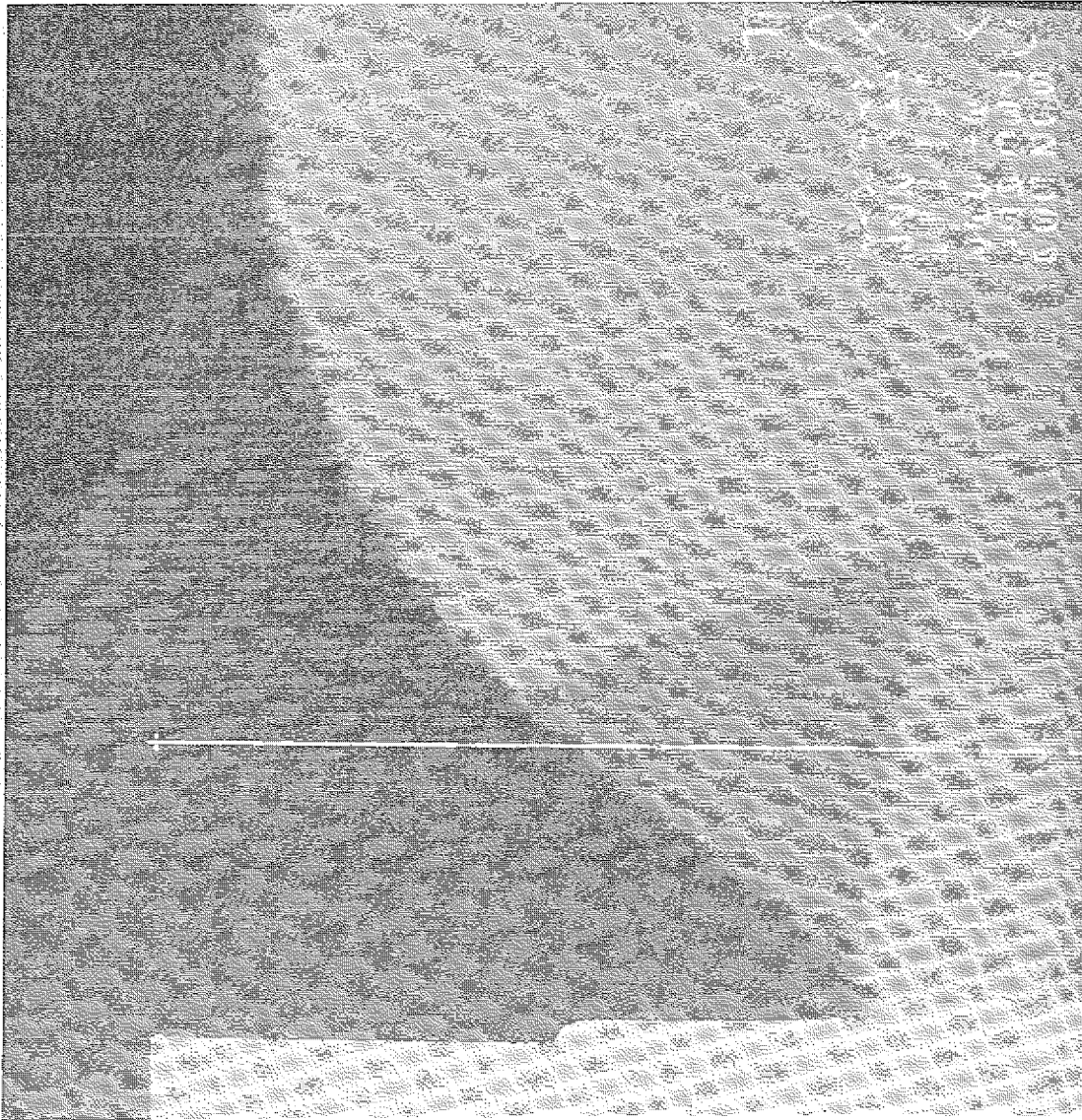


ABB. 5.14: Eingebrochenes Dreieck an einer monoatomaren Stufe. Der Höhenverlauf entlang der eingezeichneten weißen Linie ist unten aufgetragen. Die Stufe von der oberen Terrasse hinunter auf das Dreieck ist $1/3$, vom Dreieck auf die untere Terrasse $2/3$ einer monoatomaren Stufe. Bildausschnitt $550 \times 550 \text{ \AA}^2$.

→ $[2\bar{1}\bar{1}]$

Ein anderes Beispiel, wo alle drei Ecken vorhanden sind, zeigt Abb.5.14. Die Kanten sind jeweils etwa $210 \text{ \AA}$ lang und entlang $\langle 110 \rangle$ -Richtungen orientiert. Die linke untere Seite liegt entlang einer monoatomaren Stufe. Unten am Bildrand ist der Höhenverlauf entlang der eingezeichneten weißen Linie aufgetragen. Die Stufen am Rand des Dreiecks sind deutlich kleiner als die monoatomare Stufe und betragen $1/3$ einer Monostufe von der oberen Terrasse hinunter auf das Dreieck und $2/3$ vom Dreieck hinunter auf die nächste Terrasse.

Abb.5.15 zeigt denselben Defekt kurze Zeit später (die waagerechten Streifen kommen von Veränderungen an der Tunnelspitze, die sich zwischenzeitlich verschlech-

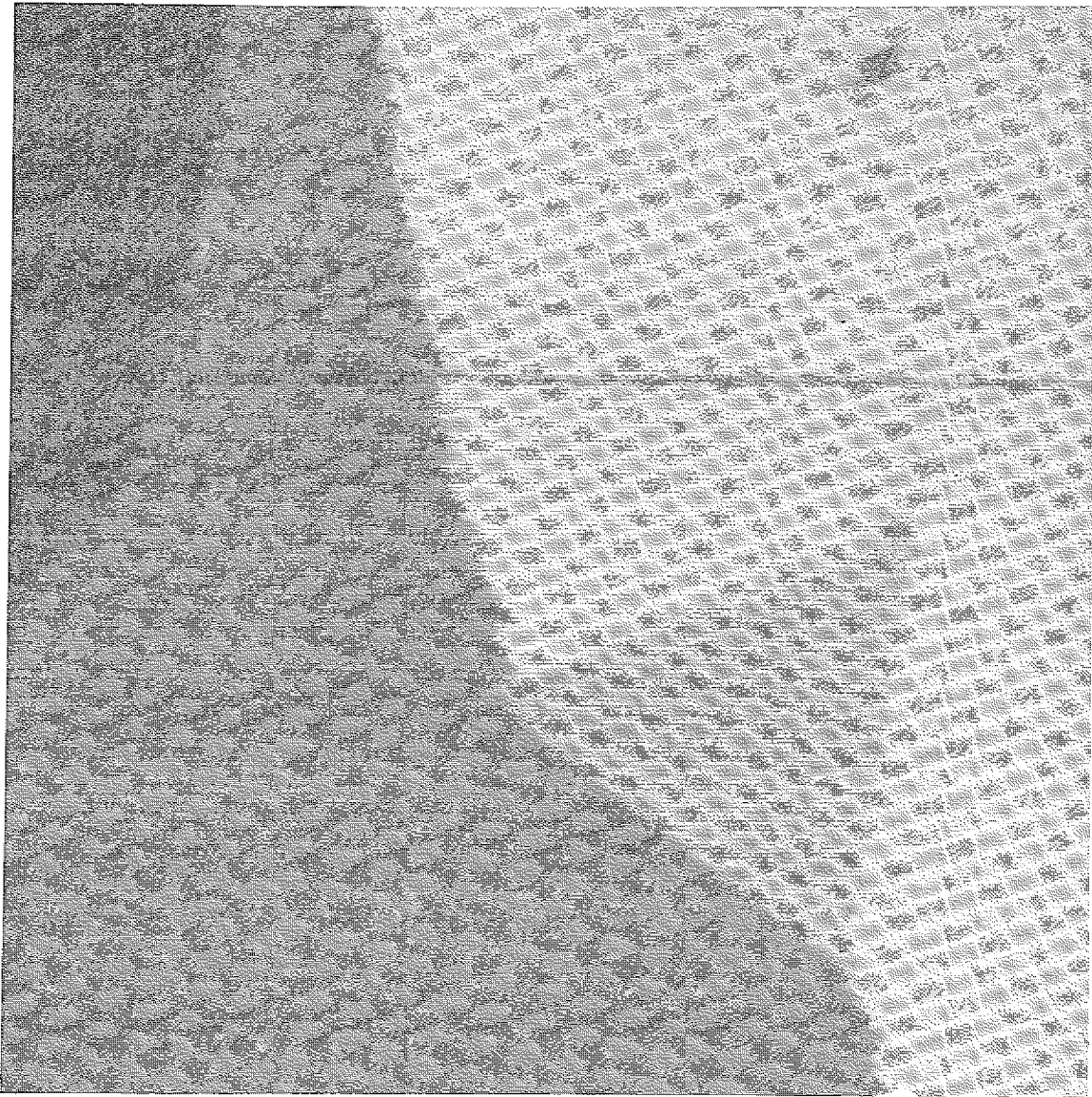


ABB. 5.15: Der selbe Defekt wie in Abb.5.14 kurze Zeit später, mit anderem Verlauf der oberen Monostufe. Der Defekt verhält sich wie ein eigenständiger Kristallit. Bildausschnitt $550 \times 550 \text{ \AA}^2$.

→ $[2\bar{1}\bar{1}]$

tert hatte): die monoatomare Stufe oberhalb des Defektes hat sich bewegt, so daß jetzt eine Ecke des Dreiecks herausragt. Der Defekt verhält sich wie ein eigenständiger Kristallit, der in die restliche Probe eingebettet ist.

Wie können nun überhaupt Stufenhöhen zustande kommen, die kleiner als eine monoatomare Stufe sind? Für die folgenden Ausführungen ist die Abb.5.16 nützlich. Abb.5.16a) zeigt das Thompson-Tetraeder, das als Referenzsystem in kfz -Kristallen verwendet wird. Abb.5.16b) zeigt die Abwicklung des Thompson-Tetraeders mit den kristallografischen Richtungen.

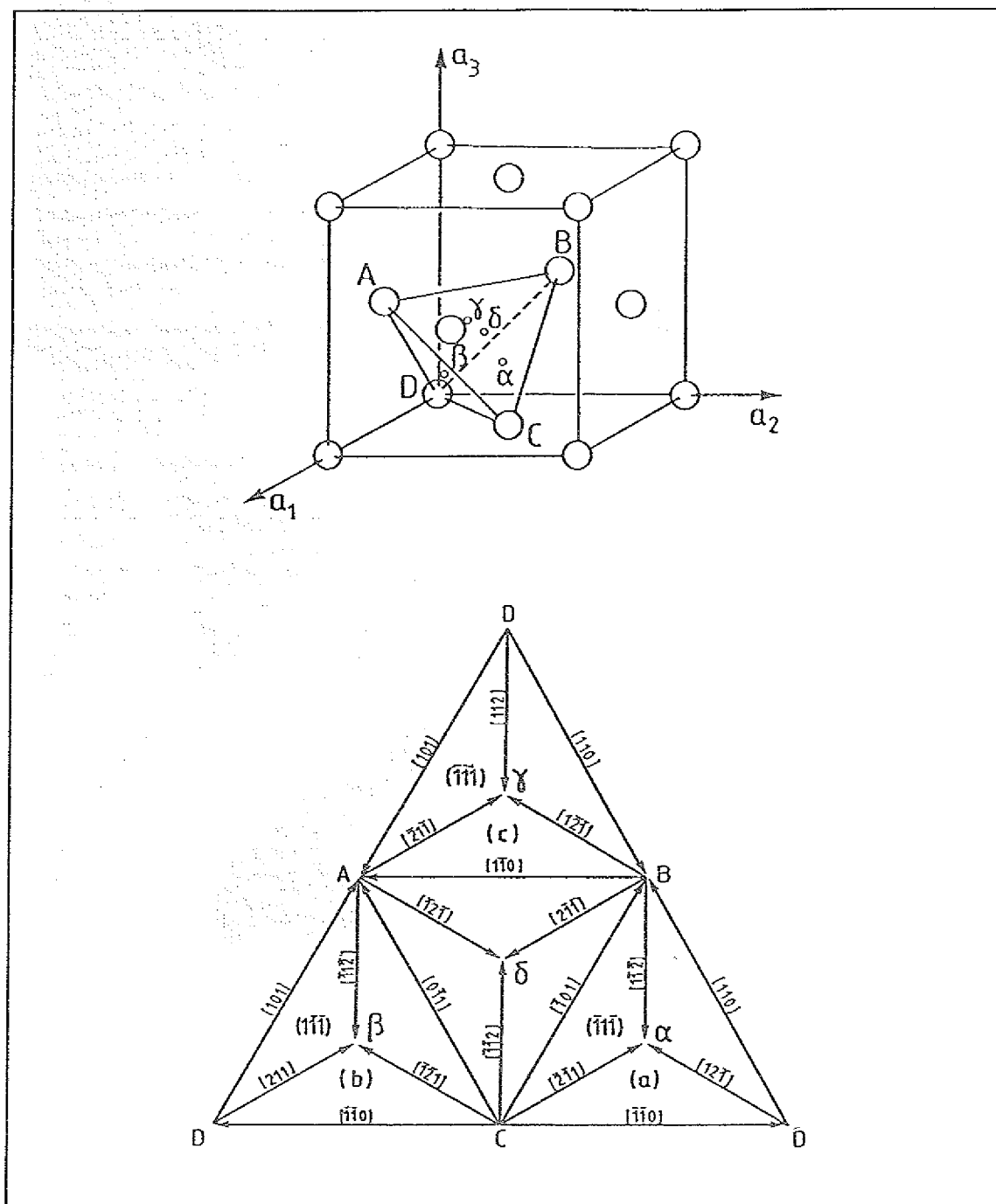


ABB. 5.16: Das Thompson-Tetraeder als Referenzsystem in *kfcz*-Kristallen und dessen Abwicklung mit den kristallografischen Richtungen. Aus [74].

