

Aufbau und Kalibrierung eines Raster LEED Mikroskops

Dissertation
zur Erlangung eines Doktorgrades
des Departments Physik
der Universität Hamburg

Vorgelegt von
Dipl.-Phys. Jörn Hoyer

Hamburg 2007

Gutachter der Dissertation:
Prof. Dr. H.P. Oepen
Prof. Dr. R. Anton

Gutachter der Disputation:
Prof. Dr. H.P. Oepen
Prof. Dr. A. Schreyer

Datum der Disputation:
15. Mai 2007

Vorsitzender des Prüfungsausschusses:
Dr. M. Martins

Vorsitzender des Promotionsausschusses:
Prof. Dr. G. Huber

MIN-Dekan der Fakultät:
Prof. Dr. A. Frühwald

Kurzfassung

Ein Raster LEED Mikroskop ermöglicht die Untersuchung der Kristallstruktur einer Oberfläche mit einer Informationstiefe von nur wenigen Nanometern bei einer lateralen Auflösung im Realraum von nur wenigen 10 Nanometern.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein Raster LEED Mikroskop, bestehend aus einem Rasterelektronenmikroskop mit Feldemissionskathode und einem kleinen, beweglichen LEED Detektor, in Betrieb genommen und derart optimiert, dass Kristalluntersuchungen schnell und mit sehr hoher Ortsauflösung möglich sind. Eine digitale Erfassung sowohl der Beugungsbilder als auch der Intensitätsverteilungsbilder mit Beugungscontrast wurde entwickelt und integriert. Es wurde der Einfluss der mechanischen Aufhängung des Detektors auf die Erfassung von Beugungsbildern untersucht. Darüber hinaus ist die Versorgungselektronik verbessert worden, wodurch Störungen vermieden und die Energieauflösung optimiert wurden.

Die schiefwinklige Geometrie des Aufbaus verzerrt die Beugungsbilder im LEED, was eine Identifikation der Reflexe erschwert. Aus diesem Grund wurde ein Programm entwickelt, mit dem die Positionen der Reflexe im Rahmen der kinematischen Beugungstheorie berechnet werden können. Die theoretischen Beugungsbilder wurden Anhand von Messungen an einer Pt(100) Oberfläche bestätigt.

Auf diese Weise können die Reflexe unbekannter Oberflächen einer Kristallsymmetrie zugeordnet werden. Es wird gezeigt, dass diese Zuordnung die Untersuchung polykristalliner Oberflächen, die Bestimmung der einzelnen Oberflächensymmetrien der Kristallite und sogar eine Bestimmung der Orientierung schiefwinkliger Oberflächen ermöglicht. Derartige Messungen können mit einem Raster LEED Mikroskop in nur wenigen Minuten auf Flächen von mehreren $10 \mu\text{m}^2$ durchgeführt werden.

Das LEED System verfügt über eine hohe Auflösung im reziproken Raum, das als Elektronenquelle dienende Elektronenmikroskop über eine hohe Auflösung im Realraum. Dieses ermöglicht eine kombinierte Untersuchung der Einzelreflexe sowie der dazugehörigen räumlichen Strukturen. Auf diese Weise wurden zwei Wachstumsmodi von Cu auf Fe(100) gefunden. Es konnte ein Aufwachsen in rechteckigen Kristalliten mit Größen bis zu $4 \mu\text{m}^2$, sowie in kleinen, elliptischen Inseln mit Größen kleiner $0,2 \mu\text{m}^2$ identifiziert werden. Die größeren Kristallite weisen eine facettierte Oberfläche auf. Die verschiedenen Facetten zeigten identische Beugungsbilder, weshalb ihnen keine niedrig indizierten Kristalloberflächen zugeordnet werden konnten. Die Reflexe selbst zeigten einen viereckigen Querschnitt, was auf viereckige Strukturdomänen, welche im Realraum nicht aufzulösen waren, mit statistischer Größenverteilung hinweist.

Die Vorteile, die das Raster LEED Mikroskop bei der ortsaufgelösten Kristalluntersuchung bietet, werden im Vergleich mit ähnlichen Techniken diskutiert.

Abstract

A scanning LEED microscope facilitates the examination of surface crystal structures with an information depth of only few nanometers and lateral real space resolution of only few 10 nanometers.

Within the scope of this work a scanning LEED microscope consisting of a scanning electron microscope with a field emission cathode and a small moving LEED detector was put into operation and optimized to enable quick crystal examinations with very high spacial resolution. A digital mapping method of both the diffraction images and the intensity distribution images including diffraction contrast has been developed and integrated. The effects of the detector's mechanical mounting on the diffraction image mapping was also subject to close examination. Additionally, the supply electronics was improved which contributed to preventing disturbances and optimizing energy resolution.

The oblique-angled geometry of the assembly distorts the diffraction images in the LEED which renders an identification of reflexes difficult. Thus, a program has been developed for calculating the reflex positions using the kinematic diffraction theory. The theoretic diffraction images were confirmed by means of measurements on a Pt(100) surface.

This way, reflexes of unknown surfaces can be assigned to a crystal symmetry. It is demonstrated that this assignment allows the examination of polycrystalline surfaces, the determination of the crystallite's individual surface symmetries and even an identification of the orientation of oblique-angled surfaces. Such measurements can be performed with a scanning LEED microscope within a few minutes on areas of some $10 \mu\text{m}^2$.

The LEED system provides a high resolution in the reciprocal space whereas the electron microscope, which acts as the electron source, has a high real space resolution. This permits a combined examination of singular reflexes as well as of the associated spatial structures. This way, two growth modes from Cu to Fe(100) have been found. A growth in rectangular crystallites with sizes of up to $4 \mu\text{m}^2$ as well as in small elliptic islands with sizes smaller than $0,2 \mu\text{m}^2$ could be identified. The bigger crystallites have a faceted surface. The various facets show identical diffraction images which is why no low indicated crystal surface could be assigned to them. The reflexes themselves showed a quadrangular cross section which indicates quadrangular structural domains, that could not be resolved in real space, with a statistic size distribution.

The advantages the scanning LEED microscope offers for the locally resolved crystal examination are discussed in comparison with similar techniques.

Inhaltsverzeichnis

I	Einleitung	1
II	Theoretische Grundlagen	5
	1. Kontrastmechanismen der Rasterelektronenmikroskopie	5
	2. Einfache Kristallstrukturen	9
	3. Interferenz elastisch gestreuter Elektronen.....	13
	4. Beugung unter beliebigen Einfalls- und Betrachtungswinkeln	18
III	Konzept des Experiments	23
	1. Funktionsweise des Experiments	23
	2. Vergleich der Raster LEED Mikroskopie mit ähnlichen Techniken	25
IV	Experimenteller Aufbau	29
	1. Aufbau eines Raster LEED Mikroskops	31
	2. Drehmechanik des LEED Detektors	36
	a. Einfluss der Detektorposition auf die Abschneidekante	37
	b. Umsetzung der Drehmechanik beim vorliegenden Prototyp	40
	c. Verbesserungsvorschläge für die Drehmechanik.....	43
	3. Erfassbarer Raumwinkelbereich des LEED Detektors	44
	4. Spannungsversorgung und Spannungsmessung beim Raster LEED Mikroskop	47
	5. Einfluss der Diskriminatorspannung auf die Erfassung von Beugungsbildern.....	49
	6. Abbildung und Digitalisierung der Beugungsbilder	53

7. Winkelauflösungsvermögen des LEED Detektors	56
8. Einfluss von statischen Magnetfeldern auf Beugungsbilder	63
V Charakterisierung des LEED Detektors	67
1. Interpretation von Beugungsbildern mit Hilfe der kinematischen Beugungstheorie an einer Pt(100)5×1 Oberfläche	67
2. Ortsaufgelöste Beugung an polykristallinem Kupfer	73
3. Untersuchungen von Kupfer auf Fe(100).....	78
VI Zusammenfassung und Ausblick	91
Literaturverzeichnis	95
Anhang	I
A Datenerfassung mit LabVIEW7.1	I
B.1 Benutzeroberfläche des C++ Programms zur Berechnung von Beugungsbildern	VI
B.2 Wesentliche Subroutinen des C++ Programms zur Berechnung von Beugungsbildern	VIII
C Konstruktionszeichnung des Sekundärelektronendetektors für das Hitachi S800	XIV
Abbildungsverzeichnis	XXI
Abkürzungsverzeichnis.....	XXIV

Kapitel I

Einleitung

Die Erfindung des Transistors 1947 von W.B. Shockley, J. Bardeen und W. Brattain [1] und mehr noch der Übergang zur Planarbauweise der Feldeffekttransistoren hat gezeigt, wie wichtig die genaue Kenntnis über die Grenzflächen der eingesetzten Schichten ist. Die Funktionsweise eines Transistors basiert darauf, dass mehrere Schichten mit unterschiedlichen Ladungsträgern miteinander in Kontakt gebracht werden und ein Steuerstrom an der Basis über eine Schicht mit Ladungsträgern entgegengesetzter Polarität einen großen Strom vom Kollektor zum Emitter regelt. Die Qualität der Grenzflächen hat dabei einen großen Einfluss auf die Übergangswiderstände zwischen den Schichten und auf das Streuverhalten der Elektronen entlang der Grenzflächen und somit auf die Verluste bei der Energieübertragung durch den Transistor. Am Besten lässt sich die Qualität von in der Tiefe verborgenen Grenzflächen überprüfen, indem man während des Herstellungsprozesses die Kristallstruktur der Oberfläche, auf die man aufwachsen lässt, überwacht. So lässt sich erkennen, ob die beteiligten Materialien lagenweise aufwachsen, Inseln bilden oder mit welcher Kristallstruktur und Gitterkonstante aufgewachsen wird. Bei dem Wachstum von Halbleitersystemen, in denen ein zweidimensionales Elektronengas enthalten ist, sind beispielsweise möglichst glatte Oberflächen erwünscht, da die Elektronen an Unebenheiten streuen und dadurch die Elektronenbeweglichkeit hergesetzt wird [2; 3]. Dagegen ist bei dem Wachstum von selbstorganisierten Systemen, wie etwa facettiertem Silizium [4; 5], eine erhöhte Oberflächenrauigkeit sogar das Ziel, wozu Verspannungen im aufgewachsenen Material gezielt eingesetzt werden. Gerade wenn ungewöhnliche Materialkombinationen, wie beispielsweise Metall-Halbleiter-Kombinationen, verwendet werden, deren Kristallgitter und Gitterkonstanten meist stark voneinander abweichen und bei denen deshalb epitaktisches Wachstum nur selten vorkommt, muss das Wachstum besonders überwacht werden.

Nicht nur für Wachstumsprozesse sind Kristallstrukturen von großer Bedeutung. Das magnetische Verhalten und die elektronische Bandstruktur hängen empfindlich von den Abständen und den Positionen der Atome zueinander ab. So lässt sich durch

epitaktisches Wachstum von Kobalt auf Pt(100) auch bei Raumtemperatur die fcc Phase des Kobalts stabilisieren [6]. Man kann eine magnetische Schicht erzeugen, deren leichte magnetische Richtung senkrecht auf der Oberfläche steht, indem man vier bis sechs Atomlagen Kobalt auf Pt(111) aufwächst [7]. Es können durch Verspannungen, die durch unterschiedliche Gitterkonstanten der involvierten Materialien entstehen, die magnetischen Eigenschaften gezielt verändert und quasi für jedes Problem maßgeschneiderte Nanosysteme mit entsprechendem magnetischen Verhalten erstellt werden, was derzeit ein aktuelles Gebiet der Forschung ist [z.B. 8 - 15].

Unter dem wirtschaftlichen Druck der zunehmenden Miniaturisierung von elektronischen Bauelementen, das heißt der Notwendigkeit, immer mehr Bauelemente auf immer kleinerem Raum unterzubringen, werden zum einen die verwendeten Bauelemente immer kleiner und zum anderen werden neue Methoden gesucht, die Funktionen der Bauelemente durch alternative Bauweisen und unter Ausnutzung neuer oder anderer Effekte zu erfüllen. Während große Bauteile (einige μm) aus mehreren kristallin geordneten Bereichen bestehen können, die das elektronische und magnetische Verhalten des Bauteils definieren, ist das bei kleinen Bauteilen von nur einigen 10 bis einigen 100 nm nicht mehr möglich. Zudem muss die kristalline Ordnung direkt mit der Oberfläche des Bauteils einsetzen. Bei großen Bauteilen resultieren die elektronischen und magnetischen Eigenschaften aus der Mittelung über die Eigenschaften aller Kristallite. Bei kleinen Bauteilen, die nur ein oder wenige Kristallite beinhalten, hat die Orientierung der Kristallstruktur einen deutlich größeren Einfluss als bei großen. Deshalb ist es mit kleiner werdenden Strukturen immer wichtiger, die Kristallorientierung möglichst genau zu kennen. Dazu benötigt man eine oberflächenempfindliche Strukturanalyse, die im realen Raum eine Auflösung im Nanometerbereich hat.

Für die Strukturuntersuchung von Oberflächen ist die Beugung niederenergetischer Elektronen (LEED - Low Energy Electron Diffraction), erstmalig beobachtet von C. Davisson und L.H. Germer 1925 [16], besonders gut geeignet. Elektronen mit niedriger Energie (ab ca. 10 eV) haben eine dem Gitterabstand vergleichbare Wellenlänge und dringen nur wenige nm tief in einen Festkörper ein. Deshalb gewinnt man mit LEED Informationen über die Kristallstruktur der Oberfläche eines Festkörpers. LEED beruht auf Interferenz von Elektronenwellen, die an den Oberflächenatomen gestreut wurden. Allerdings wird bei LEED nur die Intensität der Beugungsreflexe ausgewertet. Die Phaseninformation wird verworfen, so dass sich ein mit LEED aufgezeichnetes Beugungsbild zur Fouriertransformierten des realen Oberflächengitters genauso verhält wie die Photographie eines Objektes zu seinem Hologramm. Aus den Eigenschaften der Fouriertransformation folgt, dass die kleinsten Abstände im realen Raum -die Atomabstände- zu den größten im Fourierraum werden. Dieses Abbildungsverhalten stellt einen der größten Vorteile von LEED dar, da die Kristallstruktur immer mit atomarer Auflösung untersucht wird. Ein Algorithmus zur Rückrechnung der mit LEED erhaltenen Beugungsbilder in den Realraum wurde erstmals von Patterson 1934 vorgeschlagen [17] und seitdem ständig weiter entwickelt. Die Bedeutung von

LEED in der Strukturuntersuchung sieht man daran, dass es jedes Jahr mehrere 100 Veröffentlichungen gibt, in denen LEED Untersuchungen verwendet werden und etliche, die versuchen, aus den Messdaten durch verbesserte Auswertungsmethoden mehr Informationen zu gewinnen, als bisher möglich [z.B. 18 - 25] oder die den experimentellen Aufbau verbessern [z.B. 26 - 34].

Das Beugungsbild bei LEED entsteht durch Interferenz der auslaufenden Elektronen an allen oberflächennahen und Oberflächenatomen, die nicht weiter als die Kohärenzlänge des einfallenden Elektronenstrahls auseinander liegen. Wenn der einfallende Elektronenstrahl jedoch einen größeren Durchmesser hat als seine Kohärenzlänge, dann überlagern sich alle Partialbeugungsbilder, die aus Gebieten mit je einer Kohärenzlänge Durchmesser kommen, zu einem Gesamtbeugungsbild. Bei dem Gesamtbeugungsbild wird die Breite der einzelnen Beugungsreflexe nur durch die Kohärenzlänge bestimmt, während die Intensität auch vom Strahldurchmesser abhängt. Bei konventionellen LEED Systemen hat der primäre Elektronenstrahl, der die Größe des untersuchten Areals definiert, einen Durchmesser von einigen 100 μm . Bei der Untersuchung einer Fläche mit vielen periodisch angeordneten Kristalliten, die kleiner sind als der Strahldurchmesser, jedoch größer als die Kohärenzlänge, würde über die gesamte ausgeleuchtete Fläche gemittelt werden. Das Beugungsbild würde aus der Struktur aller Kristallite, der Substratoberfläche und der periodischen Anordnung der Kristallite zusammengesetzt. Eine getrennte Untersuchung der Oberflächenstruktur der Kristallite ist nicht möglich.

Es gibt jedoch verschiedene Ansätze, die Auflösung von LEED im Realraum zu verbessern. In dieser Arbeit wird einer dieser Ansätze, das Raster LEED Mikroskop, vorgestellt. Das Raster LEED Mikroskop geht auf eine Idee von Kirschner und Ichinokawa zurück [35; 36], in der ein Rasterelektronenmikroskop als Elektronenquelle für das LEED Streuexperiment verwendet wird. Dabei werden Beugungsbilder von einem mit einigen 10 nm Durchmesser sehr kleinen Gebiet der Oberfläche erzeugt. Die Größe der untersuchten Gebiete wird nur durch das Auflösungsvermögen des Rasterelektronenmikroskops bestimmt. Außerdem kann, da es sich um ein Rasterelektronenmikroskop handelt, von jedem Bildpunkt ein eigenes Beugungsbild mit immer gleichem Strom aufgenommen werden und so auch von sehr kleinen Objekten die Kristallstruktur bestimmt werden.

Diese Arbeit soll einen detaillierten Einblick in den Aufbau und den Betrieb des verwendeten Prototypen eines Raster LEED Mikroskops geben und die Funktionsweise an einigen Beispielmessungen verdeutlichen. Es wird viel Wert auf die Erläuterung des Konzepts des Experiments gelegt, um einen einfachen Einstieg in das Experiment zu ermöglichen. Dazu werden in Kapitel II einige Kontrastmechanismen der Rasterelektronenmikroskopie vorgestellt, kurze Einführung in einfache Kristallgitter gegeben, sowie die kinematische Beugungstheorie erläutert. In Kapitel III wird die prinzipielle Funktionsweise des Experiments erklärt und die Vorteile gegenüber

ähnlichen Techniken diskutiert. Der eigentliche Aufbau des verwendeten Prototyps eines Raster LEED Mikroskops und dessen Charakterisierung sind in Kapitel IV aufgeführt. In Kapitel V wird anhand mehrerer Beispiele die Funktionsweise des Raster LEED Mikroskops demonstriert. Zunächst wird anhand der Beugungsbilder einer Pt(100)5x1 Oberfläche demonstriert, wie die Beugungsreflexe identifiziert werden können. Am Beispiel einer polykristallinen Kupferprobe werden Intensitätsverteilungsbilder mit Beugungscontrast vorgeführt und mit Hilfe der Beugungsbilder einzelner benachbarter Kristallite ein dreidimensionales Bild der Oberfläche erstellt. Als Anwendungsbeispiel wurde das Wachstum von Kupfer auf einem Eisenwhisker untersucht.

Kapitel II

Theoretische Grundlagen

Um die Funktionsweise des Raster LEED Mikroskops verstehen zu können, werden im Abschnitt II.1 zunächst einige maßgebliche elektronische Kontrastmechanismen der Rasterelektronenmikroskopie erläutert, mit denen die Topographie einer Oberfläche abgebildet werden kann. Diese Kontrastmechanismen sind mit Hilfe eines zusätzlichen Sekundärelektronendetektors auch mit dem Raster LEED Mikroskop zu beobachten. Im Abschnitt II.2 wird eine kurze Einleitung in den Aufbau von Festkörpern als Kristall gegeben. Die Kristallstruktur wird bei dem Raster LEED Mikroskop durch Elektronenbeugung untersucht. Deshalb werden die Grundlagen der kinematischen Beugungstheorie im Abschnitt II.3 dargestellt. Im Abschnitt II.4 soll kurz verdeutlicht werden, inwieweit sich die Beugungsbilder verändern, wenn man sie unter beliebigen Winkeln zur Oberfläche erzeugt oder betrachtet.

II.1 Kontrastmechanismen der Rasterelektronenmikroskopie

Bei der Rasterelektronenmikroskopie wird ein Elektronenstrahl auf eine Oberfläche fokussiert. Die Elektronen des Primärstrahles lösen bei ihrem Auftreffen Elektronen und Photonen aus dem Festkörper heraus, die zur Kontrastbildung verwendet werden können. An dieser Stelle sollen drei Mechanismen des Elektronenkontrasts betrachtet werden: Topographie, Materialunterschied und unterschiedliche Kristallstruktur [37].

Bei dem Auftreffen von Elektronen auf einen Festkörper werden durch verschiedene Wechselwirkungen Elektronen unterschiedlicher Energien aus dem Festkörper ausgelöst. Das Energiespektrum der freigesetzten Elektronen eines Elektronenstrahls mit einer Primärenergie von einigen keV ist schematisch in Abb. II.1 dargestellt. Es ist die Menge der Elektronen bei einer bestimmten Energie $N(E)$ aufgetragen gegen

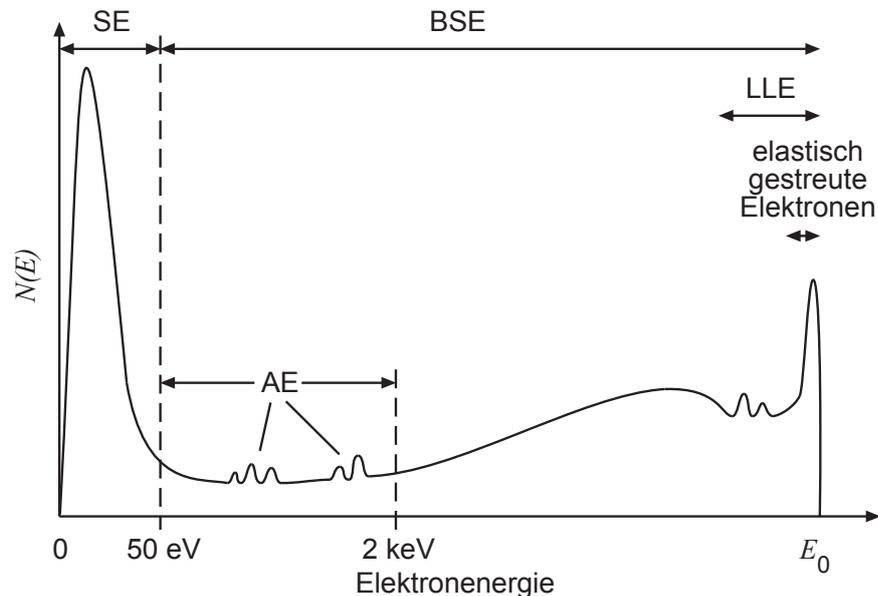


Abb. II.1: Schematisches Energiespektrum bei einer Primärenergie von einigen keV, bestehend aus den Sekundärelektronen (SE) mit einer Energie von $E_{SE} < 50$ eV, low-loss Energie Elektronen (LLE), die nur bis zu einigen 100 eV Energie verloren haben, Rückstreuelektronen (BSE - backscattered electrons) mit $E_{BSE} > 50$ eV, Augerelektronen (AE) und elastisch gestreute Elektronen [37].

ihre Energie E zusammen mit den Bezeichnungen der Elektronen in den verschiedenen Energieintervallen. Elektronen unterschiedlicher Energie tragen unterschiedliche Informationen. Die elastisch gestreuten Elektronen tragen zum Beispiel Informationen über die Gitterstruktur, während die Augerelektronen Informationen über die chemische Zusammensetzung enthalten. Elektronen mit Energien größer 50 eV werden als Rückstreuelektronen (BSE - backscattered electrons) bezeichnet; Elektronen, deren Energie nur wenig kleiner ist als die Primärenergie, werden als low lost energy Elektronen (LLE) bezeichnet. Der meist größte Teil der Elektronen verlässt den Festkörper mit einer Energie kleiner 50 eV und wird Sekundärelektronen genannt. Da die Sekundärelektronen den größten Anteil der Elektronen darstellen, wird ihre Anzahl als Hauptkontrastmechanismus bei der Rasterelektronenmikroskopie verwendet. Die mittlere freie Weglänge von Elektronen variiert mit der Energie und dem Element, in dem sich die Elektronen ausbreiten. Bei den meisten Elementen, bis auf die 3d Metalle [38], hat die mittlere freie Weglänge ein Minimum von ca. 0,5 nm bei ca. 100 eV [39]. Damit liefern Elektronen mit unterschiedlichen Energien Informationen aus unterschiedlichen Tiefen des Festkörpers. In Abb. II.2 wird gezeigt, aus welchem Volumen eines Festkörpers die Elektronen bei einem senkrecht auftreffenden Primärstrahl von einigen keV kommen. Die Sekundärelektronen haben nur eine sehr kurze Reichweite im Festkörper, weshalb sie aus einer dünnen Schicht von nur wenigen nm Dicke direkt an der Oberfläche stammen. Dabei gibt es zwei Quellen für die Sekundärelektronen: Den Primärstrahl und aus der Tiefe zurück diffundierende Rückstreuelektronen. Die größte Anzahl der Sekundärelektronen wird im allgemeinen von dem Primärstrahl ausgelöst. Auch die elastisch gebeugten Elektronen stammen aus einem

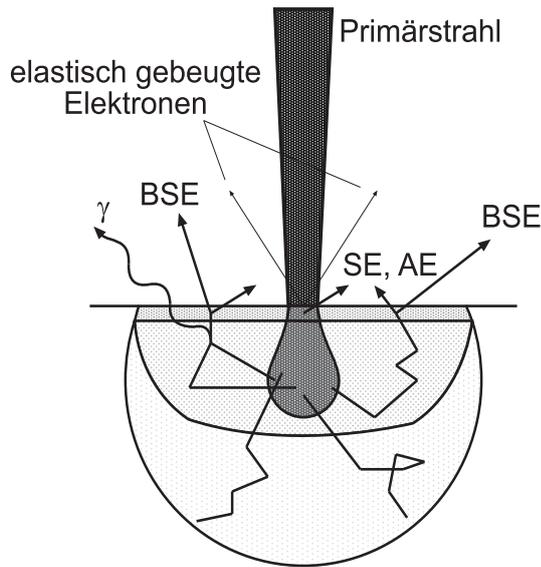


Abb. II.2: Quelle und Informationstiefe von Sekundärelektronen (SE), Rückstreuelektronen (BSE), elastisch gebeugten Elektronen, Augerelektronen (AE) und Röntgenstrahlen (γ) in der Diffusionswolke eines senkrecht einfallenden Elektronenstrahles mit einigen keV Energie. Der Grossteil der Sekundärelektronen stammt aus dem Gebiet, in dem der Primärstrahl auftrifft. Der Primärstrahl deponiert den größten Teil seiner Energie in der dunkel schraffierten Fläche. Die Rückstreuelektronen stammen aus der mittelgrauen Fläche, während aus der hellgrauen die Röntgenstrahlen stammen. Nahe der Oberfläche können die Rückstreuelektronen wieder Sekundärelektronen auslösen.[37]

tungen und Diffusion von Elektronen aus anhand einer Beispieloberfläche der Einfluss verschiedener Topographiekontraste in Linienintensitätsprofilen dargestellt.

Wenn der Elektronenstrahl senkrecht auf eine Oberfläche trifft, verlassen Elektronen aus einem kleinen Gebiet die Oberfläche, wie in Abb. II.2 dargestellt. Trifft der Primärstrahl nicht senkrecht auf die Oberfläche, so wird die Fläche, auf die der Primärstrahl auftrifft, größer und die Energie des Primärstrahls wird aus geometrischen Gründen dichter an der Oberfläche deponiert als im senkrechten Fall. Dadurch werden mehr Elektronen an einer zum Primärstrahl geneigten Oberfläche frei als bei einer senkrechten. Das führt zu einer starken Aufhellung geneigter Flächen. Mit abnehmender Primärenergie verliert dieser Mechanismus immer mehr an Bedeutung, weil auch die Eindringtiefe geringer wird. Dadurch werden weniger Sekundärelektronen in der Tiefe erzeugt, und so treten auch bei einer stark geneigten Fläche nicht mehr Elektronen aus, als bei einer ebenen. Der gleiche Mechanismus wirkt auch an scharfen Kanten und bewirkt, dass z.B. Kugeln wie ein heller Kreis mit dunkler Mitte aussehen.

kleinen Volumen, in dem der Primärstrahl auftrifft. Rückstreuelektronen sind das Ergebnis unterschiedlicher inelastischer Streuprozesse innerhalb des Festkörpers. Da die Rückstreuelektronen eine größere Energie als die Sekundärelektronen haben, ist auch das Volumen, aus dem sie entweichen. Dabei ist das Volumen, aus dem die Rückstreuelektronen stammen, nicht kugelförmig, sondern zur Oberfläche hin durch diese begrenzt und in der Tiefe des Festkörpers abgeflacht, weil nur ein Teil der inelastisch gestreuten Elektronen wieder aus der Oberfläche austreten und dadurch detektierbar werden.

Man kann ein Bild einer Oberfläche erzeugen, in demman die Helligkeit eines Bildpunktes mit der Anzahl der austretenden Elektronen verknüpft. Die Anzahl der Elektronen, die aus der Oberfläche entweichen, ist dabei ein Maß für die Helligkeit des entsprechenden Bildpunktes. Bei der Topographie gibt es im wesentlichen drei Eigenschaften, die unterschiedliche Helligkeiten verursachen: Oberflächenneigung, Abschat-

der Tiefe des Materials. In Abb. II.3 ist

Befindet sich zwischen dem Elektronendetektor und der Oberfläche ein Objekt oder ist die Oberflächennormale dem Detektor abgewandt, so sind die gradlinigen Trajektorien versperrt und die Elektronen werden abgeschirmt. Die abgeschirmte Fläche erscheint dunkel. In Abb. II.3 ist der Elektronendetektor rechts von der Abbildung. Mit einem In-lens Detektor, also einem Detektor, der sich innerhalb der Objektivlinse befindet, lässt sich dieser Effekt unterdrücken, da die Beleuchtungsrichtung des einfallenden Elektronenstrahls und Beobachtungsrichtung -die Detektorposition- identisch sind.

Wird die Primärenergie größer, so nimmt die Menge der Rückstreuerelektronen zu. Da zudem auch noch die mittlere freie Weglänge der Elektronen mit der Energie zunimmt, können sich Elektronen, die sich aus dem Material herausbewegen, auf ein größeres

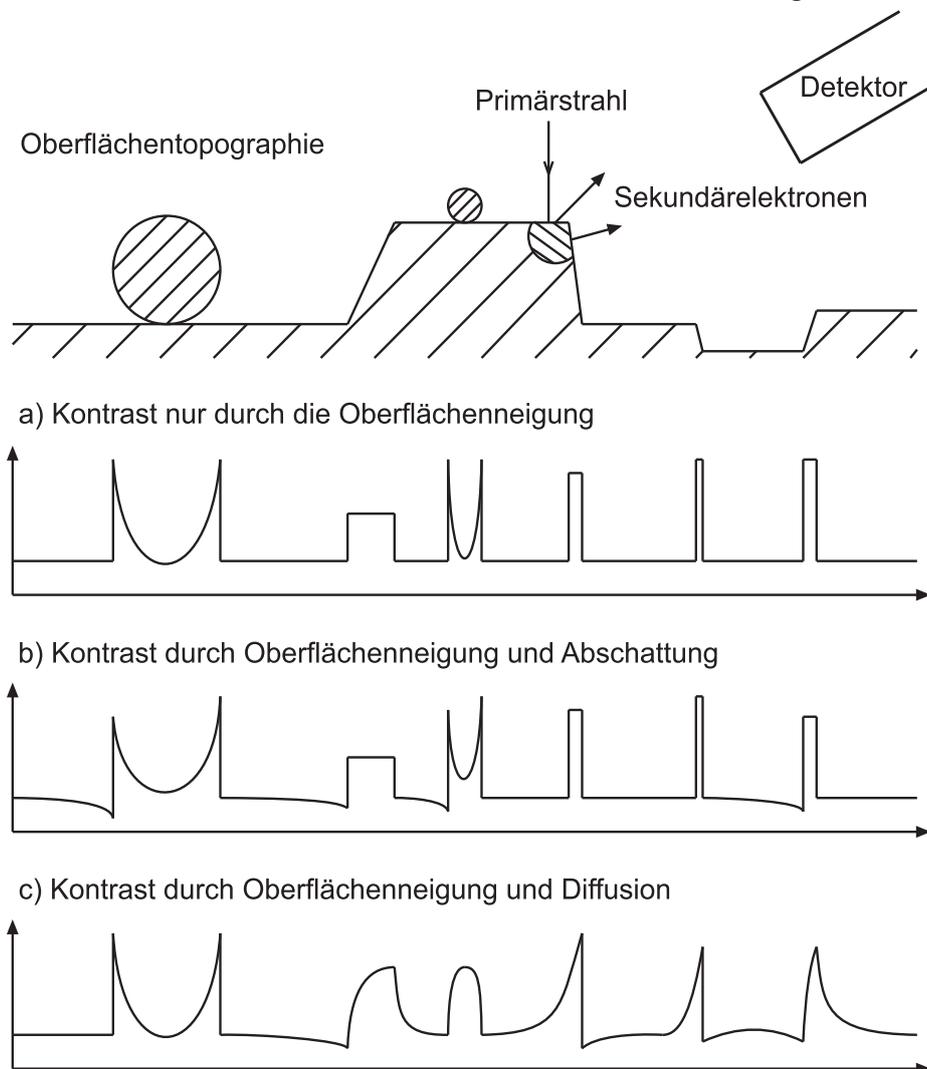


Abb. II.3: Eine schematische Darstellung verschiedener Kontrastmechanismen. Oben ist eine Darstellung der Oberflächentopographie; darunter befinden sich verschiedene Linienintensitätsprofile des Elektronensignals unter Berücksichtigung verschiedener makroskopischer Effekte, welche lokale Intensitäten und damit die Helligkeit im Bild beeinflussen können [37].

Volumen verteilen, wie in Abb. II.2 zu erkennen. Außerdem haben Rückstreuелеktronen aus der Tiefe des Materials nahe der Oberfläche so viel Energie, dass sie genau wie der Primärstrahl Sekundärelektronen auslösen können. Der Prozess, bei dem Elektronen aus der Tiefe des Materials wieder an die Oberfläche kommen, wird als Elektronendiffusion bezeichnet.

Wenn ein Objekt eine Größe hat, die mit der mittleren freien Weglänge der Elektronen vergleichbar ist, so wird das ganze Objekt gleich hell abgebildet. Ein Beispiel hierfür ist die kleine Kugel in Abb. II.3 in der Mitte, die im Gegensatz zu der großen Kugel links ganz hell wird und nicht als Ring mit dunklem Zentrum erscheint, sobald der Diffusionskontrast berücksichtigt wird.

Weil unterschiedliche Materialien verschiedene Austrittsarbeiten aufweisen (z.B. C: 5,0 eV, Cu: 4,65 eV, Pt: 5,65 eV und Na: 2,75 eV) [40] und damit unterschiedliche Materialien verschiedene Sekundärelektronenausbeuten bei gleicher Primärenergie liefern, sind auch unterschiedliche Substanzen an verschiedenen Helligkeiten zu erkennen. Diese Eigenschaft wird Materialkontrast genannt.

Auch für verschiedene kristallographische Orientierungen eines Einkristalls sind die Austrittsarbeiten unterschiedlich (z.B. Cu(100): 4,59 eV, Cu(110): 4,48 eV, Cu(111): 4,94 eV) [40], so dass auch hier unterschiedlich viele Sekundärelektronen die Oberfläche verlassen und somit verschiedene Kristalloberflächen unterschiedliche Helligkeiten haben. Da die Energiedifferenzen zwischen verschiedenen Kristallorientierungen jedoch viel kleiner sind als bei unterschiedlichen Materialien, ist der auf diese Weise entstehende Kontrast gering und nur bei sehr ebenen und reinen Materialien zu erkennen.

Grundsätzlich sind Material- und Kristallorientierungskontrast schwach gegenüber dem Topographiekontrast.

II.2 Einfache Kristallstrukturen

Aus Beobachtungen an Bergkristallen schloss der französische Naturwissenschaftler Auguste Bravais, dass ein Kristall sein Volumen mit kleinen identischen Zellen ausfüllt. Im Jahr 1849 wies er nach, dass es genau 14 mögliche Elementarzellen gibt die den ganzen Raum ausfüllen und folgende Eigenschaften besitzen [41]:

1. Die Einheitszelle ist die einfachste sich wiederholende Einheit in einem Kristall.
2. Gegenüberstehende Flächen einer Einheitszelle sind parallel.
3. Der Rand der Einheitszelle verbindet äquivalente Stellen.

Diese 14 Gitter werden Bravaisgitter genannt und sind in Abb. II.4 abgebildet.

In den Bravaisgittern lässt sich ein beliebiger Gitterpunkt mit einem Ortsvektor \mathbf{A}_j ausgehend von einem beliebigen Gitterpunkt, der als Ursprung dient, durch eine Linearkombination der Gittervektoren \mathbf{a}_1 , \mathbf{a}_2 und \mathbf{a}_3 mit ganzzahligen Koeffizienten n_{ij} erreichen.

$$\mathbf{A}_j = n_{1j}\mathbf{a}_1 + n_{2j}\mathbf{a}_2 + n_{3j}\mathbf{a}_3 \quad (1)$$

Festkörper im Gleichgewicht lassen sich im Allgemeinen einem dieser Gitter zuordnen. Teilweise müssen dazu mehrere Atome zu einer größeren Basis zusammengefasst werden, deren Zentren dann wieder Punkte in den Bravaisgittern bilden. Gleiches gilt für Materialien, die aus mehreren Atomsorten bestehen.

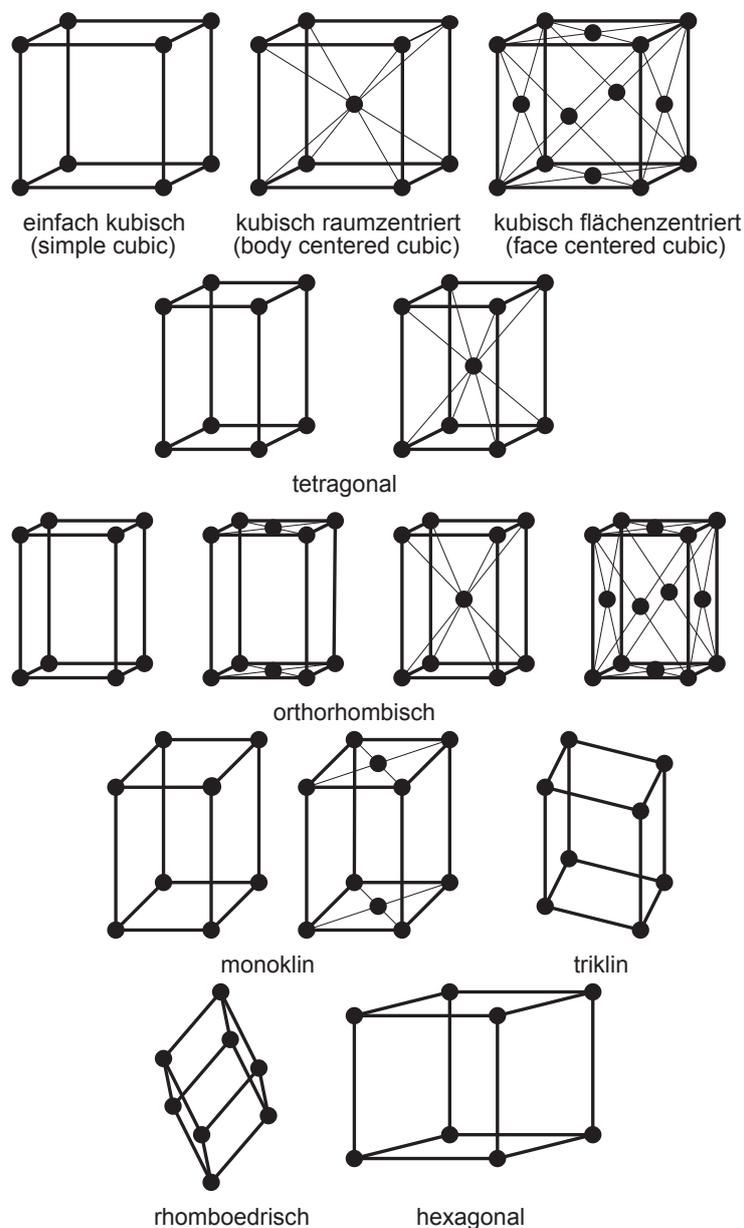


Abb. II.4: Darstellung der 14 Bravaisgitter. Die dargestellten Zellen sind die gebräuchlichen Einheitszellen, die nicht immer primitiv sind, also auch mehr als ein Atom enthalten können [42].

Mit der periodischen Anordnung der Atome eines Festkörpers in einem Kristallgitter sind viele physikalische Eigenschaften verknüpft, deren theoretische Beschreibung durch diese Periodizität deutlich vereinfacht wird. Auch wenn reale Körper von der Gitterperiodizität abweichen, können doch die Abweichungen von der Periodizität in vielen Fällen als Störungen aufgefasst werden.

Die meisten Metalle haben bei Raumtemperatur ein kubisch-flächenzentriertes Gitter (fcc - face centered cubic) (z.B. Platin, Kupfer) oder ein hexagonal-primitives Gitter (hcp - hexagonal closed package) (z.B. Kobalt, Titan), die die größte Packungsdichte haben, wenn man die Atome als starre Kugeln annimmt. Wenige Metalle, wie zum Beispiel Eisen oder Tantal haben ein kubisch raumzentriertes Gitter (bcc - body centred cubic).

An Oberflächen ist die Symmetrie des Kristalls gebrochen. Der Kristall ist nur in einer Richtung ausgedehnt. Aus dem direkten Schnitt durch die Bravaisgitter ergeben sich fünf verschiedene Anordnungen eine Fläche vollständig periodisch zu bedecken, die in Abb. II.5 dargestellt sind.

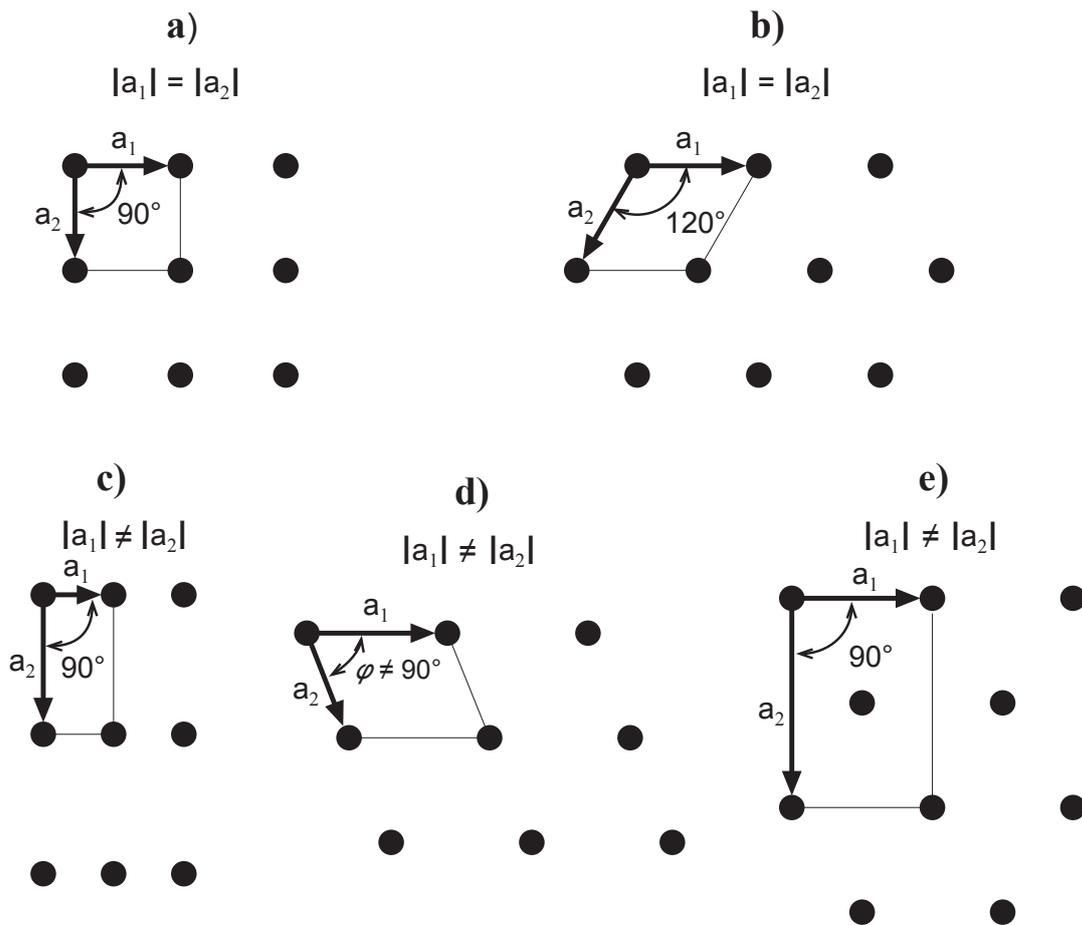


Abb. II.5: Die fünf möglichen zweidimensionalen Gitter. a) Quadratisches Gitter mit $|a_1| = |a_2|$ und $\varphi = 90^\circ$, b) Hexagonales Gitter mit $|a_1| = |a_2|$ und $\varphi = 120^\circ$, c) einfaches Rechteckgitter mit $|a_1| \neq |a_2|$ und $\varphi = 90^\circ$, d) Parallelogramm mit $|a_1| \neq |a_2|$ und $\varphi \neq 90^\circ$, e) zentriertes Rechteckgitter mit $|a_1| \neq |a_2|$ und $\varphi = 90^\circ$ als Sonderfall vom Parallelogramm mit nicht primitiver Zelle [42].