Die Erklärung für die submonoatomaren Stufenhöhen ist in Abb.5.17 zu erkennen. Dort ist die Geometrie einer (111)-Oberfläche dargestellt. Man kann zwischen zwei Arten von Muldenplätzen unterscheiden, die durch die verschiedenen Dreiecke gekennzeichnet sind. Eine Schicht im dichtgepackten Gitter wird nur Muldenplätze einer Art besetzen. Zwei gleichartige Muldenplätze sind durch ei-

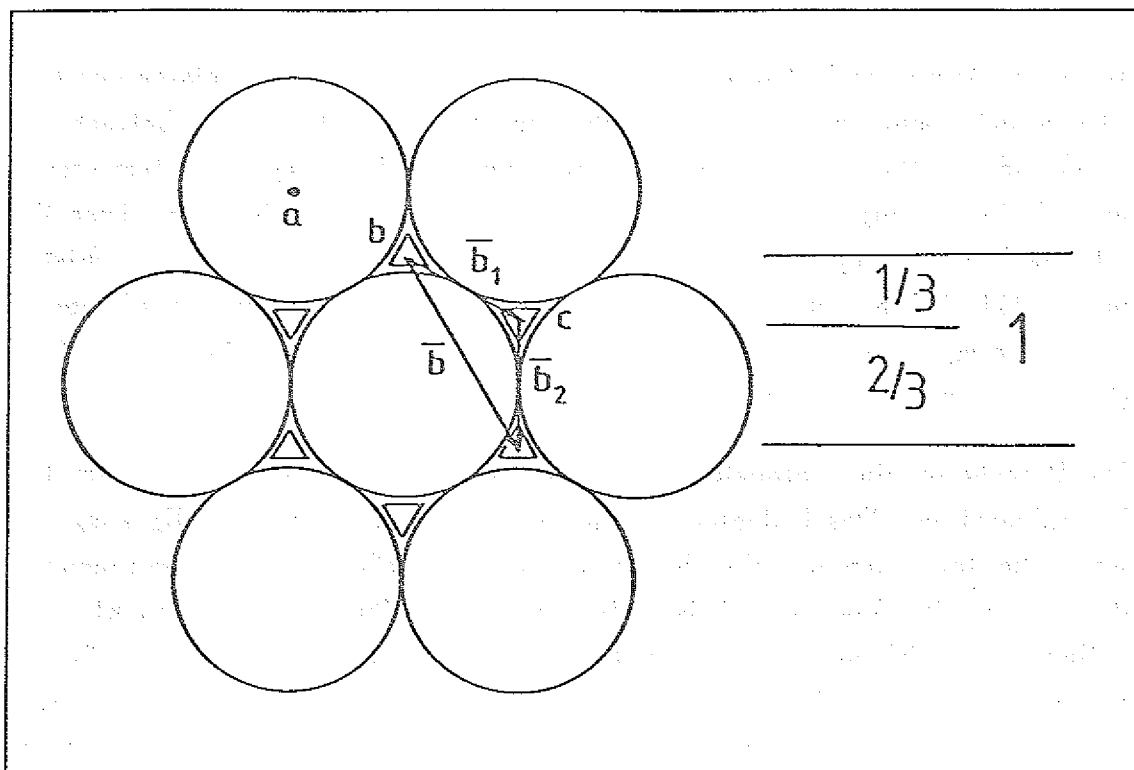


ABB. 5.17: Geometrie der (111)-Oberfläche mit den Gitterplätzen der verschiedenen Lagen a, b und c. Die Versetzung um den Burgersvektor $\underline{b}$ wird energetisch günstiger in zwei Partialversetzungen $\underline{b}_1$ und $\underline{b}_2$ aufgeteilt. Die Partialversetzung $\underline{b}_1$ bewirkt eine Stufe mit einem Drittel der monoatomaren Stufenhöhe in der (111)-Ebene mit spitzem Winkel zu den beiden oberen Atomen. Aus [74].

nen Vektor vom Typ $1/2[10\bar{1}]$ voneinander getrennt. Wie bereits erwähnt, bildet eine (111)-Fläche eine Gleitebene im kfz-Gitter. Wenn jetzt zwei solcher Ebenen gegeneinander gleiten, werden wieder die „richtigen“ Plätze nach Gleiten um einen Vektor vom Typ $1/2[10\bar{1}]$ eingenommen. Die Versetzung hat also einen Burgersvektor $\underline{b} = 1/2[10\bar{1}]$. Heidenreich und Shockley [71] zeigten aber, daß es energetisch günstiger ist, die Gleitbewegung in zwei Schritten durchzuführen: der erste Schritt führt auf die „falschen“ Muldenplätze und der zweite Schritt wieder auf die „richtigen“. Dabei bewegen sich die Atome entlang der „Täler“ zwischen den Atomen, anstatt über den „Berg“ zu gehen. Diese Bewegung läßt sich mit den Burgersvektoren $\underline{b}_1 = 1/6[2\bar{1}\bar{1}]$ und $\underline{b}_2 = 1/6[11\bar{2}]$ beschreiben, wobei natürlich $\underline{b} = \underline{b}_1 + \underline{b}_2$ gilt, da der Endzustand für den Einstufen- und Zweistufenprozeß gleich ist. Die Aufspaltung ist energetisch günstiger, da $\underline{b}_1^2 + \underline{b}_2^2 < \underline{b}^2$ ist. Dieses als Franksche Regel bekannte Kriterium [72] ist gleichbedeutend mit der Aussage, daß die Burgers-Vektoren $\underline{b}_1$ und $\underline{b}_2$ einen stumpfen Winkel einschließen. In diesem Falle stoßen sich die Versetzungen ab.

Wenn die Atome nach dem ersten Schritt die „falschen“ Muldenplätze besetzen, ist das nichts anderes als ein Stapelfehler im Kristall senkrecht zur betrachteten (111)-Fläche. Diese Art von Versetzung heißt auch Shockley-Partialversetzung, weil die Versetzung nicht um einen ganzen Gittervektor erfolgt. Hat diese Versetzung in der $(\bar{1}\bar{1}1)$ -, $(1\bar{1}\bar{1})$ - oder der $(\bar{1}1\bar{1})$ -Fläche stattgefunden, so entsteht in der (111)-Fläche gerade eine Stufe mit der Höhe $1/3$. Nimmt man die oberste Reihe richtiggestapelter Atome in der (111)-Ebene weg, so entsteht eine $2/3$ -Stufe (beide Teilstufen müssen sich ja zu einer vollen monoatomaren Stufe addieren).

Die Ursache für diese Stapelfehler ist vermutlich der Ionenbeschuß bei der Probenpräparation. Das bedeutet, daß die Oberfläche nicht vollständig ausgeheilt war. Die durch den Ionenbeschuß erzeugten Fehlstellen können zusammenwandern und größere Löcher im Kristall bilden, die zum Einbruch, d.h. zum Abgleiten entlang $\{111\}$ -Ebenen, der oberen Kristallschichten führen können. Stellt man sich den Defekt in Abb.5.14 als einen nach unten weisenden Tetraeder vor, so muß die untere Spitze etwa $170 \text{ \AA}$ in die Oberfläche hineinragen. Bei 2 keV Argonionen beträgt die Eindringtiefe aber nur etwa $55 \text{ \AA}$ [73], d.h. die Fehlstellen müssen recht weit nach unten gewandert sein, oder es ist nur ein Tetraederstumpf abgeglitten.

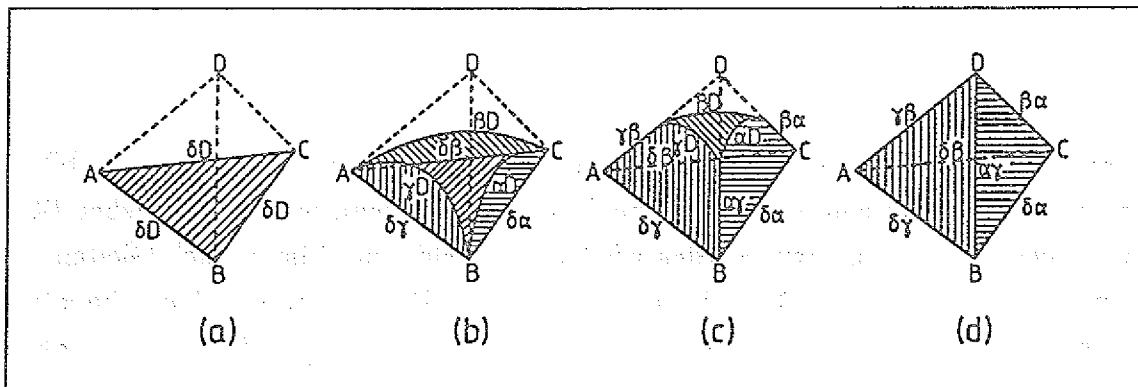


ABB. 5.18: Formationsmechanismus für Stapelfehlertetraeder: a) Dreieckige Frank-Partialversetzung aufgrund des Zusammenwanderns von Leerstellen in einer (111)-Ebene. b) Die Frank-Partialversetzungen dissoziieren in eine stair-rod-Versetzung und eine Shockley-Partialversetzung. c) Die Shockley-Partialversetzungen laufen zusammen und bilden stair-rod-Versetzungen. d) Das Tetraeder ist vollständig entwickelt. Aus [74].

Eine wahrscheinlichere Erklärung ist der Stapelfehlertetraeder [74] (siehe auch Abb.5.18). Dort wird angenommen, daß Fehlstellen auf einer dichtgepackten $\{111\}$ -Ebene zusammenlaufen und dort eine dreieckige Leerstellenscheibe bilden, die von $\langle 110 \rangle$ -Richtungen begrenzt wird. Beim Zusammenfallen wird eine drei-

eckige Frank-Schleife mit Burgersvektor $1/3[111]$ gebildet, deren Kanten Frank-Partialversetzungen sind [75 – 79]. Energetisch ist es günstiger, wenn die Frank-Partialversetzungen in eine stair-rod-Versetzung (siehe dazu [69], S.118) entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtung und eine Shockley-Partialversetzung zerfallen, die in einer $\{111\}$ -Ebene mit spitzem Winkel zur Ebene der Frank-Schleife liegt. Die Shockley-Partialversetzungen sind in ihren $\{111\}$ -Ebenen beweglich und bilden beim Zusammentreffen stair-rod-Versetzungen entlang der $\langle 110 \rangle$ -Schnittgeraden, wobei wieder Energie frei wird. Schließlich treffen sie an der Spitze des Tetraeders zusammen. Das Ergebnis ist eine sehr stabile Versetzung, mit Stapelfehler an allen Seiten und stair-rod-Versetzungen entlang der $\langle 110 \rangle$ -Kanten.

In Gold werden Frank-Schleifen, also der Ausgangspunkt für Stapelfehlertetraeder, nur ab einer Größe von etwa $230 \text{ \AA}$ gefunden, d.h. alle kleineren werden in Stapelfehlertetraeder verwandelt. Für diese wird eine maximale Größe von etwa $200 \text{ \AA}$ gefunden [80]. Dies stimmt gut mit den $210 \text{ \AA}$ des Tetraeders in Abb.5.14 überein.

Die submonoatomaren Stufen in der (111) -Ebene lassen sich also durch Stapelfehler in den anderen $\{111\}$ -Flächen erklären. Diese Erklärung bedingt aber, daß $1/3$ -Stufen nur an solchen Stufenrichtungen auftreten können, bei denen eine monoatomare Stufe eine (111) -Facette hat. Die $1/3$ -Stufe bekommt dann ein (100) -ähnliches Aussehen (ähnlich, weil die Atome quadratisch angeordnet sind, wie auf einer (100) -Fläche. Die Höhenpositionen sind natürlich anders als bei einer richtigen (100) -Facette). Hat eine Monostufe aber eine (100) -Facette, so wird sie zur $2/3$ -Stufe mit (111) -ähnlicher Facette. Auf den Bildern ist immer die $[2\bar{1}\bar{1}]$ -Richtung markiert. Nach dorthin abwärts gehende monoatomare Stufen haben eine (100) -Facette, aufwärts gehende eine (111) -Facette. Danach läßt sich die Orientierung auch für die anderen $\langle 110 \rangle$ -Richtungen bestimmen. Das Verhalten der submonoatomaren Stufen läßt sich eindeutig an der oben erwähnten kerbenähnlichen Versetzung rechts neben der Wachstumsspirale verfolgen: zuerst hat die Versetzung eine Höhe von einem Drittel. Dann klappt in Abb.5.9b) die Stufe der Spirale hoch, die Stufe geht nun in die entgegengesetzte Richtung abwärts und hat tatsächlich jetzt eine Höhe von zwei Drittel. Im späteren Verlauf der Diffusion wird die Versetzungslinie nach oben hin verlängert. Ein Auftragen der Stufenhöhe entlang der Stufe (siehe Abb.5.19) zeigt, daß der verlängerte Teil die volle monoatomare Stufenhöhe hat, während die Versetzung eine $2/3$ -Stufenhöhe besitzt. Auch sonst stimmen alle beobachteten Stufenrichtungen und -höhen mit den aufgrund der obigen Ausführungen erwarteten überein.

Interessant ist die frappierende Ähnlichkeit dieser Drittelstufen zu frühen Arbeiten von Bragg und Nye mit Flächen von Seifenbläschen [81, 82]. Sie sahen sehr ähnliche Versetzungen, zwar nur zweidimensional, dafür aber schon damals (1947!) mit „atomarer Auflösung“.

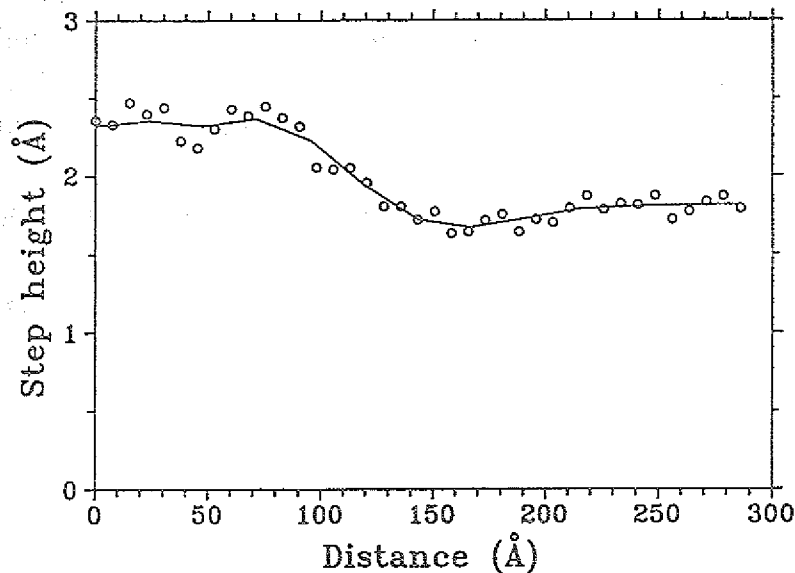


ABB. 5.19: Die Stufenhöhe entlang der verlängerten Kerbe. Das verlängerte Stück hat die volle monoatomare Stufenhöhe, während die Stufenhöhe der Kerbe zwei Drittel einer Monostufe beträgt.

5.4 Stufenrauigkeiten an Monostufen

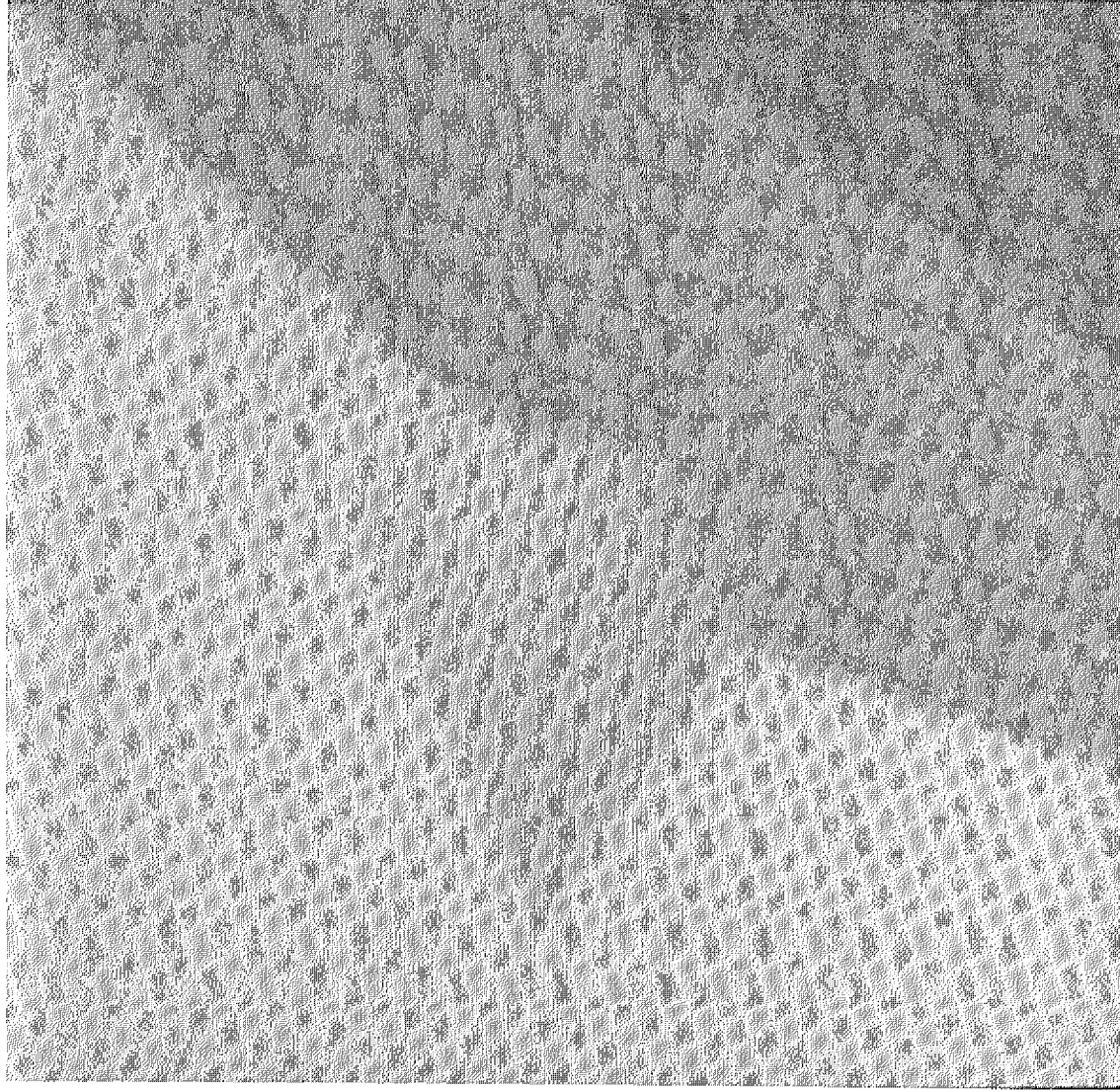


ABB. 5.20: Zwei aneinander zulaufende Schraubenversetzungen. Der Winkel ist eine Drittelstufe tief. Wären die abgeknickten Kanten länger, würde sich ein gleichseitiges Dreieck bilden. Bildausschnitt $550 \times 550 \text{ \AA}^2$.

In Abb.5.20 ist eine weitere ähnliche Versetzung zu sehen. Es handelt sich um zwei Schraubenversetzungen, die fast genau aufeinander zulaufen. Die untere knickt zweimal, die obere einmal in $\langle 110 \rangle$ -Richtungen ab. Wären sie länger, würden die abgeknickten Kanten zusammen ein gleichseitiges Dreieck bilden. Hier soll aber jetzt auf das unterschiedliche Aussehen der mono- und der submonotomaren Stufen eingegangen werden. Der aufmerksame Leser wird sicherlich schon in allen anderen Bildern und auch hier bemerkt haben, daß alle monotomaren Stufen

„ausgefranst“ erscheinen, d.h. von Zeile zu Zeile die Stufenposition innerhalb gewisser Grenzen statistisch zu schwanken scheint. Dieses Verhalten wird nie an den submonoatomaren Stufen beobachtet, sie erscheinen immer glatt.

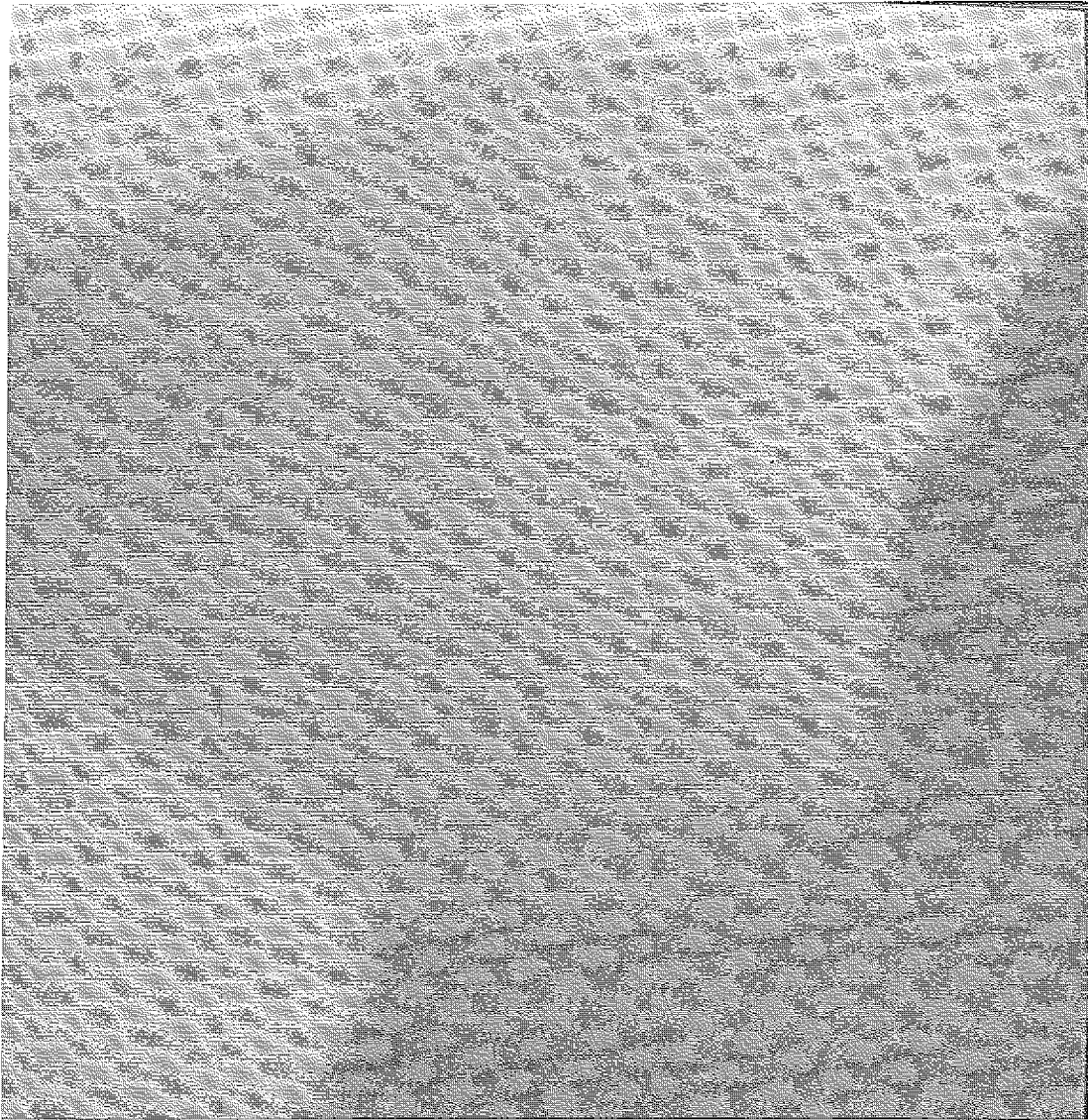


ABB. 5.21: Der Defekt aus Abb.5.20 mit größerer Auflösung. Deutlich ist der abrupte Übergang von ausgefranst auf glatte Stufen zu erkennen. Das Ausfransen ist an anderen Stellen größer als in Abb.5.20. Bildausschnitt $220 \times 220 \text{ \AA}^2$.

→ $[2\bar{1}\bar{1}]$

Noch deutlicher wird dies in Abb.5.21. Sie zeigt einen $220 \times 220 \text{ \AA}^2$ großen Ausschnitt aus dem vorhergehenden Bild. Das „Ausfransen“ ist ganz deutlich zu sehen und hört schlagartig auf, sobald die Stufenhöhe submonoatomar wird. Damit scheiden Rauschen auf den Rastersignalen der RTM-Steuerelektronik und eine schlechte Tunnelspitze als mögliche Erklärungen aus. Bei ersterem müßte bei allen Stufen ein Effekt sichtbar sein, unabhängig von der Stufenhöhe, bei zweitem dürfte

der Übergang auf „scharfe“ Stufenkanten nicht abrupt, sondern nur allmählich erfolgen, da auch die Stufenhöhe allmählich abnimmt.

Die Stufenrauhigkeit ist auch keine Rauigkeit in dem Sinn, daß die Energie zur Bildung von Halbkristallagen verschwindend klein geworden ist und der Stufenverlauf deswegen mäandriert. Die Fransen zeigen immer parallel zur Rasterrichtung des RTMs. Ihre Breite senkrecht dazu ist gegeben durch die Breite einer Rasterzeile, unabhängig von der Größe des Rasterbereiches.

Es bleibt nur eine Erklärung übrig, nämlich daß der Effekt von an den Stufen entlang diffundierenden Atomen verursacht wird. Sie werden nämlich bei einer Zeile von der Spitze erfaßt, bei der nächsten sind sie vielleicht schon wegdiffundiert. An den submonoatomaren Stufen können sie nicht entlang diffundieren, denn es sind dort keine guten Bindungsplätze für sie vorhanden, sie würden aus der Fläche herausragen. Damit läßt sich das beobachtete, ständig vorhandene, aber immer unterschiedlich aussehende Ausfransen an den monoatomaren Stufen und die fehlende Rauigkeit an den submonoatomaren Stufen erklären. In Abb.5.20 und 5.21 sind Teile der gleichen Monostufe zu verschiedenen Zeiten abgebildet: sie zeigen unterschiedlich ausgefranste Stufen.

Es wurde untersucht, ob in den Fransen atomare Abstände auszumachen sind [83]. Dazu wurde zeilenweise die Stufenposition durch einen Spline bestimmt. Durch die so ermittelten Stufenpositionen wurde ein Spline durch eine Anzahl Stützpunkte gelegt und die mittlere quadratische Abweichung der Stufenpositionen von dem Ausgleichsspline als Histogramm aufgetragen.

Abb.5.22 zeigt eine solche Auswertung. Die Standardabweichung für die scharfen Stufen ist deutlich schmaler als für die ausgefransten. Es sind aber keine Maxima bei atomaren Abständen zu erkennen. Dies liegt vermutlich an der unzureichenden Statistik (in einem Bild sind allerhöchstens 512 Zeilen auszuwerten, hier waren es bedingt durch den Stufenverlauf deutlich weniger).

Eine Untermauerung der Hypothese der diffundierenden Adatome liefert Abb.5.23. Sie zeigt eine Schraubenversetzung, auf der eine Struktur zu sehen ist, die im Grauwertbild als schwarzer Fleck erscheint. Diese Struktur wird als adsorbiertes Fremdatom interpretiert (Winterlin *et al.* bildeten z.B. Sauerstoff auf Al(111) als schwarzen Fleck ab [84]). Oberhalb dieses Fremdatoms verläuft die Stufe nicht entlang einer $\langle 110 \rangle$ -Richtung und ist ausgefranst. Unterhalb des Fremdatoms verläuft sie entlang einer $\langle 110 \rangle$ -Richtung und ist scharf. Am Ende knickt sie in eine andere $\langle 110 \rangle$ -Richtung ab und verschwindet in der Oberfläche. Bis kurz vor diesem letzten Abknicken hat die Stufe noch die volle monoatomare Stufenhöhe.

Die Quellen für Adatome sind bekanntlich Halbkristallagen. Am oberen Stufenteil gibt es Halbkristallagen, denn der Verlauf ist nicht entlang einer $\langle 110 \rangle$ -Richtung.