Das quadratische Gitter entsteht als [100]-Schnitt durch die kubischen Gitter, also sc, bcc und die tetragonalen Gitter, während das Rechteckgitter meist eine sc(110) oder fcc(110) Oberfläche ist. Bei einem [110]-Schnitt durch ein bcc Gitter entsteht ein zentriertes Rechteckgitter. Das hexagonale Gitter stellt eine hcp(0001) oder eine fcc(111) Oberfläche dar. Die allgemeinste Oberfläche, das Parallelogramm, ist durch [111]-Schnitte durch ein tetragonales Gitter zu erzeugen.

Auch wenn zwei unterschiedliche Materialien direkt aneinander wachsen, kommt es an der Grenzfläche zu einem Bruch der Symmetrie. Die unterschiedlichen Materialien haben womöglich die gleiche Kristallstruktur, aber sicherlich nicht die gleichen Gleichgewichtsgitterabstände. Das führt zu Verspannungen des Substrats und des aufgewachsenen Materials.

An der Oberfläche ändern sich zusätzlich die Bindungen der Atome zueinander, die ja in eine Richtung nun keinen Bindungspartner mehr haben. Damit ändert sich auch der Energiegehalt der Atome an der Oberfläche. Dieser Energieterm wird Oberflächenenergie genannt. In einem Gleichgewichtszustand ist die Oberflächenenergie minimal. Die Minimierung der Oberflächenenergie kann dazu führen, dass sich die Position der Oberflächenatome im Bezug auf ihre Position im Kristall verschiebt. Bei Oberflächen, bei denen sich die Atome verschoben haben, spricht man von rekonstruierten Oberflächen oder Oberflächenrekonstruktionen. Die erste Oberflächenrekonstruktion an einer einatomigen reinen Oberfläche wurde von S. Hagestrom, H.B. Lyon und G.A. Somorjai an einer Pt(100) Oberfläche mit einer 5×1 Überstruktur im Jahre 1965 beobachtet [43]. Die durch die Oberflächenrekonstruktionen entstandene Überstruktur wird als Linearkombination der Basisvektoren \mathbf{a}_1 und \mathbf{a}_2 der Kristalloberfläche beschrieben. Die Basisvektoren der Überstruktur \mathbf{b}_1 und \mathbf{b}_2 ergeben sich aus \mathbf{a}_1 und \mathbf{a}_2 wie folgt:

$$\begin{pmatrix} \mathbf{b}_1 \\ \mathbf{b}_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} m_{11} & m_{12} \\ m_{21} & m_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{a}_2 \end{pmatrix} = \mathfrak{M} \begin{pmatrix} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{a}_2 \end{pmatrix} \quad (2)$$

Es gibt zwei Notationen zur Benennung der Überstruktur: Eine die sehr einfach ist und für fast alle Fälle ausreicht und eine weitere, die meist nur für Spezialfälle herangezogen wird. Bei der einfacheren Notation werden die Quotienten $\mathbf{b}_1/\mathbf{a}_1$ und $\mathbf{b}_2/\mathbf{a}_2$ gebildet und der Winkel θ zwischen den Gittern ermittelt. Wenn die Gitter von Oberfläche und Überstruktur parallel verlaufen, ist der Winkel $\theta=0^\circ$ und wird in der Notation nicht mehr verwendet. Weiter wird eine primitive Einheitszelle durch ein p gekennzeichnet und eine zentrierte durch ein c. Das p für die primitive Einheitszelle wird häufig weggelassen. Zur Beschreibung der Überstruktur werden die Verhältnisse mit einem \times dargestellt und der Winkel θ nachgestellt. Die Bezeichnung Pt(100) 5×1 beschreibt also eine Platinoberfläche mit einem Normalenvektor, bei dem nur eine Komponente ungleich Null ist und die Oberfläche derart rekonstruiert, dass sich die Überstruktur

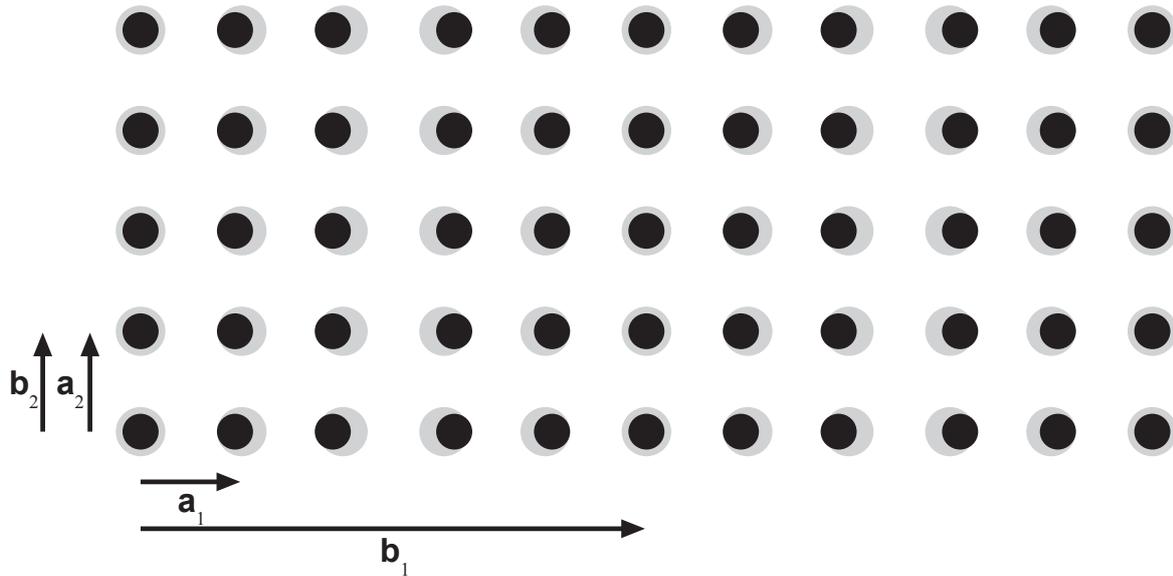


Abb. II.6: Darstellung einer 5×1 Überstruktur. Die grauen Kreise geben die Position der Oberflächenatome ohne Rekonstruktion an, während die schwarzen Kreise die durch die Rekonstruktion dagegen verschobenen Positionen beschreiben. Der Basisvektor der Überstruktur \mathbf{b}_1 ist dabei fünf Mal so lang wie der

in Richtung von \mathbf{a}_1 immer nach fünf Oberflächenatomen wiederholt. Ein Beispiel für eine 5×1 Überstruktur ist in Abb. II.6 dargestellt. Die grauen Punkte geben dabei die Position der Oberflächenatome ohne Rekonstruktion an, während die rekonstruierten Atome schwarz dargestellt sind.

Mit dieser einfachen Nomenklatur lassen sich jedoch nicht alle Überstrukturen beschreiben. Deshalb wird für komplizierte Strukturen auch direkt die Matrix \mathfrak{M} angegeben.

Die $\text{Pt}(100)5 \times 1$ in der Matrixschreibweise hat dann die Form: $\text{Pt}(100) \begin{pmatrix} 5 & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix}$.

II.3 Interferenz elastisch gestreuter Elektronen

Im Rahmen dieser Arbeit wird die Oberflächenkristallstruktur durch Interferenz elastisch gestreuter Elektronen, auch Beugung genannt, untersucht. Deshalb soll an dieser Stelle eine Einleitung in die kinematische Beugungstheorie gegeben werden. Die theoretische Beschreibung der Interferenz von Wellen ist unabhängig von der Art der Welle, zum Beispiel Materie- oder Elektromagnetische- Welle. Die Größe des untersuchten Region ist entweder von der Anzahl der Streuzentren oder von der Kohärenzlänge der gestreuten Welle abhängig, je nachdem was die kleinere Fläche bedeckt. Die Periodizitätslänge der untersuchten Struktur und die Richtung, in der Intensitätsmaxima auftreten, hängen von der Wellenlänge und der Ausbreitungsrichtung der

gestreuten Welle ab. Wie weit die Welle in ein Material eindringt ohne gestreut zu werden, ist dagegen durch die Art der Welle und ihre Wechselwirkungen mit der Materie bestimmt, in die die Welle eindringt. Wenn die zu untersuchende Periodizitätslänge den Abständen zwischen Atomen in Festkörpern entsprechen soll, also ca. $2,5 \cdot 10^{-10}$ m, so kommen verschiedene Arten von Wellen in Frage, beispielsweise Neutronen ab einer Energie von ca. 10 meV, Röntgenphotonen ab einer Energie von ca. 1 keV und Elektronen ab einer Energie von ca. 10 eV [44]. Von diesen drei Wellenarten eignen sich wegen ihrer kleinen freien Weglänge in Materie besonders langsame Elektronen zur Untersuchung von Oberflächen.

Die Interferenz von gestreuten Wellen lässt sich mit dem Huygens'schen Prinzip einfach beschreiben. Eine ebene Welle fällt auf eine Oberfläche. Von jedem Streukörper, bei einer Oberfläche also von jedem Oberflächenatom, geht eine Kugelwelle aus, die mit allen anderen Kugelwellen, die von den anderen Oberflächenatomen ausgesandt wurden, interferiert. Ob die Interferenz konstruktiv oder destruktiv ist, wird durch den Gangunterschied $\Delta\lambda$ bestimmt. Der Gangunterschied errechnet sich aus dem Winkel φ_0 der einfallenden, φ der ausfallenden Welle und dem Abstand a der Streuzentren an der Oberfläche. Die Geometrie der Streuung ist in Abb. II.7 dargestellt. Ist der Gangunterschied gleich einem ganzzahligen Vielfachen der Wellenlänge, so handelt es sich um konstruktive Interferenz, und es liegt ein Intensitätsmaximum vor.

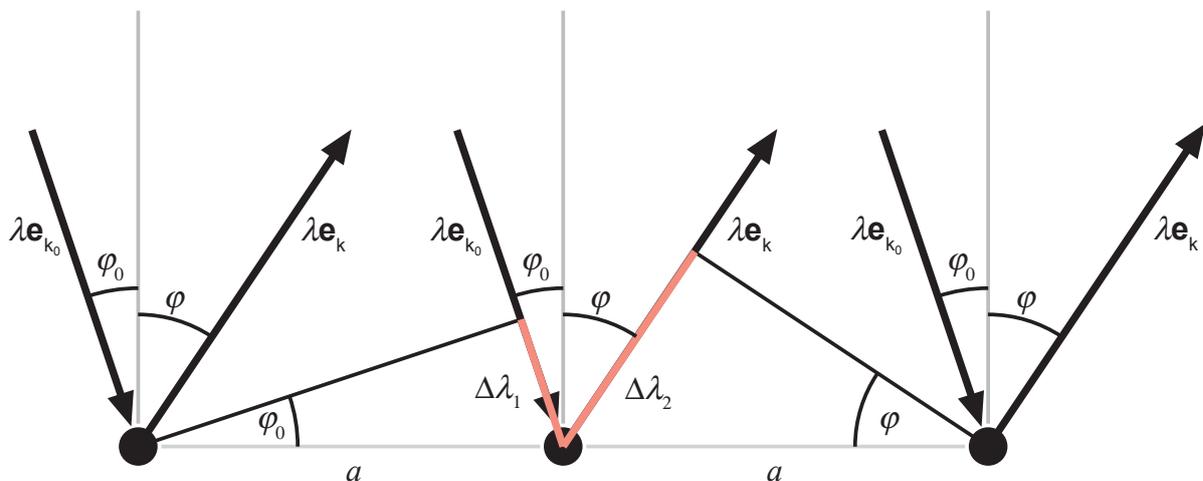


Abb. II.7: Schematische Darstellung der Streuung einer ebenen Welle an Streuzentren mit dem Abstand a in einer Ebene. Die Welle mit der Wellenlänge λ fällt in Richtung \mathbf{e}_{k_0} unter einem Winkel φ_0 auf die Streuzentren. Die ausfallende Welle hat Richtung \mathbf{e}_k und den Winkel φ . Bei einem Abstand a der Streuzentren hat die ausfallende Welle zur einfallenden einen Gangunterschied von $\Delta\lambda = \Delta\lambda_1 + \Delta\lambda_2$. Ist $\Delta\lambda$ gleich einem ganzzahligen Vielfachen der Wellenlänge λ_0 der einfallenden Welle, so liegt unter diesem Winkel konstruktive Interferenz vor.

Der Gangunterschied berechnet sich wie folgt:

$$\Delta\lambda = a(\sin\varphi - \sin\varphi_0) = n\lambda_0 = n \frac{2\pi}{|\mathbf{k}_0|} \quad (3)$$

Das negative Vorzeichen zwischen den Sinustermen ist in den unterschiedlichen Drehrichtungen der Winkel φ und φ_0 begründet und ergibt sich direkt aus Abb. II.7. Diese Beziehung wird mit der Bedingung $\varphi = -\varphi_0$ und $2a \sin \varphi = n\lambda$ auch Bragg-Bedingung genannt und gibt an, unter welchen Winkeln bei der elastischen Streuung von Wellen Intensitätsmaxima liegen.

Zur Beschreibung der Intensitätsverteilung nach der Beugung einer Welle an einer Oberfläche wird meist eine andere, äquivalente Beschreibung genutzt. Dabei wird nicht mehr das reale Kristallgitter beschrieben, sondern das reziproke Gitter, dessen Einheitsvektoren \mathbf{g}_1 , \mathbf{g}_2 und \mathbf{g}_3 sich wie folgt aus den Einheitsvektoren des realen Kristalls \mathbf{a}_1 , \mathbf{a}_2 und \mathbf{a}_3 berechnen.

$$\mathbf{g}_1 = 2\pi \frac{\mathbf{a}_2 \times \mathbf{a}_3}{\mathbf{a}_1 \cdot \mathbf{a}_2 \times \mathbf{a}_3} \quad ; \quad \mathbf{g}_2 = 2\pi \frac{\mathbf{a}_3 \times \mathbf{a}_1}{\mathbf{a}_1 \cdot \mathbf{a}_2 \times \mathbf{a}_3} \quad ; \quad \mathbf{g}_3 = 2\pi \frac{\mathbf{a}_1 \times \mathbf{a}_2}{\mathbf{a}_1 \cdot \mathbf{a}_2 \times \mathbf{a}_3} \quad (4)$$

Damit schreibt sich die Beugungsbedingung wie folgt:

$$\mathbf{k} - \mathbf{k}_0 = h\mathbf{g}_1 + k\mathbf{g}_2 + l\mathbf{g}_3 \quad \text{oder kurz} \quad \mathbf{k} - \mathbf{k}_0 = \Delta\mathbf{k} = \mathbf{G}_{hkl} \quad (5)$$

Hierbei sind h, k, l ganze Zahlen und \mathbf{G}_{hkl} ein beliebiger reziproker Gittervektor. Der große Vorteil dieser Beschreibung liegt in der einfacheren Interpretation der Beugungsbilder. Einzelne Beugungsmaxima können direkt reziproken Gittervektoren zugeordnet werden. Außerdem wird bei der Beschreibung der Beugung als Abbildung in den reziproken Raum auch deutlich, dass die kleinsten Abstände im Realraum, also die Abstände zwischen zwei Atomen des Kristallgitters an der Oberfläche, zu

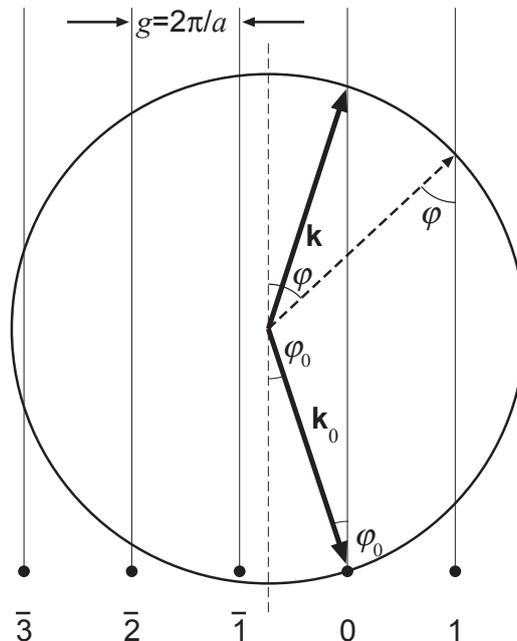


Abb. II.8: Ewaldkonstruktion an einem eindimensionalen Gitter. Es wird ein Kreis mit dem Radius $|\mathbf{k}_0|$ so gelegt, dass der Vektor \mathbf{k}_0 auf einen Punkt des reziproken Gitters zeigt. Von jedem reziproken Gitterpunkt wird eine Linie senkrecht zur Oberfläche eingezeichnet. An jedem Punkt, an dem der Kreis sich mit diesen Linien schneidet, liegt konstruktive Interferenz vor.

den größten Abständen im Beugungsbild führen. Die Beugungsreflexe, die sich direkt auf die Atome des Kristalls zurückführen lassen, werden Bragg- oder Hauptreflexe genannt. Wenn es eine periodische Struktur gibt, die eine größere Periodizitätslänge als die Gitterkonstante hat, so werden die Beugungsmaxima, die von dieser Struktur kommen, zwischen den Hauptreflexen abgebildet. Man spricht dann von einer Überstruktur bzw. von Überstruktureflexen.

Die graphische Darstellung von Gleichung (5) führt zur Ewaldkonstruktion. Bei der Ewaldkonstruktion für eine Oberfläche wird eine Hohlkugel mit dem Radius $|\mathbf{k}_0|$ im reziproken Raum so gelegt, dass der Wellenvektor \mathbf{k}_0 der einfallenden Welle genau auf einen reziproken Gitterpunkt trifft. Durch jeden reziproken Gitterpunkt wird ein Stab senkrecht zur Oberfläche gelegt. An jedem Punkt, an dem diese senkrechten Stäbe die Hohlkugel schneiden, liegt ein Beugungsmaximum. Für ein eindimensionales Gitter ist die Ewaldkonstruktion in Abb. II.8 abgebildet.

Mit den Gleichungen (3) und (5) werden nur Aussagen über die Orte der Beugungsmaxima gemacht, aber keine über deren Intensität I oder die Breite $\delta\varphi$ der Maxima. Die Intensität der Beugungsreflexe ist gleich dem Quadrat der überlagerten Amplituden, der von allen Streuzentren ausgehenden Kugelwellen, und errechnet sich wie folgt [42; 45]:

$$I = \left| \sum_m^J f_m \exp(i\Delta\mathbf{k}\mathbf{r}_m) \right|^2 \left| \sum_j^N \exp(i\Delta\mathbf{k}\mathbf{A}_j) \right|^2 = |F|^2 |P|^2 \quad (6)$$

f_m ist der Streuquerschnitt und \mathbf{r}_m der Ortsvektor des m -ten Atoms in einer Einheitszelle, N Streuzentren liegen innerhalb einer Kohärenzlänge und \mathbf{A}_j ist der Ortsvektor des j -ten Streuzentrums im realen Gitter, der sich aus den Gittervektoren \mathbf{a}_1 , \mathbf{a}_2 und \mathbf{a}_3 durch Linearkombination ergibt. Der Formfaktor F ist nur von den Atomen einer Einheitszelle abhängig und damit für jedes Gitter konstant, weshalb er für die weitere Betrachtung vernachlässigt werden kann. Die Gitteramplitude P dagegen ist eine Funktion der einfallenden und ausfallenden Welle und des Gitters. Zudem ist sie bis auf einen für jedes Gitter zwar unterschiedlichen, aber konstanten Faktor, proportional zur Intensität, weshalb sie nun näher betrachtet werden soll. Die Intensität I ist also proportional zu $|P|^2$ und berechnet sich wie folgt:

$$I \propto |P|^2 = \left| \sum_j^N \exp(i\Delta\mathbf{k}\mathbf{A}_j) \right|^2 = \quad (7)$$

$$|P|^2 = \frac{\sin^2\left(\frac{1}{2}M_1 \cdot \Delta\mathbf{k}\mathbf{a}_1\right)}{\sin^2\left(\frac{1}{2} \cdot \Delta\mathbf{k}\mathbf{a}_1\right)} \cdot \frac{\sin^2\left(\frac{1}{2}M_2 \cdot \Delta\mathbf{k}\mathbf{a}_2\right)}{\sin^2\left(\frac{1}{2} \cdot \Delta\mathbf{k}\mathbf{a}_2\right)} \cdot \frac{\sin^2\left(\frac{1}{2}M_3 \cdot \Delta\mathbf{k}\mathbf{a}_3\right)}{\sin^2\left(\frac{1}{2} \cdot \Delta\mathbf{k}\mathbf{a}_3\right)}$$

M_1 , M_2 und M_3 geben die Anzahl der Streuzentren innerhalb einer Kohärenzlänge entlang der \mathbf{a}_1 , \mathbf{a}_2 und \mathbf{a}_3 Richtung an. An Gleichung (7) ist direkt erkennbar, dass die Intensität I nur ungleich Null ist, wenn die sogenannten Laue-Bedingungen erfüllt sind:

$$\frac{1}{2}\mathbf{a}_1\Delta\mathbf{k} = h\pi \quad ; \quad \frac{1}{2}\mathbf{a}_2\Delta\mathbf{k} = k\pi \quad ; \quad \frac{1}{2}\mathbf{a}_3\Delta\mathbf{k} = l\pi \quad (8)$$

Gleichung (7) macht deutlich, dass die Intensität in erster Näherung proportional zu den Quadraten von M_1 , M_2 und M_3 ist.

$$I \propto M_1^2 \cdot M_2^2 \cdot M_3^2 \quad (9)$$

Dabei ist zu beachten, dass bei der Streuung von niederenergetischen Elektronen die Eindringtiefe der Elektronen in einen Festkörper deutlich kleiner sein kann als die Kohärenzlänge an der Oberfläche. Die Anzahl der Streuzentren M_1 und M_2 in der Oberfläche kann also deutlich größer sein als die Anzahl der Streuzentren in der Tiefe des Festkörpers M_3 . Wenn also eine ideale Kristalloberfläche vorliegt, wird die Anzahl der Streuzentren in der Oberfläche nur durch die Kohärenzlänge bestimmt. Der Einfluss der Streuzentren in der Tiefe des Festkörpers auf die Intensität der Beugungsmaxima ist also deutlich kleiner als der Einfluss der Streuzentren in der Oberfläche.

Im Folgenden wird die Breite $\delta\varphi$ der Beugungsmaxima diskutiert, also die Frage wie groß der Winkelabstand ist, der zwischen zwei Minima zwischen denen ein Hauptmaximum liegt.

Dazu betrachtet man Gleichung (7), was der Einfachheit halber nur bei einer Dimension geschehen soll.

$$|P|_{\text{1D}}^2 = \frac{\sin^2\left(\frac{1}{2}M_1 \cdot (\Delta\mathbf{k}\mathbf{a}_1 + \delta)\right)}{\sin^2\left(\frac{1}{2} \cdot (\Delta\mathbf{k}\mathbf{a}_1 + \delta)\right)} \quad (10)$$

δ ist dabei eine Variation des Skalarproduktes von $\Delta\mathbf{k}$ und \mathbf{a}_1 . Der Abstand $\delta\varphi$ zwischen zwei Nullstellen dieser Funktion ist dann [45]:

$$\delta\varphi \approx \frac{\lambda}{2M_1|\mathbf{a}_1|\cos\varphi} \quad (11)$$

Das bedeutet, dass bei kleiner werdender Wellenlänge λ bzw. mit wachsender Anzahl von Beugungszentren M_1 die Beugungsreflexe schmaler werden, also $\delta\varphi$ kleiner. Wird ein Beugungsreflex jedoch unter einem großen Ablenkungswinkel φ betrachtet, so wird der Reflex breiter.

Die Gleichungen (3) bis (11) zeigen, dass sich ein Beugungsbild eines bekannten Kristalls gut berechnen lässt. Meist steht jedoch nur ein Beugungsbild zur Verfügung, von dem man auf die Kristallstruktur schließen muss. Ein Algorithmus, um von Beugungsbildern auf die zugehörige Oberfläche zu schließen, ist das erste Mal von Patterson 1934 vorgeschlagen worden [17]. Bei der Aufnahme von Beugungsbildern wird jedoch nur die Intensität, nicht aber die Phase der Welle aufgezeichnet. Deshalb ist eine einfache Fouriertransformation, die zur Rücktransformation vom reziproken in den realen Raum ausreichen würde, nicht möglich. Ein Beugungsbild verhält sich zum reziproken Gitter eher wie eine Photographie zum photographierten Objekt. Man kann folglich Rückschlüsse auf eine betrachtete Oberfläche ziehen, aber keine definitiven Aussagen über den dreidimensionalen Aufbau der Oberfläche machen. Man kann zum Beispiel durch den Verlust der Phaseninformation bei einer 5×1 Überstruktur nicht unterscheiden, ob es sich um eine Dichtefluktuations, wie in Abb. II.6 dargestellt, handelt, oder ob jede fünfte Atomlage höher liegt. Das entspricht dem Problem bei der Photographie, das man anhand einer Photographie nicht unterscheiden kann, ob ein abgebildetes Ellipsoid konvex oder konkav ist. Die Information, ob das Ellipsoid konvex oder konkav ist, ist dagegen in einer Holographie durch das Aufzeichnen der Phaseninformation eindeutig enthalten. Die Phaseninformation bei Beugungsexperimenten zurückzugewinnen oder die Rücktransformation in den Realraum eindeutig zu machen und mehr und genauere Informationen aus den Beugungsbildern zu gewinnen, ist immer noch aktuelles Thema der Forschung [z.B. 18 - 23; 46].

II.4 Beugung unter beliebigen Einfallswinkel- und Betrachtungswinkeln

In diesem Abschnitt soll der Einfluss des Einfallswinkels und des Betrachtungswinkels auf Beugungsbilder diskutiert und anhand von Abb. II.9 demonstriert werden. Wie im vorherigen Abschnitt gezeigt, lässt sich die kinematische Beugungstheorie auf beliebige Einfallswinkel anwenden. Die Positionen der einzelnen Beugungsreflexe lässt sich auf einfache Weise mit Hilfe der Ewaldkonstruktion vorhersagen. Bei einer Betrachtung des Beugungsbildes entlang der Oberflächennormalen bilden die Beugungsreflexe ein symmetrisches Muster. Bei nicht senkrechter Betrachtung des Beugungsbildes wird jedoch die einfache Erkennung der Symmetrie erschwert, da die Beugungsreflexe auf einer Kugeloberfläche liegen. Auf der Kugeloberfläche bilden sie, senkrecht betrachtet, ein symmetrisches Muster (Abb. II.9 a und b). Weicht der Betrachtungswinkel von der Oberflächennormalen ab und schließt mit der Oberflächennormalen den Winkel ϑ ein, so ändert sich die Projektion der Reflexe und Verzerrungen der Symmetrie treten auf, die sich mit zunehmendem Winkel ϑ verstärken. Die ursprüngliche Symmetrie bei $\vartheta=0^\circ$ verschwindet. Mit wachsendem ϑ wird es immer schwieriger, die ursprüngliche Symmetrie zu erkennen. Nebeneinander liegende Reflexe bilden scheinbar bogenför-

mige Linien. Dabei wird der Abstand der Reflexe senkrecht zur Kippachse größer, während der Abstand parallel zur Kippachse gleich bleibt. Ursache hiervon ist nur die schiefwinklige Betrachtung, nicht aber die Beugung.

In Abb. II.9 sind Beugungsbilder für einen Einfallswinkel von 60° unter verschiedenen Betrachtungswinkel ϑ , die mit einem C++ Programm von N. Mikuszeit berechnet wurden, abgebildet. Das Programm ist im Anhang B.1 und B.2 näher beschrieben. Es wurde eine Pt(100) Oberfläche mit zwei um 90° zueinander gedrehten 5×1 Überstrukturen verwendet. Die Elektronenenergie beträgt 250 eV. In Abb. II.9 a, c, e und g ist die [100]-Richtung des Kristalls parallel zur Kippachse während in Abb. II.9 b, d, f und h die [110]-Richtung parallel zur Kippachse ist. Die Hauptreflexe sind grün, die Überstrukturereflexe gelb eingetragen. Der (00)-Reflex ist als grüner Stern dargestellt. Der rote Kreis entspricht dem Rand einer runden Probe unter dem jeweiligen Betrachtungswinkel. Der gelbe Kreis zeigt die Fläche, die mit dem Detektor des Raster LEED Mikroskops mit einer Messung aufgenommen werden kann. In Abb. II.9 a und b wird das Beugungsbild entlang der Normalen betrachtet. Der (00)-Reflex befindet sich jeweils am rechten Rand. Abgesehen davon, dass das Beugungsbild verschoben ist, sieht es genauso aus wie bei senkrechtem Einfall. Da allerdings die Regel von „Einfallswinkel gleich Ausfallswinkel“ gilt, muss der (00)-Reflex verschoben sein. Die Symmetrie des Beugungsbilds hat sich jedoch nicht verändert. Erst wenn der Betrachtungswinkel ϑ ungleich Null ist, wie in den anderen Beugungsbildern, verändert sich das Bild. Es sind vier verschiedene Betrachtungswinkel ϑ gezeigt: a und b $\vartheta=0^\circ$; c und d $\vartheta=30^\circ$, e und f $\vartheta=60^\circ$ und bei g und h $\vartheta=85^\circ$. Es ist zu sehen, wie die Beugungsbilder mit zunehmendem Betrachtungswinkel immer stärker verzerrt werden. Der (00)-Reflex liegt bei einem Betrachtungswinkel von 60° genau in der Mitte des gelben Kreises. Zudem ist erkennbar, dass die Überstrukturereflexe auf Kreisbögen liegen, deren Krümmung mit zunehmendem Betrachtungswinkel größer wird. Die Abstände von Reflexen entlang der Kippachse sind winkelunabhängig, während die Abstände der Reflexe senkrecht zur Kippachse winkelabhängig sind.

Die Berechnung der Beugungsbilder in Abb. II.9 erfolgte, indem zunächst mit Gleichung (5) die Positionen der Beugungsmaxima auf der Ewaldkugel bestimmt wurden. Jeder Beugungsreflex hat eine Ordnung hk , die durch seinen reziproken Gittervektor \mathbf{G}_{hkl} mit $l=0$ definiert ist. Dadurch lässt sich jedem Reflex ein Ortsvektor \mathbf{R}_{hk} zuordnen, dessen Komponenten entlang der \mathbf{g}_1 , \mathbf{g}_2 und \mathbf{g}_3 Richtung verlaufen. Der Wellenvektor \mathbf{k}_0 der einfallenden Welle verläuft immer in der durch \mathbf{g}_1 und \mathbf{g}_3 aufgespannten Ebene. Die Komponenten von \mathbf{R}_{hk} in Abb. II.9 errechnen sich wie folgt:

$$\begin{aligned} x &= (h + |\mathbf{k}_0| \cos 60^\circ) \cdot \mathbf{g}_1 \\ y &= k \cdot \mathbf{g}_2 \\ z &= \left(\sqrt{|\mathbf{k}_0|^2 - (h + |\mathbf{k}_0| \cos 60^\circ)^2 - k^2} \right) \mathbf{g}_3 \end{aligned} \tag{12}$$

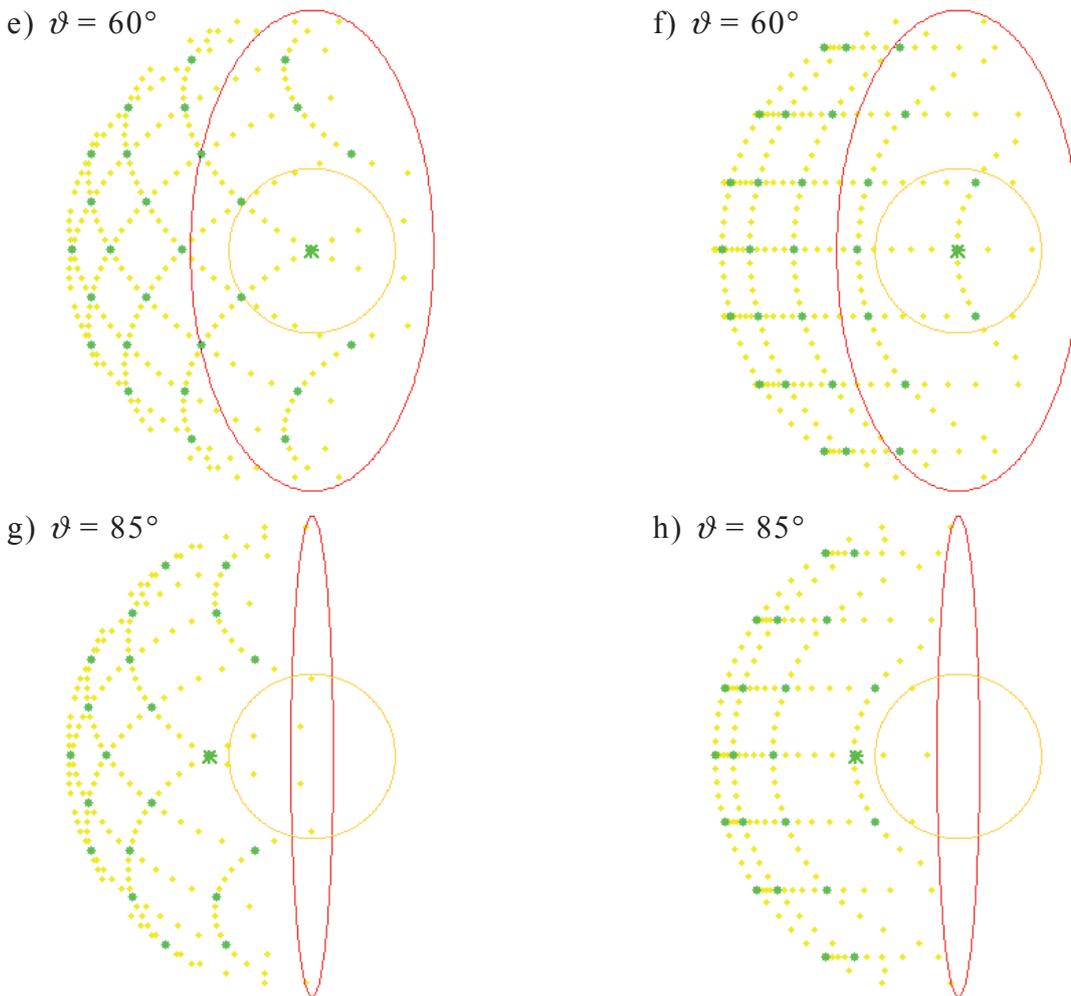


Abb. II.9: Berechnete Beugungsbilder einer Pt(100) Oberfläche mit zwei um 90° gedrehten 5×1 Rekonstruktionsdomänen bei einer Energie von 250 V und einem Einfallswinkel von 60° . Ein Schnitt durch die Ewaldkugel ist darüber gestellt, um Einfallswinkel und Betrachtungswinkel zu verdeutlichen. Es sind verschiedene Betrachtungswinkel (a, b 0° ; c, d 30° ; e, f 60° und g, h 85°) und zwei Orientierungen des Kristalls dargestellt. Bei a, c, e und g fällt der Strahl entlang einer $[100]$ -Richtung, bei b, d, f und h entlang einer $[110]$ -Richtung ein. Grüne Reflexe sind die Hauptreflexe, gelbe sind Überstrukturreflexe, der grüne Stern ist der (00) -Reflex. Der rote Kreis entspricht dem Rand einer runden Probe. Der gelbe Kreis entspricht dem Öffnungswinkel des LEED Detektors von ca. 40° .

Im allgemeinen Fall ist der Winkel, der in Abb. II.9 und in Gleichung (12) zu 60° gewählt wurde, natürlich nur durch den experimentellen Aufbau eingeschränkt. Alle Ortsvektoren \mathbf{R}_{hk} werden anschließend zunächst um den Normalenvektor der Ebene, der durch den Mittelpunkt der Ewaldkugel geht, um einen Winkel φ gedreht, wie in Gleichung (13) dargestellt.

$$\begin{pmatrix} \cos \varphi & \sin \varphi & 0 \\ -\sin \varphi & \cos \varphi & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} x \\ y \\ z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} t_x \\ t_y \\ t_z \end{pmatrix} = \mathbf{T}_{hk} \quad (13)$$

Bei Abb. II.9 ist ϑ für a) bis d) 0° und für e) bis h) 45° . Die scheinbare Verdrehung der Beugungsbilder ist in der fcc (100) Oberfläche begründet, die wie eine um 45° gedrehte sc (100) Oberfläche erscheint. Der Vektor \mathbf{T}_{hk} wiederum wird um den Betrachtungswinkel ϑ um \mathbf{g}_2 wie folgt gedreht.

$$\begin{pmatrix} \cos \vartheta & 0 & -\sin \vartheta \\ 0 & 1 & 0 \\ \sin \vartheta & 0 & \cos \vartheta \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} t_x \\ t_y \\ t_z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \tilde{x} \\ \tilde{y} \\ \tilde{z} \end{pmatrix} = \tilde{\mathbf{R}}_{hk} \quad (14)$$

Die Vektoren $\tilde{\mathbf{R}}_{hk}$ sind anschließend in Abb. II.9 eingezeichnet worden.

Kapitel III

Konzept des Experiments

In diesem Kapitel soll das Konzept und die Funktionsweise des Raster LEED Mikroskops kurz beschrieben werden. Ausserdem wird das Raster LEED Mikroskop mit andern orts aufgelösten Strukturanalyseexperimenten verglichen.

III.1 Funktionsweise des Experiments

Die Idee hinter einem Raster LEED Mikroskop ist, den Primärstrahl eines Rasterelektronenmikroskops an einem Kristall zu beugen und so ein LEED Bild von einem sehr kleinen Bereich auf der Probenoberfläche zu erzeugen. Die Technik wurde von Ichinokawa und Kirschner [35; 36] vorgeschlagen und erstmalig realisiert. Eine schematische Darstellung des Raster LEED Mikroskops ist in Abb. III.1 abgebildet. Der Primärstrahl eines Rasterelektronenmikroskops wird an der geneigten reinen Oberfläche der Probe gebeugt. Das Beugungsbild wird von einem besonders empfindlichen LEED Detektor aufgenommen, der sich frei auf einer Kugeloberfläche um die Probe herum bewegen kann. Die hohe Empfindlichkeit ist notwendig, da die Strahlströme bei Rasterelektronenmikroskopen deutlich kleiner sind als bei konventionellen LEED Systemen. Bei konventionellen LEED Systemen können die Beugungsreflexe direkt auf einem Leuchtschirm sichtbar gemacht werden. Bei dem Raster LEED Mikroskop müssen die gebeugten Elektronen erst mit Elektronenvervielfachern, die die Ortsinformation erhalten -Microchannel Plates-, vorverstärkt werden, bevor sie mit einem positionsempfindlichen Detektor (PSD) detektiert werden können.

Die Abmessungen des LEED Detektors des Raster LEED Mikroskops sollen aus mehreren Gründen klein gehalten werden: Zum einen soll um die Probe herum so wenig Raum wie möglich beansprucht werden, um Platz für zusätzliche Experimente zu lassen, zum anderen sollten die Microchannel Plates und der PSD nicht zu groß werden, da der Detektor wegen längerer Entladungszeiten sonst größere Totzeiten hat.

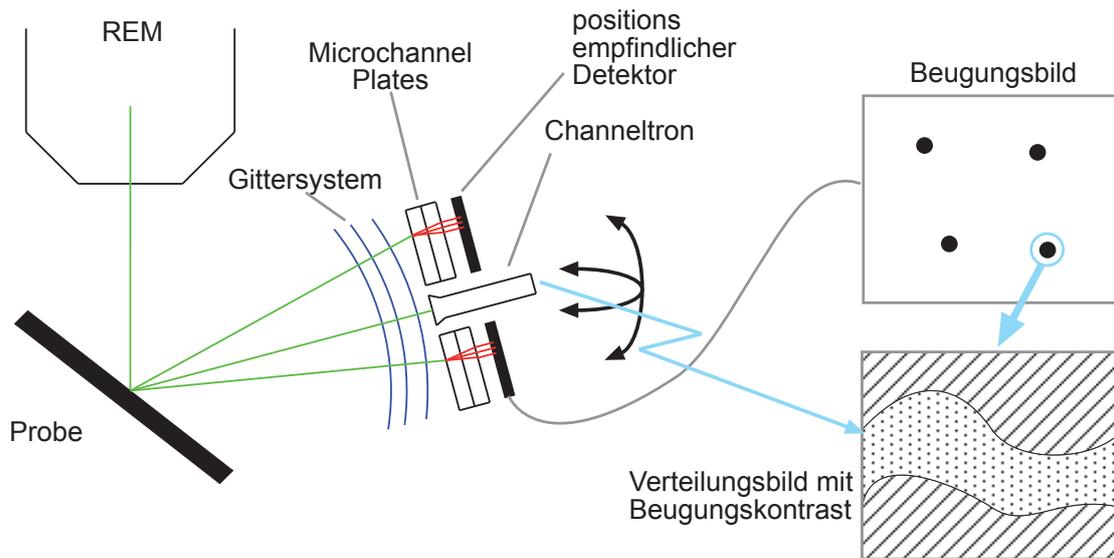


Abb. III.1: Schematische Darstellung der Funktionsweise des Raster LEED Mikroskops. Die Elektronen aus dem Rasterelektronenmikroskop (REM) werden an der Probe gebeugt. Das Beugungsbild wird mit einem kleinen auf einer Kugeloberfläche beweglichen LEED Detektor aufgenommen. Der LEED Detektor besteht aus einem Dreigittersystem, den Microchannel Plates, einem positionsempfindlichen Detektor (PSD) und einem zentrisch montierten Channeltron. Die Probe und das 1. Gitter haben das gleiche Potential während Gitter 2 und 3 nicht elastische gebeugte Elektronen reflektieren. In der Mitte des LEED Detektors befindet sich ein Channeltron Elektronenverstärker. Der Detektor kann so positioniert werden, dass ein LEED Reflex direkt in das Channeltron fällt. Wenn das REM anschließend über die Probe rastert, wird jede Stelle auf der Oberfläche, an der diese Beugungsbedingung erfüllt ist, hell abgebildet, andere Bereiche erscheinen dunkel.