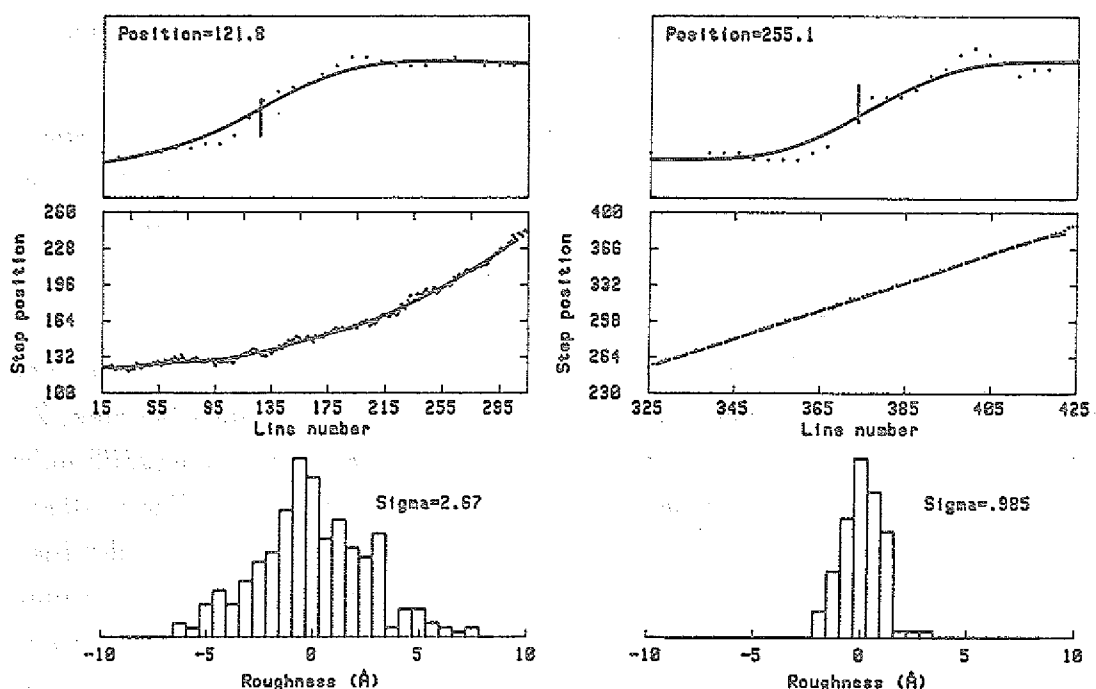


ABB. 5.22: Auswertung der Stufenrauhigkeit für die Abb.5.14. Die oberen Diagramme zeigen den Spline durch die erste untersuchte Zeile, dessen Punkt größter Steigung als wahre Stufenposition genommen wird. Die mittleren Diagramme zeigen den mit Spline gewonnenen Verlauf der gesamten Stufe durch die wahren Stufenpositionen. Unten ist jeweils die mittlere quadratische Abweichung der wahren Stufenpositionen vom mittleren Stufenverlauf als Histogramm aufgetragen. Die Standardabweichung beträgt für die obere Monostufe 2.67 Å (links), für die 2/3-Stufe nur 0.98 Å (rechts).

Dort sind also Quellen für Adatome vorhanden, und die Stufe ist dort auch ausgefranst. Das untere Teil ist frei von Halbkristallagen und scharf. Offenbar können die Adatome vom oberen Teil nicht an dem Fremdatom vorbei nach unten diffundieren. Die Auswertung der Stufenrauhigkeit (Abb.5.24) liefert dasselbe Bild wie Abb.5.22: das ausgefransteste Teilstück der Stufe hat eine größere mittlere Rauigkeit (1.79 Å) als das scharfe (0.75 Å).

Das Bild dieser Schraubenversetzung liefert einen deutlichen Beleg für die Richtigkeit der Adatom-Hypothese. Ein Beweis kann durch ein Experiment bei tiefen Temperaturen geliefert werden, wo jegliche Oberflächendiffusion unterbunden ist. Dann sollten alle Stufen scharf abgebildet werden, unabhängig von der Stufenhöhe. Dazu wurde die Probe mit flüssig-Helium abgekühlt und mit dem RTM untersucht.

Abb.5.25 zeigt einen $550 \times 550 \text{ Å}^2$ großen Ausschnitt einer monoatomaren Stufe bei einer Probentemperatur von etwa 27 K. Die Stufe erscheint deutlich glatter

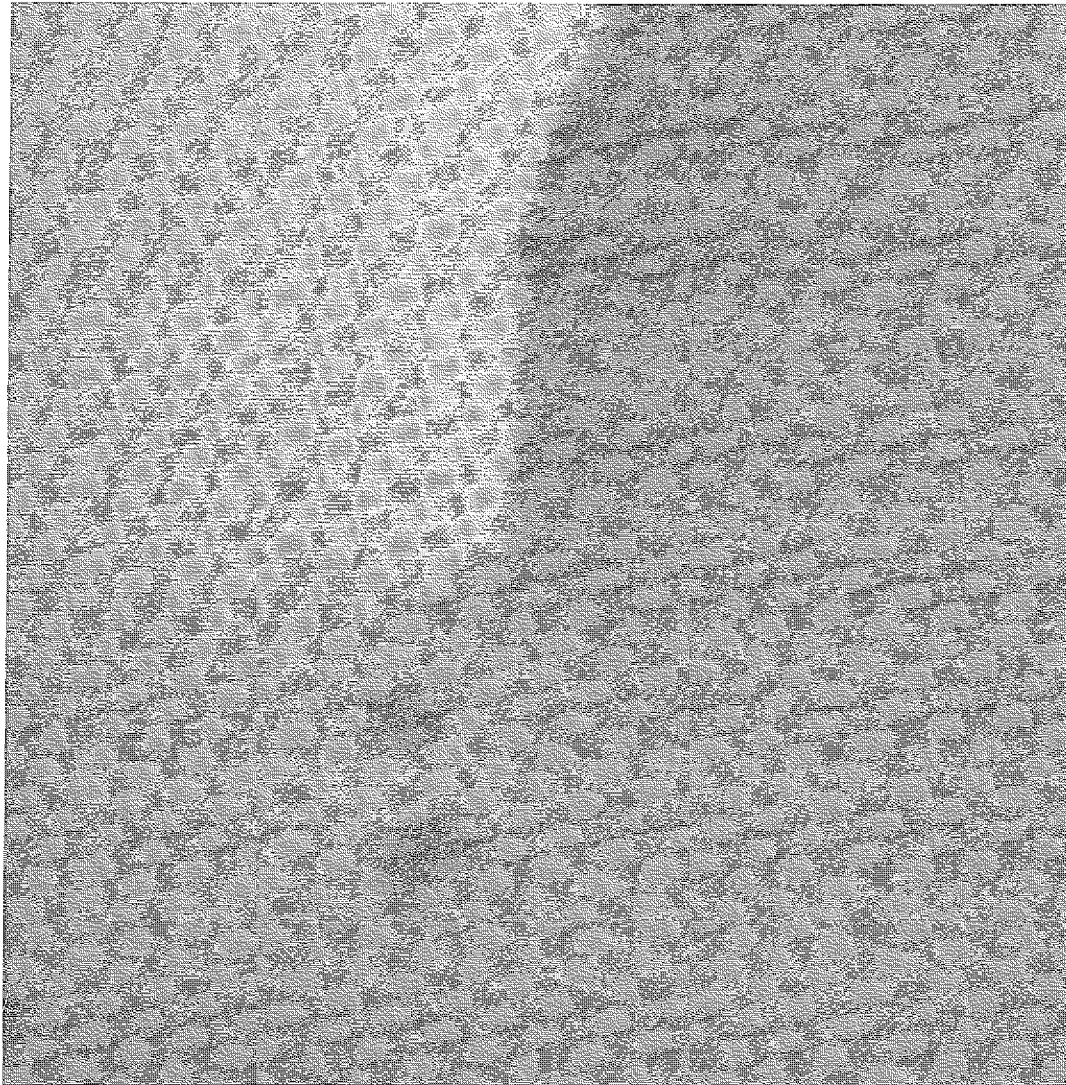


ABB. 5.23: Schraubenversetzung mit Fremdatom an der Stufe. Die Pfeile markieren die Position des Fremdatoms. Der obere Teil ist ausgefranst, der untere nicht. Der Verlauf der Stufe ist entlang einer $\langle 110 \rangle$ -Richtung. Bildausschnitt $550 \times 550 \text{ \AA}^2$.

und schärfer als bei den Raumtemperaturbildern gleicher Auflösung. Abb.5.26 zeigt einen $220 \times 220 \text{ \AA}^2$ großen Ausschnitt derselben Stufe, allerdings nach Reglerschwingungen, die zu einer Berührung der Probe mit der Tunnelspitze führten. Der Verlauf der Stufe ist dadurch offensichtlich geändert worden. Interessant ist, daß aufgrund der temperaturbedingt unterbundenen Diffusion ein solch energetisch ungünstiger Stufenverlauf stabil bleibt bzw. bleiben muß. Leider war nach dieser Probenberührung die Tunnelspitze nicht mehr so gut wie zu Beginn der Meßreihe.

Abb.5.27 zeigt einen $55 \times 55 \text{ \AA}^2$ großen Ausschnitt einer Stufe, wo eine Halbkristallage zu sehen ist. Außerdem wird deutlich, daß das Bild mit einer Doppelspitze

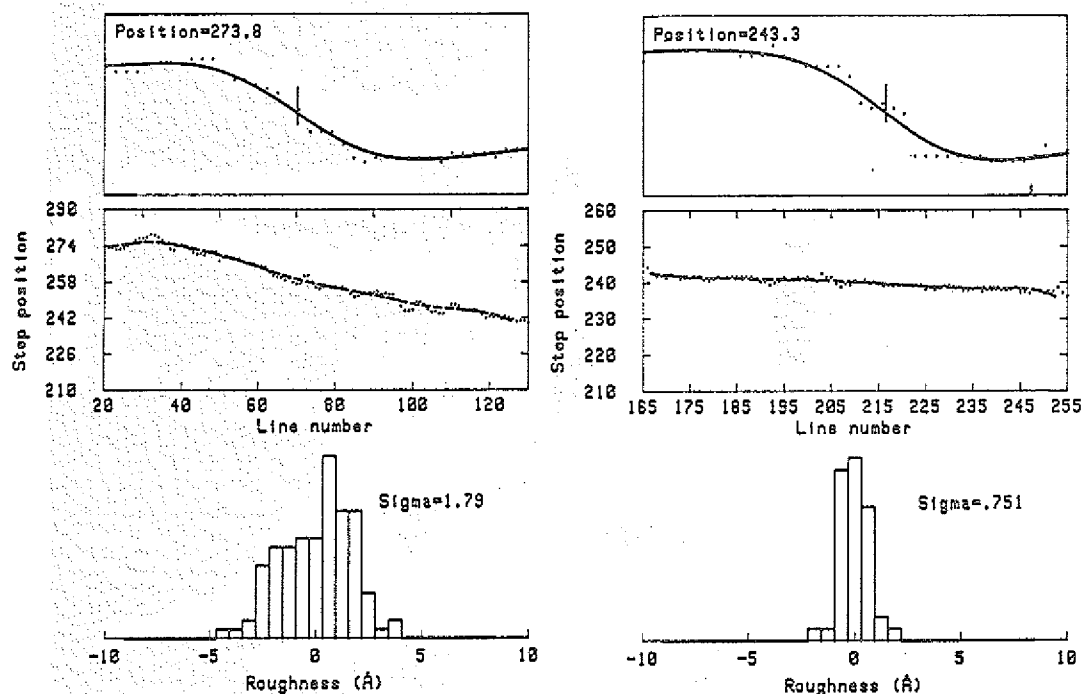


ABB. 5.24: Stufenrauhigkeit der Schraubenversetzung von Abb.5.23. Der ausgefranste Teil oberhalb des Fremdatoms hat eine mittlere Rauigkeit von $1.79 \text{ \AA}$ (links), während der glatte Teil unterhalb des Fremdatoms eine Rauigkeit von $0.75 \text{ \AA}$ hat (rechts).

aufgenommen wurde, denn die Halbkristallage wurde nur etwa zwei Atomabstände weiter im Bild reproduziert. Bei Raumtemperatur war es selbst mit guten Tunnelspitzen nicht möglich, monoatomare Stufen so gut aufzulösen.

Abb.5.28 zeigt weitere Stufen. Deutlich sind Halbkristallagen an den Teilen zu erkennen, die nicht entlang einer $\langle 110 \rangle$ -Richtung laufen. Diese Beobachtungen konnten für alle bei tiefen Temperaturen untersuchten Stufen gemacht werden: sie wurden alle scharf abgebildet und zeigten erwartungsgemäß kein Ausfransen.

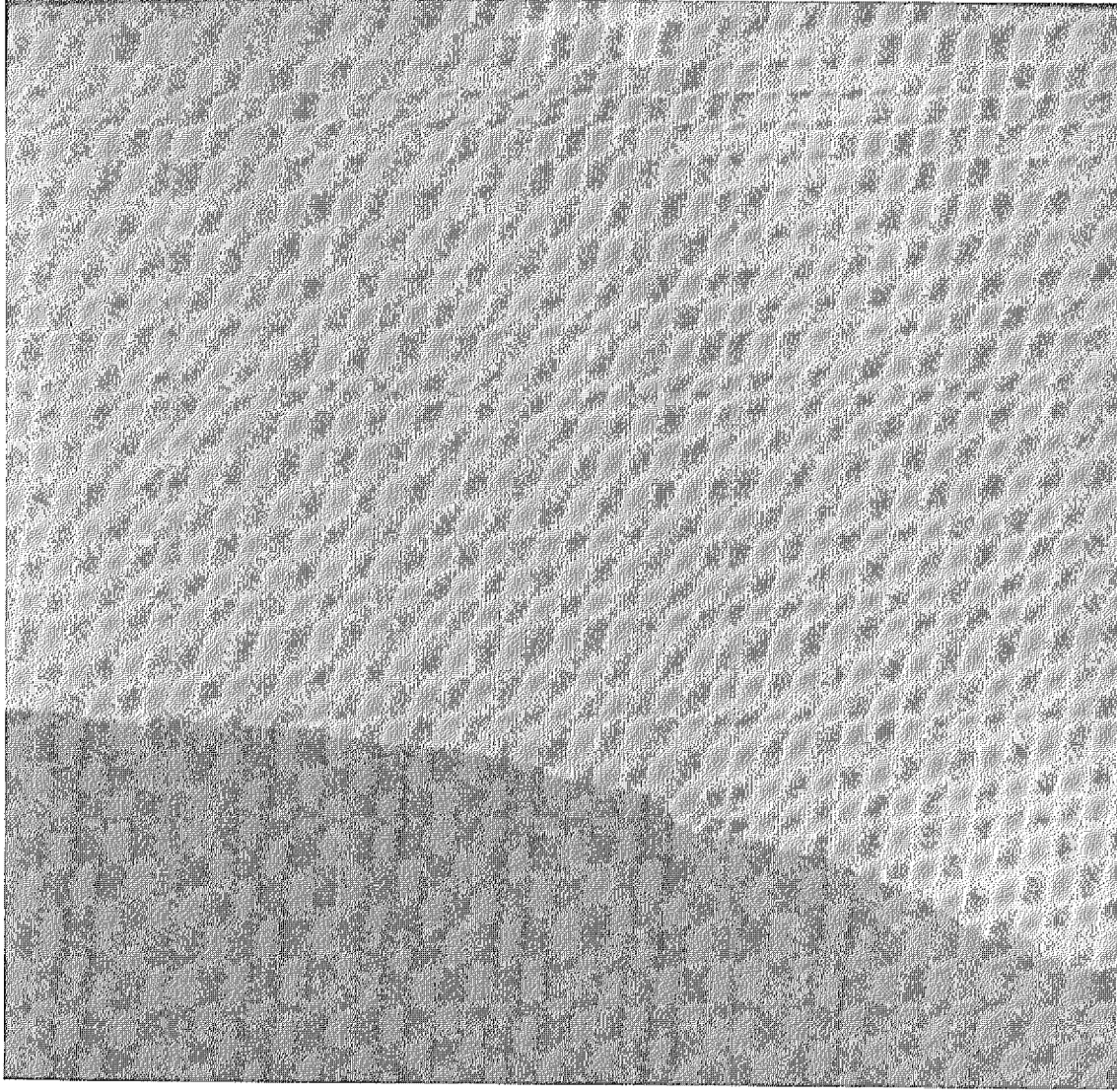


ABB. 5.25: Monoatomare Stufe bei einer Probertemperatur von etwa 27 K. Die Stufe zeigt kein Ausfransen. Bildausschnitt $550 \times 550 \text{ \AA}^2$.