Wenn die Rasterfähigkeit des Rasterelektronenmikroskops ausgenutzt wird und man nur die Intensität eines einzelnen Reflexes betrachtet, wird jedes Gebiet auf der Oberfläche, an der die Beugungsbedingung für diesen Reflex erfüllt ist, hell abgebildet, alle anderen dunkel. Man erhält also ein Verteilungsbild der Oberfläche, bei dem die Intensität des erfassten Beugungsreflexes als zusätzlicher Kontrastmechanismus dient. Die maximalen Zählraten von positionssensitiven Detektoren sind durch Entladungszeiten, die durch die Fläche der PSD's bestimmt werden, auf einige 10^4 Ereignisse pro Sekunde beschränkt. Zudem detektiert ein PSD immer auf seiner gesamten aktiven Fläche. Wenn zwei intensive Reflexe gleichzeitig von dem PSD erfasst werden, darf die Summe der Zählraten beider Reflexe die maximale Zählrate des PSD nicht überschreiten. Soll jetzt überprüft werden, von wo auf der Probe ein bestimmter Reflex kommt, ist der PSD ein schlechtes Instrument, da er alle Reflexe auf seiner aktiven Fläche erfasst und deshalb für eine gute Statistik lange Integrationszeiten benötigt. Aus diesem Grund ist in der Mitte des LEED Detektors ein Channeltron Elektronenzähler positioniert, der es ermöglicht, gezielt einzelne Beugungsreflexe aufzunehmen. Dabei kann das Channeltron eine bessere Statistik nutzen, da es zum einen nur den untersuchten Beugungsreflex aufzeichnet und zum anderen größere Zählraten als der PSD verarbeiten kann.

III.2 Vergleich der Raster LEED Mikroskopie mit ähnlichen Techniken

Es gibt unterschiedliche Ansätze, Strukturuntersuchungen auf kleinen Längenskalen durchzuführen. An dieser Stelle sollen vier Methoden im Vergleich mit dem Raster LEED Mikroskop diskutiert werden: Die Rückstreurasterelektronenmikroskopie, die niederenergetische Elektronenmikroskopie (LEEM), die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) und Rastertunnelmikroskopie mit niederenergetischer Elektronenbeugung (STM LEED). Diese Methoden wurden ausgewählt, da sie alle die Elektronenbeugung als Kontrastmechanismus nutzen oder den reziproken Raum abbilden können.

Im Unterschied zur Raster LEED Mikroskopie, bei der nur elastisch gebeugte Elektronen betrachtet werden, werden bei der Rückstreurasterelektronenmikroskopie alle Elektronen mit einer Energie größer 50 eV mit einem unbeweglichen, integrierenden und meist großflächigen Detektor registriert. Die elastisch gestreuten Elektronen sind eine Teilmenge der Rückstreuelektronen. Die Intensität der Rückstreuelektronen hängt, genau wie auch die elastisch gestreuten, stark von der Beschaffenheit der Probenoberfläche und von der Richtung, in der sie detektiert werden, ab. Mit Rückstreurasterelektronenmikroskopie sind ebenfalls unterschiedliche Kristallite erkennbar. Der reziproke Raum ist jedoch nicht direkt abbildbar. Durch Verkippen der Probe kann man die Winkelbedingungen und dadurch den Kontrast in den Intensitätsverteilungsbildern verändern. Im Gegensatz zum Raster LEED Mikroskop ist es jedoch nicht möglich, gezielt bestimmte Kristallite sichtbar zu machen, indem einzelne LEED Reflexe von genau diesem Kristallit zur Kontrastbildung verwendet werden. Außerdem ist eine Abbildung des reziproken Raumes unmöglich und damit keine Identifikation der jeweiligen Kristalloberfläche [37].

Für LEEM wird ein Elektronenstrahl mit ca. 10 keV fokussiert und auf eine Probe gelenkt. Direkt vor der Probe wird der Strahl auf sehr niedrige Energien von einigen wenigen bis einige 100 eV abgebremst. Der von der Probe reflektierte Strahl wird anschließend wieder beschleunigt und abgebildet. Je nach Brennebene bei der Abbildung kann ein Intensitätsverteilungsbild oder ein Beugungsbild der Probe betrachtet werden [47]. Die Beugungsbilder stellen dabei immer eine Überlagerung des gesamten betrachteten Gebietes dar. Somit ist es schwer, ein Beugungsbild eines einzelnen Objektes, das kleiner ist als das ausgeleuchtete Gebiet, aufzunehmen. Dazu ist eine Bildfeldblende erforderlich, die allerdings auch einen großen Teil der Abbildung ausblendet und so die Intensität des Beugungsbildes herabsetzt. Die Elektronen werden direkt vor der Probe abgebremst, was einen großen Feldgradienten von ca. 1 kV/mm erfordert. Außerdem stellt die Probe selber einen Teil der Optik dar, was die Position und die Oberflächenbeschaffenheit der Probe für LEEM sehr wichtig macht. Wenn die Probe nicht an der idealen Position ist, werden die reflektierten Elektronen nicht in die Abbildungsoptik eingefädelt. Ist die Probe nicht eben, so kann es wegen des großen

Feldgradienten an Ecken zu starken Feldverzerrungen kommen, die die anschließende Abbildung verzerren. Außerdem wird LEEM mit sehr niedrigen kinetischen Energien von nur 10 bis 200 eV betrieben. Dadurch wird das Mikroskop sehr stör anfällig, so dass das Experiment sorgfältig abgeschirmt werden muss. An dieser Stelle ist der Nachteil des Raster LEED Mikroskops, das wegen der Verwendung eines Rasterelektronenmikroskops als Elektronenquelle erst ab kinetischen Energien von ca. 200 eV funktioniert, ein Vorteil. Die Abschirmung des Raster LEED Mikroskops bedarf wegen der höheren Betriebsenergien weniger Aufwand. Der Aufbau des LEEM-Experiments mit Mikroskopsäule und Abbildungsoptik, zusammen mit der Abschirmung, machen das LEEM-Experiment teuer und so Raumintensiv, dass an gleicher Stelle nur schwer andere Experimente durchgeführt werden können. Dagegen kann beim Raster LEED Mikroskop ein „normales“ UHV kompatibles Rasterelektronenmikroskop verwendet werden, weil die Säulengeometrie nicht speziell auf das Experiment angepasst werden muss, sondern nur ein zusätzlicher Detektor eingefügt wird. Durch die Verwendung eines Rasterelektronenmikroskops ist es nicht nur möglich, Beugungsbilder von allen Objekten auf der Oberfläche mit gleich bleibender Intensität zu machen, sondern es ist auch möglich, das Raster LEED Mikroskop mit einer Vielzahl von weiteren Experimenten, wie zum Beispiel Auger Elektronen Spektroskopie (AES), Energie Dispersive Röntgenanalyse (EDX) oder Rasterelektronenmikroskopie mit Polarisationsanalyse (SEMPA) zu kombinieren.

Eine weitere Methode, die Kristallstruktur einer Probe zu untersuchen ist die Transmissionselektronenmikroskopie. Ein Elektronenstrahl mit einigen 10 keV bis einigen 100 keV Energie durchleuchtet die Probe. Die Elektronen werden beim Passieren der Probe absorbiert und gestreut, wodurch Informationen über die Topographie und Kristallstruktur der Probe gewonnen werden. Das Durchleuchten der Probe bedingt allerdings, dass die Probe nicht dicker als einige 100 nm sein darf. Alle Informationen stellen zudem eine Mittelung über die gesamte Dicke der Probe dar. Deshalb ist TEM zum einen eingeschränkt bei der Auswahl der Proben und zum anderen nicht in der Lage, Informationen über die Oberfläche zu gewinnen [48]. Ein Ansatz, mit TEM die Kristallstruktur von dickeren Proben, die nicht mehr durchstrahlt werden können, zu vermessen, ist Electron Back Scattered Diffraction (EBSD). Dabei werden Elektronen mit einigen 10 keV benutzt, die die Probe nicht durchstrahlen. Zur Kristallanalyse werden rückgestreute Elektronen in Reflektion gemessen. Es werden allerdings nicht die Braggreflexe vermessen, die am besten in der Nähe des direkt reflektierten Strahls zu erkennen sind, sondern die Kikuchi-Linien unter großen Ablenkungswinkeln [49-51]. Wegen der großen Elektronenenergie ist auch EBSD nicht oberflächenempfindlich. Mit TEM lässt sich mit sehr hoher Auflösung die Kristallstruktur bestimmen, jedoch nicht oberflächennah. Es können zwar auf geeigneten Objektträgern auch Dünnschichtsysteme angefertigt werden, da die Objektträger jedoch möglichst wenig mit den Elektronen wechselwirken sollen, ist die Auswahl der Materialsysteme eingeschränkt. Im Gegensatz dazu hat das Raster LEED Mikroskop keine Einschränkungen bei der Auswahl der untersuchten Materialien und es ist oberflächenempfindlich.

Außerdem kann mit dem Raster LEED Mikroskop, im Gegensatz zu TEM oder EBSD, auch die Struktur der Oberfläche untersucht werden.

Bei einem STM LEED werden mittels Feldemission Elektronen mit einigen 10 eV bis einigen 100 eV aus der STM Spitze ausgelöst und an der darunter liegenden Oberfläche gebeugt [29; 30]. Dabei ist aber nicht eindeutig bekannt, wie groß der ausgeleuchtete Bereich ist und durch die Nähe der STM Spitze sind die Trajektorien stark verzerrt, was die Reflexidentifizierung und die Interpretation der Aufnahmen erschwert.

Kapitel IV

Experimenteller Aufbau

Das Experiment ist in Abb. IV.1 abgebildet. In der Abbildung sind alle wichtigen Einzelkomponenten zur besseren Unterscheidbarkeit farblich unterlegt.

Bei dem Experiment handelt es sich um ein Zweikammernsystem, das zur Schwingungsdämpfung auf Luftkissen gelagert ist. Die Präparationskammer, links in Abb. IV.1, arbeitet mit einem Basisdruck von $2 \cdot 10^{-8}$ Pa, die Mikroskopkammer rechts in Abb. IV.1 mit $7 \cdot 10^{-9}$ Pa. Die Kammern sind durch ein Ventil getrennt, damit bei der Präparation auftretende Verunreinigungen nicht die Mikroskopkammer verschmutzen können. Die Probe kann zwischen den Kammern mit einem magnetisch gekoppelten Transferstab verschoben werden, der in der Präparationskammer auch als Probenhalter dient. Die Präparation von atomar reinen Oberflächen erfolgt über Ionenätz- und Heizzyklen. Dafür sind eine Ionenkanone und eine Elektronenstoßheizung integriert. Die Proben-temperatur wird durch die Farbe des Glühens bestimmt. Dabei ist die Ungenauigkeit groß, da nur das Nachglühen der Probe nach Ausschalten des Heizfilaments zu beobachten ist, sonst wird die Probe vom Filament überstrahlt. Eventuelle Kohlenstoffreste, die sich nicht durch die Ätz- und Heizzyklen entfernen lassen, werden durch Glühen in einer Sauerstoffatmosphäre wegoxidiert. Zur Überprüfung der Reinheit des Gases und zur allgemeinen Restgasanalyse dient ein Massenspektrometer. Da, wie in Kapitel V.2 beschrieben, auch Kupfer auf Eisen präpariert wird, ist ein Kupfer-tiegelverdampfer in die Präparationskammer eingebaut.

In der Mikroskopkammer werden die eigentlichen Messungen durchgeführt. Die Probe wird hierzu an einen Probenhalter übergeben. Als Elektronenquelle dient die Säule eines Hitachi S800 Feldemissionsrasterelektronenmikroskops, das für den UHV Einsatz derart modifiziert wurde, dass alle Dichtungen von Viton auf Kupfer umgestellt wurden. Als Untersuchungsmethoden stehen der Sekundärelektronendetektor des Mikroskops, die Polarisationsanalyse eines SEMPA, die in dieser Arbeit nicht verwendet wurde, und der LEED Detektor des Raster LEED Mikroskops zur Verfügung. Der LEED Detektor kann um die Probe herum bewegt werden. Die Bewegung

wird mit zwei Drehdurchführungen, die direkt unter dem Probenhalter montiert sind, gesteuert. Die Signale des LEED Detektors werden zunächst vorverstärkt und analog verrechnet, dann für die Abbildung digitalisiert.

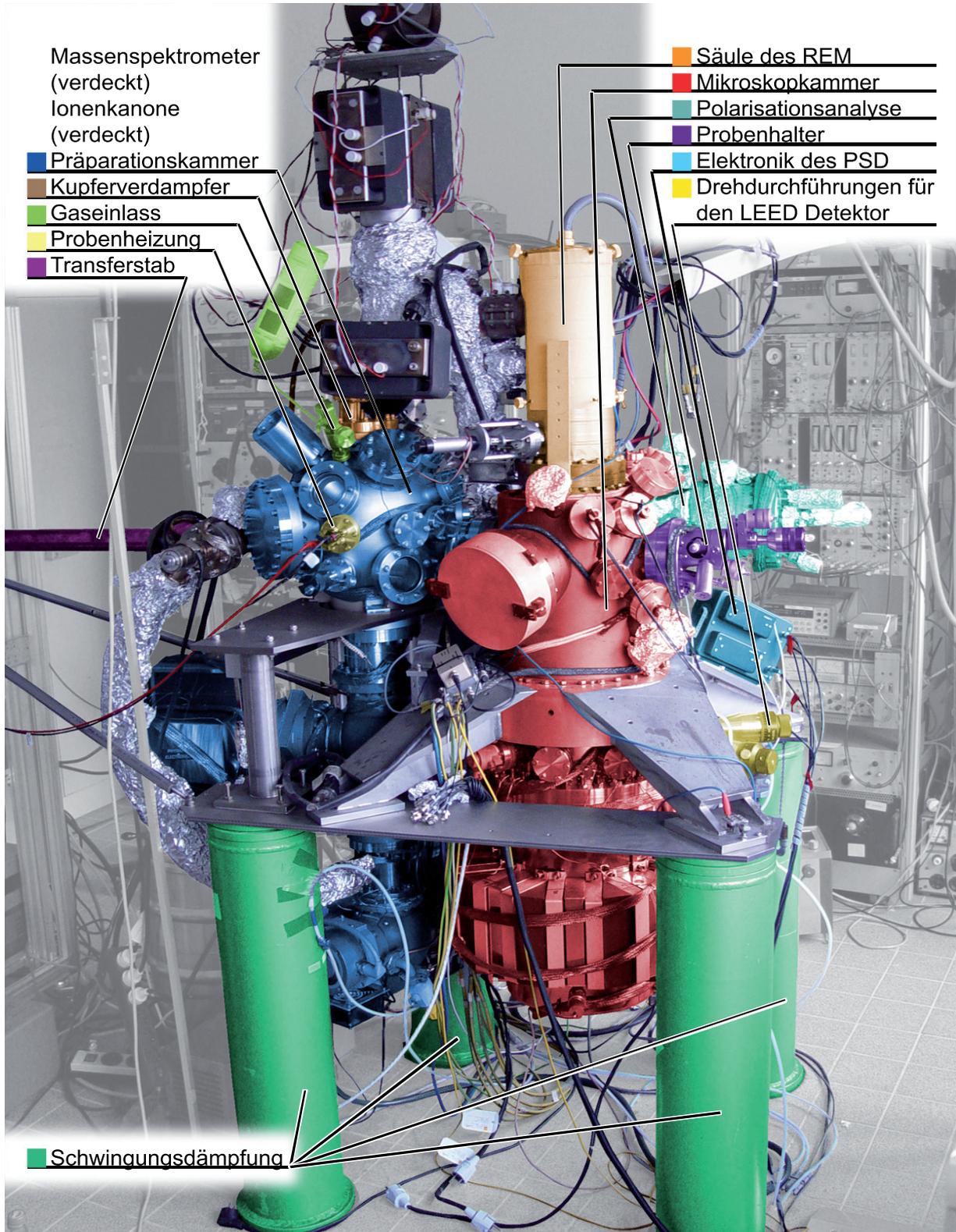


Abb. IV.1: Abbildung des Experimentes mit allen Teilelementen. Nähere Beschreibung im Text

IV.1 Aufbau eines Raster LEED Mikroskops

Für den Betrieb werden an die beiden Hauptkomponenten des Raster LEED Mikroskops, das Rasterelektronenmikroskop und den LEED Detektor, besondere Anforderungen gestellt. Ein schematischer Aufbau ist in Abb. IV.2 dargestellt. Das Mikroskop hat eine Feldemissionsquelle, verfügt über ein Zwei Linsensystem und ist für den UHV-Betrieb angepasst worden. Der LEED Detektor ist durch eine Mechanik um den Arbeitspunkt des Mikroskops beweglich. Er besteht aus einem Dreigittersystem zur Energiediskriminierung, Microchannel Plates als Ortsinformation erhaltende Elektronenvervielfacher und einem positionssensitiven Detektor. Das Mikroskop muss einen Elektronenstrahl mit möglichst großer Kohärenzlänge und, um die Beugungsbedingungen gut einstellen zu können, mit möglichst kleiner Energieverteilung erzeugen. Der LEED Detektor muss die sehr kleinen Strahlströme der Beugungsreflexe von nur ca. 2,5 bis 250 fA messen und zuordnen können.

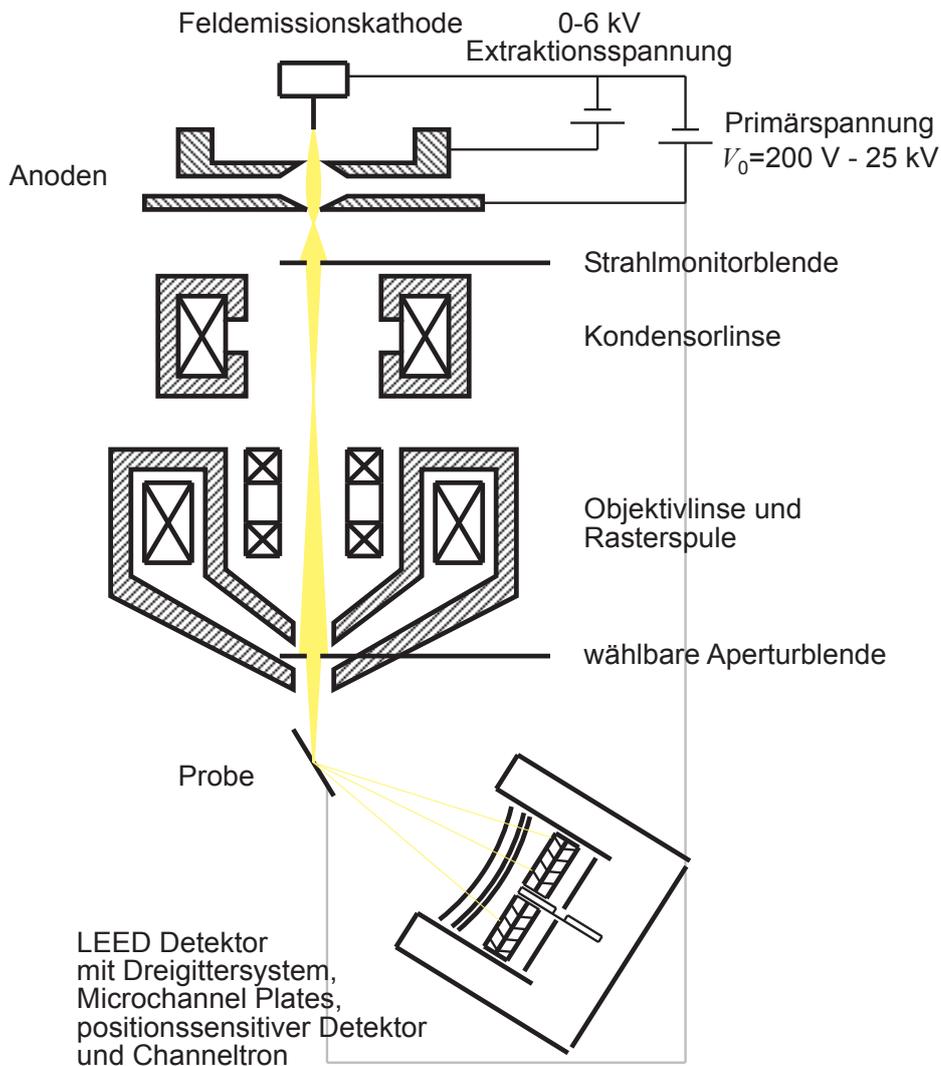


Abb. IV.2: Prinzip des Raster LEED Mikroskops. Oben das Rasterelektronenmikroskop (am Beispiel des Hitachi S800) mit Feldemissionsspitze und zwei Linsen, unten der LEED Detektor

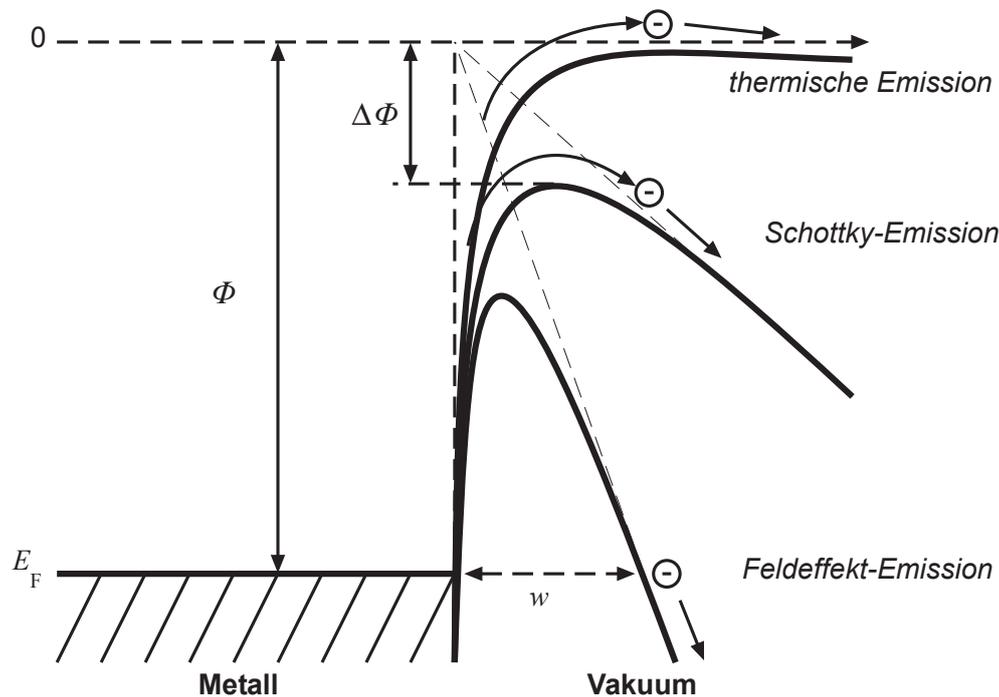


Abb. IV.3: Vergleich der Potentialverläufe an den Grenzflächen zwischen Kathode und Vakuum bei thermischer, Schottky- und Feldeffekt-Emission. Bei thermischer Emission wird die Austrittsarbeit Φ durch die thermische Anregung der Elektronen aufgebracht. Bei der Schottky-Emission wird die Austrittsarbeit zum einen durch eine Beschichtung der Kathode und zum anderen durch ein Feld im Vakuum um $\Delta\Phi$ erniedrigt, jedoch nicht so stark, dass die Elektronen vom Fermienergielevel aus tunneln könnten. Die Emission erfolgt auch hier über thermische Anregung. Bei der Feldemission ist das Feld im Vakuum so stark, dass die Barriere abhängig von dem Feld im Vakuum nur eine kleine Breite w besitzt, so dass die Elektronen direkt von der Fermikante aus in das Vakuum tunneln können. [37]

Die Forderung nach einer großen Kohärenzlänge zieht die Frage nach sich, welche Maßnahmen die Kohärenzlänge beeinflussen. Zwei Wellen sind zueinander kohärent, wenn sie über ihre Kohärenzlänge oder über eine bestimmte Zeit eine feste Phasenbeziehung zueinander haben. Das lässt sich bei einem Mikroskop durch die Fokussierung erreichen, die durch seine Linsen begrenzt ist. Das Prinzip der Linsen ist bei jedem Elektronenmikroskop gleich, allerdings unterscheidet sich die Qualität. Die Forderung nach einer möglichst kleinen Energiebreite ΔE der Gaussartigen Energieverteilung bei der Elektronenerzeugung bestimmt die Auswahl des Kathodentyps. Es gibt drei gängige Kathodenarten: Thermische-, Schottky- und Feldemissionskathoden. In Abb. IV.3 sind die jeweiligen Potentialverläufe für die drei Kathodenarten dargestellt [37].

Bei der thermischen Emission werden Elektronen thermisch aus dem Leitungsband angeregt, bis diese die Vakuumbarriere überwinden können. Die zu überwindende Austrittsarbeit Φ ist eine Materialeigenschaft, so dass auch die Temperatur, die zur Emission von Elektronen notwendig ist, materialabhängig ist. Die Betriebstemperatur einer Wolframkathode liegt bei ca. 2700 K, die einer LaB_6 -Kathode bei ca. 1700 K. Durch die thermische Anregung haben die Elektronen zum Beispiel

Energiebreiten von $\Delta E = 1-3$ eV, bei Wolframkathoden und $\Delta E = 0,5-2$ eV bei LaB_6 -Kathoden [37].

Bei der Schottky-Emission besteht die Kathode aus einem Wolframkristall der mit Zirkoniumoxid überzogen ist. Zur Emission wird zwischen der nadelförmigen Kathode und den Anoden eine Hochspannung von einigen 1 kV angelegt, so dass die Vakuumbarriere zusätzlich zur Wirkung der Beschichtung noch weiter herabgesetzt wird. Die Barriere bleibt jedoch immer noch so breit, dass Tunneleffekte vernachlässigt werden können. Die Elektronenextraktion erfolgt dann wieder thermisch, wobei jedoch eine niedrigere Energiebarriere überwunden werden muss, der Ort der Emission deutlich kleiner ist als bei der thermischen Emission und von daher eine Temperatur von ca. 1800 K ausreicht. Bei der Schottky-Emission ist die Energiebreite $\Delta E \approx 0,5$ eV groß [37].

Für die Feldeffekt-Emission wird zwischen der sehr spitzen Kathode, die zumeist aus einem Wolframeinkristall besteht, und der ersten Anode eine so große Hochspannung angelegt, dass die Vakuumbarriere dünn genug wird, um die Elektronen ohne weitere Anregungsenergie ins Vakuum tunneln zu lassen. Dabei ist das Gebiet, von dem die Elektronen aus der Kathode austreten, auf die Spitze der Kathode beschränkt. Die Feldeffekt-Emission hat eine Energiebreite von $\Delta E = 0,2-0,3$ eV. Teilweise wird die Kathode auch mit einer Temperatur von 1000 bis 1500 K betrieben. Dann spricht man von heißer Feldemission und die Energiebreite vergrößert sich auf $\Delta E = 0,3-0,5$ eV. Die Erhitzung der Kathode soll aber primär nicht den Emissionsstrom vergrößern, sondern die Spitze vor Adsorbaten und Verformungen durch Ionen aus der Umgebung schützen [37].

Die beiden Eigenschaften der Feldeffekt-Emission -kleine Energiebreite und kleiner Emissionsbereich- unterstützen eine große zeitliche wie räumliche Kohärenz, die für die anschließende Beugung am Kristall Bedingung ist. Dies und die großen Ströme aus einer kleinen Fläche machen diese Emissionsart für das Raster LEED Mikroskop ideal.

Dazu müssen allerdings die Nachteile der Feldemission beherrscht werden. Da die Kathode auf negativer Hochspannung liegt und in ihrer Umgebung große Feldgradienten vorliegen, wird dort auch das Restgas ionisiert. Die Ionen werden dann auf die Kathode beschleunigt und beschädigen diese. Deshalb stellt Feldemission hohe Anforderungen an die Güte des Vakuums in direkter Kathodennähe. Das ist eine Forderung, die sich gut mit LEED verbinden lässt, da auch für LEED ein Vakuum hoher Güte benötigt wird. Da aber immer Restgas in der Nähe der Kathode sein wird, werden auch immer Ionen auf die Kathode beschleunigt. Diese machen mit der Zeit die Spitze der Kathode stumpf. Das ist kein kontinuierlicher Prozess, sondern er tritt in Schüben auf. Dadurch ist es schwer, den Emissionsstrom stabil zu halten. Zudem muss bei kalter Feldemission die Kathode immer wieder durch kurzes intensives Heizen, flashen genannt, nachgespitzt werden.

Der Aufbau einer Feldemissionsquelle ist in Abb. IV.4 dargestellt. Bei der kalten Feldemission ist die Kathode eine sehr spitze Nadel mit einem Spitzendurchmesser von ca. 100 nm. Wird zwischen Kathode und Extraktionsanode eine Hochspannung angelegt, so kommt es im Bereich der Spitze zu starken Feldstärken. Sind diese Felder größer als 10^9 V/m, so wird die Energiebarriere aus dem Kristall so gering, dass die Elektronen heraus tunneln (Abb. IV.3).

Für diesen Prototypen des Raster LEED Mikroskops wird ein Hitachi S800 Rasterelektronenmikroskop verwendet. Bei dem S800 wird die kalte Feldemission als Elektronenquelle genutzt. Die Mikroskopsäule ist auf UHV Betrieb umgebaut worden. Das Hitachi S800 hat eine Auflösung von ca. 7 nm bei einer Primärspannung von $V_0=20$ kV. Bei $V_0=750$ V beträgt die Auflösung ca. 50 nm.

Das LEED System besteht aus drei Gittern, einem die Ortsinformation erhaltenden Elektronenverstärker (Microchannel Plate) und einem positionssensitiven Detektor (PSD) von Surface Science Laboratories mit der Bezeichnung SSL Model 239G, der aus einer Anodenplatte und vier Auskoppelkondensatoren besteht (Abb. IV.5). Sowohl Microchannel Plate als auch die Anodenplatte haben in der Mitte ein Loch, in dem zusätzlich ein Elektronenvervielfacher (Channeltron) montiert ist, der bei Verteilungsbildern mit Beugungskontrast eine bessere Statistik liefern kann als der

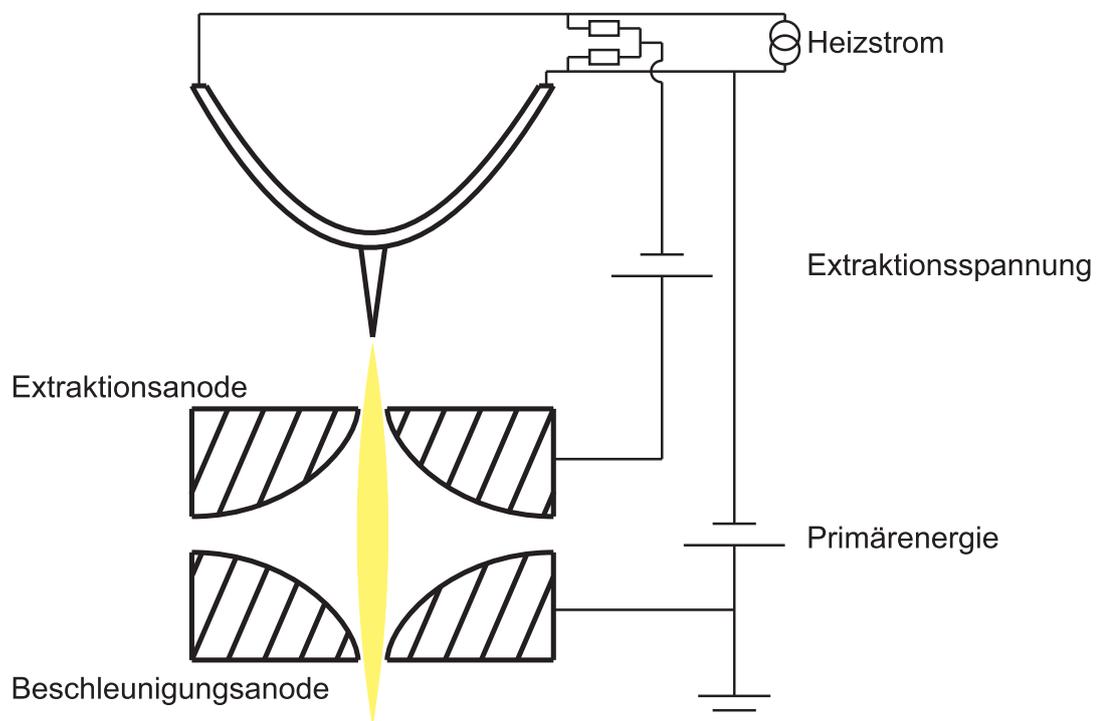


Abb. IV.4: Schematischer Aufbau einer Feldemissionskathode. Zwischen der Spitze und der Extraktionskathode werden einige kV angelegt, so dass Elektronen aus der Kathode heraustunneln. Die Extraktionsspannung soll sich auf die Spitze der Kathode beziehen. Deshalb muss die Spannung, wenn die Kathode im Betrieb geheizt wird, zwischen zwei gleich großen, zur Kathode parallelen, Widerständen eingespeist werden. Das Potential an der Beschleunigungsanode definiert die Primärenergie des Mikroskops.

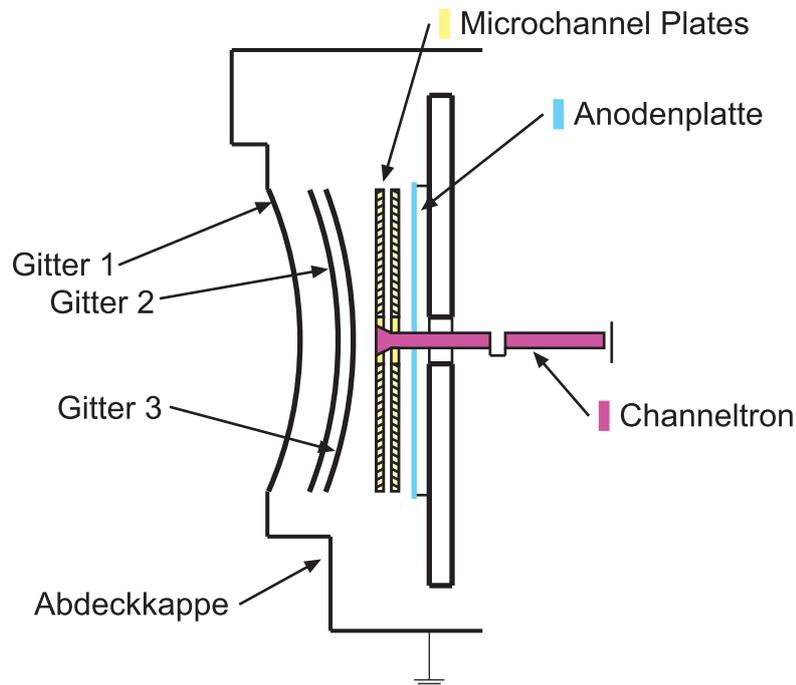


Abb. IV.5: Aufbau des LEED Detektors. Das erste Gitter mit einem Radius von 50 mm ist fest mit der Abdeckkappe des Detektors verbunden und liegt fest auf Masse. Es soll den Raum zwischen Probe und Detektor feldfrei halten. Gitter 2 und 3 mit Radien von 54 bzw. 57 mm dienen als Diskriminatoren. Die Microchannel Plates verstärken die gebeugten Elektronen auf die Anodenplatte des positionssensitiven Detektors und haben eine runde aktive Fläche mit Durchmesser von 40 mm. In der Mitte der Microchannel Plates und der Anodenplatte ist ein Loch von 6,2 mm, durch das ein Channeltron mit 3 mm Öffnung ragt.

PSD. Der ganze LEED Detektor ist beweglich, so dass mit dem Channeltron ein einzelner Beugungsreflex ausgewählt werden kann und so Verteilungsbilder mit Beugungscontrast aufgenommen werden können.

Das erste Gitter hat einen Radius von 50 mm und ist fest mit dem Kammerpotential verbunden. Es hat die Funktion, den Raum zwischen Probe und Detektor feldfrei zu halten, um die linearen Trajektorien der gebeugten Elektronen zu erhalten. Das zweite und dritte Gitter fungieren als Diskriminator. Sie sollen alle nicht elastisch gestreuten Elektronen vom PSD fernhalten. Der Eingang der Microchannel Plates liegt bei ca. +200 V gegenüber Gitter 3. Damit werden die Elektronen beschleunigt, um ihnen ausreichend Energie zu geben, um in den Microchannel Plates eine Verstärkungskaskade auszulösen. Die einzelnen Verstärkerkanäle der Microchannel Plates haben einen Durchmesser von 10 μm und einen Abstand von Zentrum zu Zentrum von 12 μm . Die Kanäle sind um 8° gegenüber der Oberflächennormalen geneigt; das Aspektverhältnis, also das Verhältnis vom Durchmesser eines Kanals zu seiner Länge, ist 1:60. Die Microchannel Plates sind in Chevron-Anordnung montiert und haben zusammen einen Verstärkungsfaktor von 10^7 bei einem angelegten Potential von 2400 V. Sie werden jedoch nur mit 1800 V betrieben, da bei größerer Verstärkung die Signale des PSD so groß werden, dass einzelne Ereignisse von der zugehörigen Analogelektronik als mehrere Ereignisse interpretiert werden.

Der PSD besteht aus einer leitenden, viereckigen Anodenplatte, bei der über vier an den Ecken befindlichen Kondensatoren das Signal ausgekoppelt wird. In Abhängigkeit von dem Ort des Ereignisses auf der Anodenplatte ist der Weg zu den Kondensatoren unterschiedlich lang und damit der zu überbrückende Widerstand unterschiedlich groß. Dadurch sind die ausgekoppelten Spannungspulse unterschiedlich hoch. Je näher das Ereignis an einem der Kondensatoren stattfindet, desto größer ist der Spannungsimpuls. Aus dem Vergleich der vier Impulshöhen kann dadurch die Position des Ereignisses bestimmt werden.

Da sich jedoch die Anodenplatte nach jedem Ereignis erst wieder vollständig entladen und auch die Auswertungs elektronik das Ereignis erst verarbeitet haben muss, bevor das nächste Ereignis detektiert werden kann, ist die Zählrate des PSD SSL Model 239G mit 40 mm aktiver Fläche beschränkt auf ca. $3 \cdot 10^4 \text{ s}^{-1}$. Aus diesem Grund ist dieser PSD nicht geeignet, Realraumbilder in kurzer Zeit mit guter Statistik aufzunehmen.

Weil der PSD für Verteilungsbilder ungeeignet ist, ist ein Channeltron in das Experiment eingefügt, damit auch einzelne Beugungsreflexe separat untersucht werden können. Das Channeltron hat einen Öffnungsdurchmesser von 3 mm. Die Zählrate des Channeltrons ist auf ca. $2 \cdot 10^5 \text{ s}^{-1}$ beschränkt und damit ungefähr eine Größenordnung höher als die des PSD.

Ein alternativer Aufbau für einen positionssensitiven Detektor bei einem LEED System ist von Human et al. beschrieben worden [52].

IV.2 Drehmechanik des LEED Detektors

Wie im vorangegangenen Kapitel beschrieben, muss der LEED Detektor auf einer Kugelfläche um den Arbeitspunkt des Raster Elektronen Mikroskops beweglich sein, um zum einen mit dem Channeltron einzelne Reflexe für Verteilungsbilder auszuwählen und zum anderen den erfassbaren Raumwinkel zu vergrößern zu können. Die dazu erforderliche Mechanik muss dazu verschiedene Kriterien erfüllen.

Der Detektor muss um zwei Achsen, φ und θ , drehbar sein. Eine Achse, für eine Drehung um φ , sollte mit der Strahlachse des Mikroskops identisch sein. Die andere Achse beschreibt die Neigung θ des Detektors gegen diese Achse. Idealerweise sollten die Winkel φ und θ aus der Bewegung der Mechanik bestimmbar sein. Die Bewegung des Detektors sollte möglichst genau auf der Kugelfläche erfolgen.

Um zu gewährleisten, dass die φ -Achse und die Strahlachse des Mikroskops identisch sind, ist eine Justiermöglichkeit in der Ebene senkrecht zur φ -Achse, im Folgenden x und y genannt, sowie eine Neigungsmöglichkeit der Achse wünschenswert. Eine

Verschiebung entlang der Strahlachse, also in z -Richtung, ist nicht notwendig, da eine kleine Veränderung des Arbeitspunktes des Mikroskops entlang der Strahlachse auch mittels einer vertikalen Versetzung der Probe erfolgen kann.

Insgesamt sollen Mechanik und Detektor möglichst klein sein, um viel Raum in Probennähe freizuhalten. Sollte der Raum in Probennähe nicht ausreichend für andere Experimente sein, ist es möglich den Detektor in z -Richtung abzusenken. Dazu wäre dann ein großer z -Hub notwendig. Dabei muss darauf geachtet werden, dass die Strahlachse des Mikroskops und die φ -Achse des Detektors bei Betrieb des Detektors übereinstimmen.

Die bei diesem Prototypen verwendete Mechanik verfügt über alle beschriebenen Freiheitsgrade, ist aber in Hinsicht auf die Stabilität, Bestimmung der Winkel und Genauigkeit bei der Bewegung des Detektors noch nicht ausreichend.

IV.2.a Der Einfluss der Detektorposition auf die Abschneidekante

Wenn Anforderungen an die Drehmechanik des Detektors gestellt werden, muss auch diskutiert werden, welche Wirkung eine Abweichung der Detektorposition gegenüber seinem idealen Arbeitspunkt bewirkt. Diese Frage soll im folgenden Kapitel erörtert werden.

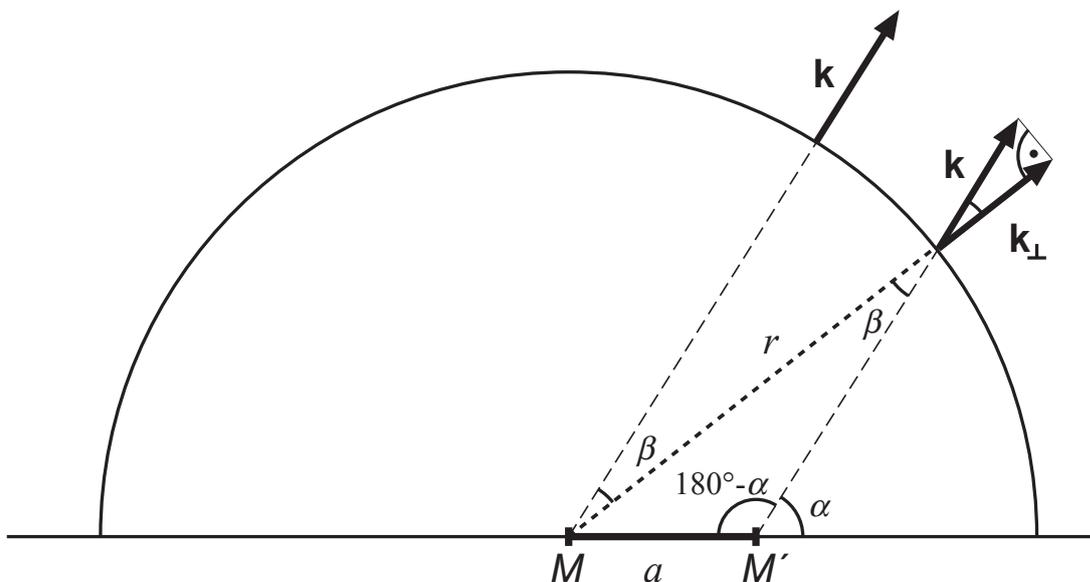


Abb. IV.6: Graphische Darstellung der Auswirkung einer Abweichung des Beugungszentrums M' vom Detektormittelpunkt M . Der Detektormittelpunkt M weicht um a vom Beugungszentrum M' ab. Wenn die Verlängerung von Vektor \mathbf{k} nicht durch M sondern durch M' geht, hat dieser unter dem Winkel α eine Radialkomponente von \mathbf{k}_\perp .

Der Arbeitspunkt des Raster LEED Mikroskops ist der Punkt, an dem der Elektronenstrahl auf die Probenoberfläche fokussiert ist und von dem ausgehend die Beugung erfolgt. Der Arbeitspunkt ist also auch das Beugungszentrum. Eine Fehlpositionierung des Detektors führt zu einer Veränderung der Radialkomponente des Elektronenimpulses und daraus resultiert zu eine scheinbare Veränderung der Elektronenenergie. Die Geometrie des Problems ist in Abb. IV.6 dargestellt. Eine Verschiebung des Detektormittelpunktes M gegen das Beugungszentrum M' ist dabei in jeder Richtung möglich. Das Problem ist rotationssymmetrisch um die Richtung der Verschiebung. Deshalb lässt sich das Problem auf einen Parameter, die Verschiebung a , vereinfachen.

Der Mittelpunkt des Detektors liegt bei M . Der Ursprung des Beugungsbildes liegt bei M' und ist gegenüber M um a verschoben. Der Radius des ersten Gitters ist r . Es soll die Abhängigkeit von \mathbf{k}_\perp vom Winkel α betrachtet werden. Dafür gilt:

$$\frac{\mathbf{k}_\perp}{k} = \cos \beta \quad \text{und} \quad \frac{\sin \beta}{\sin(180^\circ - \alpha)} = \frac{a}{r} \quad \Rightarrow \quad \sin \beta = \frac{a}{r} \sin \alpha \quad (15)$$

Daraus folgt:

$$\frac{\mathbf{k}_\perp}{k} = \cos \left[\arcsin \left(\frac{a}{r} \sin \alpha \right) \right] = \sqrt{1 - \frac{a^2}{r^2} \sin^2 \alpha} \quad (16)$$

Für die Energie gilt

$$E = eU = \frac{p^2}{2m_e} = \frac{(\hbar \mathbf{k})^2}{2m_e} \quad (17)$$

Womit gilt

$$\frac{U_\perp}{U} = 1 - \frac{a^2}{r^2} \sin^2 \alpha \quad (18)$$

Wobei U_\perp die Energie der radialen Bewegungskomponente der Elektronen ist, während U die gesamte kinetische Energie darstellt. Diese Funktion ist für einen Detektorradius $r = 50$ mm für verschiedene Verschiebungen a in Abb. IV.7 aufgetragen.

Bei konventionellen LEED Systemen ist der Leuchtschirm fest mit der Elektronenquelle verbunden, so dass eine Fehlpositionierung der Probe in Bezug auf die Kugelsymmetrie des Leuchtschirms nur entlang des Elektronenstrahles möglich ist. Da die Abweichungen der Energie der radialen Bewegungskomponente sich jedoch am stärksten unter 90° zur Verschiebungsrichtung bemerkbar machen, sieht man sie nur ganz am Rand der konventionellen LEED Systeme. Beim Raster LEED Mikroskop sind Elektronenquelle und LEED Detektor jedoch nicht miteinander verbunden, so dass eine Verschiebung zwischen Detektormittelpunkt und Beugungszentrum in jeder Richtung möglich ist. Dementsprechend kann das Maximum der radialen Elektronenenergie auch an beliebiger Stelle sein. Zudem ist der Detektorschirmradius des

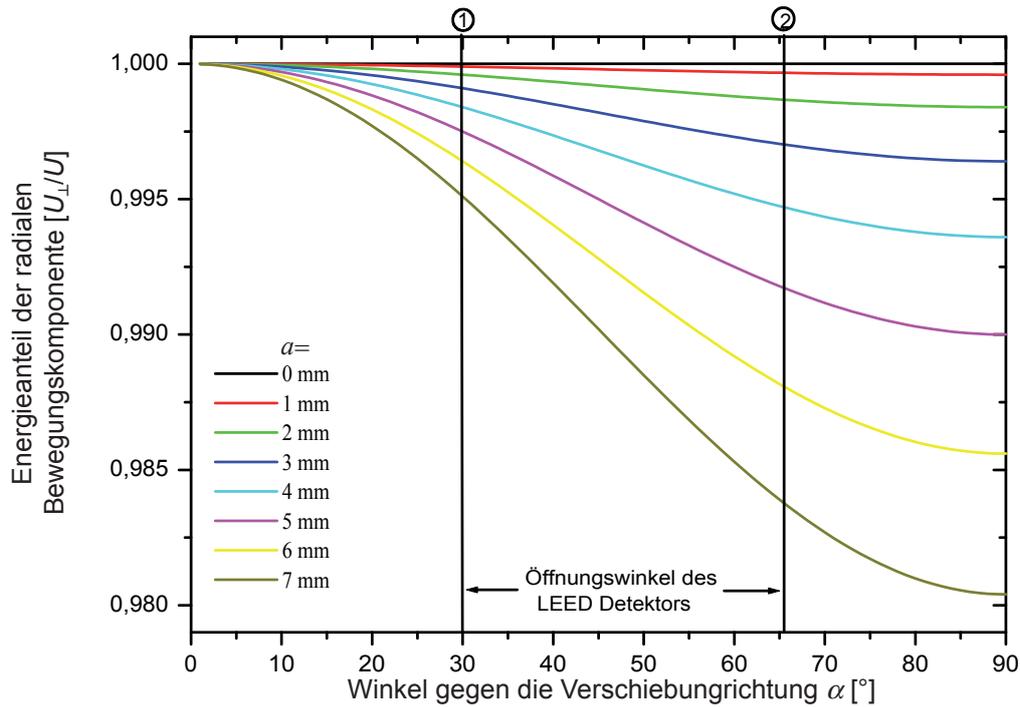


Abb. IV.7: Verlauf der Energie des radialen Bewegungsanteils, wenn der Detektormittelpunkt und der Beugungsursprung nicht übereinstimmen. Der Winkel α bezieht sich auf die Richtung, in die Beugungszentrum und der Detektormittelpunkt gegeneinander verschoben sind. Jede Farbe entspricht einer anderen Verschiebung a . Der Detektorradius ist 50 mm. Die senkrechten Linien entsprechen dem Öffnungswinkel des LEED Detektors von 36° bei einer Geometrie, wie sie in Abb. IV.8 dargestellt ist. Es ist erkennbar, wie stark die Energie des radialen Bewegungsanteils bei den unterschiedlichen Abweichungen a über den Detektor variiert.

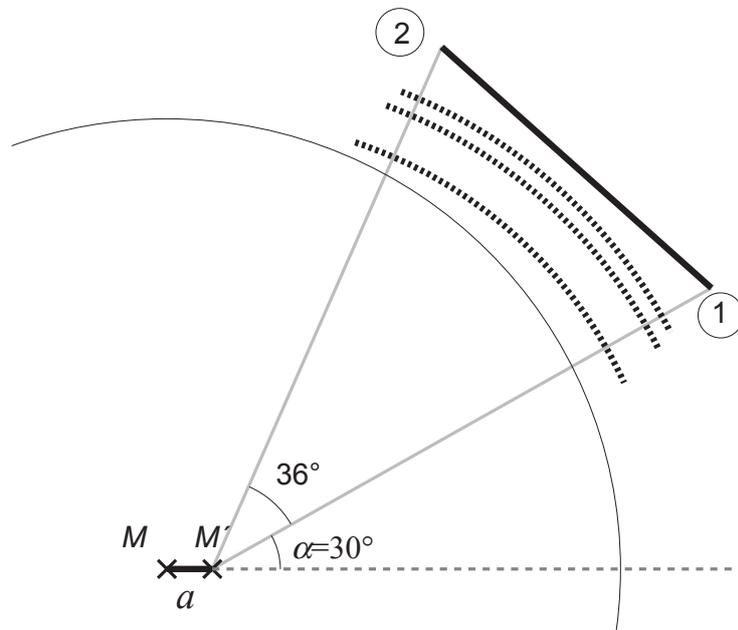


Abb. IV.8: Darstellung des verschobenen Detektormittelpunktes gegenüber dem Beugungszentrum. Der Detektormittelpunkt M' ist um a gegenüber dem Beugungszentrum M verschoben. Die untere Flanke 1 der aktiven Fläche des LEED Detektors ist um 30° gegenüber der Verschiebungsrichtung des Detektors gedreht. Die Auswirkung auf den radialen Anteil der kinetischen Energie der elastischen Elektronen ist in Abb. IV.7 an den schwarzen Linien zu erkennen.

LEED Detektors mit nur 50 mm kleiner als bei konventionellen LEED Systemen, so dass eine Fehlpositionierung einen größeren Einfluss hat.

In Abb. IV.7 ist der Öffnungswinkelbereich des LEED Detektors von 36° unter der in Abb. IV.8 dargestellten Geometrie durch zwei senkrechte schwarze Linien gekennzeichnet. Daran ist zu erkennen, dass bereits eine Abweichung des Beugungszentrums vom Detektormittelpunkt von 5 mm zu einer Veränderung der Energie des radialen Bewegungsanteils der elastischen Elektronen von 1% führt. Bei einer Primärenergie von 500 eV variiert der radiale Anteil der kinetischen Energie also um 5 eV. Bei einer Änderung des Winkels von 30° zu 65° und einer Verschiebung von 5 mm ändert sich die Energie des senkrechten Bewegungsanteils um ca. 3 eV. Das bedeutet, dass an einem Rand des LEED Detektors die Diskriminatorspannung scheinbar 3 V höher ist als auf dem Rand der anderen Seite. Somit wäre eine gleichmäßige Ausleuchtung des Detektors nicht möglich.

IV.2.b Umsetzung der Drehmechanik beim vorliegenden Prototypen

Der LEED Detektor ist bezogen auf die Probe auf einer Kugeloberfläche um zwei Achsen $-\theta$ und φ - beweglich montiert. Außerdem kann der Detektor um 86 mm in z-Richtung abgesenkt werden, um den Raum in direkter Probennähe für andere Experimente freizumachen. Die Bewegung des LEED Detektors erfolgt über eine Mechanik, die im Folgenden näher beschrieben werden soll. Die Drehmechanik ist zusammen mit dem LEED Detektor in Abb. IV.9 abgebildet.

Die Bewegung des Detektors ist zum einen erforderlich, um einen größeren Raumwinkel zu erfassen, als es die reine Detektorfläche zulässt, und zum anderen, um einzelne Beugungsreflexe mit dem Channeltron einfangen zu können. Wird der Detektor so positioniert, dass ein Reflex direkt in das Channeltron fällt, so ist es möglich, ein Verteilungsbild aufzunehmen, das als Kontrastmechanismus die Intensität eines Beugungsreflexes enthält, wie in Kapitel III.1 beschrieben.

Der Detektor kann mit Hilfe dreier Drehdurchführungen bewegt werden. Zwei Durchführungen sind für die Detektordrehung φ bzw. für die Neigung θ um die Probe herum verantwortlich. Mit der dritten Durchführung kann der Detektor um 86 mm abgesenkt werden, um Platz in unmittelbarer Probennähe für andere Experimente frei zu machen. Dabei werden die beiden Zahnkränze, die die Dreh- bzw. Kippbewegung übertragen, mitsamt dem Detektor durch drei Spindeln abgesenkt.

Die Dreh- und Neigbewegung des Detektors wird wie folgt gewährleistet: Das Drehmoment der beiden Drehdurchführungen, die für die Bewegung des Detektors

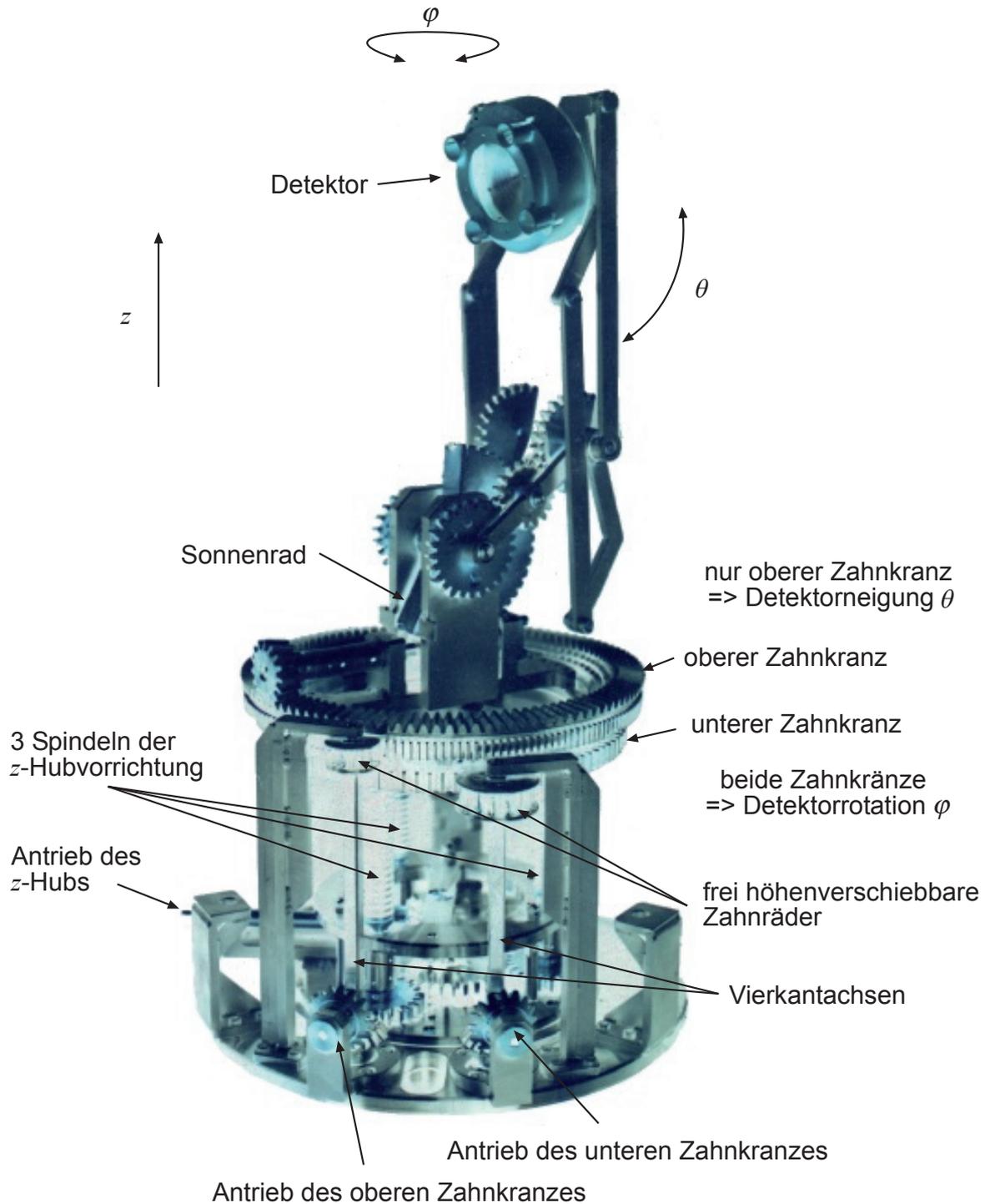


Abb. IV.9: Abbildung des LEED Detektors zusammen mit der Drehmechanik. Nähere Beschreibung im Text.

verantwortlich sind, muss auf die oberen Zahnkränze übertragen werden (siehe Abb. IV.9). Da der Detektor aber um 86 mm angehoben werden kann, sind in der Höhe frei bewegliche Zahnräder auf Vierkantachsen montiert, die sich mit dem oberen Teil des Detektors anheben lassen und so die Kraftübertragung unabhängig von der Höhe des

Detektors in Bezug auf die Position der Drehdurchführungen machen. Werden die beiden Zahnkränze gleichzeitig bewegt, so dreht sich der Detektor. Wird der untere Zahnkranz festgehalten, der obere aber gedreht, so überträgt sich die Drehung auf das Sonnenrad in Abb. IV.9 und der Detektor wird über ein Gestänge geneigt. Dabei ist das Gestänge so konstruiert, dass sich der Detektor auf einer Kugelfläche um die Probe herum bewegt.

Die Mechanik erlaubt jedoch keine direkte Verschiebung des Detektors in der x - y Ebene oder Neigung der φ -Achse. Nur während der Montage des LEED Detektors in die Vakuumkammer ist es möglich, den Detektormittelpunkt auf das Beugungszentrum auszurichten. Dabei ist der LEED Detektor zusammen mit seiner Mechanik fast 50 cm hoch, so dass bereits kleine Abweichungen bei der Montage zu merkbaren Verschiebungen des Detektormittelpunktes gegenüber dem Beugungszentrum führen. Die Montage ist nur auf ca. 1 mm genau möglich. Zudem haben die vielen Gelenke der Mechanik der θ -Neigung so viel Spiel, dass sich der Detektor nur in einer Anfahrriechung der Mechanik -beim Hoch neigen- auf der Kugelfläche befindet und die Position des Detektormittelpunkts dabei noch leicht variiert. Durch diese beiden Eigenschaften, schlechte Justierbarkeit in der x - y -Ebene und das Spiel in der Mechanik, ist es schwer, den Detektormittelpunkt in Übereinstimmung mit dem Beugungszen-

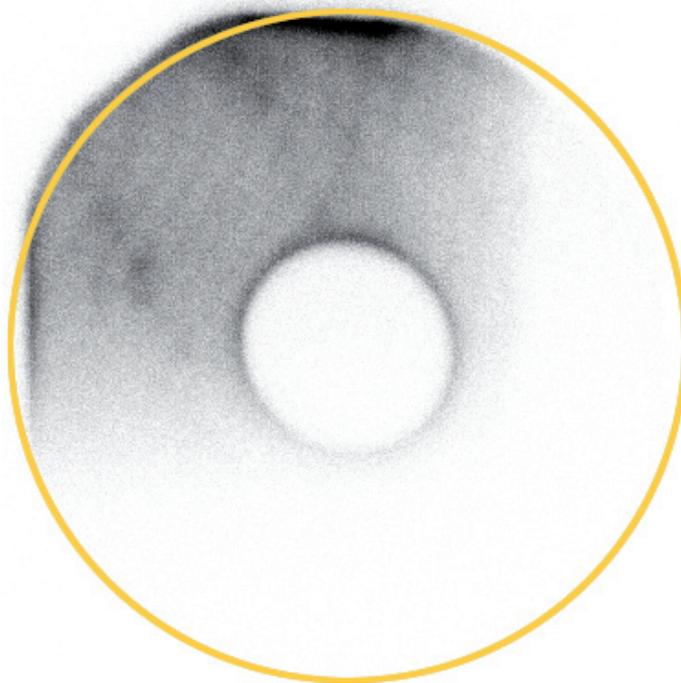


Abb. IV.10: Ein Beispiel für inhomogene Ausleuchtung aufgrund schlechter Positionierung des Detektormittelpunkts im Bezug auf das Beugungszentrum. Das linke obere Viertel des Detektors ist bereits voll ausgeleuchtet, während rechts unten noch keine Elektronen ankommen. Das lässt darauf schließen, dass der Detektorarbeitspunkt links oberhalb des Beugungszentrums ist. Die Beugungsreflexe sind wegen des stark inhomogenen Hintergrundes nur schwach links oben erkennbar. Das Bild wurde an einem Pt(100) Kristall mit 5×1 Überstruktur unter einem Einfallswinkel von 60° zur Oberflächennormalen mit einer Primärenergie von 500 V aufgenommen.

trum zu bringen. Die Position des Detektormittelpunkts lässt sich im Bezug auf das Beugungszentrum nur auf ca. 2 bis 5 mm genau bestimmen. Dadurch sind die aufgezzeichneten Beugungsbilder häufig inhomogen ausgeleuchtet, wofür in Abb. IV.10 ein Beispiel gegeben wird. In Abb. IV.10 ist deutlich ein Intensitätsverlauf von oben links nach rechts unten zu erkennen. Das heißt, die Projektion des Arbeitspunktes auf die Bildebene liegt links oben. Fehlpositionierungen senkrecht zur Bildebene lassen sich natürlich nicht so einfach bestimmen.

Eine Nachjustierung der Detektorposition ist im Vakuum nicht möglich. Einerseits lässt sich der Elektronenstrahl des Mikroskops nicht aus der Strahlachse verschieben, was eine Anpassung der Probenposition nur entlang der Strahlachse ermöglicht, andererseits ist die Ausrichtung der φ -Achse des LEED Detektors durch drei Halterungen im Vakuum gewährleistet, die sich zwar in Länge und Ausrichtung verändern lassen, doch muss die Anlage dafür jedes Mal belüftet werden. Nur im Rahmen der z -Verstellbarkeit der Probe lässt sich eine minimale Anpassung vornehmen.

Das Spiel, aber auch die zahlreichen Übersetzungen der ursprünglichen Bewegung an den Durchführungen verhindern eine Bestimmung der Winkelposition des Detektors anhand der Einstellung an den Drehdurchführungen. Die häufigen Übersetzungen der Drehbewegungen stellen dabei einen weiteren Schwachpunkt der Mechanik dar: Für die Rotation wird die Kraft zweimal, für die Kippbewegung sogar viermal durch Zahnräder übertragen. Dabei geht viel Kraft verloren, was bei der Kippbewegung leider zu einer Abnutzung des ersten Gleitlagers führt.

IV.2.c Verbesserungsvorschläge für die Drehmechanik

Es gibt zwei grundverschiedene Ansätze, die Schwierigkeiten bei der Ausrichtung des LEED Detektors zu lösen, die beide kurz diskutiert werden sollen. Man kann den erfassbaren Raumwinkelbereich des LEED Detektors deutlich vergrößern und so eine Drehmechanik unnötig machen oder man kann die Drehmechanik anders aufbauen.

Zunächst soll die Vergrößerung des erfassbaren Raumwinkelbereiches diskutiert werden. Wenn der LEED Detektor ein Raumwinkelgebiet auf einmal erfassen könnte, das vergleichbar groß wäre wie konventionelle LEED Systeme, würde es keine Notwendigkeit für eine Drehmechanik geben und damit auch keine Schwachpunkte durch Lager Spiel in einer Mechanik. Der Detektor könnte fest mit verschiedenen Komponenten in der Vakuumkammer verbunden werden und so sein Arbeitspunkt festgelegt und gut definiert werden. Zudem wäre die Symmetrie der Beugungsbilder leichter zu erkennen als nur bei einem kleinen Bildausschnitt. Mit einer geeigneten Datenerfassung könnte ein vierdimensionaler Datensatz aufgezeichnet werden, der aus den x - und y -Koordinaten des Elektronenstrahls auf der Probe und den θ - und φ -Koordinaten der elastisch gebeugten Elektronen

auf dem LEED Detektor besteht. Aus diesem Datensatz ließen sich sowohl die Beugungsbilder für jeden Punkt auf der Probe, als auch Verteilungsbilder mit Beugungscontrast bestimmen. Die Realisierung eines solchen Detektors gestaltet sich jedoch schwierig, da es keine geeigneten sphärischen Ortsinformation erhaltenden Elektronenverstärker gibt. Außerdem widerspricht ein Detektor, der einen großen Raumwinkelbereich abdeckt, dem Bestreben, Raum um die Probe herum frei für andere Experimente zu halten.

Die zweite Variante, eine Veränderung der Drehmechanik, würde den Raum um die Probe weiter frei lassen. Der Detektor kann vom Aufbau her genau wie bei dem jetzigen Prototypen bleiben. Die Detektorneigung wird aber deutlich stabiler, wenn der Detektor auf einer Schiene geführt und nicht durch Hebelarme gehalten wird. Zudem kann die Anzahl der Übersetzungen der Drehbewegung, von der Durchführung bis zum Detektor bei einer Schiene, von derzeit vier auf bis zu zwei reduziert werden, was den Verschleiss der Lager deutlich verringern sollte. Dadurch würde es außerdem möglich, die Detektorneigung aus der Position der Drehdurchführung zu bestimmen. Bei durch Drehdurchführungen gesteuerten Detektorbewegungen wären Detektorneigung und Rotation um die φ -Achse jedoch nicht zu trennen. Dazu wäre notwendig, mindestens die Neigung, besser aber noch Neigung und Rotation, in situ zu steuern, beispielsweise über Schrittmotoren.

Außerdem wäre eine Möglichkeit, in situ Detektor mitsamt Drehmechanik in der x - y -Ebene zu verschieben, von großem Vorteil. Das kann einfach über Stellschrauben gewährleistet werden, solange das Experiment auf einer ebenen Fläche steht. Dadurch wird es möglich die Strahlachse des Mikroskops und die φ -Achse des Detektors wieder in Übereinstimmung zu bringen, sollte eine inhomogenen Hintergrundausschleuchtung festgestellt werden.

IV.3 Erfassbarer Raumwinkelbereich des LEED Detektors

Im Gegensatz zu konventionellen LEED Systemen kann bei dem Raster LEED Mikroskop der LEED Detektor nur einen kleinen Raumwinkel erfassen. Durch die Beweglichkeit des LEED Detektors kann dieser Nachteil ausgeglichen werden. Allerdings ist die Beweglichkeit des Detektors durch andere Komponenten in der Kammer eingeschränkt, wie die schematische Darstellung in Abb. IV.11 zeigt. Die Rotation des Detektors um die Strahlachse des Mikroskops herum ist in der einen Richtung eingeschränkt durch den Sekundärelektronendetektor, der auf die Probe zielt und 10° aus der Zeichenebene Richtung SEM geneigt ist, und in der anderen Richtung durch den Probenhalter. Damit ist es möglich, senkrecht zur Strahlachse mit den äußeren Rändern des PSD einen Winkel von 161° zu erfassen. Dieser Winkel ist jedoch nicht symmetrisch um die Ebene, die von der Strahlachse und der Probennormalen aufgespannt wird, solange der Primärstrahl nicht senkrecht auf die Probenoberfläche fällt. In der einen Richtung sind 97° erfassbar und in der anderen 64° . Unter einem Winkel

von 97° zur Probenormalen ist allerdings keine Information mehr zu erwarten, da Strahlen in dieser Richtung von der Probe abgeschattet werden. Ein Öffnungswinkel von 64° in einer Richtung hingegen ist vergleichbar mit den meisten herkömmlichen LEED Systemen, die einen Öffnungswinkel zwischen 100° und 170° haben, welcher bei diesen allerdings symmetrisch um die Probenormale ist und so haben konventionelle LEED Systeme einen Erfassungswinkel von 50° bis 85° in jeder Richtung. Der Raum für die Neigung des Detektors unter der Probe ist frei, nur der Weg nach oben ist durch die Objektivlinse des Rasterelektronenmikroskops versperrt, so dass in der Ebene Primärstrahl-Probenormale 124° erfasst werden können.

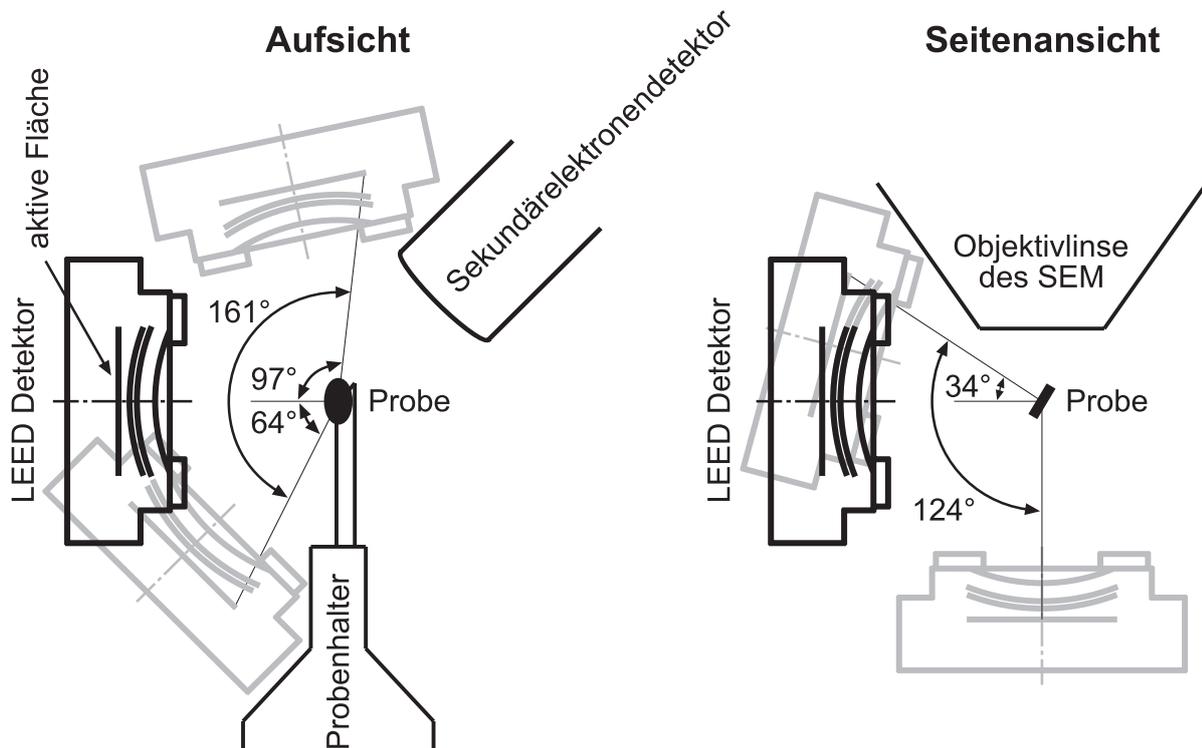


Abb. IV.11: Schematische Darstellung der Bewegungsmöglichkeit des LEED Detektors in der Kammer. Links in der Aufsicht ist die Drehbewegung durch Probenhalter und Sekundärelektronendetektor eingeschränkt, rechts bei der Seitenansicht schränkt die Objektivlinse des Rasterelektronenmikroskops den Weg nach oben ein. Es sind jeweils die Winkel zum jeweils äußeren Rand der aktiven Fläche des PSD eingezeichnet.

Neben den mechanischen Grenzen schränkt auch die Ausdehnung des Detektors den erfassbaren Bereich ein. Dazu ist in Abb. IV.12 ein schematisches Bild des Detektors gezeichnet, das den Aufbau des LEED Detektors unter Berücksichtigung seines Arbeitspunktes und damit seiner Öffnungswinkel zeigt. Der Detektor selber ist ca. 36° weit geöffnet. Deshalb müssen, wenn man Abbildungen des gesamten erfassbaren Raumes machen will, mehrere Aufnahmen aneinander gereiht werden. Besonders bei niedriger Energie, also großen Beugungswinkeln, ist es teilweise schwer, Symmetrien direkt auf dem Detektor zu erkennen, da unter Umständen nur ein bis zwei Reflexe gleichzeitig von dem Detektor erfasst werden können.

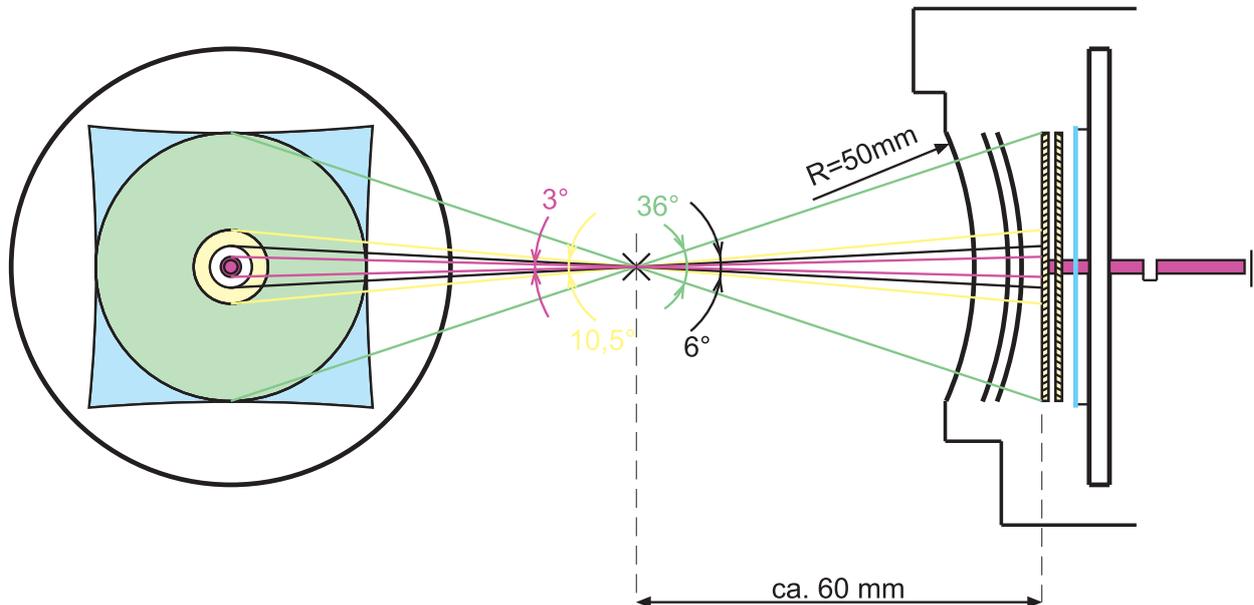


Abb. IV.12: Schematischer Aufbau des LEED Detektors. Links sind die einzelnen relevanten Zonen maßstabgerecht dargestellt, rechts die Abfolge der Einzelkomponenten. Die blaue Fläche zeigt, wo die Anodenplatte des PSD über die Microchannel Plates hinausragt. An den Spitzen des Vierecks befinden sich die Auskoppelkondensatoren. Die grüne Fläche ist der Bereich, in dem detektiert wird, wobei das Loch in den Microchannel Plates (weiß) kleiner ist, als das in der Anodenplatte (gelb). Das Channeltron in der Mitte des Lochs ist rot dargestellt. Das Kreuz zwischen den beiden Detektordarstellungen gibt den idealen Arbeitspunkt des Detektors an, der auch den Mittelpunkt der Gitter darstellt. Davon ausgehend, sind Hilfslinien zu den Rändern der einzelnen Bereiche eingezeichnet, um deren Öffnungswinkel zu zeigen. Rechts sind zunächst die drei Gitter mit Radien von 50, 55 und 57 mm eingezeichnet. Dann folgen in gelb die Microchannel Plates, die etwa einen Abstand von 60 mm zum Arbeitspunkt haben, und zuletzt das Channeltron. Die Schutzkappe des Detektors ist mit dem ersten Gitter verbunden.

Die Microchannel Plates haben eine aktive Fläche mit 40 mm Durchmesser, was dem Detektor einen Öffnungswinkel von ca. 36° gibt. In der Mitte der Microchannel Plates ist ein Loch mit einem Durchmesser von 6,4 mm, was einem Öffnungswinkel von ca. 6° entspricht. Die Anodenplatte hat jedoch ein größeres Loch mit einem Durchmesser von ca. 10 mm, was einen Winkeldurchmesser von ca. $10,5^\circ$ entspricht. Somit kann ein Winkel von 36° mit einem Loch von $10,5^\circ$ in der Mitte erfasst werden. In dem Mitteloch ist ein Channeltron Elektronenverstärker montiert, der eine Öffnung von 3 mm hat, was einem Öffnungswinkel von 3° entspricht.

IV.4 Spannungsversorgung und Spannungsmessung beim Raster LEED Mikroskop

Die einzelnen Komponenten des Raster LEED Mikroskops -Kathode, beide Anoden, Probe, die drei Gitter, Microchannel Plates, Channeltron und die Anodenplatte- sind alle miteinander elektronisch verbunden. Selbst kleine Schwankungen der einzelnen Versorgungsspannungen von Extraktion, Diskriminatorgittern, Microchannel Plates, Anodenplatte und Channeltron gegeneinander werden von den Microchannel Plates und dem Channeltron so sehr verstärkt, dass sie als Signale interpretiert werden. Außerdem müssen die Extraktionsspannung U_E , die Diskriminatorspannungen an den Gittern 2 und 3, G_2 und G_3 , und die Versorgung von Microchannel Plates mit Anodenplatte U_{MPC} und Channeltron U_{CT} relativ zur Primärenergie V_0 definiert werden. Deshalb soll an dieser Stelle der Schaltplan des Raster LEED Mikroskops diskutiert werden. Ein vollständiger Schaltplan der Spannungsversorgung des Raster LEED Mikroskops ist in Abb. IV.13 gezeigt.

Die Spannungsversorgung, sowohl der Microchannel Plates mit der Anodenplatte U_{MCP} , als auch des Channeltrons U_{CT} , unten in Abb. IV.13, erfolgt mit erdfreien Spannungsquellen, deren negativer Pol auf dem Potential von Gitter 3 liegt. Dadurch wird zum einen die Potentialdifferenz zwischen Gitter 3 und den Elektronenvervielfachern konstant gehalten und zum anderen liegt eine positive Spannung über den Elektronenvervielfachern an. Die einzelnen Kontakte von Microchannel Plates, Anodenplatte und Channeltron sind auf eigene Spannungsdurchführungen gelegt, so dass die Spannungsverhältnisse auf einfache Art geändert werden können. Die für den Betrieb notwendigen Einzelpotentiale werden über Spannungsteiler erzeugt, um die Anzahl der Spannungsquellen und die Menge an möglichen Störquellen klein zu halten.

Da die Feinregulierung und die exakte Messung der Primärenergie des Mikroskops von großer Wichtigkeit für das Experiment ist, und da von Hitachi für das S800 nur eine Verstellbarkeit in 1000 V Schritten, bzw. bei Energien unter 1000 V in 250 V Schritten vorgesehen ist, wird die Hochspannungsversorgung des Mikroskops durch externe Spannungsquellen realisiert. Dadurch ist es möglich, mit dem Mikroskop ab ca. 170 V Abbildungen zu machen und die Primärenergie stufenlos zu verstellen. Eine Veränderung der Primärenergie verschiebt jedoch stark den Fokus. Dadurch geht der betrachtete Bildausschnitt schnell verloren bzw. es muss nachjustiert werden, weil die Linsen, die von der Hitachi Elektronik versorgt werden, nicht mitskalieren.

Die Primärspannung ist auch Referenzpotential für die Spannungen an Gitter 2 und 3 und damit auch an Microchannel Plates und Channeltron. Durch die Primärspannung wird der Nullpunkt des Experiments und damit auch die Elektronenenergie definiert. Um die Potentiale an den Gittern zu variieren, sind Spannungsquellen so zwischen Gitter und Primärspannung geschaltet, dass ein kleines Gegenfeld gegenüber der Primärenergie angesetzt werden kann. Da jedoch das Grundniveau von der

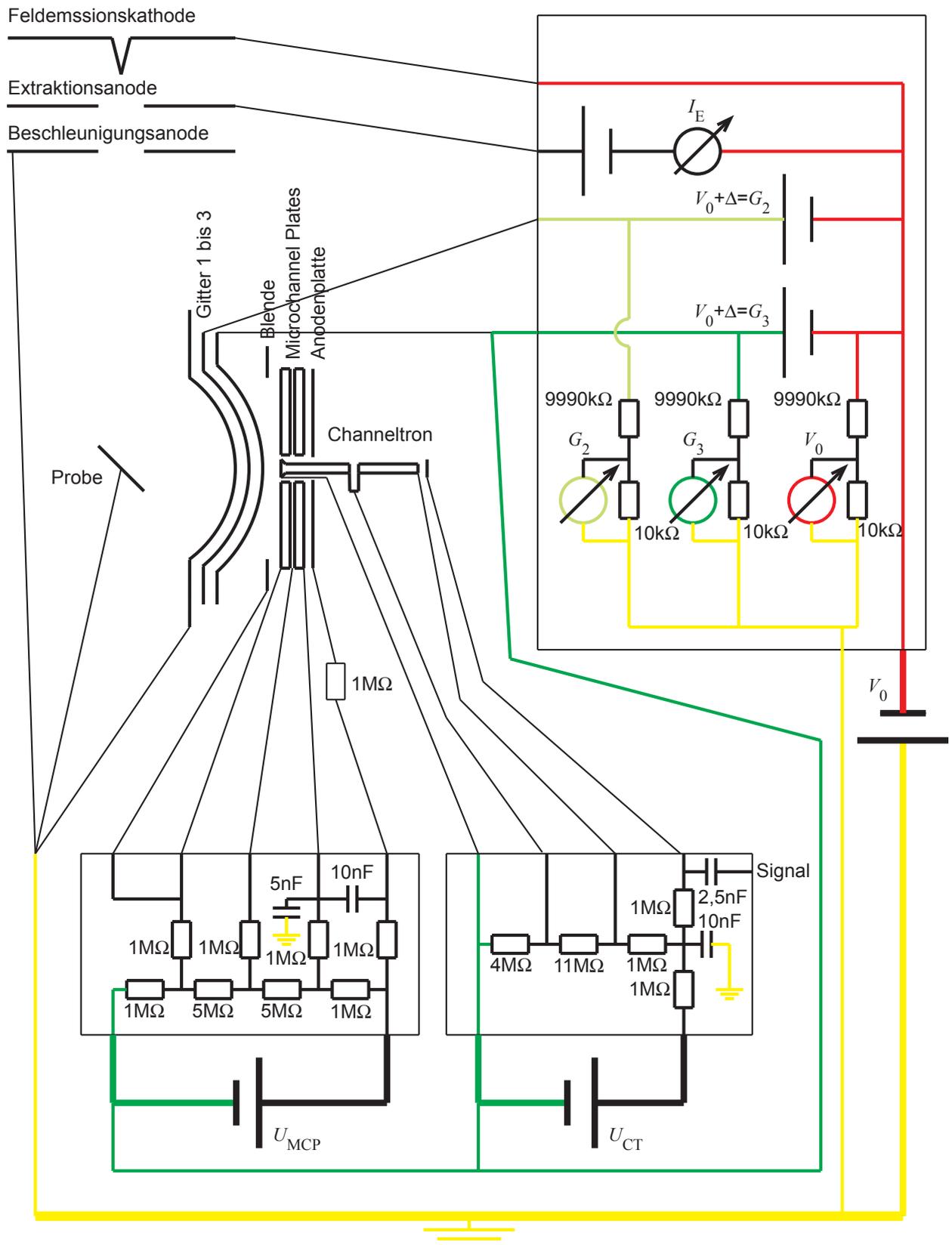


Abb. IV.13: Schaltbild des Raster LEED Mikroskops. Gelb ist Masse, rot die Primärenergie und grün sind die beiden Gitterpotentiale G_2 und G_3 . Genauere Beschreibung siehe Text

Primärspannung vorgegeben wird und die Spannungsquellen der Gitter die Gitterpotentiale relativ zur Primärenergie verändern, ist eine direkte Veränderung der Primärenergie möglich, ohne die Gitterpotentiale nachregeln zu müssen.

Außerdem können alle drei Spannungen, also Primärenergie V_0 , Spannung an Gitter 2 G_2 und an Gitter 3 G_3 über einen 1000 : 1 Spannungsteiler mit einer Last von 10 M Ω gleichzeitig ausgemessen werden. Um den Emissionsstrom I_E messen zu können, ist in dem entsprechenden Stromkreis noch ein Mikroamperemeter in Reihe geschaltet.

Dabei ist wichtig zu beachten, dass die Netzteile für Gitter 2 und 3, das Hochspannungsnetzteil für die Extraktionsspannung und das Amperemeter des Emissionsstroms auf Potential V_0 liegen. Sie sind von dem Labornullpotential getrennt und gesondert isoliert, weshalb sie in Abb. IV.13 in einem schwarzen Kasten gezeichnet sind.

IV.5 Einfluss der Diskriminatorspannung auf die Erfassung von Beugungsbildern

Bei LEED Streuexperimenten werden nur elastisch gestreute Elektronen gemessen. Alle nicht elastischen Elektronen werden durch ein Diskriminatorpotential, das negativ ist und einige wenige Volt kleiner als die Primärspannung der Elektronen, reflektiert.