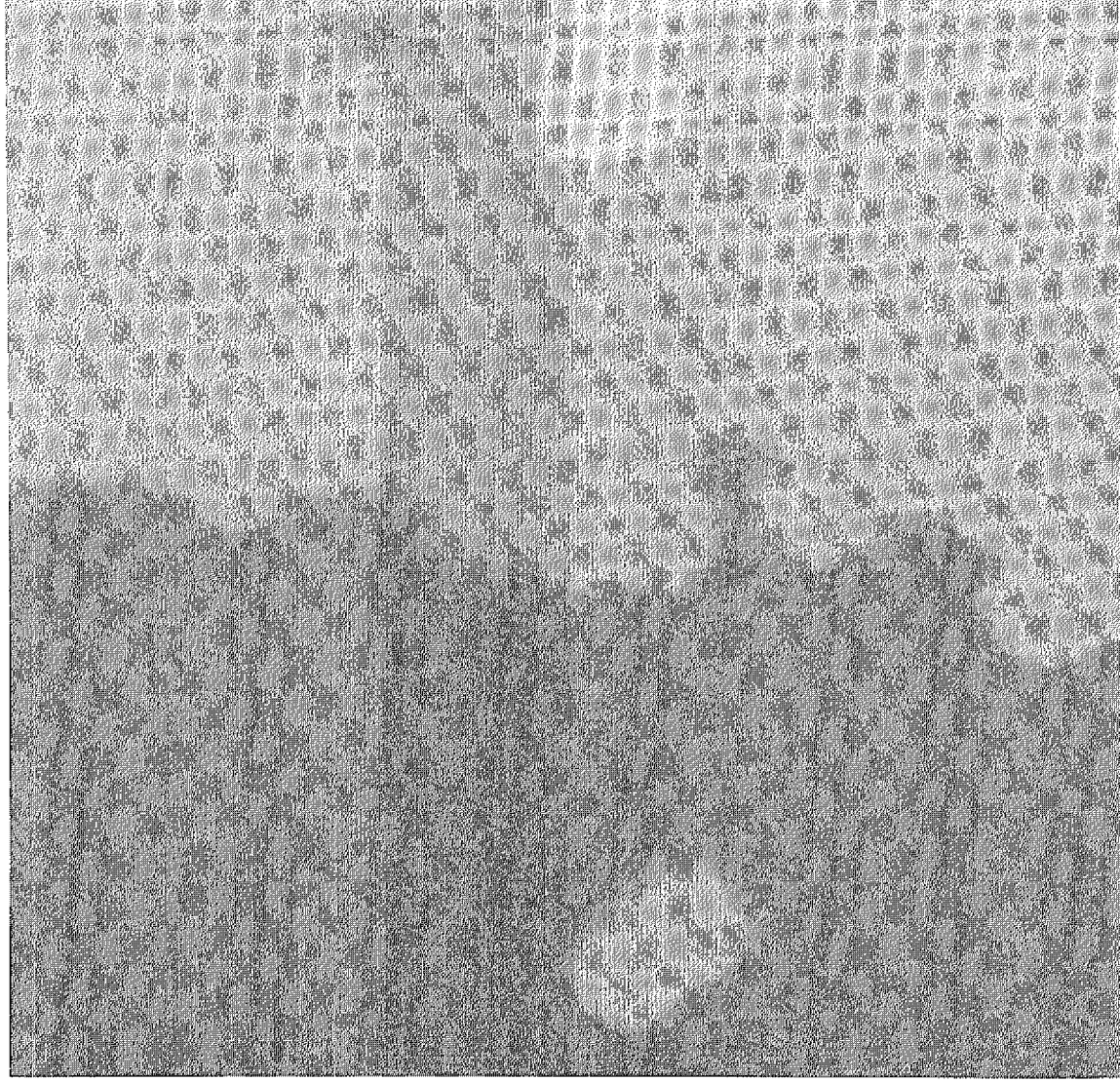


ABB. 5.26: $220 \times 220 \text{ \AA}^2$ großer Ausschnitt derselben Stufe wie in Abb.5.25 bei 27 K, allerdings nach einer Berührung der Probe mit der Tunnelspitze. Der Verlauf der Stufe ist dadurch verändert worden. Die Stufe wird scharf abgebildet. Der energetisch ungünstige Stufenverlauf muß wegen der temperaturbedingt unterbundenen Oberflächendiffusion erhalten bleiben. Der dunkle Balken stammt von Spitzenveränderungen.

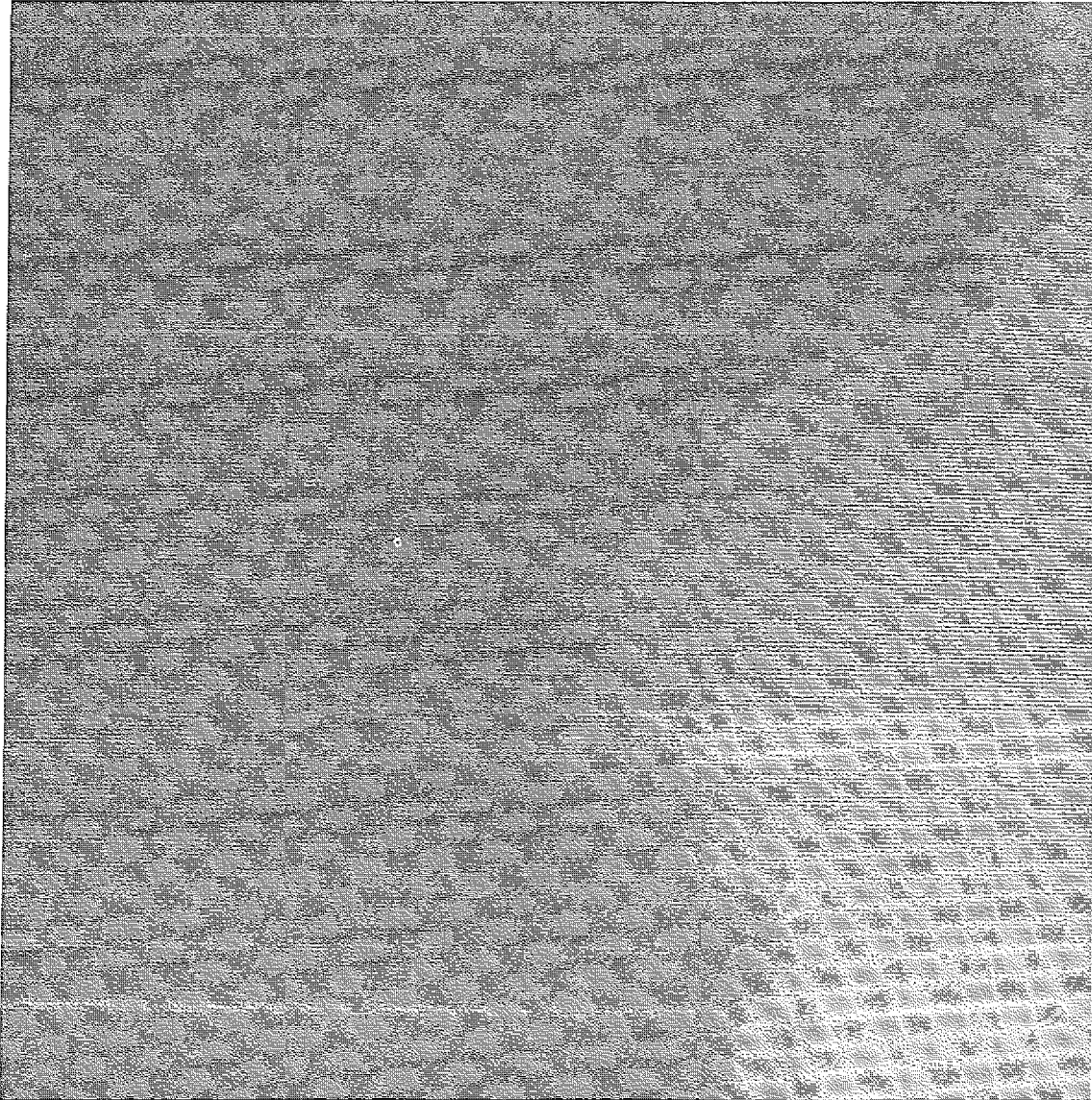
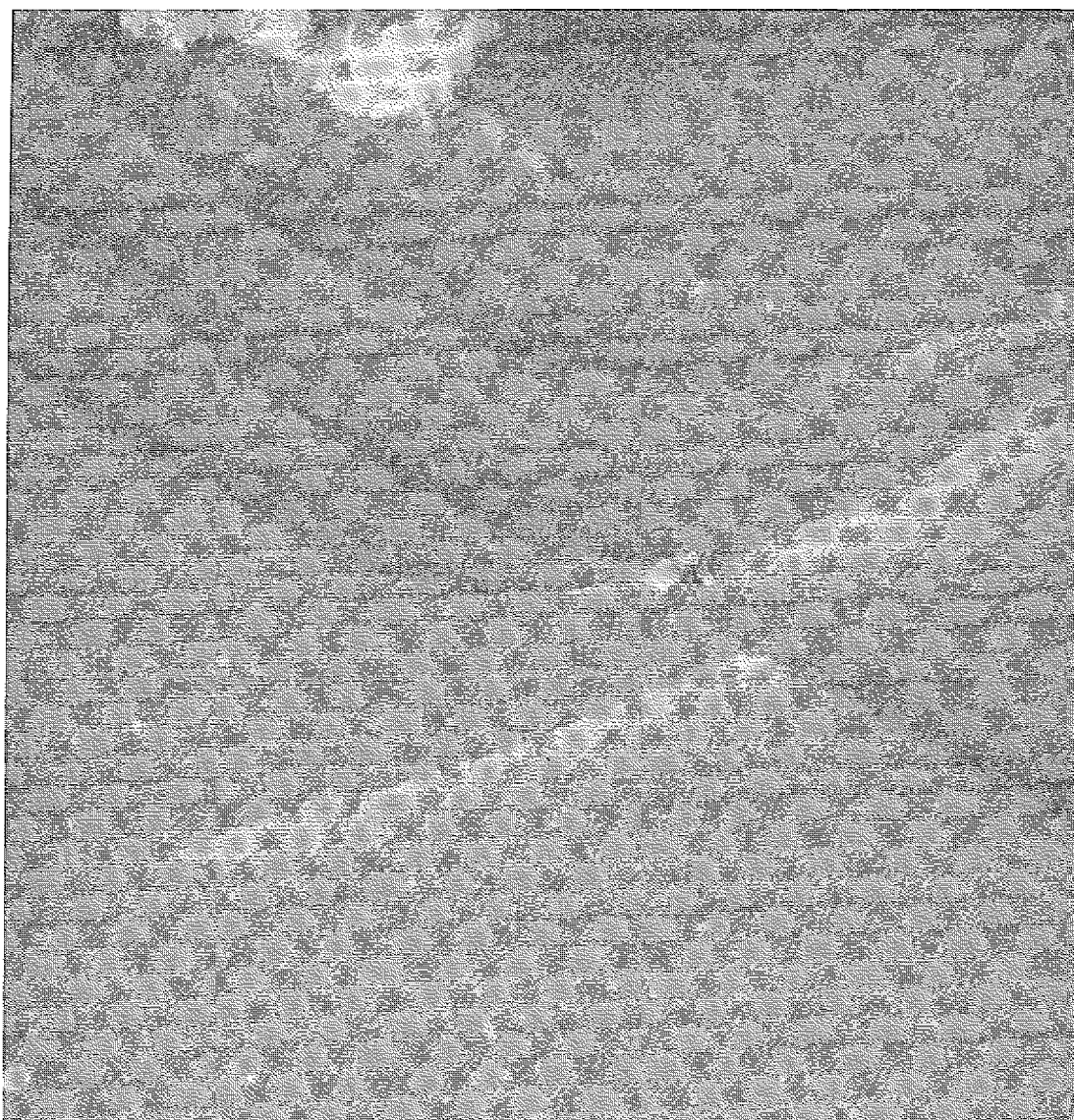


ABB. 5.27: $55 \times 55 \text{ \AA}^2$ großer Ausschnitt einer Monostufe bei etwa 27 K. Oben rechts sind zwei Halbkristallagen zu sehen, die aufgrund einer Doppelspitze kurz darunter erneut abgebildet werden. Solche Halbkristallagen konnten wegen des Ausfransens bei Raumtemperatur nie abgebildet werden. Die Streifen stammen von Spitzenveränderungen.



→ [211]

ABB. 5.28: Monostufen bei etwa 27 K. Deutlich sind Halbkristallagen entlang der von $\langle 110 \rangle$ -Richtungen verschiedenen Richtungen zu sehen. Bildausschnitt $1100 \times 1100 \text{ \AA}^2$, differenziert.

5.5 Adatome auf (111)-Terrassen



Abb. 5.29: Von der Tunnelspitze erzeugtes Loch in der Oberfläche bei einer Proben­temperatur von 90°C. Wegen der Oberflächendiffusion bilden sich sofort hexagonale Strukturen aus. Bildausschnitt $1100 \times 1100 \text{ \AA}$, differenziert.