Der hier verwendete LEED Detektor hat eine so hohe Sensibilität bei der Erfassung von Elektronen, dass jedes am Detektor ankommende Elektron auch erfasst wird. Diese Eigenschaft bedingt besonders hohe Anforderungen an den Diskriminator. Bereits kleine Inhomogenitäten bei den Diskriminatorpotentialen werden sichtbar. Mit der hohen Sensibilität geht aber bei dem SSL Model 239G PSD auch eine Beschränkung der Zählrate einher. Der PSD wird schnell übersättigt und es können keine Beugungsbilder aufgenommen werden, wenn zu viele Elektronen auf den PSD gelangen, wenn der Primärstrom zu groß oder die Diskriminatorspannung zu niedrig ist. Ist die Diskriminatorspannung dagegen zu hoch eingestellt, werden auch die elastisch gebeugten Elektronen aufgehalten.

Eine große Empfindlichkeit des LEED Detektors ist notwendig, da der Primärstrom beim Raster LEED Mikroskop deutlich kleiner ist als bei konventionellen LEED Systemen. Das liegt daran, dass es schwer ist große Ströme langsamer Elektronen zu fokussieren. Konventionelle LEED Systeme arbeiten mit Strahlströmen in der Größenordnung von 1 mA. Das Hitachi S800 hat bei einer Primärenergie von 500 V und den kleinsten Blenden einen Probenstrom auf Pt(100) von $I_p = (+20 \pm 10)$ pA gegen Masse. Nur mit dieser Annahme lässt sich der Strahlstrom abschätzen, solange das Elektronenfeld -das Verhältnis aus Strahlstrom zu Sekundärelektronen- der Oberfläche

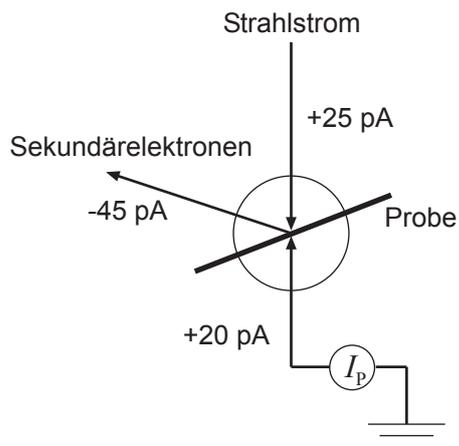
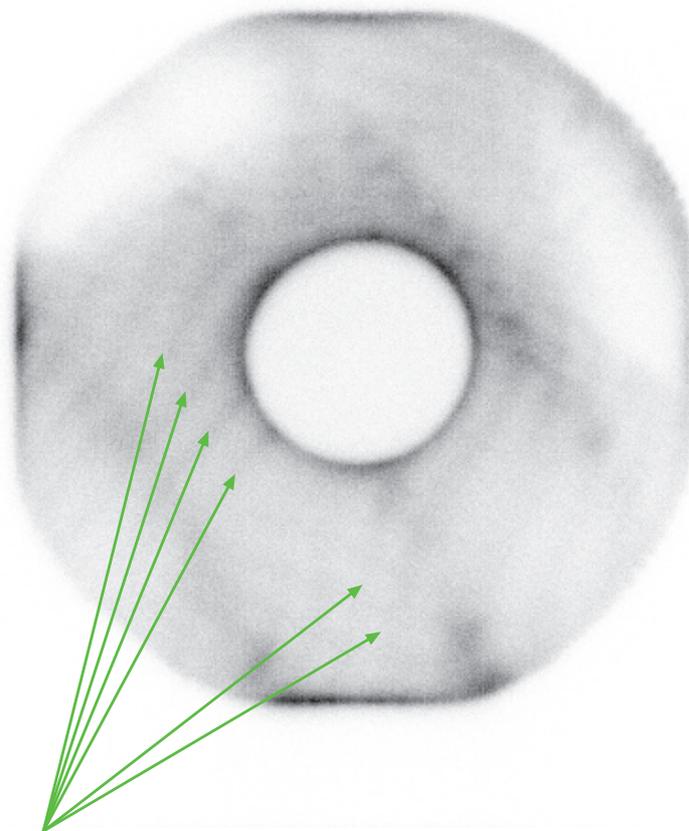


Abb. IV.14: Knoten zur Bestimmung des Strahlstroms des Hitachi S800. Elektronen, die zur Probe fließen, sind als positiver Strom definiert. Zwischen Strahlstrom und Sekundärelektronen besteht bei einer Pt(100) Oberfläche und einer Primärenergie von 500 eV ein Verhältnis von 1,8 [37].

bekannt ist. Das Schaubild zur Strahlstrombestimmung ist in Abb. IV.14 abgebildet. Elektronen in Richtung der Probe werden als positiver Strom gezählt. Das Elektronenyield ist bei 500 eV und einer Pt(100) Oberfläche ca. 1,8 [37]. Mit dem Probenstrom von 20 pA ergibt sich daraus ein Strahlstrom von 25 pA. Die Intensität von LEED Reflexen ist typischerweise 2 bis 4 Größenordnungen kleiner als der Primärstrahl, hängt im Detail aber von der Energie, der Geometrie, der Beugungsordnung, dem Material und der Oberfläche ab, an der gebeugt wird [45]. Das bedeutet, die Beugungsreflexe bei diesem Prototypen des Raster LEED Mikroskops haben Ströme von 2,5

bis 250 fA, was $15 \cdot 10^3$ bis $1,5 \cdot 10^6$ Elektronen pro Sekunde entspricht. Der verwendete LEED Detektor muss also in der Lage sein, einige 10^3 Elektronen pro Sekunde zählen zu können. Damit muss er deutlich empfindlicher sein als normale LEED Systeme, bei denen einzelne Reflexe einem Strom von ca. 0,1 bis 10 μ A entsprechen und somit leicht mittels eines Leuchtschirmes ohne Verstärkung abgebildet werden können. Die Abbildung des Beugungsbilds nach einer Verstärkung der gebeugten Elektronen mit Microchannel Plates mit einem Leuchtschirm ist zwar möglich, aber nicht praktikabel, da der LEED Detektor beweglich ist. Bei konventionellen LEED Systemen wird der Leuchtschirm mit einer Kamera erfasst. Da sich die Position des LEED Detektors im Raster LEED Mikroskop jedoch verändern lässt, würde sich der Winkel zwischen der Kamera und dem Detektor verändern und eine Abbildung deutlich erschweren.

Eine Eigenschaft des LEED Detektors zeigt sich in Abb. IV.15. Dort ist nur das zweite Gitter zur Diskriminierung der Elektronen verwendet worden. Es ist deutlich eine linienförmige Intensitätsmodulation im diffusen Hintergrund der Rückstreuungselektronen zu erkennen. Diese Intensitätsmodulation resultiert daraus, dass das Gitter zu grobmaschig für den Detektor ist und die Diskriminatorspannung sehr dicht an der Primärenergie liegt, da über die Diskriminatorspannung die Zählrate des Detektors angesteuert wird. Der Unterschied im Diskriminatorpotential in den Maschen und auf den Drähten des Gitters ist so groß, dass erkennbar unterschiedlich viele Elektronen durchgelassen werden. Die Amplitude der Modulation liegt bei 1,5 bis 4% der Maximalintensität. Um die Intensitätsmodulation zu unterdrücken, muss das Diskriminatorpotential nicht nur an einem sondern an zwei Gittern gleichzeitig angelegt werden. Wenn Beugungsbilder aufgenommen werden, bei denen die Reflexe schwach sind, müssen Intensitätsmodulationen im Hintergrund so klein wie möglich gehalten werden.



Linienförmige Intensitätsmodulation des Hintergrundes

Abb. IV.15: Im diffusen Hintergrund ist eine linienförmige Intensitätsmodulation erkennbar, die durch Feldinhomogenitäten an dem Gitter, das als Diskriminator dient, verursacht werden. In den Gitterzwischenräumen ist das Diskriminatorfeld kleiner, wodurch an diesen Stellen Elektronen durchkommen, die direkt an den Gitterdrähten abgeschirmt werden. Das eigentliche Beugungsbild einer Pt(100) Oberfläche mit 5×1 Überstruktur mit nur einer Strukturdomäne bei einer Energie von 500 V und einem Einfallswinkel von 60° ist kaum zu erkennen.

Um das Diskriminationsverhalten des LEED Detektors zu verbessern, muss nicht nur an Gitter 2, sondern auch Gitter 3 eine Gegenspannung angelegt werden, während Gitter 1 auf Probenpotential liegt. In Abb. IV.16 ist das Diskriminatorverhalten untersucht worden. Dabei ist an Gitter 2 ein festes Potential angelegt worden, während an Gitter 3 das Bremsfeld variiert wurde. Dagegen ist die Zählrate an dem PSD, also die Anzahl der mit dem PSD detektierten Ereignisse pro Sekunde, aufgetragen. Die Messung ist an einer nicht präparierten Kupferoberfläche durchgeführt worden. Würde Gitter 2 nicht elastische Elektronen perfekt abschneiden, so würden die schwarzen Messpunkte in Abb. IV.16 immer identisch Null sein, da dort die Primärenergie der Elektronen gleich dem Abschneidepotential ist. Es ist jedoch erkennbar, dass bei einer Spannung von -450 V an Gitter 3 die ersten Ereignisse eintreten. Ein Absenken der Barriere bei Gitter 2, zu erkennen in der roten, grünen und blauen Kurve in Abb. IV.16 zeigt, dass bei niedrigerer Barriere die Anzahl der Ereignisse schon bei kleiner Veränderung des Potentials von Gitter 3 zunimmt. Eine steile Flanke ist dabei nur bei den grünen und blauen Messpunkten, also bei einer Spannung an Gitter 3 von $G_2 = -493$ V bzw. $G_2 = -491$ V erkennbar. Ist jedoch die Bremsspannung zu niedrig,

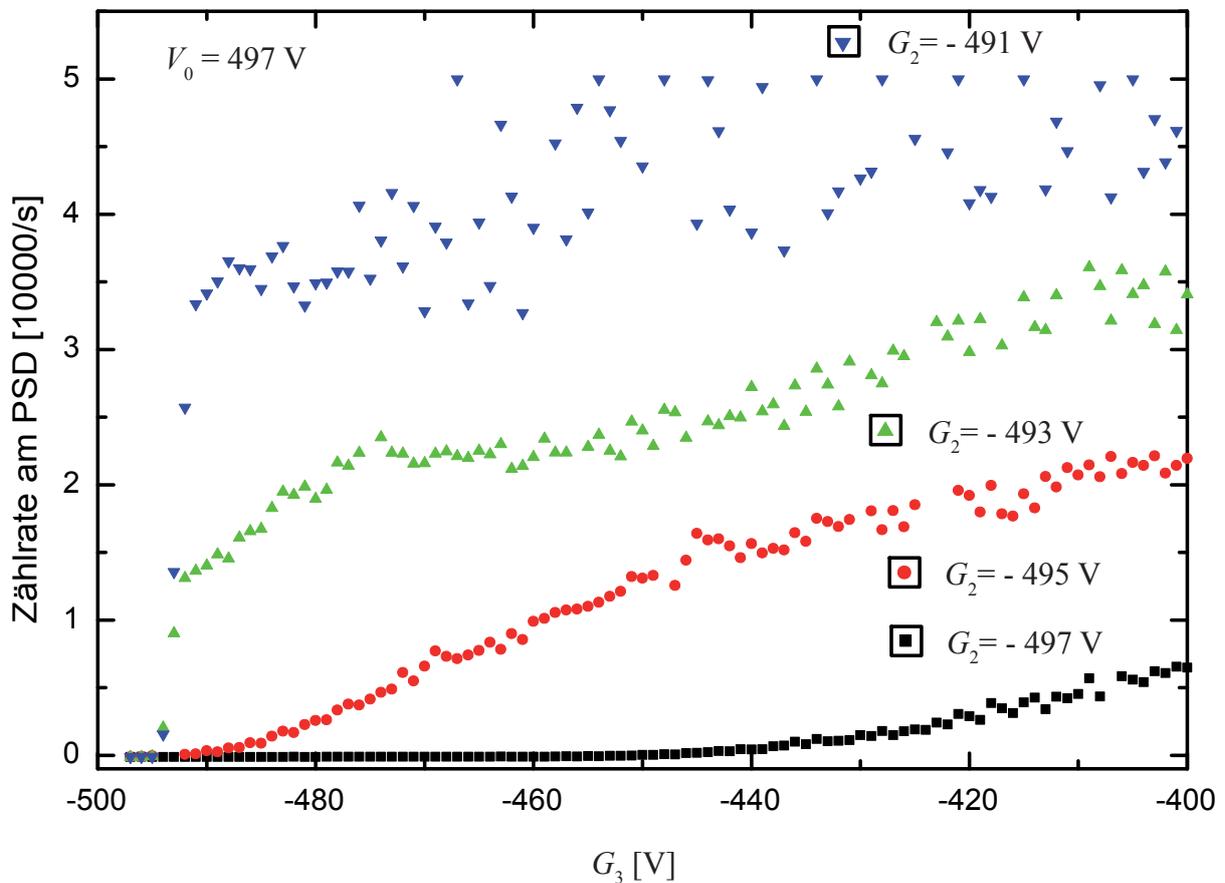


Abb. IV.16: Diskriminatorverhalten des Mikro LEED Detektors als Funktion der Spannung an Gitter 3 bei einer Primärspannung von $V_0 = 497$ V. Das Gegenfeld an Gitter 3, G_3 , wird variiert und bei vorgegebener Spannung an Gitter 2, G_2 , gegen die Zählrate an der Anodenplatte aufgetragen. An der schwarzen Kurve, bei der G_2 gleich der Primärspannung ist, ist ein Anstieg der Zählrate ab etwa -450 V erkennbar. Eine steile Flanke ist nur bei der grünen ($G_2 = -493$ V) und der blauen ($G_2 = -491$ V) Kurve erkennbar. Jenseits einer Zählrate von ca. $3 \cdot 10^4$ s $^{-1}$ kann die Elektronik des PSD die Ereignisse nicht mehr exakt erfassen, weshalb bei höheren Zählraten starke Schwankungen auftreten. Die Messung ist an einem ungereinigten Kupferkristall, also mit diffuser Streuung, bei einem Emissionsstrom von $I_E = 10,2$ μ A durchgeführt worden.

wird der Detektor schnell übersättigt, wie bei den blauen Messpunkten an den starken Schwankungen die Auftreten wenn der PSD übersättigt wird, zu erkennen ist.

Der Arbeitspunkt eines LEED Systems wird normalerweise so gewählt, dass alle elastisch gebeugten Elektronen durchgelassen, die Rückstreuelektronen aber abgeschnitten werden. Dazu wird die Diskriminatorspannung kurz hinter den steilen Anstieg in der Zählrate gesetzt. Da die Zählrate des PSD jedoch limitiert ist, ist dieses Vorgehen bei diesem Raster LEED Mikroskop so nicht möglich. Es kann sein, dass die Zählrate am PSD noch vor Erreichen des Knicks zu groß wird und der PSD in Sättigung geht. Idealerweise sollte dann der Primärstrom so weit reduziert werden, dass trotzdem alle elastisch gebeugten Elektronen registriert werden können.

Dafür wäre jedoch eine feine Regulierbarkeit des Primärstroms notwendig. Zwar lässt sich der Primärstrom durch den Emissionsstrom I_E mit der Extraktionsspannung an der Feldemissionsspitze des Hitachi S800 regulieren, jedoch nur mit einer Genauigkeit von ca. $1 \mu\text{A}$. Es wäre aber eine Genauigkeit von mindestens $0,1 \mu\text{A}$ notwendig. Deshalb wird die Aussteuerung des PSD bei dem vorliegenden Prototypen über die Diskriminatorspannung an Gitter 3, gewährleistet, indem $G_2 = V_0 - 4 \text{ V}$ gewählt wird, ein Emissionsstrom von $I_E \approx 7 \mu\text{A}$ eingestellt und dann G_3 so lange abgesenkt und damit die Zählrate heraufgesetzt wird, bis zu erkennen ist, dass sich die Zählrate mit der Spannung nur noch wenig ändert.

Daraus, dass nicht erst nach den elastisch gebeugten Elektronen abgeschnitten wird, sondern auch einige elastisch gebeugte Elektronen an den Gittern aufgehalten werden, folgen allerdings einige Effekte, die hier kurz aufgezählt werden sollen. Zum einen gehen einige Elektronen verloren, die Informationen über den Kristall mit sich führen. Zum anderen ist das Potential an den Gittern so groß, dass alle passierenden Elektronen sehr wenig Energie haben und deshalb durch kleine Inhomogenitäten der Potentiale an den Gittern stark abgelenkt werden können, was die Reflexe aufweiten kann.

IV.6 Abbildung und Digitalisierung der Beugungsbilder

Die Beugungsbilder des Raster LEED Mikroskops werden mit einem PSD ausschnittsweise aufgenommen und nicht wie mit einem Leuchtschirm, der einen größeren Bereich des Beugungsbildes abbildet. Dadurch stellt sich die Aufgabe, wie die Daten des PSD in ein Bild umgesetzt werden können und wie das Beugungsbild archiviert werden kann. Dieses soll im Folgenden behandelt werden.

Der positionssensitive Detektor Typ SSL Model 239G besteht aus einer viereckigen Leiterplatte mit kleinem, dem System angepassten Widerstand, und vier Kondensatoren A bis D , über die die Signale auskoppeln. Die Kondensatoren sind jeweils an den Spitzen der viereckigen Leiterplatte montiert und gegen den Uhrzeigersinn benannt. Kapazität B definiert dabei den Ursprung des PSD eigenen Koordinatensystems. Erfolgt der Stromstoß eines Ereignisses auf der Anodenplatte, so wird ein Spannungsstoß über die Kapazitäten ausgekoppelt, wobei das Signal an einer Kapazität umso größer ist, je dichter das Ereignis erfolgt ist. Anschließend wird aus den Verhältnissen der Signale die Position auf dem Detektor mit nachfolgender Formel durch eine Analogelektronik berechnet:

$$x = \frac{U_B + U_C}{U_A + U_B + U_C + U_D}, \quad y = \frac{U_A + U_B}{U_A + U_B + U_C + U_D} \quad (19)$$

Das Timing und die Pegelstände der Signale der Analogelektronik des PSD, wie man sie mit einem Oszilloskop ausmessen kann, sind in Abb. IV.17 skizziert.

Die Verstärkungsspannung an den Mikrochannel Plates muss mit Hilfe des PSD so eingestellt werden, dass das „Sum“-Signal zwischen 1 und 2 V liegt [53]. Ist das Signal kleiner als 1 V kann die Position nicht mehr eindeutig zugeordnet werden. Wenn Sum kleiner 0,5 V ist kann gar nicht mehr zugeordnet werden. Ist das Sum-Signal größer 2 V kann nicht mehr zwischen Rauschen und Ereignis unterschieden werden, da das Rauschen mit dem Signal mitskaliert oder einige Signale werden als zwei Ereignisse interpretiert. Ca. 4 μs nach dem Ereignis werden die x - und y -Koordinate ausgegeben, wobei die Spannungspegel hierfür zwischen 0,5 und 4,5 V liegen. Ca. 8 μs nach dem Ereignis wird das Strobe- und z -Signal ausgegeben, die beide ca. 4 μs lang sind. Das Strobe-Signal geht von 0 auf +5 V während das z -Signal von +15 V auf 0 abfällt. Üblicherweise wird das z -Signal für den Z-Eingang eines Oszilloskops genutzt, um das Fenster zu definieren, in dem das x - und y -Signal eingelesen werden. Die Analogelektronik hat eine Totzeit von ca. 8 μs bei der Detektion von Ereignissen. Da die Abfolge der Pulse jedoch nicht gleichmäßig sondern statistisch verteilt ist, ist die Zählrate des PSD auf ca. $3 \cdot 10^4$ Ereignisse pro Sekunde beschränkt. Wenn die zu detektierenden Ereignisse schneller aufeinander folgen als $3 \cdot 10^4$ pro Sekunde, wird die Wahrscheinlichkeit, dass mehrere Ereignisse innerhalb einer Totzeit zu detektieren sind, immer größer. Immer wenn mehrere Ereignisse innerhalb einer Totzeit zu detektieren sind mittelt die Analogelektronik über alle gleichzeitigen Ereignisse und ordnet sie einer Position in der Mitte des Bildes zu, bis die Einzelereignisse nicht mehr erfasst werden können.

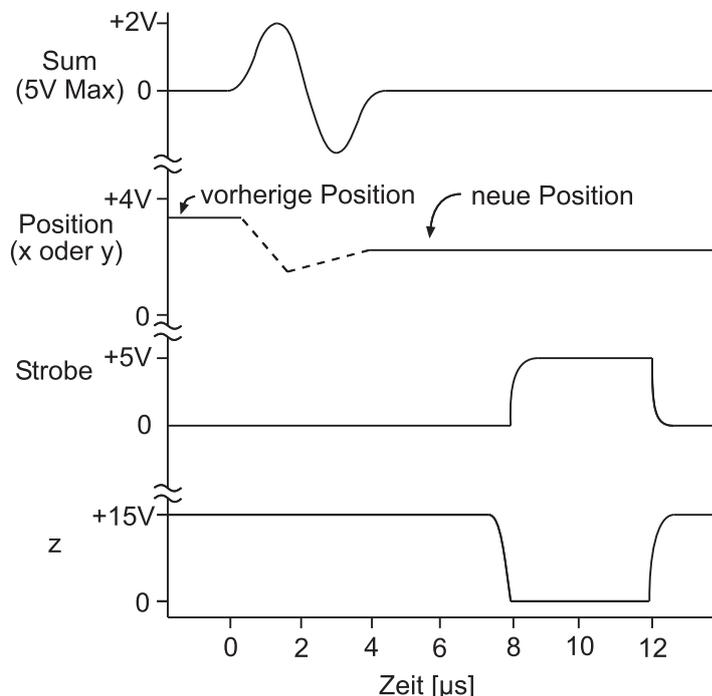


Abb. IV.17: Zeitlicher Verlauf der Signale der Analogelektronik des PSD. Von oben nach unten: Das Sum-Signal $U_A+U_B+U_C+U_D$ mit einem Maximalpegel von 5 V, das allerdings im Betrieb nicht größer werden soll als 2 V, da sonst einzelne Ereignisse mehrfach gezählt werden; x - und y -Position im Intervall [0,5V;4,5V], Strobe als Rechtecksignal mit 4 μs Dauer und einer Höhe von 5V und das z -Signal, das das gleiche Timing wie Strobe hat, jedoch umgekehrte Polarität mit einem Pegel von 15 V und zum „Blanking“ eines Oszilloskops genutzt wird [53].

Am einfachsten lässt sich das mit dem PSD detektierte Bild mit einem analogen Speicheroszilloskop darstellen. Hierfür werden x - und y -Signal in die entsprechenden Kanäle des Oszilloskops gegeben und das z -Signal auf den Z-Eingang. Damit werden nur Punkte auf dem Bildschirm dargestellt, bei denen das z -Signal Null ist. Durch die analoge Speichereigenschaft des Oszilloskops werden Regionen, in denen viele Ereignisse stattfinden, heller dargestellt als Regionen, in denen wenig Ereignisse stattfinden. Durch die unterschiedliche Helligkeit der Reflexe kann direkt auf die Intensität der Reflexe zurückgeschlossen werden.

Die schnellste Methode die Daten zu sichern wäre, das Oszilloskopbild zu photographieren. Eine andere, elegantere Methode ist, das Strobe-Signal als Triggereingabe für eine digitale Datenerfassung zu nutzen und x und y aufzuzeichnen. Dabei ist jedoch zu beachten, dass zur Datenaufnahme immer nur vier μs zur Verfügung stehen. Deshalb sollte die Datenerfassung mit mehr als 250 kHz erfolgen. Zudem muss bedacht werden, dass pro Sekunde bis zu ca. $3 \cdot 10^4$ Messpunkte mit je zwei Werten zwischen 0 und 5 V aufgezeichnet werden müssen. Das bedeutet, dass pro Sekunde bis zu $2,4 \cdot 10^5$ Byte an Daten erzeugt werden.

Dieses Vorhaben wurde mit Hilfe einer NI6115 Wandlerkarte von National Instruments umgesetzt. Die für die Erfassung und erste Bearbeitungen notwendigen Programmierarbeiten wurden mit LabVIEW 7.1 durchgeführt. Eine genaue Beschreibung des Algorithmus' ist im Anhang A zu finden.

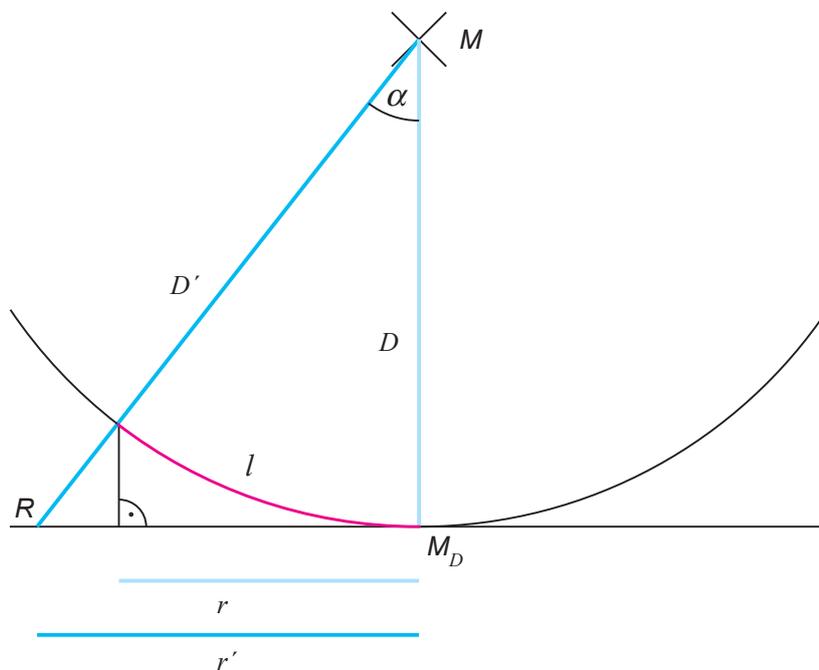


Abb. IV.18: Graphische Darstellung des Projektionsfehlers bei der Abbildung einer Kugel mit Mittelpunkt M mit Radius D auf eine Ebene. Ein Ereignis unter dem Winkel α wird auf dem Detektor unter dem Abstand r vom Mittelpunkt des Detektors M_D beobachtet. Das Bogenelement l ist aber der eigentliche Abstand von M_D den das Ereignis haben sollte. Die gradlinige Verlängerung des Ereignisses auf die Ebene schneidet diese bei R und hat einen Abstand von M_D von r' . Die Strecke von M bis R ist D' .

Die x und y Werte werden von dem Algorithmus in je 500 Intervalle von je 10 mV Breite aufgeteilt und jedem Intervall eine Zeilen- bzw. Spaltenkoordinate in einer Matrix zugeordnet. Für jedes xy -Paar wird der entsprechende Eintrag in dieser 500×500 Matrix um eins erhöht. Durch diese Maßnahme bleibt die Datenmenge bei der Erfassung deutlich kleiner, als wenn alle Messwerte mitprotokolliert werden würden und ist unabhängig von der Messdauer.

Ein systematischer Abbildungsfehler entsteht dadurch, dass das Beugungsbild auf einen ebenen Detektor abgebildet wird. Die Geometrie des Problems ist in Abb. IV.18 dargestellt. Der gemessene Abstand eines Reflexes unter dem Winkel α auf dem ebenem Schirm vom Mittelpunkt des Detektors M_D ist r . Der eigentliche Abstand eines Reflexes von M_D sollte aber das Bogensegment l sein. Mit wachsendem Winkel α wird die Abweichung von l zu r größer. Die Länge des Bogensegments l in Abhängigkeit von r lässt sich wie folgt berechnen. Es gilt:

$$l = D\alpha \quad \text{und} \quad \tan \alpha = \frac{r'}{D} \quad \Rightarrow \quad \alpha = \arctan\left(\frac{r'}{D}\right) \quad (20)$$

Außerdem ist:

$$\frac{r'}{r} = \frac{D'}{D} = \frac{\sqrt{D^2 + r'^2}}{D} \quad \Rightarrow \quad r' = \sqrt{\frac{r^2 D^2}{D^2 - r^2}} \quad (21)$$

Damit ergibt sich für l aus (19) und (20)

$$l = D \tan \sqrt{\frac{r^2}{D^2 - r^2}}$$

Bei einem Abstand des Beugungszentrums von den Microchannel Plates von ca. 60 mm und einem Durchmesser der Microchannel Plates von 40 mm, woraus ein $r_{\max} = 20$ mm folgt, ergibt sich eine maximale Abweichung der Bogenlänge l_{\max} von dem gemessenen Maximalabstand r_{\max} auf dem Detektor von $l_{\max} - r_{\max} = 0,576$ mm, was größer ist als die vom Hersteller angegebene Auflösung des PSD von 0,254 mm und kleiner als die durchschnittliche Breite eines Beugungsreflexes von $1,5 \pm 0,3$ mm.

IV.7 Winkelauflösungsvermögen des LEED Detektors

Bei dem LEED Detektor muss zwischen zwei grundsätzlich verschiedenen Ursachen für eine Begrenzung der Auflösung unterschieden werden. Auf der einen Seite stehen prinzipielle Schwächen des Raster LEED Mikroskops und auf der anderen Seite Beschränkungen durch den speziellen Aufbau dieses Prototypen.

Zunächst zu den prinzipiellen Beschränkungen. An der Beugung mit dem Raster LEED Mikroskop sind wenige Streuzentren beteiligt, eventuell sogar weniger als bei

konventionellen LEED Systemen, da der Primärstrahl einen 3 bis 5 Größenordnungen kleineren Durchmesser hat und damit auch die obere Grenze für die Kohärenzlänge kleiner ist. Da die Reflexbreite jedoch antiproportional zur Anzahl der beteiligten Streuzentren ist, ist auch der Reflexbreite eine Grenze gesetzt. Dazu folgt hier eine Abschätzung wie groß die Reflexe theoretisch sein können. Die minimal mögliche Reflexbreite ergibt sich aus der kinematischen Beugungstheorie, wie in Kapitel 2 beschrieben aus Formel (7), die hier noch einmal angegeben wird.

$$\delta\varphi \approx \frac{\lambda}{2M_1 a_1 \cos\varphi}$$

Hierbei ist λ die Wellenlänge der beteiligten Elektronen, M_1 die Anzahl der Beugungszentren in einer Richtung, a_1 ist der Gitterabstand und φ ist der Beugungswinkel des untersuchten Reflexes. Ein Reflex mit der Energie von 500 eV, an dessen Beugung 100 Beugungszentren einer Pt(100) Oberfläche beteiligt sind, hätte nahe $\varphi = 0^\circ$ eine Breite von ca. 1 mrad oder $0,02^\circ$. Mit einem Abstand vom Beugungszentrum zu den Microchannel Plates von 60 mm ergibt sich damit eine Ausdehnung von ca. $60 \mu\text{m}$, was größer als die Porenweite der Microchannel Plates von $10 \mu\text{m}$ ist, aber kleiner als der kleinste in dieser Arbeit beobachtete Reflex.

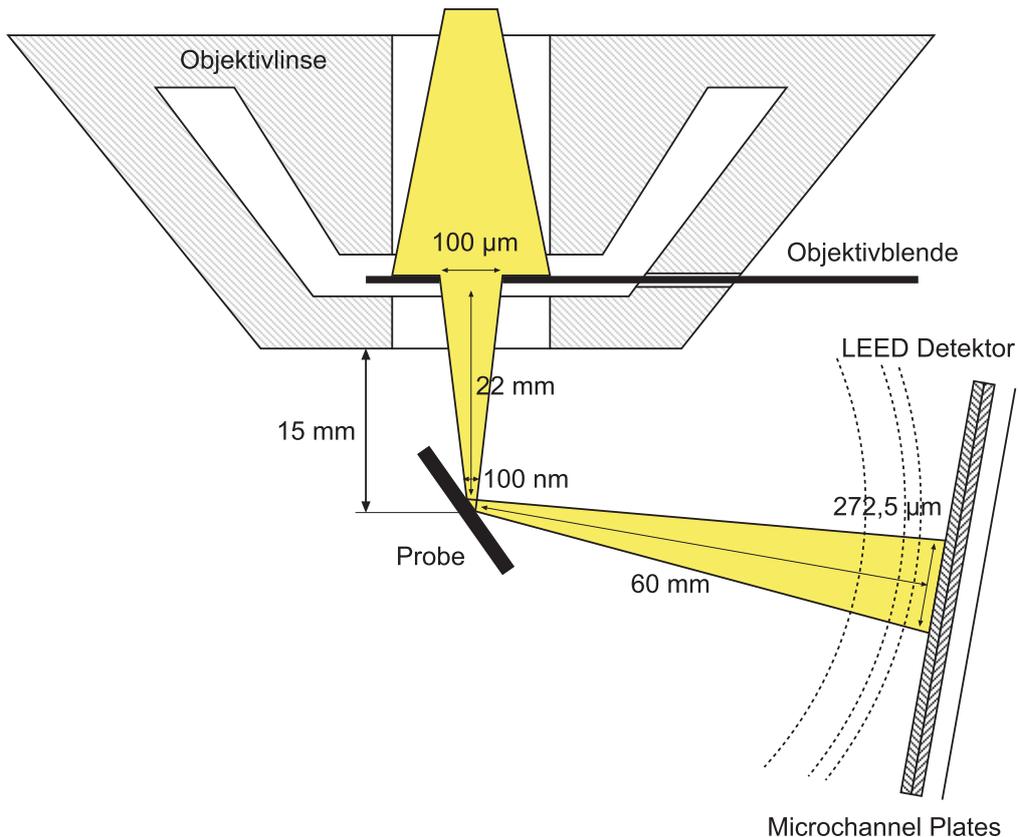


Abb. IV:19: Darstellung der Reflexaufweitung eines Raster LEED Mikroskops, weil der Primärstrahl auf die Probe scharf gestellt ist, am Beispiel des verwendeten Prototyps. Der Durchmesser des gelb dargestellten Elektronenstrahls wird durch die Objektivblende 22 mm vor der Beugung an der Probe auf $100 \mu\text{m}$ begrenzt. Der Strahl wird auf die Probe fokussiert und hat dort einen Durchmesser von ca. 100 nm . An den 60 mm entfernten Microchannel Plates hat dadurch der Strahl einen Durchmesser von ca. $272,5 \mu\text{m}$.

Das Raster LEED Mikroskop hat aber noch eine weitere prinzipielle Schwäche, die in der Verwendung eines Raster Elektronen Mikroskops als Elektronenquelle begründet liegt. Bei einem Raster LEED Mikroskop wird der Elektronenstrahl auf die Probe fokussiert. Aus den Gesetzen der Optik folgt, dass sich der fokussierte Strahl nach der Beugung an der Probenoberfläche in dem gleichen Maße wieder aufweitet, in dem er vorher fokussiert wurde. Dieser Sachverhalt ist für die Geometrie des benutzten Prototyps in Abb. IV.19 dargestellt. Der Strahldurchmesser beim Hitachi S800 ist in der Objektivlinse in einem Abstand von 7 mm zur Austrittsöffnung des Polschuhs durch die Objektivblende auf 100 μm beschränkt. Das Mikroskop arbeitet bei einem Abstand vom Polschuh von ca. 15 mm, womit der Abstand von der Probe zur Objektivblende ca. 22 mm beträgt. Der Strahldurchmesser auf der Probe beträgt ca. 100 nm. Der Abstand der Probe bis zu den Microchannel Plates des LEED Detektors ist ca. 60 mm. Damit ergibt sich ein Reflexdurchmesser auf den Microchannel Plates von ca. 272,5 μm , was dem 4,5-fachen der theoretischen Reflexbreite entspricht.

Damit bleibt zu klären, welche weiteren Einflüsse der Prototyp auf die Reflexbreiten hat und von welchen Faktoren die beobachteten Reflexbreiten abhängen. Hierbei sind drei unterschiedliche Ursachen zu unterscheiden.

1. Intensität des Primärstrahles bzw. die Intensität der Reflexe,
2. das Auflösungsvermögen des PSD und
3. der experimentelle Aufbau selbst mit seinen Abbildungseigenschaften.

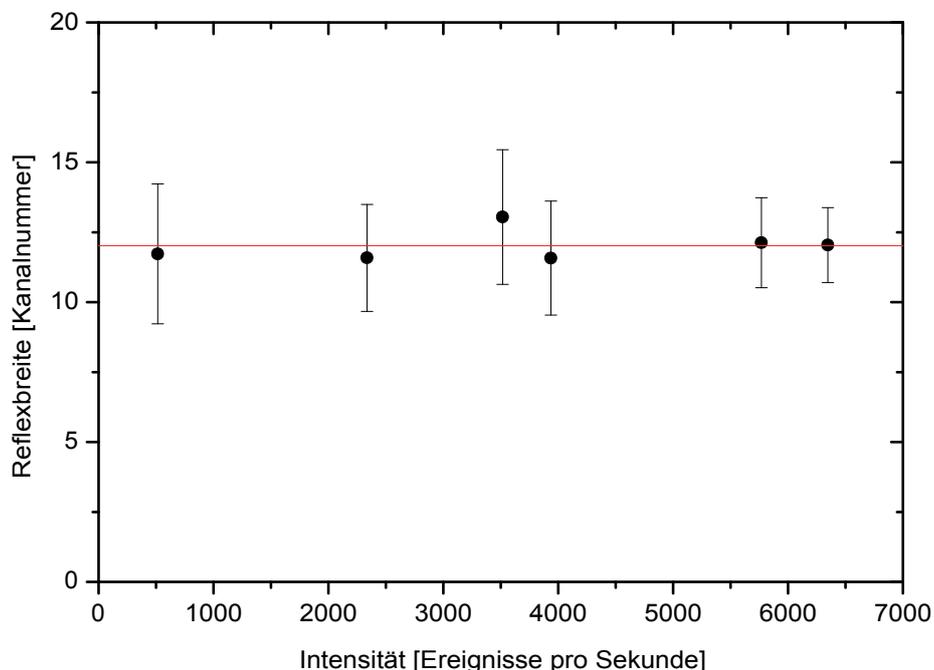


Abb. IV.20: Breite des Primärstrahles auf dem PSD in Abhängigkeit von der Intensität. Die Reflexe sind wegen einer Verzerrung an den Diskriminatorgittern nicht kreisförmig, weshalb der Fehler bei der Bestimmung der Reflexbreiten groß ist, was das Verhältnis von großer zu kleiner Halbachse bei den Reflexen widerspiegelt. Der Fehler bei den Reflexbreiten entlang einer der Hauptachsen ist kleiner als ein Kanal. Die rote Linie entspricht dem Durchschnittswert der Reflexbreiten.

Um festzustellen, inwieweit der Reflexquerschnitt von den Strahlparametern abhängt, ist bei konstanter Primärenergie, konstanter Diskriminatorspannung und direktem Einfall des Strahles auf den Detektor der Emissionsstrom am Mikroskop variiert worden. Wie erwartet ist die Intensität am Detektor proportional zu dem Emissionsstrom. Ein Emissionsstrom von $I_E = 1,5 \mu\text{A}$ entspricht dabei einer Intensität von 515 Ereignissen pro Sekunde; ein Emissionsstrom von $I_E = 10,2 \mu\text{A}$ entspricht 6346 Ereignissen. Die Intensitätsverteilung der Reflexe entsprechen einer Gaussverteilung. Die jeweiligen Reflexbreiten sind in Abb. IV.20 dargestellt. Es ist deutlich zu erkennen, dass trotz einer Vergrößerung der Intensität um einen Faktor 12 die Reflexbreite konstant bei ca. 12 ± 2 Kanälen bleibt, was einem Winkel von $(1,1 \pm 0,4)^\circ$ entspricht. Der große Fehler bei der Reflexbreite liegt an der Form der Reflexe, die nicht kreisförmig sondern ellipsoid sind, da sie durch das Diskriminatorgitter verzerrt werden. Die Fehler entlang der Hauptachsen sind kleiner als 1 Kanal oder $\pm 0,2^\circ$. Die Reflexbreite ist also unabhängig von der Reflexintensität.

Die Auflösung des SSL Model 239G PSD ist vom Hersteller mit $254 \mu\text{m}$ angegeben, allerdings für eine 25 mm und nicht für eine 40 mm große Anodenplatte. Zudem ist der Detektor 1988 hergestellt worden und es ist nicht bekannt, ob die Anodenplatte mit der Zeit ihren Widerstand verändert hat und ob das gleichmäßig geschehen ist, so dass nicht sicher ist, wie gut die Auflösung jetzt ist. Für die Bestimmung einer oberen Grenze der Zuordnungsgenauigkeit der Anodenplatte ist ein möglichst feiner schmaler Reflex gesucht worden. Hierfür wurde der Primärstrahl nicht auf die Probe fokussiert, sondern der Fokus so eingestellt, dass die Reflexe im Detektor möglichst scharf sind. Das Raster LEED Mikroskop ist also nicht mit einem auf die Probe fokussierten Strahl betrieben worden, sondern eher wie ein konventionelles LEED. Dabei ist ein Reflex auf das Diskriminatorgitter gefallen. Sobald jedoch ein Reflex genau auf einen Draht des Abschirmgitters trifft, wird dieser Reflex aufgespalten, so dass zwei trennbare, scharfe, sich jedoch überlappende Reflexe entstehen wie in Abb. IV.21 dargestellt, von denen einer besonders schmal ist. Aus dem Intensitätsprofil, das entlang der roten Linie aufgenommen worden ist, lässt sich daraus mit Hilfe einer Gaussianpassung der kleinste unterscheidbare Abstand zweier Reflexe auf der Anodenplatte bestimmen.

Das Intensitätsprofil ist in Abb. IV.22 gemeinsam mit den Gaussianpassungen abgebildet. Die Gausskurven sind 6,3 bzw. 8,7 Kanäle breit und die Maxima der Reflexe liegen $9,6 \pm 0,3$ Kanäle auseinander. Die Profildbreiten stellen bei Gausskurven den minimalen Abstand dar unter denen zwei Kurven unterschieden werden können. Dementsprechend ist die Auflösung des PSD besser als $6,3 \pm 0,4$ Kanäle, was $(0,63 \pm 0,04) \text{ mm}$ oder $(0,6 \pm 0,04)^\circ$ entspricht. Damit ist der kleinste zu detektierende Abstand immer noch mehr als 10-mal größer als die kleinste theoretische Reflexbreite und mehr als zweimal größer als durch die Aufweitung des Reflexes durch die Fokussierung des Strahles auf die Probe zu erwarten ist. Erst unter einem Beugungswinkel von $89,9^\circ$ würde die theoretische Reflexbreite gleich dem Auflösungsvermögen der Anodenplatte werden.

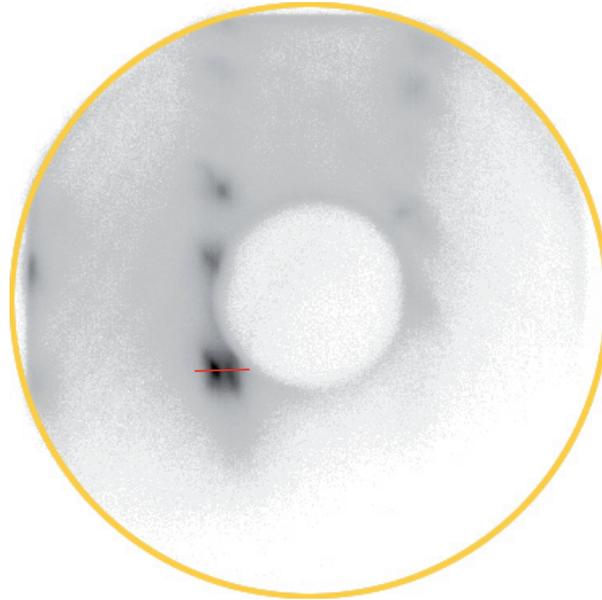


Abb. IV.21: Beugungsbild von Pt(100). Ein Reflex ist aufgespalten, vermutlich durch einen Gitterdraht. Das Linienintensitätsprofil entlang der roten Linie dient zur Bestimmung der Zuordnungsgenauigkeit der Anodenplatte. Zur Hilfe für das Auge ist der erfasste Bereich gelb umrahmt worden.

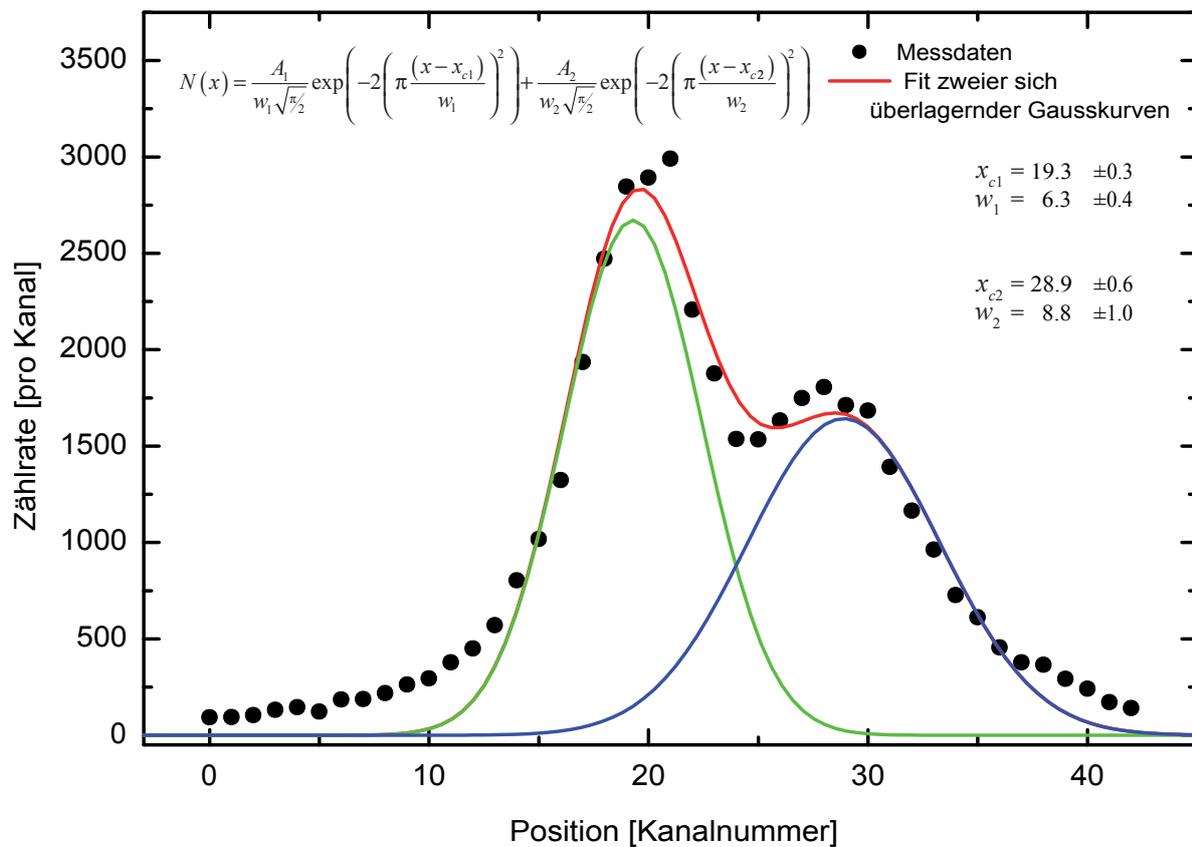


Abb. IV.22: Linienintensitätsprofil aus Abb. IV.21 mit Gaussiauswertung. Die rote Linie ist mit der Formel links oben entstanden. Die grüne und blaue sind die separierten Einzelreflexe. Die Anpassungsparameter sind oben rechts aufgeführt. Es ergeben sich Breiten der Gausskurven von 6,3 bzw. 8,8 Kanäle und ein Abstand der Mittelpunkte von 9,6 Kanälen.

Normalerweise liegen Beugungsreflexe nicht so dicht zusammen und sind auch nicht so scharf wie in diesem Spezialfall, der durch einen Abbildungsfehler an den Diskriminatorgittern entstanden ist. Um ein Maß für die Auflösung der Beugungsreflexe zu bekommen, kann die durchschnittliche Breite der Reflexe herangezogen werden. Dafür sind 75 Einzelreflexe, die an verschiedenen Proben mit unterschiedlichen Oberflächenqualitäten, bei unterschiedlichen Intensitäten und Energien und unter unterschiedlichen Winkeln erzeugt wurden, erfasst worden. Bedingung war, dass die Reflexe scharf und kreisförmig sind. Um der Geometrie der Reflexe Rechnung zu tragen, ist nicht ein einzelnes Intensitätsprofil zur Auswertung herangezogen worden sondern bei jedem Reflex drei, wie in Abb. IV.23 beispielhaft gezeigt.



Abb. IV.23: Beugungsbild einer dicken Kupferschicht auf einem Eisenwhisker. Die roten Linien zeigen die Linienintensitätsprofile für die Ermittlung der durchschnittlichen Reflexbreite.

Aus der Mittelung der Reflexbreiten ergibt sich eine Reflexbreite von $14,9 \pm 0,3$ Zählerkanälen, was einer Auflösung von ca. $(1,5 \pm 0,3)$ mm auf der Anodenplatte oder einem Winkel von $(1,42 \pm 0,03)^\circ$ entspricht.

Es sind mehrere Dinge zu bemerken. Die Spannweite der Verteilung der Reflexbreiten ist deutlich größer als der Fehler des Mittelwertes erwarten lässt und erstreckt sich von 7,3 bis zu 43,2 Kanälen Reflexbreite. Für die Reflexbreiten sind verschiedene Mechanismen verantwortlich:

1. Die Zuordnungsgenauigkeit der Anodenplatte verbreitert, wie oben angegeben, die Reflexe. Hierbei hat sich gezeigt, dass keine Abhängigkeit der Reflexbreite von der Primärenergie und der Reflexintensität besteht. Die Reflexe haben im Rahmen der Messgenauigkeit ein Gaussprofil.
2. Die Diskriminatorgitter weiten den einfallenden Strahl auf. Das ist ein Effekt, der sich nicht von der Zuordnungsgenauigkeit der Anodenplatte trennen lässt, da die

Anodenplatte nur in Kombination mit den Gittern betrieben werden kann. Dieser Effekt ließe sich durch zwei Maßnahmen reduzieren: Zum einen würde ein feineres zweites Gitter das Diskriminatorfeld deutlich homogener machen. Eventuell würde es auch so homogen werden, dass nur noch an einem Gitter Diskriminiert werden müsste, was den Bereich verkleinern würde, in dem die Elektronen sehr wenig Energie haben und dadurch leicht abgelenkt werden. Zum anderen könnte eine feinere Regulierbarkeit des Primärstroms dafür sorgen, dass der Detektor nicht mehr über die Diskriminatorspannung angesteuert werden muss. Dadurch könnte eine Diskriminatorspannung weiter entfernt von der Primärenergie gewählt werden, so dass nur noch wenige Elektronen stark an den Gittern abgelenkt werden, der Detektor aber dennoch nicht übersättigt wird.

3. Auch die Beschaffenheit der Oberfläche der Probe spielt eine große Rolle. Die Reflexe des untersuchten Platineinkristall und einer dicken Kupferschicht, deren Beugungsbild in Abb. IV.23 als Beispiel genutzt wird, sind schmal. Die Reflexe von polykristallinen Kupfer und von einem Eisenwhisker sind deutlich breiter. Die Breite und sogar die Form der Reflexe von einer dünnen Kupferschicht auf Eisen weichen deutlich von denen der reinen Oberflächen ab, was vermutlich auf kleine Strukturdomänen auf der Oberfläche hinweist, doch dazu in Kapitel V.3 mehr.
4. Der Primärstrahl wird auf die Probe fokussiert und von dort auf den Detektor reflektiert bzw. gebeugt. Dadurch werden gebeugte Strahlen genau so stark wie der aufgeweitet, wie sie vorher vom Mikroskop fokussiert wurden, wie in Abb. IV.19 dargestellt.

Die $1,4^\circ$ Breite eines Reflexes beschreibt den Winkelabstand zweier typischer Reflexe, unter denen diese noch unterscheidbar sind. Bei einer Primärenergie von 500 eV sind die Überstrukturreflexe einer Pt(100) 5×1 Oberfläche ca. $1,4^\circ$ weit auseinander. Damit stellt diese Struktur die Grenze des typischen Auflösungsvermögens des LEED Detektors dar. Diese Reflexe konnten dennoch unterschieden werden, da die Reflexbreiten auf gut definierten Oberflächen kleiner sind als der durchschnittliche Reflex. Dennoch ist in Abb. V.1 in Kapitel V.1 zu erkennen, dass die Reflexe entlang der Neigungsachse der Probe dicht beieinander liegen. Senkrecht zur Neigungsachse werden dagegen die Reflexe auseinander gezogen, wie in Kapitel II.4 beschrieben.

Das Experiment hat gezeigt, dass die Positionsbestimmbarkeit einzelner Reflexe genauer ist, als Unterscheidbarkeit zweier nebeneinanderliegender Reflexe. Reflexe lassen sich durch eine Veränderung der Energie leicht verschieben, was beobachtbar ist, obwohl die Verschiebung der Reflexe kleiner ist als die durchschnittliche Reflexbreite. Ein Beispiel dafür ist in Abb. V.1 in Kapitel V.1 gezeigt.

IV.8 Einfluss von statischen Magnetfeldern auf Beugungsbilder

Neben dem Auflösungsvermögen des LEED Detektors gibt es weitere Effekte, die das Bild negativ beeinflussen. Wenn der Raum zwischen Probe und Detektor nicht feldfrei ist, so werden die Elektronen abgelenkt, wobei der Effekt auf langsame Elektronen stärker ist als auf schnelle. Elektrostatische Felder können durch eine sorgfältige Erdung aller Oberflächen in Probennähe und Abschirmung aller Potentiale verhindert werden. Doch magnetische Felder lassen sich nicht vollständig kompensieren. Zum einen arbeitet die Objektivlinse magnetostatisch und zum anderen kann das Erdmagnetfeld nur in einem eng begrenzten Raum kompensiert werden. Deshalb soll im Folgenden die Stärke der Magnetfelder in Probennähe, sowie ihre Wirkung auf das Experiment abgeschätzt werden.

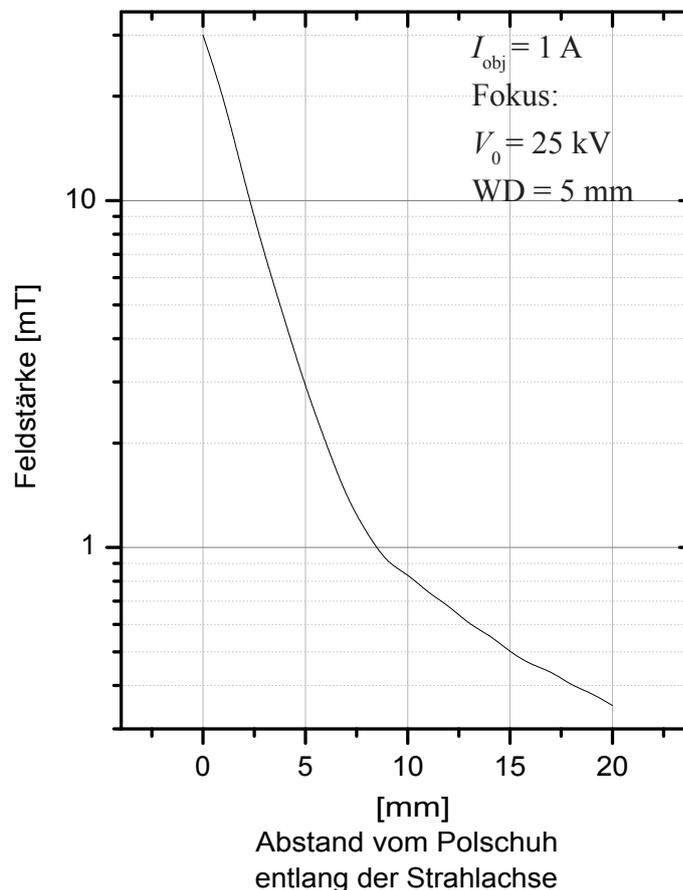


Abb. IV.24: Verlauf des Magnetfeldes der Objektivlinse als Funktion des Abstandes vom Polschuh entlang der Strahlachse des Hitachi S800 bei 25 kV Primärenergie laut Herstellerangaben [54].

Gegen das Erdmagnetfeld ist die Anlage mit μ -Metall abgeschirmt, so dass das Restfeld am Ort der Probe bei abgeschaltetem Mikroskop nur ca. $(20 \pm 2) \mu\text{T}$ groß ist. Da der Abstand der Abschirmung zur Probe deutlich größer ist als der Abstand Probe-Detektor kann das Restfeld am Ort der Probe als homogen angenommen werden, d.h. die Felddeformationen durch die Abschirmung sollten in Probennähe klein sein.

Eine weitaus stärkere Quelle als das Erdfeld ist das Mikroskop mit seiner magnetostatischen Objektivlinse. Die Stärke des von der Objektivlinse verursachten Feldes entlang der Strahlachse als Funktion des Abstandes vom Polschuh ist in Abb. IV.24 abgebildet. Typischerweise ist das Beugungszentrum ca. 15 mm vom Polschuh entfernt, so dass das Feld bei einer Primärenergie von 25 kV zwischen 500 und 700 μT stark ist, mit zunehmendem Abstand vom Polschuh jedoch schnell schwächer wird. Das Feld der Objektivlinse ist zylindersymmetrisch um die Strahlachse, so dass das Feld schnell kleiner wird sobald die Symmetrieachse verlassen wird. Außerdem wird das Raster LEED Mikroskop nicht bei 25 kV betrieben, sondern bei unter 1000 V. Dadurch wird auch das Feld der Objektivlinse reduziert. Das durchschnittliche Magnetfeld zwischen Probe und Detektor kann deshalb kleiner als 100 μT angenommen werden.

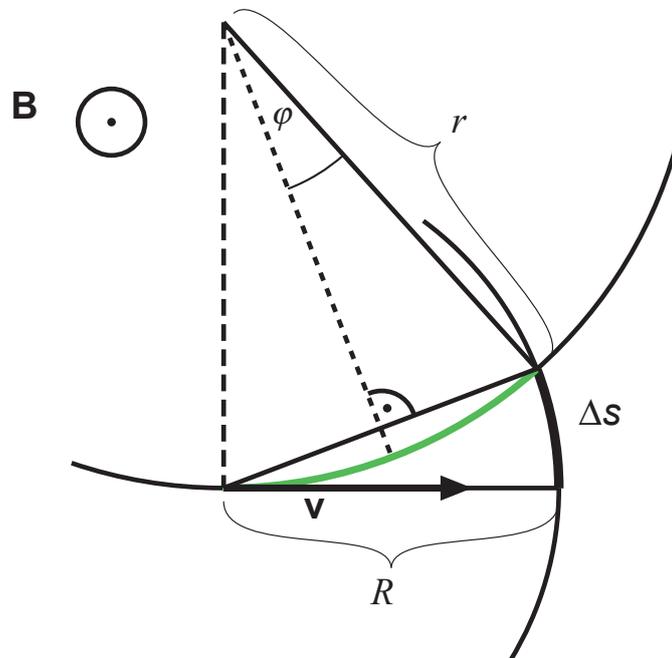


Abb. IV.25: Darstellung der Abweichung Δs eines Elektrons mit der Geschwindigkeit \mathbf{v} unter Einfluss eines homogenen Magnetfeldes \mathbf{B} , das senkrecht auf \mathbf{v} steht, von dem gradlinigen Auftreffpunkt in einem Abstand R . r ist der Krümmungsradius der Elektronenbahn. φ ist der Ablenkwinkel.

Um die Ablenkung der Elektronen im Magnetfeld abzuschätzen, wird angenommen, dass das Magnetfeld zwischen Probe und Detektor homogen und die Ausbreitungsrichtung der Elektronen immer senkrecht zum Magnetfeld ist. Damit wird bei gegebener Elektronenenergie und gegebenem Magnetfeld eine maximale Ablenkung erreicht, die eine obere Grenze für die reale Ablenkung darstellt. Die Geometrie des Problems ist in Abb. IV.25 dargestellt. Auf bewegte Elektronen in einem Magnetfeld wirkt die Lorentzkraft. Stehen die Geschwindigkeit \mathbf{v} und das Magnetfeld \mathbf{B} senkrecht aufeinander, so bewegt sich das Elektron auf einer Kreisbahn mit dem Radius r , für den gilt:

$$F = -e\mathbf{v}\mathbf{B} = \frac{m_e v^2}{r} \quad \Rightarrow \quad r = \frac{m_e v}{eB} \quad (22)$$

Dabei gilt für den Betrag der Geschwindigkeit \mathbf{v} :

$$E = eU = \frac{m_e}{2} v^2 \quad \Rightarrow \quad v = \sqrt{\frac{2eU}{m_e}} \quad (23)$$

Da der Detektor den Radius R hat, lässt sich die Verschiebung Δs von Elektronen mit der Energie eU wie folgt berechnen. Für den Winkel φ gilt:

$$\sin \varphi = \frac{R}{2r} \quad (24)$$

Und damit folgt für Δs :

$$\Delta s = R \arcsin \left(R \sqrt{\frac{e}{2m_e}} \frac{B}{\sqrt{U}} \right) \quad (25)$$

Die Ablenkung von der idealen Position wird also mit dem Magnetfeld B größer und mit eU durch die Wurzel der Energie eU kleiner. Wenn das Argument des Sinus größer als 1 wird, so ist die Ablenkung der Elektronen durch das Magnetfeld so stark, dass die Elektronen nicht mehr auf den Detektor fallen. Um eine Vorstellung von der Stärke des Einflusses eines Magnetfeldes auf die Elektronen zu bekommen, sind in Tab. IV.1 einige Werte für Δs für unterschiedliche Energien eU und Magnetfelder B aufgeführt.

B [μT]	Δs für 170 eV [mm]	Δs für 250 eV [mm]	Δs für 500 eV [mm]
20	1,13	0,94	0,66
50	3,71	2,35	1,66
100	7,44	4,70	3,32
500	41,76	24,4	16,90

Tab. IV.1: Verschiedene Abweichungen Δs auf einem Kreis mit 50 mm Radius von der Position ohne Magnetfeld berechnet mit (24).

Da ein Elektron, das sich parallel zu einem Magnetfeld bewegt, nicht abgelenkt wird, jedoch maximal wenn es sich senkrecht zum Magnetfeld bewegt, wird ein Beugungsbild von einem homogenen Magnetfeld verzerrt. Die Reflexe, die senkrecht zu dem Magnetfeld stehen, werden gegenüber denen, die parallel zum Magnetfeld sind, um Δs verschoben, wobei die Verschiebung proportional zu dem Kosinus des Winkels ist. Das bedeutet, wenn ein Reflex bei einer Energie von 500 eV senkrecht zu einem Magnetfeld von 100 μT auf die eine Kante des Detektors fällt, dann ist dieser Reflex gegenüber einem Zustand ohne Feld um 3,32 mm verschoben. Ein Reflex, der auf die andere Kante des Detektors auftrifft, der also mit dem Magnetfeld einen Winkel von 54° einschließt, ist dagegen nur um 2,68 mm verschoben. Das heißt, es hat eine Verzerrung des Bildes auf dem Detektor um 0,64 mm gegeben. Eine solche Verschiebung wäre zwar erkennbar, wenn es einen nicht verschobenen Reflex gäbe, ist aber kleiner als die durchschnittliche Reflexbreite.

Kapitel V

Charakterisierung des LEED Detektors

Messungen zur Kalibrierung und Charakterisierung des Experiments sind an drei verschiedenen Materialsystemen durchgeführt worden: Einem Platineinkristall mit (100)-Oberfläche, polykristallinem Kupfer mit einer Kristallitgröße von ca. 10 bis 100 μm und Kupferkristalliten, die auf einem Eisenwhisker gewachsen wurden. Die Beugungsbilder an dem Pt(100) Einkristall demonstrieren, dass sich die einzelnen Beugungsreflexe mit Hilfe der in Kapitel II.4 gezeigten Methode identifizieren lassen. Der Beugungscontrast wird an der polykristallinen Kupferprobe demonstriert. Die Kupferkristallite auf dem Eisenwhisker zeigen das laterale Auflösungsvermögen des Raster LEED Mikroskops, auch wenn keine Aufnahmen mit Beugungscontrast gemacht werden konnten.

V.1 Interpretation von Beugungsbildern mit Hilfe der kinematischen Beugungstheorie an einer Pt(100)5×1 Oberfläche

Die Pt(100) Oberfläche ist die erste Metalloberfläche, auf der eine Rekonstruktion ohne Einfluss eines andern Materials beobachtet wurde [43]. Dabei wurde eine 5×1 Überstruktur gefunden. Spätere Untersuchungen haben gezeigt, dass in Abhängigkeit von den Präparationsbedingungen neben der 5×1 Überstruktur auch eine 5×20 oder 5×25 oder aber eine hex 0,7° Struktur vorkommt [55 - 60]. Da so viel über die Pt(100) Oberfläche bekannt ist, stellt sie eine gute Erprobungsoberfläche für das Raster LEED Mikroskop dar. An dieser Oberfläche kann die Deutung der Beugungsbilder gut erprobt werden, bevor sie auf andere Systeme angewendet wird, auch wenn die Ortsauflösung des Mikroskops nicht getestet werden kann.

Die Präparation der Pt(100) Oberfläche erfolgte wie folgt:

Zu Beginn wird die Oberfläche durch 10-minütiges Argonionenätzen bei einer Stromdichte von $1 \cdot 10^{-2} \text{ A/m}^2$ und 1000 eV kinetischer Energie gereinigt. Anschließend wird der Kohlenstoff, der durch das Ionenätzen nicht entfernt werden kann, durch 10-minütiges Glühen bei 1000 K und $1 \cdot 10^{-4} \text{ Pa}$ Sauerstoffpartialdruck verbrannt und dadurch entfernt. Um die Schäden an der Oberfläche wieder auszuheilen, die durch das Ionenätzen entstanden sind, wird die Probe im Anschluss noch 30 weitere Minuten auf 1000 K gehalten.

Hierbei rekonstruiert die Oberfläche mit einer 5×1 Überstruktur, deren Domänen größer sind als die Auflösung des Raster LEED Mikroskops bei 250 V, also mindestens 100 nm. In Abb. V.1 sind zwei typische Beugungsbilder des Raster LEED Mikroskops auf Pt(100) abgebildet. In Bild a) ist deutlich eine netzartige Struktur zu erkennen, an deren Knoten die Hauptreflexe liegen und dazwischen jeweils vier Überstrukturreflexe. Das Netz wird gebildet, da sich auf diesem Beugungsbild zwei 5×1 Überstrukturdomänen überlagern. Wenn nur eine Überstrukturdomäne vorliegt, wie in Bild b), so ist es schwer, die Hauptreflexe von den Überstrukturreflexen zu unterscheiden.

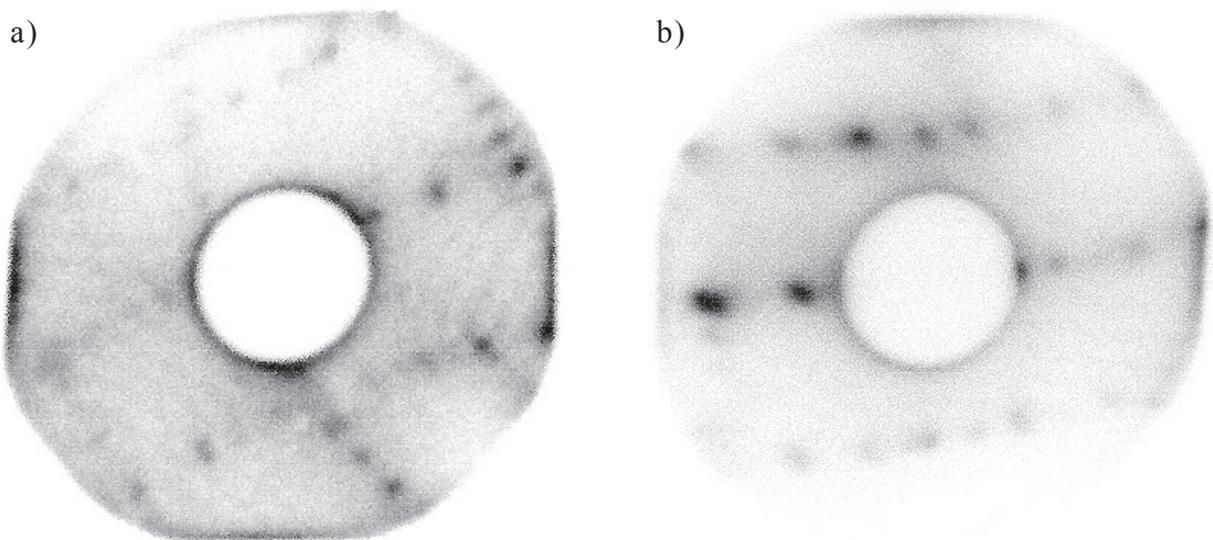


Abb. V.1: Beide LEED Bilder wurden bei einer Energie von 553 V aufgenommen, bei a) ist der Einfallswinkel 75° bei b) 65° gegen die Oberflächennormale. Die Bilder sind an unterschiedlichen Positionen auf der Probe aufgenommen worden. Bei a) sieht man die Überlagerung zweier oder mehrerer 5×1 Strukturdomänen, wodurch ein gitterförmiges Muster entsteht. Bei b) ist nur eine einzelne Strukturdomäne im ausgeleuchteten Gebiet.

Die Identifikation der einzelnen Beugungsreflexe ist ohne weitere Informationen also nicht möglich. Zumindest die Position des (00)-Reflexes muss bekannt sein. Zur Identifizierung des (00)-Reflexes kann man die Energie leicht variieren und die Verschiebung der Reflexe beobachten. Dieses ist in Abb. V.2 dargestellt. Dabei ist jedoch zu beachten, dass zwar alle Reflexe mit wachsender Energie auf den (00)-Reflex zulaufen, dies jedoch wegen der nicht senkrechten Betrachtung des Problems nicht entlang von

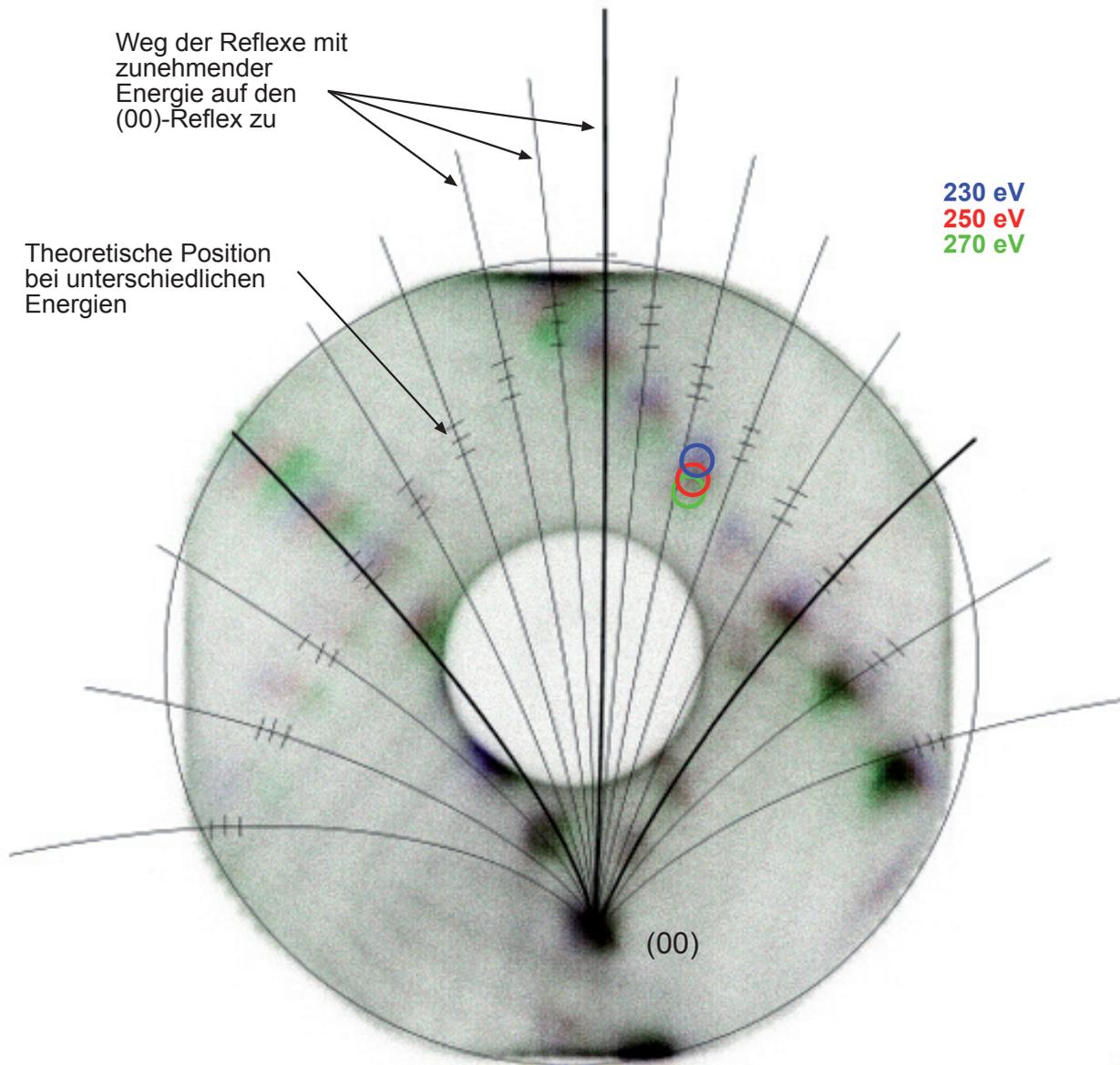


Abb. V.2: Drei übereinander gelegte LEED Bilder von einer Pt(100)5×1 Oberfläche. Die einzelnen Bilder sind unter identischen Bedingungen aufgenommen worden, jedoch mit unterschiedlichen Energien. Die einzelnen Bilder sind in blau 230 eV, rot 250 eV und grün 270 eV eingefärbt worden. Die Summe der Farben ergibt wieder grau, so dass nur die Verschiebung der Reflexe bei den drei Energien farblich erkennbar ist. Die einzelnen Reflexe bei den verschiedenen Energien liegen dichter zusammen als die Auflösung der Einzelreflexe, die durch das Diskriminatorgitter aufgeweitet werden. Die Position von Reflexen ist jedoch genauer zu bestimmen, so dass die Verschiebung der Reflexe mit der Energie erkennbar ist. Die schwarzen Linien zeigen die berechneten Wege, auf denen die Reflexe bei steigender Energie auf den (00)-Reflex hin zusammenlaufen. Die Wege der Hauptreflexe sind hierbei dicker eingezeichnet als die der Überstrukturreflexe. Die Querstriche zeigen die errechneten Positionen für die Reflexe bei 230, 250 und 270 eV an. Dass die berechneten Reflexe nicht mit den gemessenen übereinstimmen, liegt an nicht näher bestimmten Bildverzerrungen. Die theoretischen Abstände der Reflexe bei den unterschiedlichen Energien in Richtung

Geraden geschieht, sondern entlang von gekrümmten Wegen, die als schwarze Linien mit eingezeichnet sind und deren Verlauf bei variierender Energie sich aus der kinematischen Beugungstheorie ergibt. Die errechneten Positionen für die verwendeten Energien 230 eV, 250 eV und 270 eV sind durch kleine Querstriche markiert. Nur der (00)-Reflex ändert seine Position nicht. Für alle anderen Reflexe gilt, dass die Ablenkung antiproportional zur Wurzel der Energie ist und demnach die Reflexe mit der höchsten verwendeten Energie von 270 eV (grün) dem (00)-Reflex am nächsten sind, während die mit 230 eV (blau) am weitesten entfernt sind.

Aus Abb. V.2 ist erkennbar, dass die Positionsbestimmung der Reflexe mit dem LEED Detektor empfindlich genug ist, um auch kleine Energievariationen von ca. 10% sichtbar zu machen, auch wenn Reflexe mit diesen Abständen wegen der Reflexaufweitung durch das Diskriminatorgitter nicht mehr getrennt werden können. Dadurch kann der (00)-Reflex bestimmt werden und mit dem Wissen um den (00)-Reflex können die Beugungsreflexe identifiziert werden. Wäre der (00)-Reflex nicht bestimmbar, wären die Reflexe nur bis auf die Verschiebung um einen Hauptreflex zu identifizieren.

Die Bestimmung der Position der Reflexe bei gegebener Energie und auch die Bestimmung der Wege in Abb. V.2 sind mit Hilfe der kinematischen Theorie mit dem C++ Programm von N. Mikuszeit berechnet worden, wobei nicht nur von einem schrägen Einfall, sondern auch von schräger Betrachtung der Ewaldkugel ausgegangen worden ist. Es ist also möglich, zu berechnen, wo sich Reflexe bei beliebigen Energien, unter beliebigen Einfalls- und Ausfallswinkeln befinden.

In Abb. V.3 ist ein mit Hilfe der kinematischen Theorie berechnetes Beugungsbild zusammen mit einem vom LEED Detektor aufgenommenen Beugungsbild abgebildet. Die berechneten Reflexe sind grün -Hauptreflexe- und gelb -Überstrukturreflexe-, wobei zwei um 90° gedrehte Überstrukturdomänen angenommen worden sind. Auf der linken Seite von Abb. V.3 ist zu sehen, wie gut Theorie und Experiment übereinstimmen. Auf der rechten Seite passen die theoretischen mit den gemessenen Reflexen jedoch nicht so gut zusammen. Mögliche Ursachen dafür sind:

1. Verzerrungen des Bildes, die durch leichte Variationen der Auskoppelkapazitäten entstehen.
2. Eventuelle geringfügige Aufladungen mit den daraus resultierenden Feldern im Raum zwischen Detektor und Probe.
3. Genau wie bei der inhomogenen Ausleuchtung, Fehlpositionierung des Detektors in Bezug auf das Beugungszentrum.

Wie in Abb. V.3 zu erkennen ist, ist die Intensität der Reflexe kein Indiz für Hauptreflexe. In Abb. V.3 sind die drei hellsten Reflexe Überstrukturreflexe. Dazu kommt, dass Reflexe am inneren als auch am äußeren Rand des Detektors intensiver werden. Eine eindeutige Zuordnung ist also nur mit Unterstützung von Berechnungen und

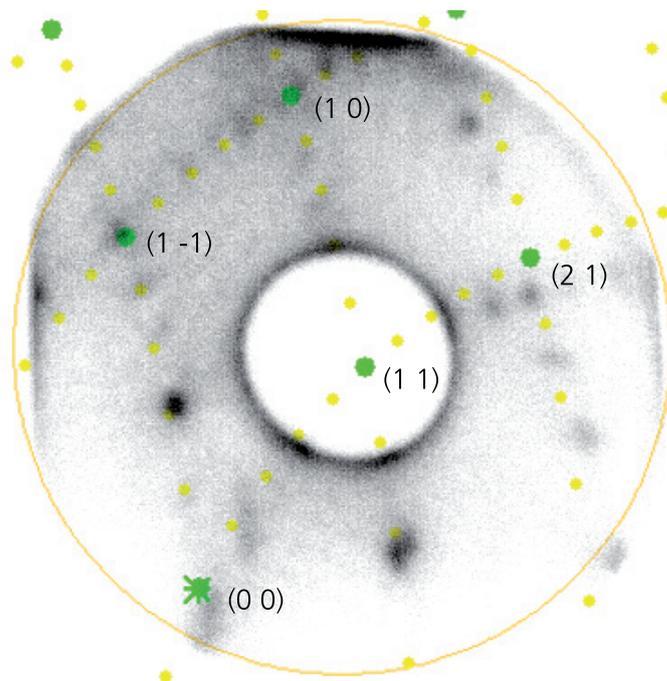


Abb. V.3: Beugungsbild an Pt(100)5×1 mit zwei Strukturdomänen bei einer Energie von 553 V, einem Einfallswinkel von 75°, beobachtet unter 60° zur Normalen, darüber liegt ein theoretisches Beugungsbild. Die Hauptreflexe sind grün, die Überstrukturreflexe gelb eingezeichnet. Der grüne Stern links unten ist der (00)-Reflex. Der gelbe Kreis gibt den ideal runden Detektordurchmesser an. Das Bild ist nach rechts oben verzerrt, wodurch die Abweichungen der gemessenen Reflexe von dem theoretischen Beugungsbild entstehen.

unter Kenntnis des (00)-Reflexes möglich. Die identifizierten Hauptreflexe sind eingezeichnet.

Durch die Beweglichkeit des Detektors ist es möglich, einen deutlich größeren Raumwinkel zu erfassen, als nur mit dem LEED Detektor, indem man verschiedene Aufnahmen unter gleichen Bedingungen zusammenfügt, bei denen der Detektor jedes mal etwas verdreht oder verkippt wurde. Hierbei kann man die Reflexe so aneinander legen, dass ein größeres Bild entsteht. Ein Beispiel hierfür ist in Abb. V.4 gezeigt. Es sind 10 Einzelaufnahmen so aneinander gelegt worden, dass die Reflexe der Einzelaufnahmen übereinander liegen und so ein Beugungsbild des gesamten erfassbaren Raumes ergeben. Gleichzeitig ist auch das theoretische Beugungsbild gezeigt. Auch hier ist die Intensität der Reflexe kein Indiz dafür, dass ein Hauptreflex oder ein Überstrukturreflex vorliegt oder nicht. Die Positionen passen jedoch so gut zusammen, dass eine Zuordnung der Reflexe möglich ist. Um eine Vorstellung davon zu bekommen, wie groß der erfassbare Raumwinkel ist, sind in Abb. V.4 alle möglichen theoretischen Reflexe eingezeichnet worden. Außerdem ist in Abb. V.4 die Neigungsachse nicht parallel zu einer niedrig indizierten Kristallrichtung, wie in den in Abb. II.9 in Kapitel II.4 gezeigten Beugungsbildern. Dadurch ist erkennbar, wie sich die Symmetrien bereits bei wenigen Grad Abweichung der Neigungsachse von den niedrig indizierten Kristallachsen verschieben.

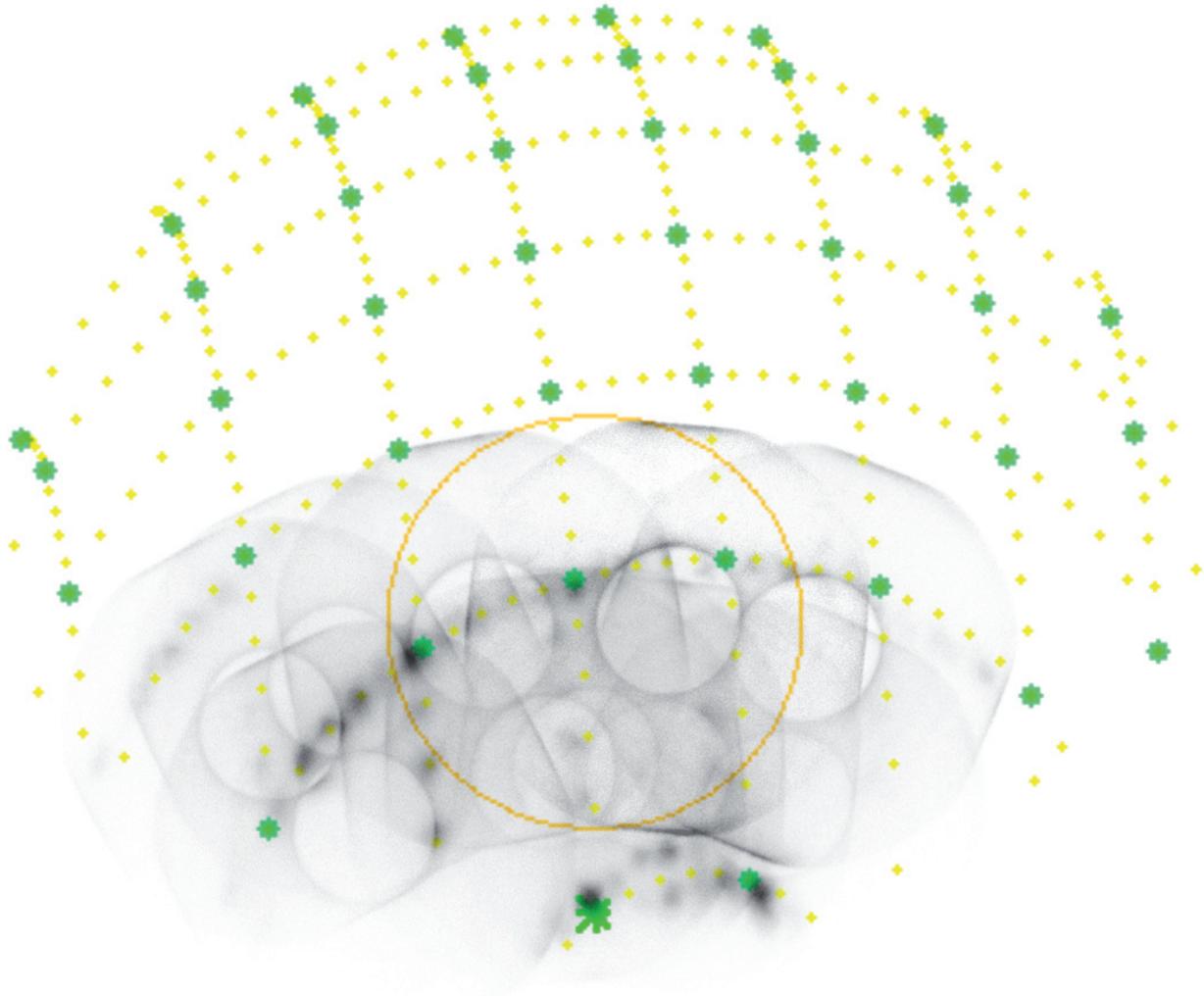


Abb. V.4: Ein aus 10 Einzelaufnahmen zusammengefügtes Beugungsbild einer Pt(100)5×1 Oberfläche bei einer Energie von 300 eV unter einem Einfallswinkel von 80° zusammen mit der Darstellung des zugehörigen theoretischen Beugungsbildes. Die 10 Aufnahmen decken den gesamten, mit dem Raster LEED Mikroskop erfassbaren Raumwinkelbereich ab. Das theoretische Beugungsbild zeigt alle möglichen Reflexe bei dieser Energie, um einen Vergleich mit Abb. II.9 in Kapitel II.4 zu ermöglichen. Die Hauptreflexe sind grün, die Überstruktureffekte gelb, der (00)-Reflex ist ein grüner Stern. Der gelbe Kreis zeigt die Fläche, die das Mikro LEED mit einer Aufnahme erfassen kann.

Es wird in Abb. V.4 gezeigt, dass sich die Einzelbeugungsbilder des Raster LEED Mikroskops zu einem deutlich größeren Bild zusammenfügen lassen. Ist auf diese Weise ein großwinkliges Bild entstanden, wird der Vergleich der Beugungsbilder mit den Simulationen deutlich leichter. Grundsätzlich gilt natürlich, dass die Identifizierung der Beugungsbilder mit Hilfe der Simulationsrechnungen einfacher wird, je mehr Reflexe erfasst werden. Wegen der kleinen Ausdehnung des LEED Detektors ist die Menge der erfassbaren Reflexe allerdings eingeschränkt. Wenn man die Primärenergie erhöht, damit die Beugungsreflexe dichter beieinander liegen und man so mehr Reflexe gleichzeitig erfassen kann, dann nimmt auch die Menge der Rückstreuungselektronen stark zu. Die Rückstreuungselektronen haben aber zum Teil eine den elastisch gestreuten Elektronen vergleichbare Energie, so dass sie nicht unterschieden werden

können. Dabei tragen die Rückstreuelektronen keine Informationen über die Kristallstruktur. Dadurch verschlechtert sich das Reflex-zu-Hintergrund Verhältnis.