— [2 $\bar{1}$ $\bar{1}$]

Die Tatsache, daß bei diesen tiefen Temperaturen keine Oberflächendiffusion stattfindet, ermöglichte einige andere interessante Beobachtungen, nämlich wie die Oberfläche nach einer Berührung mit der Spitze aussieht. Bei Raumtemperatur bilden sich sofort hexagonale oder jedenfalls runde Strukturen aus, wie in Abb. 5.29 sichtbar. Bei tiefen Temperaturen sieht das ganz anders aus.



ABB. 5.30: Von der Tunnelspitze erzeugtes Loch in der Oberfläche bei einer Probertemperatur von etwa 27 K. Bei den tiefen Temperaturen werden alle Strukturen sofort eingefroren. Bildausschnitt $2200 \times 2200 \text{ \AA}^2$, differenziert. $\rightarrow [2\bar{1}\bar{1}]$

Abb.5.30 zeigt ein Loch, das die Tunnelspitze aufgrund des Ausschaltimpulses des Temperaturmeßgerätes während einer Bildaufnahme produzierte. Interessanterweise ist die Tunnelspitze dadurch besser geworden. Alle entstandenen Trümmer werden sofort eingefroren.

Abb.5.31 zeigt das eigentliche Loch in größerer Auflösung. Es ist mindestens 12 Atomlagen tief und überall sind völlig unregelmäßige Strukturen zu sehen. Alle diese Strukturen waren während der restlichen Meßreihe stabil.

Bei der Entstehung des Loches sind etliche kleine Cluster auf die Oberfläche gespritzt. Abb.5.32 zeigt einige Cluster in größerer Auflösung (dieser Ausschnitt ist



ABB. 5.31: Das Loch von Abb.5.30 in größerer Auflösung. Es ist mindestens 12 Atomlagen tief. Alle Strukturen waren stabil. Bildausschnitt $1100 \times 1100 \text{ \AA}^2$, differenziert.

→ $[2\bar{1}1]$

auch in Abb.5.30 oben links zu erkennen). Die Cluster haben alle eine monoatomare Höhe. Dies ist ein starker Hinweis darauf, daß die Cluster aus Silberatomen bestehen. Es ist plausibel, daß bei der Entstehung des Loches viel Probenmaterial von der Tunnelspitze herausgerissen wird und wieder auf die Oberfläche zurückfällt. Bei Raumtemperatur entstanden oft hexagonale Inseln, die dann auf der Oberfläche diffundierten, also mit großer Wahrscheinlichkeit aus Silber bestanden. Diese Cluster haben auch denselben Kontrast wie das Silbersubstrat, während auf anderen Bildern Fremdatome ganz weiss bzw. ganz schwarz abgebildet wurden.

Eine Tunnelspitze ist niemals perfekt, denn sie hat immer eine endliche laterale Ausdehnung. Deswegen werden z.B. Stufen immer mit einer gewissen Breite ab-

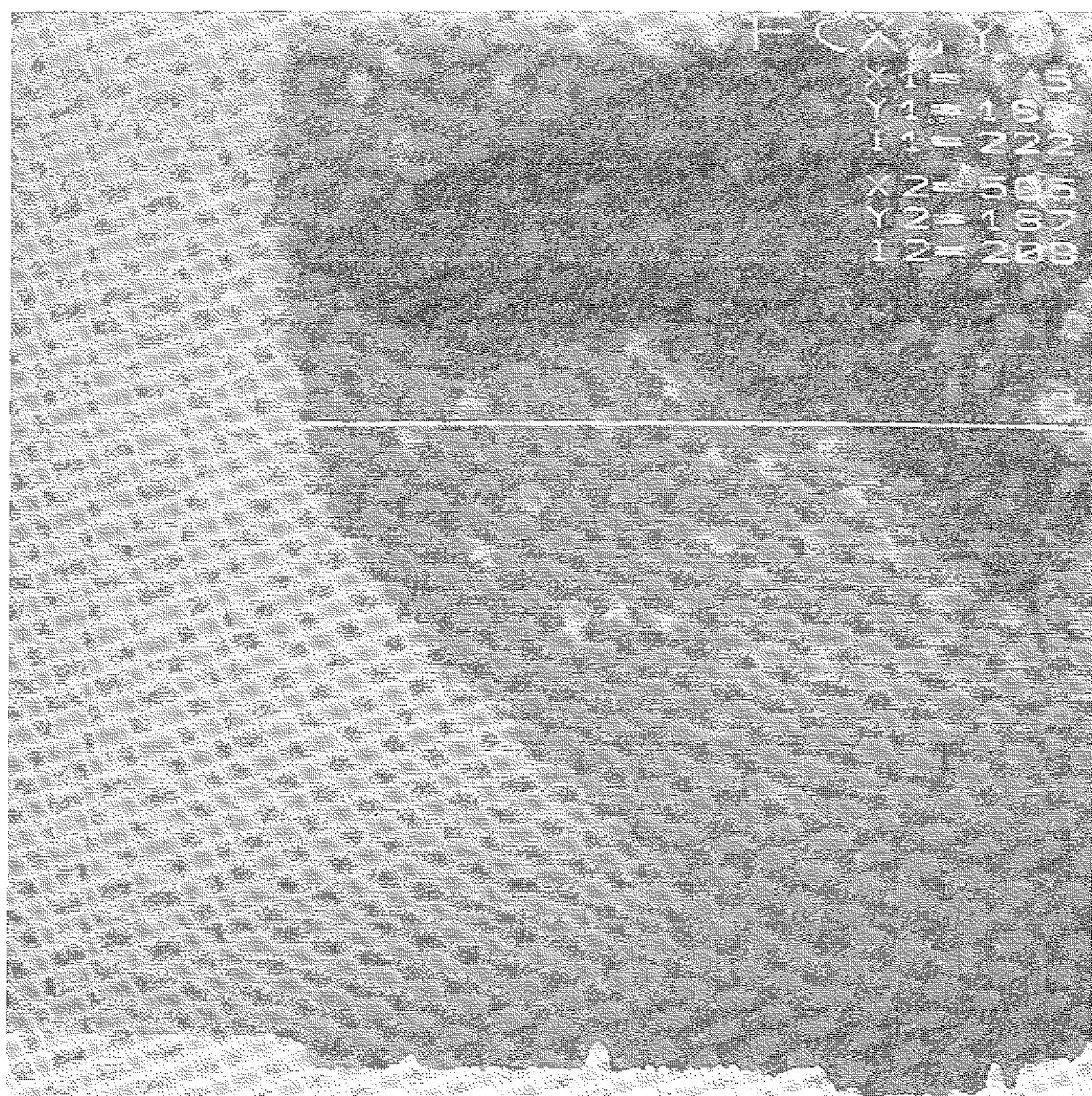


ABB. 5.32: Atomcluster, die bei der Entstehung des Loches von Abb.5.30 entstanden sind. Der Höhenverlauf entlang der eingezeichneten weißen Linie ist unten aufgetragen. Die Entfaltung der Clusterbreite mit der Breite einer monoatomaren Stufe zeigt, daß die Cluster aus einzelnen Atomen bestehen. Bildausschnitt $550 \times 550 \text{ \AA}^2$. Proben temperatur etwa 27 K.

gebildet, die auch als Maß für die Güte der Spitze herangezogen werden kann. Um zu entscheiden, wie groß die Cluster lateral sind, müssen ihre Bilder mit der instrumentellen Verbreiterung einer monoatomaren Stufe entfaltet werden. Dazu wurde der Höhenverlauf entlang der eingezeichneten weißen Linie unten im Bild aufgetragen. Nach Entfaltung mit der Breite der monoatomaren Stufen wird klar, daß die zwei Strukturen auf der Linie einzelne Atome sein müssen.

Abb.5.33 zeigt einige Cluster in noch größerer Auflösung. Auch hier besteht der Cluster auf der eingezeichneten Linie aus einem einzigen Atom, der darunter ver-

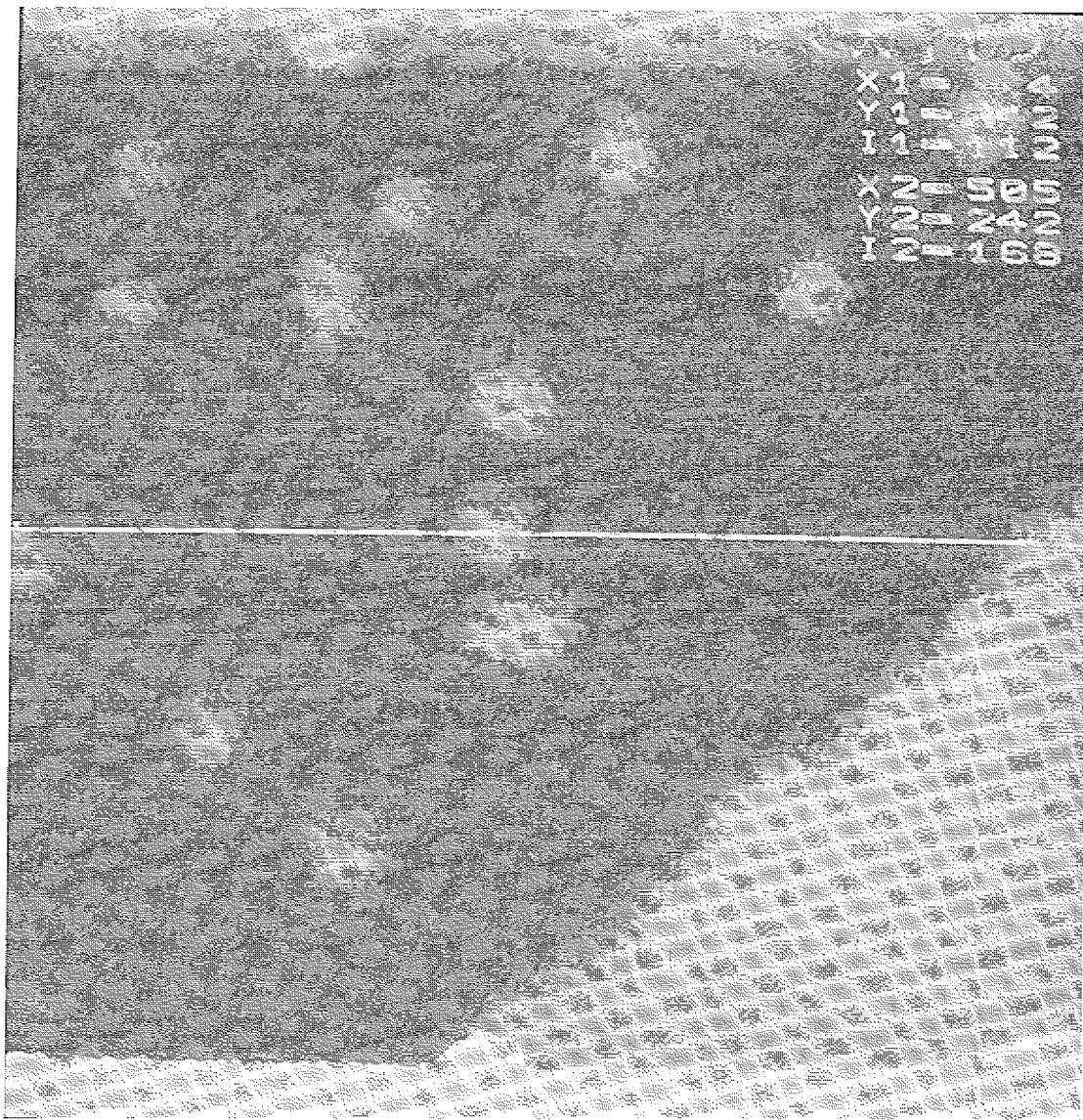


ABB. 5.33: Atomcluster in größerer Auflösung. Der Höhenverlauf entlang der eingezeichneten weißen Linie ist unten aufgetragen. Wiederum zeigt die Entfaltung mit der Monostufenbreite, daß der Cluster auf der Linie aus einem einzelnen Adatom besteht. Bildausschnitt $220 \times 220 \text{ \AA}^2$. Proben temperatur etwa 27 K.

mutlich aus zwei. Mit dem Wissen, wie groß einzelne Adatome abgebildet werden, ergibt eine Untersuchung aller Cluster die Erkenntnis, daß die kleinen alle aus ein, zwei oder allerhöchstens drei Atomen bestehen. Als Ergebnis läßt sich also festhalten, daß Silberadatome auf einer (111)-Fläche unterhalb etwa 30 K nicht mobil sind.

Ein sehr interessanter und lohnenswerter Versuch, der im Rahmen dieser Doktorarbeit aufgrund experimenteller Schwierigkeiten und später aus Zeitmangel leider nicht durchgeführt werden konnte, ist, Adatome auf den (111)-Terrassen bei tiefen Temperaturen zu erzeugen und einzufrieren, um dann bei langsamer Erwärmung

der Probe die Temperatur zu bestimmen, bei der die Adatome mobil werden. Daraus ließe sich die Aktivierungsenergie für die Diffusion von Adatomen auf der Fläche bestimmen. Außerdem könnte die Temperatur ermittelt werden, oberhalb der die monoatomaren Stufen ausgefranst erscheinen, d.h. die Aktivierungsenergie für Diffusion entlang von Stufen, und zwar in Abhängigkeit der Stufenrichtung. Ein Vergleich mit Widerstandsmessungen an dünnen Silberfilmen in Anwesenheit von Adatomen [85] zeigt Übereinstimmung darin, daß unter 30 K Silberadatomene nicht mobil sein sollten. Aus diesen Messungen wurde außerdem ein Wert von $E \simeq 0.58 \text{ eV}$ für die Aktivierungsenergie der Oberflächendiffusion von Silber auf Ag(111)-Flächen ermittelt. Das vorgeschlagene Auftau-Experiment könnte diese Messungen bestätigen bzw. um die Aktivierungsenergie für Diffusion entlang der Stufen ergänzen. Außerdem könnte bei Diskrepanzen vielleicht etwas über eine mögliche Absenkung der Aktivierungsenergien aufgrund der hohen Spitzenfeldstärken ausgesagt werden.

6 Zusammenfassung

Es wurde eine UHV-Apparatur konzipiert und aufgebaut für Struktur- und Wachstumsuntersuchungen an Oberflächen und aufgedampften Metallfilmen mit einem Rastertunnelmikroskop und hochauflösendem LEED. Es wurde eine neue Variante eines RTMs entwickelt, das für den Einsatz in UHV-Apparaturen und bei tiefen Temperaturen geeignet ist. Das RTM hat einen Temperatureinsatzbereich von unter 20 bis etwa 450 K und wird nicht extra abgekühlt, so daß große Rasterweiten auch bei tiefen Temperaturen erhalten bleiben. Die tiefen Temperaturen können ohne Einschränkung in allen Meßpositionen erreicht werden. Das RTM ist ausschleusbar, an die UHV-Kammer kann eine Probenschleuse angeschlossen werden.

Die Messungen in dieser Arbeit wurden an einer um 1.6° zum (100)-Pol fehlorientierten Ag(111)-Probe durchgeführt. Diese Orientierung ist bei Raumtemperatur offenbar nicht stabil. Die mittlere Terrassenbreite wurde mit dem SPA-LEED zu etwa 150 Å ermittelt. Mit dem RTM wurden in Ergänzung zu den SPA-LEED-Daten große (111)-Terrassen gefunden, die durch 300–400 Å breite Bereiche senkrecht zur Verkipprichtung voneinander getrennt waren. Diese Bereiche hatten dicht aufeinander folgende Stufen mit Abständen von 10–50 Å. Dies entspricht einem Fehlorientierungswinkel von etwa 5° .

Das Nahverzerrungsfeld von Schraubenversetzungen wurde mit dem RTM vermessen. Die dazugehörige Stufe in der Oberfläche hat in einer Entfernung von etwa 120 bis 200 Å von der Versetzungslinie die volle monoatomare Stufenhöhe erreicht. Die (111)-Ebene schraubt sich linear um die Versetzungslinie hoch, die Steigung ist für verschiedene Entfernungen von der Versetzungslinie gleich. Direkt an der Versetzungslinie wird oft ein Abknicken der Stufenrichtung in eine $\langle 110 \rangle$ -Richtung beobachtet. Dies ist offenbar eine Folge des kristallinen Charakters der Probe, was in klassischen Kontinuumstheorien nicht berücksichtigt wird. Es kann als Spannungsabbau durch Abgleiten entlang einer $\{111\}$ -Ebene gedeutet werden.

Defekte mit Stufenhöhen von $1/3$ und $2/3$ einer monoatomaren Stufenhöhe wurden beobachtet. Sie entstehen aufgrund von Stapelfehler in den $(\bar{1}11)$ -, $(1\bar{1}1)$ - und $(11\bar{1})$ -Ebenen. Die Ursache der Stapelfehler ist vermutlich der Ionenbeschuß bei der Probenpräparation. Sie treten sowohl an Versetzungslinien von Schraubenversetzungen und an normalen monoatomaren Stufen als auch mitten auf (111)-Terrassen auf. Die Kanten verlaufen immer entlang $\langle 110 \rangle$ -Richtungen. Die $1/3$ -Stufen gehen immer in $[11\bar{2}]$ -, $[1\bar{2}1]$ - oder $[\bar{2}11]$ -Richtung abwärts, die $2/3$ -Stufen

entsprechend in $[2\bar{1}\bar{1}]$ -, $[\bar{1}2\bar{1}]$ - und $[\bar{1}\bar{1}2]$ - Richtung. Sie treten in verschiedenen Stadien auf: mal ist nur eine Ecke oder eine Linie eingebrochen, mal eine Linie mit zwei Ecken, mal auch ein ganzes Dreieck. Das komplette Dreieck läßt sich als Stapelfehlertetraeder verstehen. Die anderen Erscheinungsformen können als verschieden weit entwickelte Stapelfehlertetraeder angesehen werden. Sie erwiesen sich als sehr stabil.

Die monoatomaren Stufen erschienen im Gegensatz zu den submonoatomaren Stufen in den RTM-Bildern bei Raumtemperatur immer „ausgefranst“. Die Annahme, es handle sich hier um an den Stufen entlangdiffundierende Atome, wurde durch das Bild einer Schraubenversetzung mit einem ausgefranstem Teil und einem scharfen Teil entlang einer $\langle 110 \rangle$ - Richtung untermauert. Der untere Teil blieb scharf, da ein Fremdatom auf der Stufe die Diffusion der Adatome von oben nach unten verhinderte. Eine Auswertung der Stufenrauigkeit ergab zwar eine eindeutig breitere Halbwertsbreite bei den ausgefranst Stufen als bei den scharfen, aber für eine Auflösung von atomaren Abständen war die Statistik unzureichend. Allerdings zeigten die Verteilungen scharfe Flanken, was bedeutet, daß die Fluktuationen lateral scharf begrenzt sind. Durch RTM-Messungen unter 30 K wurde die Atomdiffusion-Theorie bestätigt: auch die monoatomaren Stufen zeigten kein Ausfransen mehr. Es wurden Adatome und kleine Adatomcluster auf den (111) -Terrassen bei etwa 27 K aufgelöst. Sie waren immobil, in Übereinstimmung mit Leitfähigkeitsmessungen an Adatom-bedeckten Silberschichten.

7 Ausblick

In dieser Doktorarbeit wurde eine UHV-Apparatur aufgebaut, die für Struktur- und Wachstumsuntersuchungen von Oberflächen und Metallfilmen konzipiert ist. Dabei werden SPA-LEED und RTM kombiniert. Die Stärken des RTMs wurden in dieser Arbeit eindrucksvoll demonstriert. Die Facettierung der vizinalen Silberoberfläche wurde mit dem RTM im Detail aufgelöst. Dies ergänzte die SPA-LEED-Ergebnisse. Desweiteren wurden Defekte mit submonoatomaren Stufenhöhen abgebildet, die für das LEED nicht wahrnehmbar waren. Sie konnten sogar in verschiedenen Entwicklungsstadien beobachtet werden. Die Diffusion von Adatomen entlang von Stufen konnte gezeigt werden. Zum Schluß wurden sogar einzelne eingefrorene Adatome auf den (111)-Terrassen abgebildet. Dabei wurde der große Temperatureinsatzbereich des RTMs ausgenutzt. Das Konzept der Apparatur hat sich hervorragend bewährt.

Der Vergleich der beiden Meßmethoden kann in Zukunft noch ausgebaut werden. Abb.6.1 zeigt die Zusammenhänge zwischen Strukturen und Größen im Realraum und ihren Pendants im reziproken Raum. Aus der Autokorrelationsfunktion eines RTM-Bildes lassen sich die Verteilungen von Stufen, von Inselgrößen und -abständen bestimmen, die sich dann mit den aus den SPA-LEED-Messungen gewonnenen Verteilungen vergleichen lassen. Inzwischen wurden erstmals auf diese Art und Weise mittlere Inselgrößen und -abstände aus RTM-Bildern gewonnen [87].

Die Steuerelektronik des RTMs sollte so ausgebaut werden, daß I/V -Kennlinien aufgenommen werden können. Aus der ersten Ableitung dieser Kurve könnten elektronische Oberflächenzustände auch räumlich aufgelöst werden. Auch die zweite Ableitung der I/V -Kennlinie beinhaltet viel physikalische Information, die mit der inelastischen Tunnelspektroskopie gewonnen werden kann (siehe hierzu [88]). Damit könnten mit dem RTM Adsorbat- und Substratphononen gemessen werden, vielleicht sogar räumlich aufgelöst. So könnten Adatome aufgrund ihrer gut bekannten Vibrationsfrequenzen identifiziert und ihre Bindungsplätze direkt sichtbar gemacht werden. Das RTM würde dadurch elementsensitiv werden. Voraussetzungen sind ein sehr stabiler Tunnelstrom, denn die inelastischen Anteile betragen nur 0.1–1 % der gesamten Tunnelleitfähigkeit [88], und möglichst tiefe Probertemperaturen, denn die Linienbreite der Maxima ist proportional zu kT [88]. Dies stellt natürlich sehr hohe Anforderungen an das RTM. Eine solches Experiment mit einem RTM in UHV ist noch nicht veröffentlicht worden (eine Arbeit mit einem RTM in flüssig-Helium ist publiziert worden [89]).

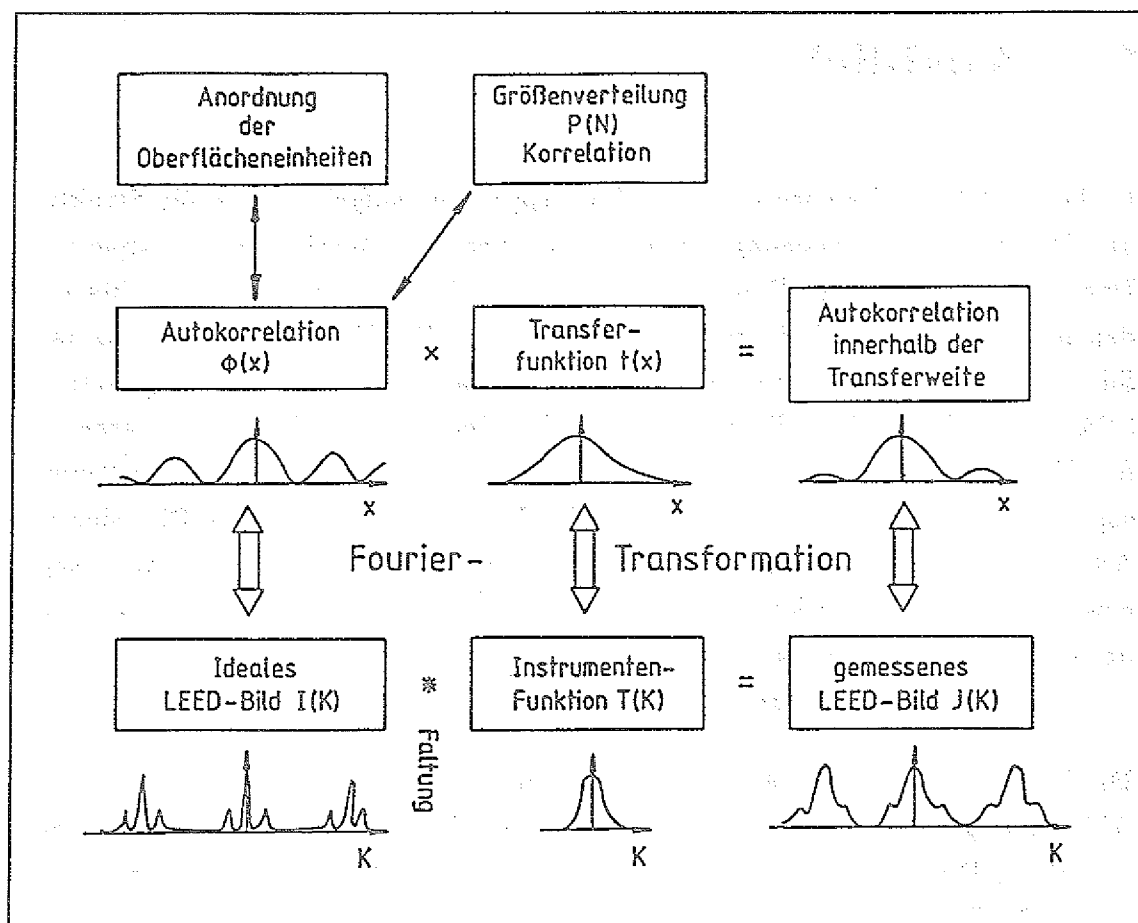


ABB. 7.1: Die Größen, die bei einer Berechnung und Auswertung eines Spotprofils in eindimensionaler Darstellung verwendet werden. Der Produkt aus der Autokorrelationsfunktion $\phi(x)$ mit der Transferfunktion (dessen Halbwertsbreite die Transferweite ist) ergibt die Autokorrelation innerhalb der Transferweite. Das Gegenstück im reziproken Raum zu allen drei Funktionen ergibt sich durch Fourier-Transformation. Für eine Auswertung eines gemessenen Spotprofils läßt sich das Schema in umgekehrter Reihenfolge anwenden. Aus [86].

Weiterführende Experimente, die von den Meßergebnissen dieser Arbeit angeregt wurden, sind die Bestimmung von Aktivierungsenergien für Oberflächendiffusion auf (111)-Terrassen und entlang von Stufen mit dem RTM. Hierzu müssen die Temperaturen bestimmt werden, oberhalb der Adatome auf den (111)-Terrassen mobil werden bzw. die monoatomaren Stufen in den RTM-Bildern ausgefranst abgebildet werden.

Desweiteren kann untersucht werden, inwieweit die Facettierung der Oberfläche bei Raumtemperatur von dem Fehlorientierungswinkel der Probe abhängt. Die Suche nach einem temperaturabhängigen Phasenübergang, bei der die Facettierung der Fläche aufgehoben wird, und deren Abhängigkeit vom Fehlorientierungswinkel können Thema eines weiteren Experiments sein. Außerdem kann der Ein-

fluß von Adsorbaten auf die Stufenanordnung und deren Temperaturabhängigkeit untersucht werden. Diese Experimente können Information über Gleichgewichtsoberflächenkonfigurationen, Stufenwechselwirkungen und Oberflächenspannungen liefern. Es gibt noch wenige Messungen auf diesem Gebiet.

Weitere Experimente sind natürlich Struktur- und Wachstumsuntersuchungen an der ganzen Vielfalt der Schichtsysteme, seien es homogene oder heterogene, epitaktische oder nicht-epitaktische. Ein wichtiger Punkt ist die Klärung der Frage, wie das System aufwächst. Wie wichtig es ist, zeigt das kürzlich nachgewiesene Doppellagenwachstum von Gold auf Ag(110) [90]. Dies ist das erste Beispiel von Doppellagenwachstum in einem metallischen System. Die hier neu aufgebaute Apparatur hat drei verschiedene Methoden, um Lageneichungen an epitaktischen Systemen durchzuführen. Die erste ist die Methode der Augerknicke. Sie kann allerdings nur bei heterogenen Systemen angewendet werden. Die zweite Methode benutzt das SPA-LEED. Hier wird das Lagenwachstum anhand von periodischen Schwankungen der gestreuten Intensität nachgewiesen, ähnlich wie bei RHEED (Beugung hochenergetischer Elektronen) und Heliumstreuung. Mit dieser Methode kann auch die Höhe der aufwachsenden Schichten ermittelt werden. Sie ist auch bei homogenen Systemen anwendbar. Die dritte Methode verwendet das RTM, das das Wachstumsverhalten direkt und unzweideutig sichtbar macht. Es bietet sich also mit dieser Apparatur die Möglichkeit, die Genauigkeiten der jeweiligen Methoden durch Vergleich ihrer Resultate miteinander zu bestimmen.

Viele Arbeitsgruppen beschäftigen sich mit magnetischen Schichtsystemen. Das Wachstumsverhalten vieler dieser Schichten, insbesondere der dünnen Eisenfilme auf Cu(100), ist nicht eindeutig geklärt. Hier könnte noch viel zum Verständnis dieser Systeme beigetragen werden.