Allgemein lässt sich eine Oberfläche anhand ihres Beugungsbildes mit dem Raster LEED Mikroskop bestimmen, solange mindestens drei Reflexe, der (00)-Reflex, der Einfallswinkel des Primärstrahls, Primärenergie und das Material der Oberfläche bekannt sind. Bei der Bestimmung der Reflexe kann man sich aber nicht auf die Intensität der Reflexe verlassen. Hauptstrukturreflexe sind nicht zwingend intensiver als Überstrukturreflexe und der (00)-Reflex kann durchaus unscharf sein wie in Abb. V.3.

V.2 Ortsaufgelöste Beugung an polykristallinem Kupfer

An polykristallinem Kupfer soll die Möglichkeit des Raster LEED Mikroskops untersucht werden, unterschiedliche Kristallite mit Größen von wenigen 100 nm abzubilden und deren Orientierung zu bestimmen. Bei der verwendeten Probe sind die Korngrößen deutlich größer als das Auflösungsvermögen des Raster LEED Mikroskops. Die Präparation des polykristallinen Kupfers erfolgte durch Zyklen von 30-minütigen Argonionenätzen mit einem Probenstrom $1 \cdot 10^{-2} \text{ A/m}^2$ bei einer Energie von 1000 eV und 30-minütigen Heizen bei ca. 900 K. In Abb. V.5 ist das Sekundärelektronenbild der polykristallinen Kupferplatte zu sehen. Die einzelnen Körner haben Größen von bis zu 100 μm . Die sichtbaren Kontrastunterschiede im Sekundärelektronen-

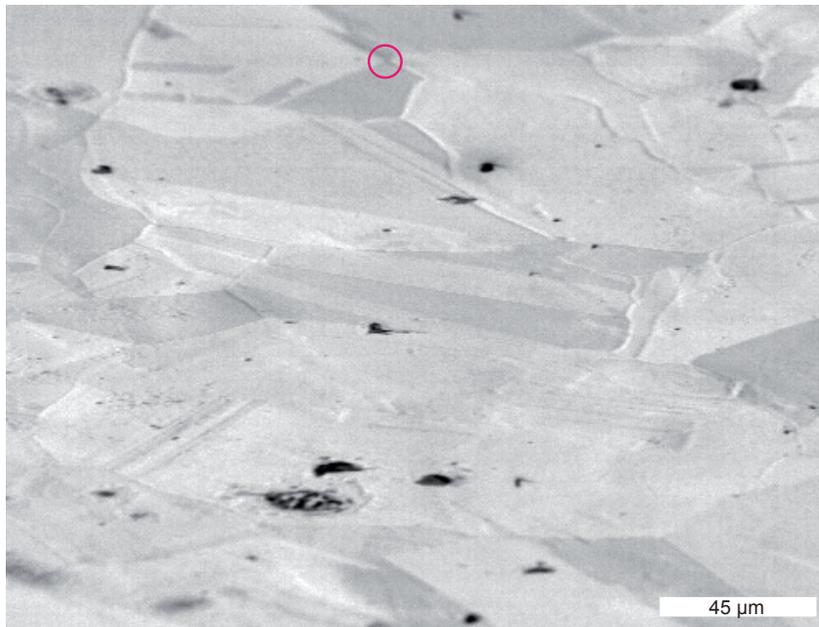


Abb. V.5: Sekundärelektronenbild einer reinen, polykristallinen Kupferoberfläche, aufgenommen mit 577 V unter einem Einfallswinkel von 68° zur makroskopischen Oberflächennormalen. Die einzelnen Körner sind durch den kristallinen Kontrast und unterschiedlicher Neigung zum Sekundärelektronendetektor erkennbar. Der mit einem roten Kreis markierte Bereich wird noch weitergehend untersucht. Die schwarzen Flecke sind Verunreinigungen auf der Oberfläche.

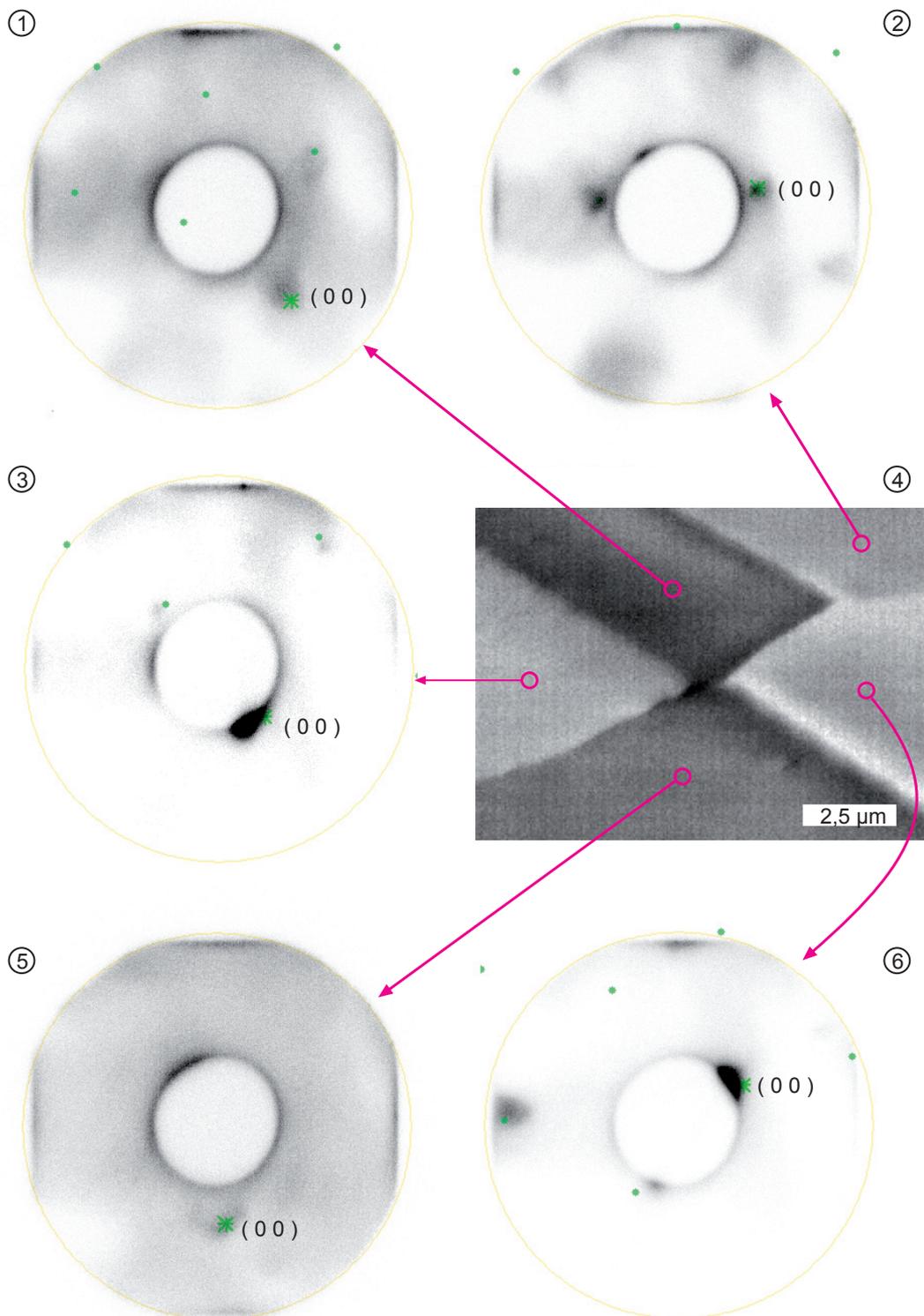


Abb. V.6: Beugungsbilder von verschiedenen Körnern der polykristallinen Oberfläche. Alle LEED Bilder sind bei identischer Proben- und Detektorposition gemacht worden. In 4 sind die Positionen der einzelnen LEED Bilder auf der betrachteten Oberfläche markiert. Alle Bilder sind mit 577 V unter einem Einfallswinkel von 68° zur makroskopischen Oberfläche gemacht worden. In die LEED Bilder sind die errechneten Beugungsbilder eingefügt, die benutzt wurden, um die Reflexe zu identifizieren. Weitere Informationen im Text.

bild haben ihre Ursache in der unterschiedlichen Neigung der Einzelkristallite zum Detektor. Bei einer Neigung der makroskopischen Oberflächennormalen von 68° zum einfallenden Elektronenstrahl, macht eine Variation der mikroskopischen Oberfläche von nur 4° einen Unterschied von ca. 17% im Elektronenyield aus. Über die exakte Verdrehung oder eine Neigung der Oberflächen der einzelnen Körner gegeneinander kann auf diese Weise jedoch keine Aussage gemacht werden. Von den niedrig indizierten Kupferoberflächen ist bekannt, dass sie keine Überstrukturen ausbilden. Allerdings ist in neuen Untersuchungen nachgewiesen worden, dass es leichte Verzerrungen der Oberfläche um etwa 1% der Gitterkonstante gibt [61; 62], was jedoch mit dem Raster LEED Mikroskop nicht nachgewiesen werden konnte, da die Verschiebung der Beugungsreflexe durch diese 1%ige Verzerrung kleiner ist, als das Winkelauflösungsvermögen des LEED Detektors.

Der mit dem roten Kreis gekennzeichnete Bereich in Abb. V.5 ist in Abb. V.6 vergrößert dargestellt. Von den unterschiedlichen Körnern sind Beugungsbilder bei gleichbleibender Detektorposition aufgenommen worden. Die Beugungsbilder sind mit berechneten Beugungsbildern von niedrig indizierten Kupferoberflächen verglichen worden, so dass den einzelnen Kornoberflächen Kristallstrukturen zugeordnet werden konnten, die in Tab. V.1 aufgelistet sind. Außerdem ist mit der Bestimmung der Kristallstruktur die Position der (00)-Reflexe zueinander bestimmt worden, so dass Aussagen über die Verkippung, Verdrehung und Orientierung der einzelnen Kornoberflächen gegeneinander gemacht werden konnten. Auch diese Ergebnisse sind in Tab. V.1 aufgelistet.

Korn mit LEED Bild Nr.:	Kristallorientierung	Winkel zwischen der mikroskopischen und der makroskopischen Oberflächennormalen		Verdrehung des Korns in Bezug auf Korn 3
		θ	φ	
1	(100)	$(2,7 \pm 1)^\circ$	$(1,1 \pm 1)^\circ$	$(71 \pm 4)^\circ$
2	(110)	$(-2,8 \pm 1)^\circ$	$(1,1 \pm 1)^\circ$	$(54 \pm 4)^\circ$
3	(100)	$(0,7 \pm 1)^\circ$	$(-0,4 \pm 1)^\circ$	$(0 \pm 0)^\circ$
5	Nur (00)-Reflex erkennbar	$(3,2 \pm 1)^\circ$	$(-2,4 \pm 1)^\circ$	-
6	(110)	$(-3,8 \pm 1)^\circ$	$(0,6 \pm 1)^\circ$	$(88 \pm 4)^\circ$

Tab. V.1: Zuordnung der Körner anhand der Beugungsbilder aus Abb. V.6

Hieraus lässt sich ein dreidimensionales Bild der Oberfläche errechnen, das die Kristallstruktur an den Oberflächen der einzelnen Körner enthält und in Abb. V.7 dargestellt ist. AFM-Aufnahmen (Atomic Force Mikroskop) von vergleichbaren Gebieten der Oberfläche haben gezeigt, dass die Übergänge zwischen den Körnern nicht so scharf sind wie in Abb. V.7 dargestellt, sondern abgerundet. Dennoch sind Höhenunterschiede von einigen 100 nm auf einer Strecke von wenigen 100 nm zu erkennen. Zwei der Körner, 1 und 3, haben eine fcc(100) Oberfläche, Korn 2 und 4 haben eine fcc(110) Oberfläche. Bei Korn 5 konnte die Oberfläche nicht bestimmt werden.

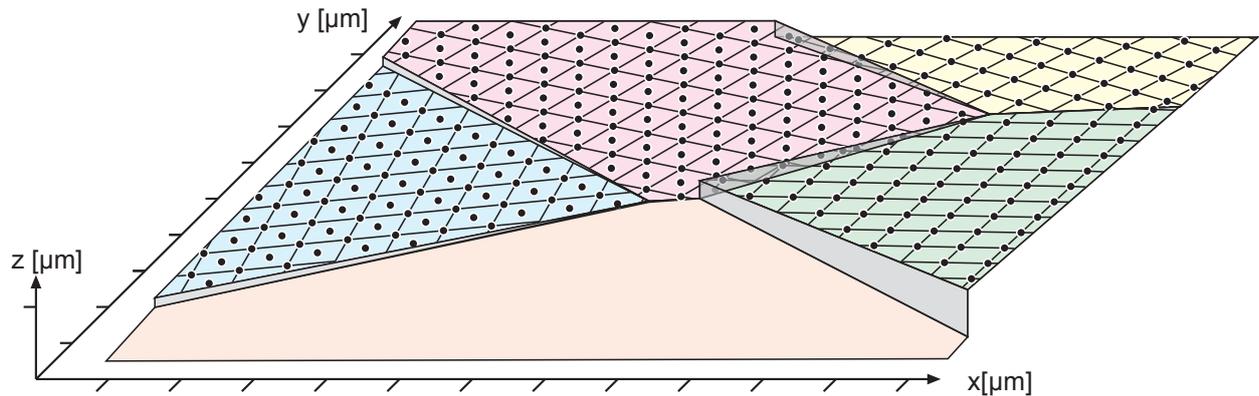


Abb. V.7: Dreidimensionale Rekonstruktion der Oberfläche aus Abb. V.6 inklusive der Kristallorientierung der Einzelkörner. Dem unteren Korn konnte keine Kristallorientierung zugeordnet werden, da nur der (00)-Reflex zu erkennen war.

Von demselben Gebiet, das in Abb. V.5 markiert worden ist und von dem die unterschiedlichen Beugungsbilder in Abb. V.6 stammen, sind unterschiedliche Verteilungsbilder aufgenommen worden, bei denen Reflexe unterschiedlicher Körner zur Kontrastbildung genutzt wurden. Diese sind in Abb. V.8 dargestellt. Zum Vergleich mit den Verteilungsbildern mit Beugungskontrast ist das Verteilungsbild mit Sekundärelektronenkontrast desselben Ausschnitts in Abb. V.8 b 1 abgebildet. Der Sekundärelektronendetektor steht bei der Aufnahme dieses Bildes auf der Probenoberfläche abgewandten Seite, ebenso wie in Abb. V.8 a dargestellt. Verteilungsbilder mit Beugungskontrast werden aufgenommen, indem der LEED Detektor so positioniert wird, dass ein Beugungsreflex von einem Punkt der Oberfläche aus genau in das mittig im LEED Detektor montierte Channeltron fällt und dann der Elektronenstrahl über die Probe gerastert wird. Jedes Mal, wenn die Beugungsbedingung erfüllt ist, die bei der Ausrichtung des LEED Detektors herrschte, wird der entsprechende Punkt auf der Probe hell, ansonsten dunkel abgebildet. Eine schematische Visualisierung dieser Methode ist in Abb. V.8 a dargestellt. Bei den Verteilungsbildern mit Beugungskontrast, die in Abb. V.8 b 2 bis 4 abgebildet sind, ist jeweils der (00)-Reflex eines anderen Korns zur Kontrastbildung genutzt worden. Damit werden nicht im eigentlichen Sinne unterschiedliche Beugungsbedingungen zur Kontrastbildung genutzt, sondern die unterschiedlichen Orientierungen der mikroskopischen Oberflächen. Im Sekundärelektronenbild in Abb. V.8 b 1 sind die unterschiedlichen Körner markiert, von denen die Reflexe zur Kontrastbildung in Abb. V.8 b 2 bis 4 genutzt wurden. In den Verteilungsbildern 2 bis 4 ist nicht der zu erwartende schwarz-weiß Kontrast zu erkennen, den die Idee der Verteilungsbilder mit Beugungskontrast vermuten lässt. Vielmehr sind in Abb. V.8 b 2 bis 4 fünf bis sechs verschiedene Graustufen zu erkennen. Das Korn 3 ist sogar in allen drei Verteilungsbildern mit Beugungskontrast hell, während in allen drei Bildern Korn 1 und 5, nach der Benennung von Abb. V.6, dunkel sind. Nur Korn 2 und 5 vertauschen in Abb. V.8 b 2 und 4 ihre Helligkeit, wobei das jeweils andere Korn jedoch nicht schwarz wird sondern grau bleibt. Das liegt in der Ausdehnung der Reflexe und dem Öffnungswinkel des Channeltrons begründet.

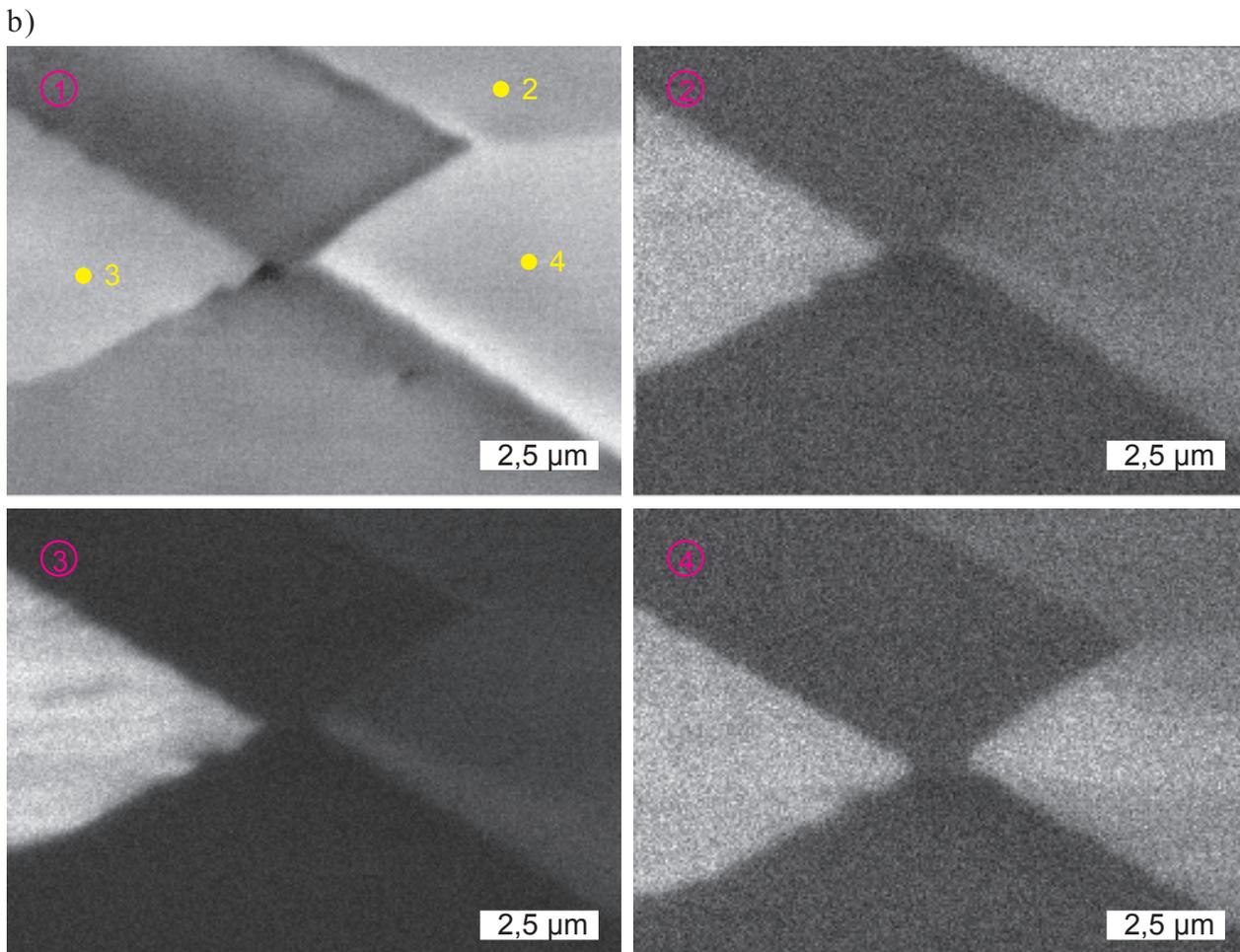
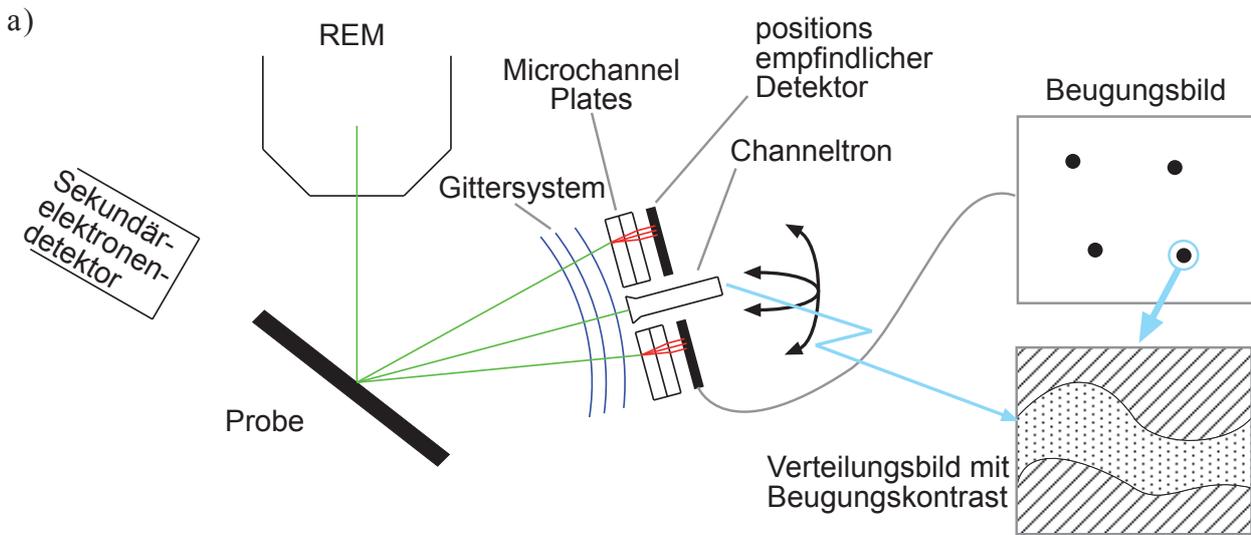


Abb. V.8: Verteilungsbilder, bei denen die Intensität eines Beugungsreflexes bei 577 V als Kontrastmechanismus verwendet wurde. Bei a) ist die Methode, mit der die Verteilungsbilder aufgenommen wurden, noch einmal zur Erinnerung schematisch dargestellt. Unter b) sind Bilder mit unterschiedlichen Kontrastmechanismen abgebildet. Bild 1 wurde mit dem Sekundärelektronendetektor aufgenommen. Die gelben Punkte zeigen die Körner an, von denen Reflexe zur Kontrastbildung bei 2, 3 und 4 verwendet wurden. Auch bei Bild 2 und 4 ist das Korn von 3 immer noch hell, jedoch ist die Helligkeit der rechten Körner bei 2 und 4 vertauscht.

Der LEED Detektor wird so justiert, dass ein Reflex eines bestimmten Korns zentrisch in das Channeltron fällt. Wenn ein Reflex eines anderen Korns nur wenig gegenüber dem ursprünglichen Reflex verschoben ist, fällt seine Flanke immer noch in das Channeltron. Das andere Korn erscheint grau. Allerdings unterscheidet sich nicht nur die Position der Reflexe voneinander, sondern auch ihre Intensität. Wenn auf einen Reflex mit schwacher Intensität justiert wird und nur wenig daneben ein Reflex mit großer Intensität liegt, dann kann es sein, dass das Korn des Reflexes mit großer Intensität heller abgebildet wird, als das Korn des Reflexes auf den justiert wurde. Für Abb. V.8 b 2 bedeutet das: Der Reflex aus Gebiet 4 ist dicht neben dem Reflex aus Gebiet 2, so dass Gebiet 4 heller ist, als die Gebiete daneben. Zusätzlich ist die Intensität des Reflexes von Korn 3 so groß, dass Korn 3 vergleichbar hell ist wie Korn 2. Wenn die Intensität eines Reflexes groß ist, werden mehr Strukturen in dem jeweiligen Gebiet sichtbar. So ist in Abb. V.8 b 3 eine linienartige Struktur im Gebiet 3 erkennbar, die auf eine leichte Facettierung der Oberfläche hinweist. In Abb. V.8 b 4 ist zu erkennen, dass in Gebiet 4 zwei unterschiedlich helle Regionen vorliegen, die weder im Sekundärelektronenbild noch in Abb. V.8 b 2 erkennbar sind. Das laterale Auflösungsvermögen bei den Verteilungsbildern mit Beugungscontrast unter den Bedingungen von Abb. V.8 b beträgt ca. 200 nm.

V.3 Untersuchungen von Kupfer auf Fe(100)

Ein gutes Beispielsystem, um sowohl die Abbildungseigenschaften als auch die ortsaufgelöste Beugung zu demonstrieren, ist Kupfer auf Fe(100). Von Unguris et al. [63] ist beobachtet worden, dass beim Wachstum von Kupfer auf einem nicht durch Ionenätzen gereinigten, sondern nur durch Heizen präpariertem Eisenwhisker, nur ein bis zwei Monolagen epitaktisch aufwachsen, und sich weiteres Kupfer in bis zu 4 μm^2 großen Kristalliten sammelt. Diese Inseln sehen aus wie Pyramiden ohne Spitze, was auf Kristallwachstum hinweist. Die Wiskeroberfläche darf nicht durch Ionenätzen gereinigt werden, da sonst die Beweglichkeit des Kupfers so groß wird, dass die Inseln nur noch an den Rändern der Whiskeroberfläche wachsen, aber nicht mehr darauf. Unguris et al. sprechen von einer freien Weglänge des Kupfers auf der ungeätzten Oberfläche bei Raumtemperatur von einigen 100 μm , was das Wachsen der Inseln erst ermöglicht. Bei dieser Materialkombination haben Substrat und Film nicht nur unterschiedliche Kristallstrukturen, Eisen bcc bzw. Kupfer fcc, sondern auch noch stark unterschiedliche Atomabstände in der (100) Ebene (Fe: 0,286 nm; Cu: 0,256 nm), was einer Gitterfehlpassung von etwa 10% entspricht.

Die hier verwendeten Eisenwhisker sind ca. 1 Jahr lang nach ihrer Herstellung an Luft gelagert worden. Auf ihrer Oberfläche waren mit einem Rasterelektronenmikroskop keine Verunreinigungen erkennbar; dennoch waren die entsprechenden LEED Bilder von einer nicht präparierten Oberfläche so diffus, dass keine Reflexe erkennbar waren,

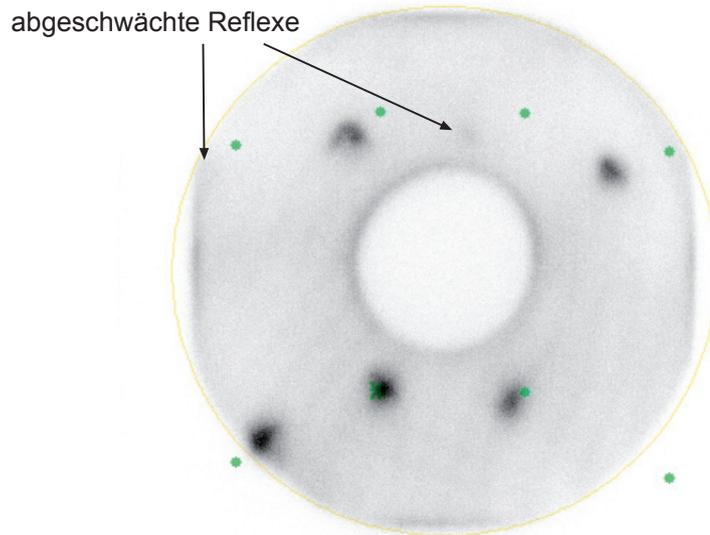


Abb. V.9: Beugungsbild von einem Fe(100) Whisker bei 553 V unter ca. 60° . Die Reflexe sind mit Hilfe von berechneten Beugungsbildern identifiziert worden. Eine Zuordnung der Reflexe ist schwieriger als bei dem Platineinkristall, da sich zum einen der Einfallswinkel der Elektronen nicht so gut bestimmen lässt, weil die Montage des Whisker nicht so exakt möglich war wie bei dem Einkristall, und da zum anderen auch Reflexe mit stark reduzierter Intensität vorliegen. So ist zwischen den beiden oberen Reflexen direkt über dem Loch ein schwacher Reflex zu erkennen, der dem (1 1)-Reflex zugeordnet werden kann.

was auf eine dünne amorphe Oxidschicht hinweist. Erst nach 210 Minuten Ionenätzen mit 1000 eV Argonionen bei einem Strom von $1,5 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ und 180 Minuten Heizen auf ca. 800 K ordnet sich die Oberfläche ausreichend für ein LEED Bild, wie in Abb. V.9 dargestellt. Die Zuordnung der Reflexe in Abb. V.9 ist deutlich schwieriger als bei dem Platineinkristall. Der Eisenwhisker ist eine dünne Nadel, die nicht deformiert werden darf. Deshalb wurde die Nadel nur an einem Ende auf dem Probenhalter festgeklemmt. Dadurch ist es schwierig, die Oberfläche des Whiskers parallel zu

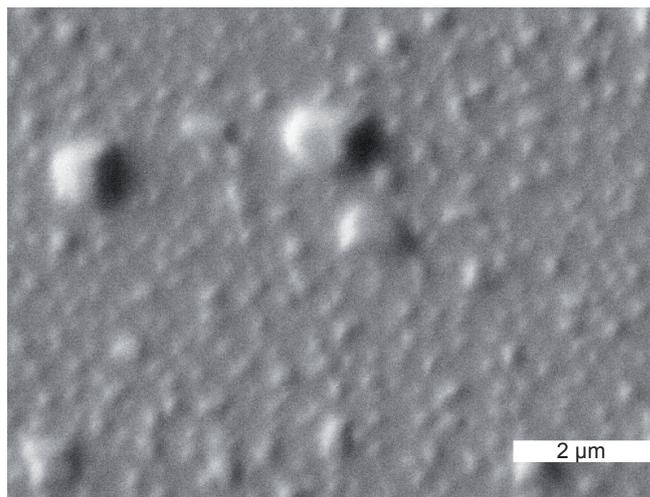


Abb. V.10: Sekundärelektronenbild bei 750 V eines dünnen Kupferfilmes auf einem Fe(100) Whisker. Der Untergrund zwischen den Kristalliten ist (28 ± 4) nm dick. Das Bild ist bei senkrechtem Einfall aufgenommen. Es sind deutlich Objekte zweier unterschiedlicher Größenordnungen zu erkennen. Zum einen die 50 bis 300 nm kleinen Inseln, wie auch bei der 48 nm dicken Kupferschicht in Abb. V.11 zu sehen, zum anderen die auch von J. Unguris et al. gefundenen Kristallite mit 1 bis $4 \mu\text{m}^2$ Fläche.

dem Probenhalter auszurichten. Zudem neigte sich die Nadel vom Probenhalter weg. Wegen dieser Befestigung konnte der genaue Einfallswinkel weder in Kipprichtung noch senkrecht dazu bei diesem Experiment eindeutig bestimmt werden. Außerdem sind bei den Bedingungen unter denen Abb. V.9 aufgenommen wurde, das heißt Einfallswinkel von ca. 60° und 553 eV Elektronenenergie, der (1 1)- und der (1 -1)-Reflex durch Interferenz der Elektronenwellen an tiefer liegenden Atomen abgeschwächt.

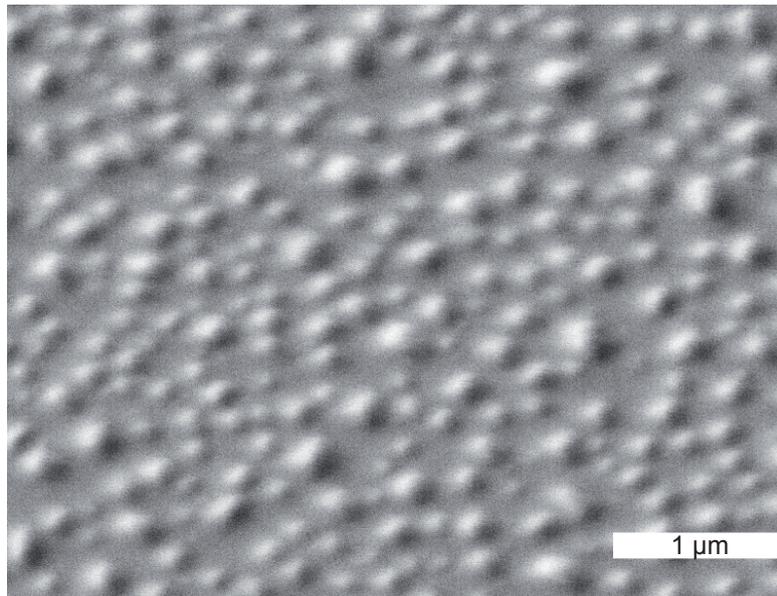


Abb. V.11: Sekundärelektronenbild einer Kupferschicht von (48 ± 11) nm Dicke auf einem Eisenwhisker bei 2000 V, unter senkrechtem Einfall aufgenommen. Die Oberfläche ist nicht eben, sondern mit einer Vielzahl von Inseln bedeckt, die zwischen 50 und 300 nm Kantenlänge haben.

Es wurden zwei Kupferschichten mit unterschiedlichen nominellen Dicken abseits der Kristallite -einmal entsprechend einer Schichtdicke von (28 ± 7) nm und einmal (48 ± 11) nm, die Dicke wurde mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX - Energy Dispersive x-Ray Analysis) vermessen- auf zwei verschiedenen Eisenwhiskern bei Raumtemperatur und einem Druck kleiner $5 \cdot 10^{-7}$ Pa aufgebracht. Der Eisenwhisker mit der dünneren Schicht war dabei zuvor präpariert worden, so dass Beugungsbilder von seiner Oberfläche aufgenommen werden konnten, wie in Abb. V.9 abgebildet ist. Der andere mit der 48 nm dicken Schicht ist wie von Unguris et al. beschrieben, nicht vorbehandelt worden. Auf beiden Whiskern sind die von Unguris beschriebenen Kristallite gefunden worden, allerdings nicht gleichmäßig über die Oberfläche verteilt, sondern nur in kleinen Gebieten des Whiskers. Abseits der Kristallite sind auf beiden Whisker auch eine Struktur kleinerer Inseln von 50 bis 300 nm Kantenlänge, also einer Größe kleiner $0,1 \mu\text{m}^2$ zu erkennen. Die Strukturen sind in Abb. V.10 für die 28 nm Schicht zusammen mit einigen der großen Inseln und in Abb. V.11 für die 48 nm Schicht fern der Kristallite abgebildet. Durch die Struktur der Inseln erklärt sich auch der große Fehler bei der Schichtdickenbestimmung, weil die Inseln nicht gleichmäßig dick sind und kleiner als die laterale Auflösung von ca. 200 nm des zur Schichtdickenbestimmung verwendeten EDX-Gerätes.

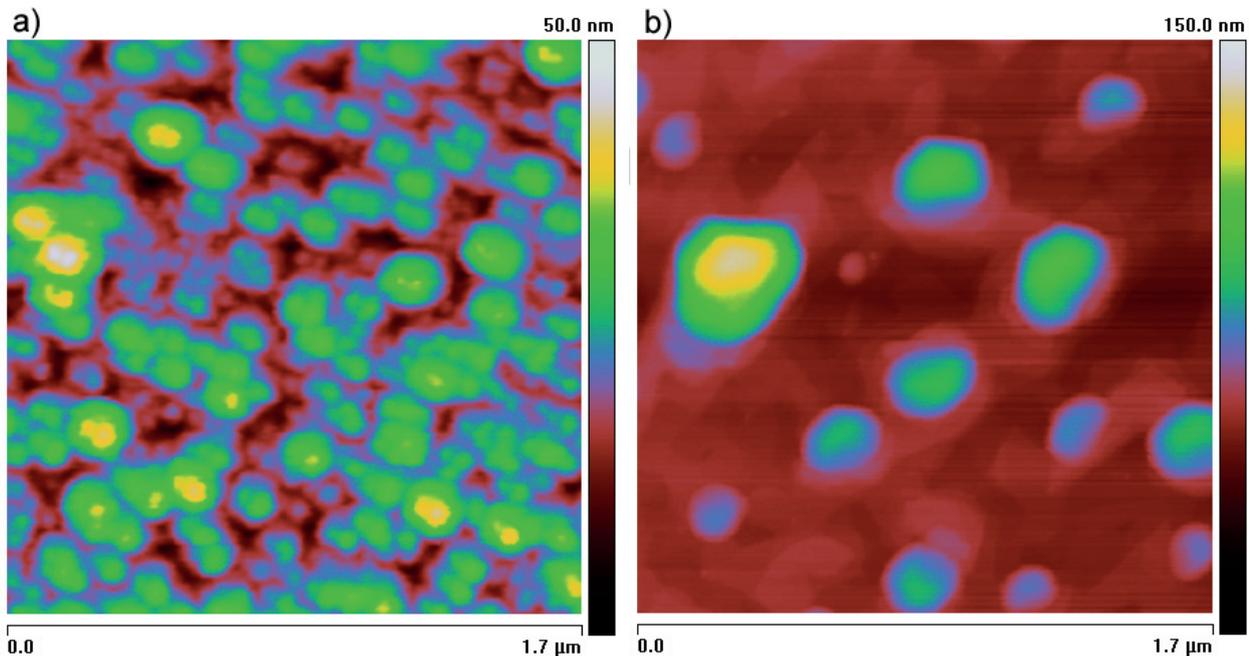


Abb. V.12: AFM Aufnahmen der feinen Kupferstruktur auf einem Eisenwhisker bei Schichtdicken von 48 nm (a) und 28 nm (b). Die Farben enthalten Höheninformationen. Bei der dickeren Schicht sind die Inseln bereits an der Basis zusammengewachsen, während bei der 28 nm Schicht noch deutlich glatte Bereiche zwischen den Inseln erkennbar sind. Die Höhenmodulation und die Strukturgröße bei der 48 nm Schicht ist deutlich kleiner als bei der 28 nm Schicht.

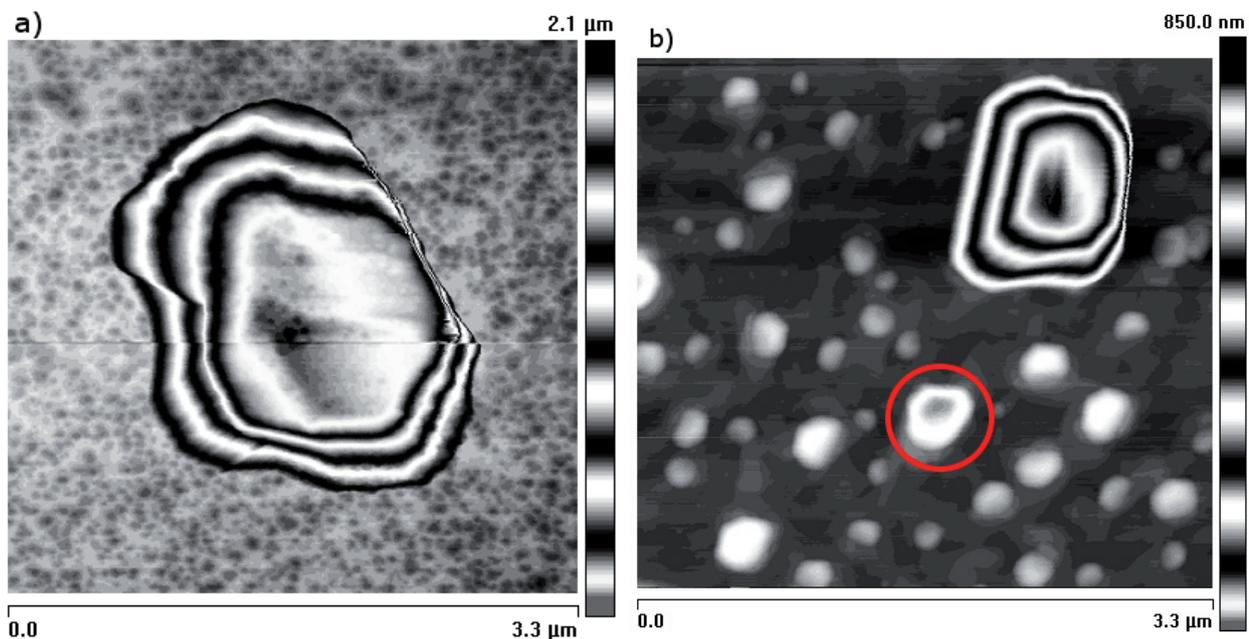


Abb. V.13: AFM-Aufnahmen von großen Kristalliten auf einer 48 nm (a) und einer 28 nm (b) dicken Kupferschicht auf einem Eisenwhisker. Beide Kristallite zeigen eindeutige Facetten. Im Hintergrund von a) ist deutlich die feine Granulierung von Abb. V.12a zu erkennen während bei b) die Ebenen im Untergrund und die diskreten kleinen Inseln zu erkennen sind. Bei der rot umrandeten kleinen Insel in (b) sieht man die einsetzende Facettierung. Bei beiden großen Inseln sind die Dachflächen nicht parallel mit dem Untergrund und die Seitenflächen haben keine einheitlichen Winkel zum Untergrund. Der Kristallit in a) ist $(3,4 \pm 0,1) \mu\text{m}^2$ groß und ca. 1 μm hoch; der Kristallit in b) ist $(0,86 \pm 0,1) \mu\text{m}^2$ groß und ca. 390 nm hoch.

Unterschiede in der feinen Struktur zwischen den Kristalliten bei der 48 nm und der 28 nm dicken Schicht werden erst bei AFM-Aufnahmen mit nur einigen nm Auflösung deutlich, wie sie in Abb. V.12 abgebildet sind. Bei der 48 nm dicken Kupferschicht sind eine Vielzahl von an den Basen zusammengewachsenen kleinen Inseln sichtbar, die die gesamte Oberfläche bedecken. Die Inseln zeigen keine Ordnung in ihrer Positionierung, haben Durchmesser zwischen 50 und 200 nm und sind je nach Fläche zwischen 5 und 30 nm hoch. Bei der 28 nm Schicht sind dagegen diskrete Inseln erkennbar, zwischen denen Areale mit nur geringer Höhenveränderung von weniger als 5 nm liegen. Auch hier zeigt die Verteilung der kleinen Inseln keine Ordnung. Die Inseln haben Durchmesser zwischen 100 und 400 nm, ihre Höhen variieren je nach Ausdehnung der Insel zwischen 15 und 85 nm. Auch wenn die Inseln der 28 nm Schicht deutlich größer sind als die der 48 nm Schicht, haben sie nicht die wohl definierten Seitenflächen der ca. $1 \mu\text{m}^2$ großen Inseln, sondern haben eher eine ovalen Querschnitt. Je größer eine Insel jedoch wird, desto eher ist eine beginnende Facettenbildung erkennbar.