Ein System, dessen Struktur schon lange Interesse weckt und dessen Aufklärung schon Ziel einiger RTM-Arbeiten war, ist Ag/Ag(111) bei 40 K. Der Grund für das Interesse an diesem System sind die großen Verstärkungen für einige Moden in SERS-Spektren (SERS = Oberflächen-verstärkte Raman-Streuung) nach Adsorption von Submonolagen Silber bei 40 K (siehe [91] und darin zitierte Arbeiten). Die bisherigen RTM-Messungen auf diesem System fanden jedoch alle bei Raumtemperatur statt und die Filme wurden nur bei 90 K oder gar bei Raumtemperatur aufgedampft [92–94]. Die hier aufgebaute Apparatur bietet die Möglichkeit, diese Filme bei 40 K aufzudampfen und sie bei dieser Temperatur erstmals mit dem RTM und dem SPA-LEED zu untersuchen.

In letzter Zeit werden verstärkt Messungen an Metallegierungen durchgeführt. Insbesondere ist die Frage nach der chemischen Zusammensetzung der Oberflächen im Vergleich zum Volumen von großer Bedeutung. So hat z.B. $\text{Ni}_{90}\text{Pt}_{10}$ einen Anteil von 25% Platin in der Oberfläche, der zudem nicht regelmäßig verteilt ist. Mit dem SPA-LEED wäre es vielleicht möglich, die Verteilung der Platinatome auf der Oberfläche zu bestimmen, wenn sie als chemische Inhomogenitäten aufgefaßt werden [37]. Bei sehr guter lateraler Auflösung könnte mit dem RTM vielleicht sogar die verschiedene Größe der zwei Atomsorten aufgelöst werden. Metallegierungen sind sicherlich auch Gegenstand lohnenswerter Experimente.

Die Apparatur bietet also sehr viele Möglichkeiten, interessante und neue Experimente durchzuführen. Das Potential der Apparatur ist erst zu einem Bruchteil ausgenutzt worden.

Literaturverzeichnis

- [1] G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber und E. Weibel, Phys. Rev. Lett. **49** (1982) 57
- [2] J.R. Oppenheimer, Phys. Rev. **31** (1928) 66
- [3] C.B. Duke, *Tunneling in Solids*, Solid State Physics, Vol. 10, Hrsg: F. Seitz, D. Turnbull und H. Ehrenreich, (Academic Press, New York, 1969)
- [4] R.H. Fowler und L. Nordheim, Proc. R. Soc. London **A119** (1928) 173
- [5] L.W. Nordheim, Proc. R. Soc. London, **A121** (1928) 626
- [6] J. Bardeen, Phys. Rev. Lett. **6** (1961) 57
- [7] J. Tersoff und D.R. Hamann, Phys. Rev. Lett. **50** (1983) 1998
- [8] J. Tersoff und D.R. Hamann, Phys. Rev. B **31** (1985) 805
- [9] N. Garcia, C. Ocal und F. Flores, Phys Rev. Lett. **50** (1983) 2002
- [10] E. Stoll, A. Baratoff, A. Selloni und P. Carnevali, J. Phys. C **17** (1984) 3073
- [11] E. Stoll, Surf. Sci. **143** (1984) L411
- [12] A. Baratoff, Physica **127 B** (1984) 143
- [13] G. Binnig, N. Garcia, H. Rohrer, J.M. Soler und F. Flores, Phys. Rev. B **30** (1984) 4816
- [14] N. D. Lang, IBM J. Res. Develop. **30** (1986) 335
- [15] J. Tersoff, Phys. Rev. Lett. **57** (1986) 440
- [16] W. Sacks, S. Gauthier, S. Rousset, J. Klein, M. A. Esrick, Phys. Rev. B **36** (1987) 962
- [17] G. Doyen, D. Drakova, Surf. Sci **178** (1986) 375
- [18] P.K. Hansma und J. Tersoff, J. Appl. Phys. **61** (1987) R1

- [19] R.J. Behm und W. Hösler, *Scanning Tunneling Microscopy*, Chemistry and Physics of Solid Surfaces VI, Hrsg. R. Vanselow und R. Howe, Springer Verlag, 1986, Seite 361
- [20] Y.Kuk und P.J. Silverman, *Rev. Sci. Instrum.* **60** (1989) 165
- [21] M.A. Van Hove, W.H. Weinberg, C.-M. Chan, *Low Energy Electron Diffraction*, Springer Series in Surface Sciences VI, Springer Verlag, 1986
- [22] J.B. Pendry und D.K. Saldin, *Surf. Sci.* **145** (1984) 33
- [23] D.K. Saldin, J.B. Pendry, M.A. Van Hove und G.A. Somorjai, *Phys. Rev. B* **31** (1985) 1216
- [24] P. Pikava und J.B. Pendry, *Surf. Sci.* **224** (1989) 170
- [25] K. Heinz, D.K. Saldin und J.B. Pendry, *Phys. Rev. Lett.* **55** (1985) 2312
- [26] M. Rocca, S. Lehwald und H. Ibach, *Surf. Sci.* **138** (1984) L123
- [27] M. Henzler, *Appl. Phys. A* **34** (1984) 205
- [28] M.G. Lagally, D.E. Savage und M.C. Tringides, in *Reflection High Energy Electron Diffraction and Reflection Electron Imaging of Surfaces*, Hrsg: P.K. Larsen und P.J. Dobson, NATO ASI Series, Series B: Physics Band 188, Plenum Press, Seite 139
- [29] M. Henzler, in *Reflection High Energy Electron Diffraction and Reflection Electron Imaging of Surfaces*, Hrsg: P.K. Larsen und P.J. Dobson, NATO ASI Series, Series B: Physics Band 188, Plenum Press, Seite 193
- [30] M. Henzler, *Appl. Phys.* **9** (1976) 11
- [31] M. Henzler, *Surf. Sci.* **22** (1970) 12
- [32] G. Comsa, *Surf. Sci.* **81** (1979) 57
- [33] M. Henzler, *Surf. Sci.* **19** (1970) 159
- [34] H. Busch, M. Henzler, *Surf. Sci.* **167** (1986) 534
- [35] M. Henzler, in *The Structure of Surfaces*, M.A. Van Hove, S.Y. Tong, Hrsg., Springer (1985)
- [36] R. Altsinger, H. Busch, M. Horn und M. Henzler, *Surf. Sci.* **200** (1988) 235

- [37] J. Wollschläger, J. Falta und M. Henzler, Appl. Phys. A 50 (1990) 57
- [38] R. Kariotis, D.E. Savage und M.G. Lagally, Surf. Sci. 204 (1988) 491
- [39] R. Kariotis, D.W. Kruger, D.E. Savage und M.G. Lagally, Surf. Sci. 205 (1988) 591
- [40] D.C. Jackson, T.E. Gallon und A. Chambers, Surf. Sci. 36 (1973) 381;
R. Germar, W. Dürr, J.W. Kremer, D. Pescia und W. Gudat, Appl. Phys. A 47 (1988) 393
- [41] J.W. Lyding, S.L. Skala, J.S. Hubacek, R.T. Brockenbrough, G. Gammie, Rev. Sci. Instr. 59 (1988) 1897
- [42] J.W. Lyding, S. Skala, J.S. Hubacek, R. Brockenbrough, G. Gammie, J. Microscop. 152 (1988) 371
- [43] Ch. Gerber, G. Binnig, H. Fuchs, O. Marti, H. Rohrer, Rev. Sci. Instrum. 57 (1986) 221
- [44] K.H. Besocke, Surf. Sci. 181 (1987) 145
- [45] K.H. Besocke, M. Teske, J. Frohn, J. Vac. Sci. Technol. A 6 (1988) 408
- [46] J. Frohn, J.F. Wolf, K.H. Besocke und M. Teske, Rev. Sci. Instrum. 60 (1989) 1200
Angemeldet zum Patent
J. Frohn, Diplomarbeit RWTH Aachen, 1988
- [47] Vorschlag H. Ibach
- [48] U. Littmark, H.C. Paulini und D.M. Danailov, *Plasma Surface Engineering*, Hrsg: E. Broszeit, W.D. Münz, H. Oechsner, K.-T. Rie und G.K. Wolf, Band 2, DGM Informationsgesellschaft Verlag
- [49] American Institute of Physics Handbook, S. 154f.
- [50] H. Ibach, priv. Mitteilung
- [51] Vorschlag H. Ibach
- [52] M.A. Von Hove und G.A. Somorjai, Surf. Sci. 92 (1980) 489
- [53] B. Lang, R.W. Joyner und G.A. Somorjai, Surf. Sci. 30 (1972) 440

- [54] S.R. Kelemen und I.E. Wachs, Surf. Sci. **97** (1980) L370
- [55] D.W. Blakely und G.A. Somorjai, Surf. Sci. **65** (1977) 419
- [56] C. Rottman und M. Wortis, Phys. Rep. **103** (1984) 59;
M. Wortis, in *Chemistry and Physics of Surfaces*, edited by R. Vanselow
and R. Howe, (Springer Verlag, Berlin, 1988) Bd. VII
- [57] C. Herring, Phys. Rev. **82** (1951) 87
- [58] Q. Shen, J.P. Chang, G. Navrotsky und J.M. Blakely, Phys. Rev. Lett.
64 (1990) 451
- [59] R.J. Phaneuf, E.D. Williams und N.C. Bartelt, Phys. Rev. B **38** (1988)
1984
- [60] M. Sotko und J.C. Boulliard, Surf. Sci. **214** (1989) 97
- [61] D.L. Blanchard, D.F. Thomas, H. Xu und T. Engel, Surf. Sci. **222** (1989)
477
- [62] H. van Beijeren und I. Nolden, in *Structure and Dynamics of Surfaces II*,
Hrsg. W. Schommers und P. von Blanckenhagen (Springer Verlag, Berlin,
1987)
- [63] T. Engel, in *Chemistry and Physics of Solid Surfaces VII*, Hrsg. R. Van-
selow und R. Howe (Springer Verlag, Berlin, 1988)
- [64] E.M. Pearson, T. Halicioglu und W.A. Tiller, Surf. Sci. **184** (1987) 401
- [65] R.J. Arsenault, J.R. Beeler und J.A. Simmons, Eds., *Computer Simulation
for Materials Application* (Natl. Bur. Std., MD, 1976)
- [66] T. Takai, T. Halicioglu und W.A. Tiller, Phys. Stat. Solidi **130** (1985)
131
- [67] J.M. Burgers, Proc. Kon. Ned. Akad. Wet. **42**, (1939) 293, 378
- [68] C. Kittel, *Einführung in die Festkörperphysik*, 6. Aufl.,
Oldenbourg (1983), Seite 606f.
- [69] J.D. Verhoeven, *Fundamentals of Physical Metallurgy*, Wiley (1975), Seite
96ff.
- [70] N.W. Ashcroft und N.D. Mermin, *Solid State Physics*, HRW International
Editions, Holt, Rinehart and Winston (1976), Seite 636

- [71] R.D. Heidenreich und W. Shockley, Rep. Conference Strength of Solids, Bristol 1947 (1948) Seite 57
- [72] F.C. Frank, Physica 15 (1949) 131
- [73] H. Paulini, U. Littmark, priv. Mitteilung.
Der Wert wurde mit dem TRIM-Programm für eine amorphe Probe berechnet. Channeling-Effekte treten erst bei sehr viel höheren Ionenenergien auf.
- [74] S. Amelinckx, in *Dislocations in Crystals*, Band 2 der Reihe *Dislocations in Solids*, Hrsg. F.R.N. Nabarro, North-Holland (1979)
- [75] F.C. Frank, in: *Symposium on the Plastic Deformation of Crystalline Solids* (U.S. Office of Naval Research, Washington DC, 1950) Seite 89
- [76] D. Kuhlmann-Wilsdorf, Phil. Mag. 3 (1958) 125
- [77] F. Seitz, Phys. Rev 79 (1950) 723, 890 und 1002
- [78] F.C. Frank, Proc. Roy. Soc. 62A (1949) 202
- [79] F.C. Frank und J.F. Nicholas, Phil. Mag. 44 (1953) 1213
- [80] M.H. Loretto, L.M. Clarebrough und R.L. Segall, Phil. Mag. 11 (1965) 459;
M.H. Loretto, Phil. Mag. 12 (1965) 125
- [81] S.L. Bragg und J.F. Nye, Proc. Roy. Soc. London 190 (1947) 474
- [82] S.L. Bragg, J. Sci. Instrum. 19 (1942) 148
- [83] Diese Rechnungen wurden von H. Ibach durchgeführt
- [84] J. Wintterlin, H. Brune, H. Höfer und R.J. Behm, Appl. Phys. A 47 (1988) 99
- [85] D. Stark, Surf. Sci. 189/190 (1987) 1111
- [86] M. Henzler, Surf. Sci. 152/153 (1985) 963
- [87] C.A. Lang, M.M. Dovek, J. Nogami und C.F. Quate, Surf. Sci. 224 (1989) L947
- [88] *Inelastic Electron Tunneling Spectroscopy*, Hrsg. T. Wolfram, Springer Series in Solid-State Sciences IV, (Springer-Verlag, Berlin, 1978)

- [89] D.P.E. Smith, G. Binnig und C.F. Quate, Appl. Phys. Lett. **49** (1986) 1641
- [90] P. Fenter und T. Gustafsson, Phys. Rev. Lett. **64** (1990) 1142
- [91] Ü. Ertürk, D. Gherban und A. Otto, Surf. Sci. **203** (1988) 554
A. Otto, T. Bornemann, Ü. Ertürk, I. Mrozek und C. Pettenkofer, Surf. Sci. **210** (1989) 363
Ü. Ertürk und A. Otto, Chem. Phys. Lett. **149** (1988) 284
- [92] J.K. Gimzewski, Proc. of the SPIE-The Intern. Soc. for Opt. Engin. **1009** (1989) 274
J.K. Gimzewski und A. Humbert, IBM J. of Res. and Dev. **30** (1986) 472
J.K. Gimzewski, A. Humbert, J.G. Bednorz und B. Reihl, Surf. Sci. **162** (1985) 961
J.K. Gimzewski, A. Humbert, J.G. Bednorz und B. Reihl, Phys. Rev. Lett. **55** (1985) 951
- [93] O.A. Aktsipetrov, S.I. Vasil'ev, V.I. Panov, Soviet Physics -JETP **67** (1988) 1010
O.A. Aktsipetrov, S.I. Vasil'ev, V.I. Panov, JETP Lett. **47** (1988) 226
- [94] H. Raether, Surf. Sci. **140** (1984) 31