Wie bereits erwähnt, sind die ca. $1 \mu\text{m}^2$ großen Kristallite nicht gleichmäßig auf dem Eisenwhisker verteilt. Die Kristallite treten in Bereichen des Whiskers auf, an denen dieser gebogen ist, nahe der Spitze oder an ähnlichen Bereichen, an denen verstärkt Fehler in der Oberflächenstruktur auftreten. Die Größe der Kristallite hängt von ihrer Anzahl pro Fläche ab. Da die Übergänge zwischen Gebieten mit und ohne Kristalliten kontinuierlich sind, kann eine sehr große Spannweite von Kristallitgrößen betrachtet werden. In Abb. V.13 sind AFM-Aufnahmen zweier Kristallite unterschiedlicher Größe abgebildet. Der größere Kristallit mit $(3,4 \pm 0,1) \mu\text{m}^2$ in Abb. V.13 a stammt von der 48 nm Schicht und ist in einem Bereich mit nur sehr wenigen Kristalliten aufgenommen worden. Abseits des Kristallits ist deutlich die feine Struktur des Untergrunds zu erkennen, wie er auch in Abb. V.12a abgebildet ist. Der Kristallit in Abb. V.13 a ist im Gegensatz zu dem nur $(0,86 \pm 0,1) \mu\text{m}^2$ großen Kristallit in Abb. V.13 b nicht viereckig. Es hat aber, genau wie auch der kleinere Kristallit, glatte Seitenflächen, die gegeneinander geneigt sind. Die Dachfläche ist nicht parallel zum Untergrund, sondern schließt mit diesem einen Winkel von ca. $(6 \pm 1)^\circ$ ein. Der Kristallit hat eine Höhe von ca. $1 \mu\text{m}$. Die Facettierung der Kristallitoberfläche lässt auf kristallines Wachstum in seinem Inneren schließen, das jedoch zumindest nahe seiner Oberfläche nicht mit LEED bestätigt werden konnte. Noch deutlicher ist die Facettierung bei dem kleineren der beiden Kristallite, das in Abb. V.13 b abgebildet ist und eine Fläche von $(0,86 \pm 0,1) \mu\text{m}^2$ bedeckt und ca. 390 nm hoch ist. Der Kristallit in Abb. V.13 b hat einen viereckigen Grundriss, wie man bei einem kubischen Gitter erwarten würde, und deutlich sichtbare Facetten. Die Dachfläche des Kristallits in Abb. V.13 b ist zweigeteilt, allerdings ist keine der beiden Teilflächen parallel zum Untergrund, genauso wie die Seitenflächen keinen einheitlichen Winkel mit dem Untergrund einschließen. Die Winkel der Facetten untereinander geben keine Hinweise auf niedrig indizierte Kristalloberflächen, sondern scheinen eher willkürlich.

Der feinere Untergrund bei der 48 nm dicken Kupferschicht kann auch in der Präparation des Eisenwhiskers begründet liegen. Im Gegensatz zu dem Whisker bei der 28 nm Schicht ist der Whisker der 48 nm Schicht vor dem Aufwachsen des Kupfers sowohl durch Ionenätzen als auch durch Heizen behandelt worden, so dass seine Oberfläche wohlgeordnet war. Es wäre also denkbar, dass abseits der Kristallite von Beginn an mehr kleine Inseln gewachsen sind und dass sich nie die bei der dünneren Schicht beobachtete Struktur, wie sie in Abb. V.12 b abgebildet ist, ausgebildet hat. Unabhängig vom Untergrund sind jedoch auf beiden Whiskern die Kristallite in Regionen mit hoher Störstellendichte gewachsen. Die Struktur mit Kristalliten an Störstellen umgeben von kleinen Inseln ist in beiden Fällen sogar so stabil, dass Ionenätzen und Heizen sie nicht zerstören können.

In der Umgebung der Kristallite in Abb. V.13 b sieht man eine große Anzahl von kleineren Inseln, die, wie schon in Abb. V.12 b gezeigt, von Flächen vergleichbarer Höhe getrennt sind. Bei der größten der kleinen Inseln des Untergrundes in Abb. V.13 b, die mit einer roten Umrandung markiert ist, sieht man den Beginn der Facettierung. Die im Bild obere Hälfte der Insel zeigt bereits Facetten, während die untere noch rund ist. Diese Insel hat eine Fläche von ca. $(0,1 \pm 0,05) \mu\text{m}^2$ und eine Höhe von ca. $(75 \pm 8) \text{ nm}$. Insgesamt treten Facettierungen erst ab einer Inselgröße von

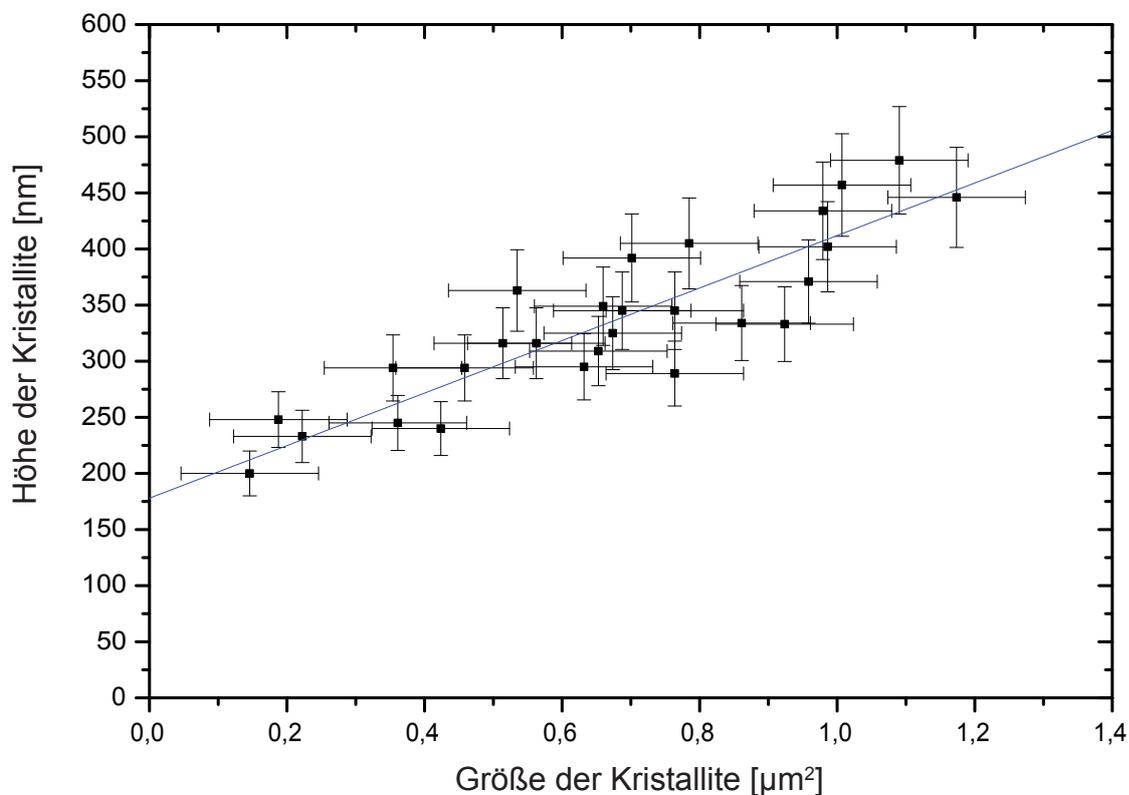


Abb. V.14: Höhe der Kristallite gegen ihre Fläche. Ein linearer Zusammenhang ist deutlich erkennbar. Für die lineare Anpassung gilt $\text{Höhe}[\text{nm}] = (178 \pm 13) + (234 \pm 19) \cdot \text{Größe}[\mu\text{m}^2]$. Die Inseln zeigen erst ab einer Größe von ca. $0,2 \mu\text{m}^2$ Facetten. Es wurden nur Inseln mit Facetten für die Anpassung berücksichtigt.

ca. $0,2 \mu\text{m}^2$ auf. Vorher haben die Inseln meist eine ovale Form. Die Höhe der Kristallite hängt linear mit ihrer Größe zusammen, wie in Abb. V.14 dargestellt. Für die Höhe der Kristallite gilt $\text{Höhe}[\text{nm}] = (178 \pm 13) + (234 \pm 19) \cdot \text{Kristallitgröße}[\mu\text{m}^2]$. Für den Graphen sind ca. 30 Kristallite verteilt auf einer Fläche von $900 \mu\text{m}^2$ auf der 28 nm Schicht mit AFM vermessen worden. Wenn die Inseln kleiner als $0,2 \mu\text{m}^2$ sind, nimmt auch ihre Höhe schnell ab.

Ein aus sechs Einzelaufnahmen zusammengesetztes Beugungsbild der 48 nm dicken Kupferschicht abseits eines Kristallits ist in Abb. V.15 abgebildet. Das Beugungsbild ist dabei von einer zu Abb. V.11 äquivalenten Region abgebildet worden. Der Elektronenstrahl, der für die Beugung verantwortlich ist, hat dabei einen Durchmesser von ca. 200 nm und ist damit größer als die Ausdehnung der kleinen Inseln, die in Abb. V.11 zu sehen sind. Die beobachteten Reflexe in Abb. V.15 der dicken Kupferschicht passen am besten zu einer Kupfer fcc(110) Oberfläche. Der (1 0)-, (1 -1)- und der (1 -2)-Reflex sind blau eingezeichnet; sie sind auch bei der 28 nm dicken Kupferschicht zu beobachten. Unerwarteterweise waren Beugungsbilder von den Facetten

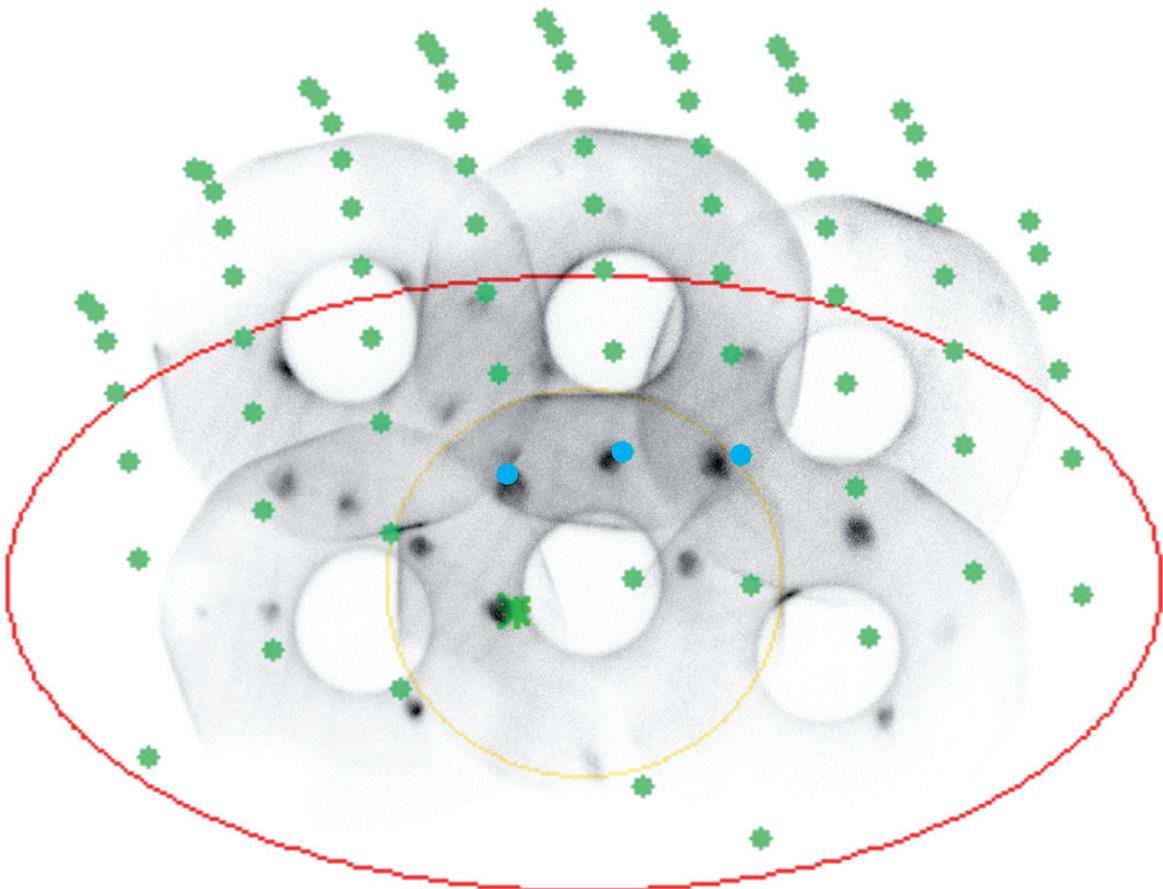


Abb. V.15: Zusammengesetztes LEED Bild bei 553V von einer 48 nm dicken Kupferschicht auf einem Fe(100) Whisker. Die Oberfläche ist mit Hilfe theoretischer Beugungsbilder als eine Cu(110) Oberfläche identifiziert worden, da alle anderen in Frage kommenden Symmetrien, also fcc Cu(100), fcc Cu(111), bcc Cu(100), bcc Cu(110) und bcc Cu(111) schlechter zu den Messdaten passen, als die fcc Cu(110) Oberfläche. Die drei blauen Reflexe sind auch bei dünneren Schichten in Abb. V.13 zu sehen.

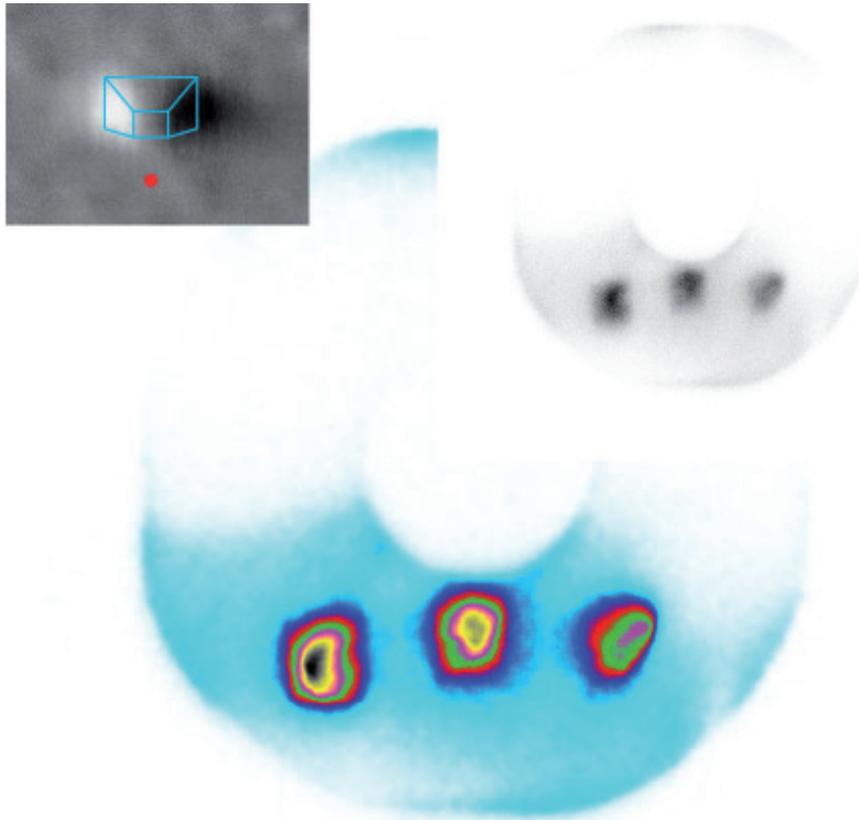


Abb. V.16: Beugungsbild der 28 nm Kupferschicht mit 750 V unter 60° Einfallswinkel. Links oben ist das Sekundärelektronenbild eines ca. $1\mu\text{m}^2$ großen Kristallits gezeigt, bei dem zur Führung der Augen Hilfslinien eingezeichnet sind. Der rote Punkt unter dem Kristallit ist der Punkt, an dem das Beugungsbild aufgenommen wurde. Beugungsbilder von dem Kristallit haben die gleiche Verteilung und Form der Reflexe, jedoch noch geringere Intensität. Rechts oben ist das originale schwarzweiß Beugungsbild gezeigt. Bei dem großen Beugungsbild in der Mitte sind die Graustufen in einen Farbkontrast umgewandelt. Die drei Reflexe entsprechen den in Abb. V.15 blau gekennzeichneten (1 0)-, (1 -1)- und der (1 -2)-Reflexen. Der (00)-Reflex ist links unterhalb des Beugungsbildes. Auch wenn die Reflexspitzen rund oder zumindest oval sind, ist die Basis der Reflexe viereckig. Das ist sowohl auf als auch neben dem Kristallit an allen Beugungsreflexen zu beobachten.

des Kristalliten und dem Untergrund nur durch die Intensität, nicht aber durch die Verteilung und Form der Reflexe zu unterscheiden, auch wenn die Facetten niedrig indizierte Kristalloberflächen vermuten lassen, die vom Untergrund verschieden sind. Dabei ist es gleichgültig, ob die Beugungsbilder von der Dachfläche der Kristallite oder von deren Flanken aufgenommen werden. Die Reflexe der 28 nm dicken Kupferschicht zeigen noch eine weitere Besonderheit, weshalb in Abb. V.16 ein Beugungsbild abgebildet ist, das in unmittelbarer Nähe zu einem Kristallit aufgenommen worden ist. Die drei in Abb. V.16 erkennbaren Reflexe entsprechen den (1 0)-, (1 -1)- und (1 -2)-Reflexen einer Kupfer fcc(110) Oberfläche. Um die Besonderheit der Reflexe besser sichtbar zu machen, ist der Graustufenkontrast in Farbkontrast umgewandelt worden. Es ist zu beobachten, dass die Querschnitte der Reflexspitzen zwar elliptisch sind, die Sockel der Reflexe jedoch einen viereckigen Querschnitt haben.

Außerdem ist zu erkennen, dass der Hintergrund im Vergleich mit den Beugungsreflexen heller ist, als bei dem Platinkristall in Abschnitt V.1. Z.Q. Wang et al. [64] und H. Li [65] berichten über ein zunehmend diffuses LEED Bild mit zunehmender Kupferdicke auf Fe(100). Dabei hat Z.Q. Wang Kupfer auf einer hochreinen Fe(100) Oberfläche wachsen lassen und entdeckt, dass bis zu einer Dicke von 12 Monolagen (also 1,68 nm) das Kupfer weder eindeutig mit der durch das Eisen induzierten bcc-Struktur noch mit der eigenen fcc-Struktur wächst, sondern dass das Kupfer in einer Mischphase aus amorphem und bcc Kupfer vorliegt. Es wurde dabei allerdings auch nichts von Inselbildung berichtet. Da die Kristallstruktur des Kupfers nicht eindeutig ist, sind auch die Beugungsbedingungen nicht eindeutig, was zu einem diffusen Hintergrund führt. Diese Eigenschaft und die limitierte Zählrate des hier verwendeten LEED Detektors machen es schwer, die Kristallstruktur der Kristallite auf der Oberfläche zu bestimmen.

Die viereckigen Sockel der ansonsten ovalen Reflexe in Abb. V.16 lassen sich mit einer Beobachtung von L.A. Bruce und H. Jaeger [66] erklären, die Kupfer auf Ag(100) aufgewachsen haben. Auf Ag(100) mit einem Abstand der Atome in der Oberfläche von 0,288 nm wächst das Kupfer in bcc-Struktur auf, genau wie bei Fe(100) mit einem Atomabstand von 0,286 nm. Die Kupferoberfläche ist bei Schichtdicken von weniger als 10 nm zwar vollständig geschlossen, aber nicht eben. Es sind zwei Arten von Strukturdomänen entwickelt, die entweder parallel zur [110]- oder zur [1-10]-Richtung des Silbers liegen, 6 bis 7 nm breit sind und bis zu einige 10 nm Länge erreichen, bis sie von einer anderen Domäne unterbrochen werden. Damit sind die Strukturdomänen kleiner als die ca. 100 nm Auflösungsvermögen des Raster LEED Mikroskops und auch kleiner als die Kohärenzlänge. Aus der Überlagerung der Beugung an den nicht einheitlich großen Strukturdomänen entstehen dann die Vorhöfe der Reflexe, die die viereckige Symmetrie der Strukturdomänen widerspiegeln.

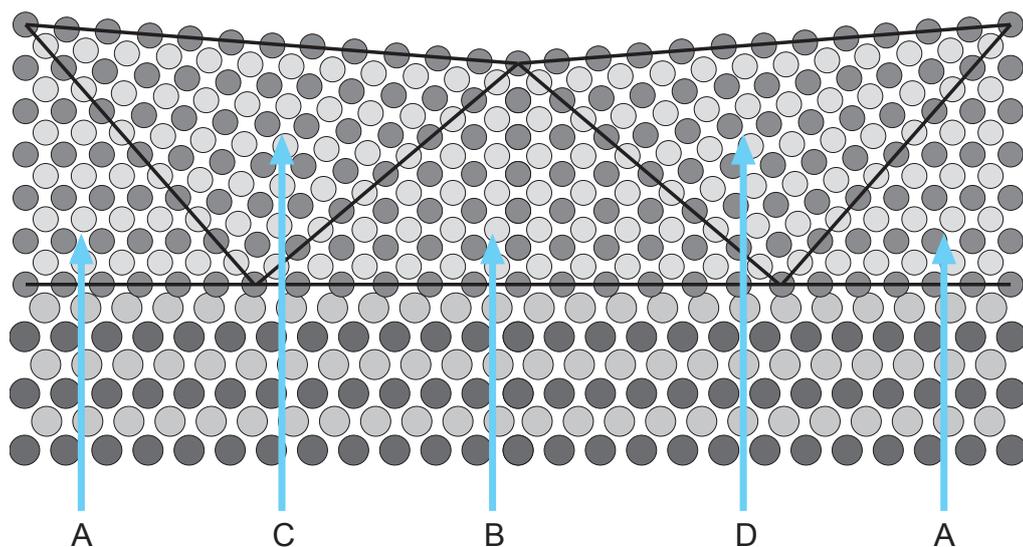


Abb. V.17: Zweidimensionale Darstellung der Strukturveränderung einer 13 Atomlagen dicken bcc Kupferschicht auf Ag(100) nach B.M. Ocko et al. [67]. Die Kupferschicht zerfällt in orthorhombische (A und B), und kubische Gebiete (C und D). Die geneigten Oberflächen haben eine Breite von ca. 6 nm, einige 10 nm Länge und sind gegenüber der makroskopischen Oberfläche um ca. 2° geneigt.

Eine Erklärung für das Entstehen der Strukturdomänen von Kupfer auf Ag(100) hat B.M. Ocko et al. geliefert [67]. Ocko et al. haben beobachtet, dass sich bei Kupferschichten, die dicker sind als 11 Atomlagen, abwechselnd orthorhombische und kubische Gebiete ausbilden. Eine zweidimensionale Darstellung des strukturellen Aufbaus der Kupferschichten ist in Abb. V.17 abgebildet. Ein orthorhombisches Gitter hat eine quaderförmige Grundzelle mit einer quadratischen Grundfläche und einer Höhe, die größer ist als die Kanten der Grundfläche. Bei den orthorhombischen Gebieten sind die jeweiligen Höhen der Grundzellen rechtwinklig gegeneinander verkippt, so dass die Netzebenen der kubischen Regionen gegeneinander geneigt sind, was auch an der Oberfläche erkennbar ist. Die einzelnen geneigten Gebiete sind ca. 6 nm breit, einige 10 nm lang und entsprechen damit den Domänen, die L.A. Bruce und H. Jaeger gefunden haben [66].

Epitaktisches Wachstum von Kupfer auf Eisen ist durch die unterschiedliche Kristallstruktur und die starke Abweichung der Gitterkonstanten zwischen Substrat und Film erschwert. Kupfer hat bei Raumtemperatur fcc-Struktur mit einer Gitterkonstante von 0,362 nm, Eisen dagegen hat bcc-Struktur mit einer Gitterkonstante von 0,286 nm. Durch das Wachsen auf einer anderen Kristallstruktur kann jedoch auch das Wachstum in fremden Kristallstrukturen unterstützt werden. So ist bekannt, dass Kupfer mit bcc-Struktur sehr wohl epitaktisch auf einer Fe(100) Oberfläche wachsen kann [68]. Jedoch wurde die bcc-Phase noch nicht direkt auf einem Eisenwhisker beobachtet, insbesondere nicht auf einem nur durch Heizen präpariertem Whisker mit seiner im Vergleich zu einer präparierten reinen Eisenoberfläche hohen Anzahl von Störstellen, die das Wachstum der von Unguris et al. [63] beobachteten Kristallite unterstützen sollen. Weiter haben verschiedene Autoren [62; 65; 69-72] beobachtet, dass das Kupfer zwar bei kleinen Dicken von unter 20 Atomlagen in bcc-Struktur auf reinen Fe(100) Oberflächen aufwächst, dann aber über eine bct-Zwischenphase zu seiner fcc-Struktur wechselt. Bei dem Wachstum von Kupfer auf Ag(100) ist von Bruce und Jaeger [66] beobachtet worden, dass das Kupfer ab einer Filmdicke von mehr als 10 nm in fcc-Struktur vorliegt und zwar mit (100)- und (110)-Oberflächen. Silber und Eisen haben bei Raumtemperatur zwar unterschiedliche Gitterstrukturen, aber die Abstände der nächsten Nachbarn ihrer (100)-Oberflächen liegen bei 0,288 nm für Silber und 0,286 nm bei Eisen und beide Oberflächen bilden ein Quadratmuster, so dass sich Kupfer auf Eisen ähnlich verhalten wird wie auf Silber. Damit wären sowohl die (100)- als auch die (110)-Oberfläche für das Kupfer zu erwarten. Ein Vergleich der Messdaten in Abb. V.17 mit berechneten Beugungsbildern niedrig induzierter Kupferoberflächen mit den Parametern des Experiments ergibt, dass die Kupfer fcc(110) Oberfläche am besten mit den Daten übereinstimmt.

J. Unguris et al. [63] haben bei dem Wachstum von Kupfer auf nur geheiztem Eisenwhisker beobachtet, dass das Kupfer nur in den ersten beiden Atomlagen epitaktisch lagenweise wächst. Wenn mehr Material aufgebracht wird, entstehen rechteckige Kristallite mit einer Größe von bis zu 4 μm^2 . Abseits der Kristallite ist bei J. Unguris

[63] keine Struktur erkennbar. Alles Material wächst entweder in einer ein bis zwei Atomlagen dicken Schicht auf oder steckt in den Kristalliten. Das wurde mit sehr großen freien Weglängen von einigen 100 μm des Kupfers an der Oberfläche erklärt. Die Kanten der Kristallite sind parallel zu den Kanten des Whiskers, also entlang den $\{100\}$ -Richtungen.

Zusammenfassend entsteht folgendes Bild von dem System Kupfer auf Eisenwhisker:

Sowohl Heinrich et al. [68] an bcc Eisen, als auch Ocko et al. [67] an Ag(100) haben beobachtet, dass die ersten 10 Atomlagen Kupfer epitaktisch in bcc-Struktur wachsen. Unguris et al. [63] behaupten dagegen, dass nur etwa zwei Atomlagen auf einem nicht durch Ionenätzen gereinigten Eisenwhisker epitaktisch wachsen, und alles weitere Material im Anschluss so frei beweglich ist, dass sich an Wachstumskeimen dreidimensionale Inseln bilden. Darin liegt ein Widerspruch. Entweder korrespondiert das Kupfer mit der Kristallstruktur des Eisenwhiskers, dann gibt es keinen Grund warum nur zwei Atomlagen epitaktisch wachsen sollten und nicht 10 oder mehr Atomlagen, wie es von Heinrich et al. beobachtet wurden, oder die Oberfläche des Whiskers ist so verunreinigt, dass das Kupfer nicht an die Kristallstruktur des Eisens koppelt, woraufhin das Kupfer wohl erst seine eigene Struktur ausbilden müsste, um anschließend die Objekte auszubilden. Dann wäre das Wachstum der ersten Lagen Kupfer aber nicht epitaktisch.

Sowohl Ocko et al. [67] als auch Bruce und Jaeger [66] haben beobachtet, dass sich bei dem Wachstum von bcc Kupfer auf Ag(100) rechteckige Domänen ausbilden. Bruce und Jaeger schränken die Dicke, bei der das geschieht auf weniger als 10 nm ein, wobei sowohl Cu(100) als auch Cu(110) Oberflächen beobachtet wurden. Ockos Beschreibung für das bcc Wachstum von Kupfer sagt jedoch voraus, dass sich ab einer Schichtdicke von 11 Atomlagen die Kupferschicht restrukturiert und sich kubische und orthorhombische Domänen ausbilden. Das entspricht der Aussage von Heinrich et al. [68] auf Fe(100), wonach sich ab ca. 10 Atomlagen eine bct/bcc Mischphase ausbildet, die er mit RHEED beobachtet hat, das, genau wie LEED, eine Informationstiefe von einigen wenigen Atomlagen hat und deshalb auch die orthorhombischen Domänen aus dem Modell von Ocko detektieren kann. Mit weiter zunehmender Schichtdicke geht die Kupferschicht anschließend in fcc-Struktur über.

Unguris et al. [63] vermuten, dass die dreidimensionalen Kristallite an Störstellen des Eisenwhiskers entstehen, die durch die Kupferschicht nicht ausgeglichen werden und so weitere Kupferatome festhalten, wodurch es an dieser Stelle zu verstärktem Wachstum kommt. Das begründen sie damit, dass sich bei einem Whisker, der auch durch Ionenätzen gereinigt wurde, die Kristallite nur an den Rändern des Whiskers bilden. Dabei hat Unguris nur große Kristallite mit Kantenlängen von ca. 1 μm beobachtet, nicht aber die kleinen Inseln wie in Abb. V.11 und V.8 mit Durchmessern von 50 bis 300 nm.

Die eigenen Messdaten zeigen Beugungsreflexe mit rechteckiger Basis und eine fcc(110) Oberfläche. Außerdem sind neben den Kristalliten mit ca. $1 \mu\text{m}^2$ Größe noch kleine Inseln mit Durchmessern von 50 bis 300 nm, also Größen kleiner $0,1 \mu\text{m}^2$, zu erkennen. Die kleinen Inseln zeigen im Gegensatz zu den Kristalliten keine Facetten, sondern haben einen ovalen Querschnitt. Bei der 48 nm dicken Kupferschicht sind die kleinen Inseln an ihren Basen zusammengewachsen, während bei der 28 nm Schicht die Inseln durch Flächen mit geringer Höhenvarianz getrennt sind. Das legt in Verbindung mit den Aussagen der anderen Autoren folgenden Aufbau des Systems nahe:

Das Kupfer wächst auf Eisen in der von Ocko et al. [67] beschriebenen Weise auf, wird jedoch von einer Kupferschicht mit fcc(110) Oberfläche überdeckt, die die Morphologie des Untergrundes übernimmt. Dabei ist die Beweglichkeit der Kupferatome an der Oberfläche so hoch, dass an Störstellen des Eisenwhiskers verstärktes Wachstum auftritt, wie von Unguris et al. [63] beschrieben. Das Wachstum erfolgt dabei genauso wie in der Ebene, soll heißen, es bilden sich auch die von Ocko et al. [67] beschriebenen Strukturdomänen aus. Allerdings tritt bei den Störstellen auf dem Eisenwhisker verstärktes 3-D Wachstum auf, so dass die von Unguris et al. [63] beschriebenen Kristallite entstehen. Die Facetten sind dabei jedoch keine niedrig indizierten Kristalloberflächen. Die einzelnen Facetten können unter beliebigen Winkeln zueinander entstehen und Beugungsbilder der Facetten zeigen genau wie auch der Untergrund eine Kupfer fcc(110) Oberfläche. Nur die Grundfläche der Kristallite richtet sich immer noch an dem Quadratmuster des bcc Kupfers aus. Konkurrierend zu dem Wachstum an den Störstellen im Eisenwhisker kommt es bei zunehmender Materialmenge zu dem Wachstum der kleinen Inseln, deren Ursache im Spannungsabbau liegen. Die kleinen Inseln haben im Gegensatz zu den Kristalliten keine Facetten, wobei der Übergang von den kleinen Inseln zu den Kristalliten fließend ist und bei einer Größe von ca. $0,2 \mu\text{m}^2$ liegt. Die kleinen Inseln haben im Allgemeinen Linsenform. Neue Kupferatome, die auf die Oberfläche treffen, haben also drei Möglichkeiten sich anzulagern, wobei jede der Möglichkeiten unterschiedlich wahrscheinlich ist. Als unwahrscheinlichste Variante kann das Atom einfach irgendwo auf der Oberfläche liegen bleiben, was auch geschieht, und die leichte Höhenvariation abseits der Inseln in den AFM- Aufnahmen der 28 nm Schicht in Abb. V.12 b und Abb. V.13 b erklärt. Die nächst wahrscheinlichere Variante ist das Anlagern an einer kleinen Insel, die aus dem Spannungsabbau resultieren. Dabei erfolgt die Anlagerung verstärkt an der Basis, weshalb die kleinen Inseln zusammenwachsen und die Höhenvariation der 48 nm Schicht kleiner ist als bei der 28 nm Schicht. Oder aber das Kupferatom kann sich auf einem der Kristallite anlagern, die der großen Beweglichkeit am meisten Widerstand entgegenbringen. Dabei scheint es keinen Unterschied zu machen, ob das Atom sich auf einer Seitenfläche oder auf der Dachfläche anlagert.

Kapitel VI

Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit ist das Konzept eines Raster LEED Mikroskops und ein Aufbau zur Realisierung dieses Konzepts vorgestellt worden. Das verwendete Raster LEED Mikroskop besteht aus einem Rasterelektronenmikroskop mit kalter Feldemissionskathode und einem kleinen, in drei Achsen beweglichen LEED Detektor, der aus einem Dreigittersystem, großflächigen Microchannel Plates und einem dazu passenden positionssensitiven Detektor zusammen gesetzt ist. Die Charakteristik und Möglichkeiten der Technik sind an ausgewählten Probensystemen untersucht worden.

Anhand des Beispiels einer Pt(100) Oberfläche mit 5×1 Überstruktur ist gezeigt worden, dass sich die Beugungsbilder des Raster LEED Mikroskops trotz schrägem Einfallswinkel gut mit der kinematischen Beugungstheorie beschreiben lassen. Die einzelnen Beugungsreflexe lassen sich eindeutig identifizieren, wenn Primärenergie, Einfallswinkel des primären Elektronenstrahls und die Position des direkt reflektierten Strahls bekannt sind. Über die Intensität der Reflexe kann anhand der kinematischen Beugungstheorie jedoch keine Aussage gemacht werden. Dazu wären Berechnungen mit der dynamischen Beugungstheorie notwendig, die im Rahmen dieser Arbeit aber nicht durchgeführt wurden. An einer Probe polykristallinen Kupfers ist die Abbildung der Oberfläche mit Beugungscontrast demonstriert worden. Dabei wurden Beugungsbilder von verschiedenen Kristalliten aufgenommen, indem Beugungsreflexe eines bestimmten Kornes mit dem Channeltron erfasst und dann die Intensitätsverteilung auf der Oberfläche erfasst wurde. Dabei ist durch die gezielte Auswahl einzelner Reflexe eine Kontrastumkehr zwischen benachbarten Körnern erreichbar. Aus der Position der (00)-Reflexe ist außerdem die Neigung der unterschiedlichen Körner gegeneinander bestimmbar. In Verbindung mit einem Sekundärelektronenbild und den Beugungsbildern der Einzelkörner ist so eine dreidimensionale Rekonstruktion der Probenoberfläche auf einer Längenskala von mehreren $10 \mu\text{m}$ inklusive atomarer Oberflächenstruktur in einigen Minuten Messzeit möglich.

Es wurde das Wachstumsverhalten von Kupfer auf Eisenwhiskern mit Schichtdicken bis zu 50 nm bei Raumtemperatur untersucht. Dabei wurden zwei voneinander unabhängige Wachstumsmodi entdeckt, die zum einen Kristallite mit bis zu $4 \mu\text{m}^2$ Grundfläche und bis $1 \mu\text{m}$ Höhe hervorbringen und zum anderen kleine Inseln, die die gesamte Oberfläche bedecken und deren Flächen kleiner als $0,1 \mu\text{m}^2$ sind. Auch wenn die Kristallite deutlich Facetten zeigen, konnten ihre Seitenflächen jedoch nicht als niedrig indizierte Kristalloberflächen identifiziert werden. Da das Wachstum der Kristallite an Störstellen im Eisensubstrat erfolgt, wäre ein gezieltes Platzieren der Kristallite auf einer Oberfläche denkbar. Dazu wären allerdings noch weitere Untersuchungen an dem System, insbesondere mit sehr dünnen Schichten von weniger als etwa 5 nm notwendig, um das Wachstum der Kristallite im Anfangsstadium besser vorhersagen zu können.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden jedoch auch einige Schwächen des Prototyps gefunden. Da der Detektor nicht fest mit der Strahlquelle verbunden ist, wie in konventionellen LEED Systemen, ist die Positionierung des Detektors im Bezug auf das Beugungszentrum von sehr großer Wichtigkeit für die Abbildungseigenschaften des LEED Detektors. Es wurde gezeigt, dass bereits eine Abweichung von 10% vom Detektorradius zwischen Detektormittelpunkt und Beugungszentrum die Energie des radialen Bewegungsanteils der elastisch gebeugten Elektronen senkrecht zur Verschiebungsrichtung um 1% der Primärenergie herabsetzt. Parallel zur Verschiebungsrichtung des Detektors vom Beugungszentrum verändert sich die Energie des radialen Bewegungsanteils der gebeugten Elektronen jedoch nicht. Also variiert die Elektronenenergie über einen Winkel von 90° um 1% der Primärenergie. Damit ist ein gleichmäßiges Diskriminieren nichtelastischer Elektronen nicht mehr möglich. Die Diskriminatorspannung hat sich sowohl im Betrag als auch in der Homogenität als ein wichtiger Parameter des verwendeten Prototyps herausgestellt. Die maximale Zählrate des PSD ist bauartbedingt beschränkt. Um zu verhindern, dass der PSD mehr Ereignisse verarbeiten muss als er kann, wurde eine Diskriminatorspannung sehr dicht an der Primärenergie gewählt. Dadurch fallen Störungen, wie ein inhomogenes Diskriminatorfeld oder eine Detektorfehlpositionierung, stärker ins Gewicht als bei einer Diskriminatorspannung, die deutlich niedriger als die Primärenergie ist. Zudem werden die Beugungsreflexe durch das Gitter stärker aufgeweitet, je dichter Elektronenenergie und Diskriminatorspannung beieinander liegen.

Einige grundlegende Änderungen am vorliegenden Prototypen könnten diese Schwächen beseitigen. Als wichtigster und erster Punkt muss hierbei eine Veränderung der Aufhängung des LEED Detektors, wie im Kapitel IV.2.c beschrieben, genannt werden. Erst wenn der LEED Detektor in kleinen Schritten und kontrolliert um das Beugungszentrum herum bewegt werden kann, ist es auch möglich, vollständige Beugungsbilder aufzunehmen und einzelne Reflexe genauer zu nutzen, zum Beispiel für Intensitätsverteilungsbilder mit Beugungscontrast oder zur Untersuchung von Reflexprofilen. Gerade die Untersuchung von Reflexprofilen setzt voraus, dass das Auflösungsvermögen des positionssensitiven

Detektors bestmöglich ausgenutzt wird. Feinere Diskriminatorgitter können dabei den Felddurchgriff an den Gittern reduzieren und so die Zuordnungsgenauigkeit des LEED Detektors erhöhen. Ein ähnlicher Effekt, wenn auch auf anderem Wege, wird erreicht, wenn ein positionssensitiver Detektor mit geringerer Totzeit verwendet wird. Dadurch kann die Diskriminatorspannung deutlich niedriger als die Primärenergie gesetzt werden, ohne dass der Detektor an sein Zähllimit gerät und so die Elektronen beim Passieren der Gitter weniger abgelenkt werden. Gleiches kann mit weniger Aufwand, allerdings auf Kosten der Zählstatistik auch erreicht werden, wenn der Primärstrom besser zu regulieren wäre als bisher und der positionssensitive Detektor über den Primärstrom angesteuert würde. Wenn der positionssensitive Detektor ersetzt würde, sollte ein Loch in der Mitte des Detektors vermieden werden, da dadurch die Interpretation des Beugungsbildes deutlich erschwert wird. Entweder sollte das Channeltron, wenn die verarbeitbare Zählrate eines neuen positionssensitiven Detektors hinreichend groß ist, ganz weggelassen werden oder es könnte seitlich angebracht werden. Dadurch wäre ein „Führen“ des Reflexes in das Channeltron zumindest aus einer Richtung, immer noch möglich, es wäre aber kein blinder Fleck mehr im Detektor.

Das Raster LEED Mikroskop stellt eine Alternative bzw. eine Erweiterung der bisherigen ortsaufgelösten Strukturanalysemethoden dar. Es ist in der Lage mit nur wenig geringerem Auflösungsvermögen als LEEM von einigen wenigen bis einigen 10 nm oberflächenempfindliche Strukturanalysen durchzuführen, wird dabei allerdings nicht wie LEEM durch Mikropartikel auf der Oberfläche behindert. Genau wie bei TEM ist es mit einem Raster LEED Mikroskop möglich, weitere Experimente, wie zum Beispiel AES, EDX oder SEMPA, parallel zu nutzen, nur dass das Raster LEED Mikroskop im Gegensatz zu TEM oberflächennahe Informationen liefert. Bei dem Raster LEED Mikroskop wird nur ein weiterer Detektor zu einem UHV tauglichem Rasterelektronenmikroskop hinzugefügt, der auch als Detektor für Rückstreuelektronen dienen kann. Deshalb ist es möglich, alle Experimente, die mit einem Rückstreuerasterelektronenmikroskop durchgeführt werden können, auch mit einem Raster LEED Mikroskop durchzuführen. Das Raster LEED Mikroskop stellt eine Erweiterung für ein UHV taugliches Rasterelektronenmikroskop dar, die ermöglicht, bereits bestehende Experimente aufzurüsten und die Informationen vieler Experimente miteinander zu verbinden. Beispielsweise können in nur einem Experiment die chemische Zusammensetzung einer Anordnung von Nanopartikeln mit AES oder EDX, die Verteilung der Nanopartikel auf der Oberfläche, die magnetischen Eigenschaften der Partikel und ihre magnetische Wechselwirkung mit SEMPA, und die Kristallstruktur der Nanopartikel und des Untergrundes mit dem LEED Detektor vermessen werden.

Literaturverzeichnis

- [1] W. Shockley, J. Bardeen and W.H. Brattain; *Science* **108** (1948) 678.
- [2] U. Meirav, M. Heiblum and F. Stern; *Appl. Phys. Lett.* **52** (1988) 1268.
- [3] Y. Markus, U. Meirav, H. Shtrikman and B. Laikhtman; *Semicond. Sci. Technol.* **9** (1994) 1297.
- [4] C. Teichert, M.G. Lagally, L.J. Peticolas, J.C. Bean and J. Tersoff; *Phys. Rev. B* **53** (1996) 16334.
- [5] C. Teichert, J.C. Bean and M.G. Lagally; *Appl. Phys. A* **67** (1998) 675.
- [6] C. Boeglin, A. Barbier, B. Carriere, R. Cousandier, J.P. Deville, F. Scheurer and C. Speisser; *Surf. Sci.* **251/252** (1990) 602.
- [7] P.F. Carcia, A.D. Meinhardt and A. Suna; *Appl. Phys. Lett.* **47** (1985) 178.
- [8] Q. Xu, L. Hartmann, H. Schmidt, H. Hochmuth, M. Lorenz, R. Schmidt-Grund, C. Sturm, D. Spemann and M. Grundmann; *Phys. Rev. B* **73** (2006) 205342.
- [9] D. Ravelosona, S. Mangin, Y. Lemaho, J.A. Katine, B.D. Terris and E.E. Fullerton; *Phys. Rev. Lett.* **96** (2006) 186604.
- [10] C. Gloud, K. Pappert, C. Rüster, R. Giraud, T. Borzenko, G.M. Schott, K. Brunner, G. Schmidt and L.W. Molenkamp; *Jap. J. Appl. Phys.* **45** (2006) 3860.
- [11] A. Thomas, D. Meyners, D. Ebke, N.-N. Liu, M.D. Sacher, J. Schmalhorst, G. Reiss, H. Ebert and A. Hütten; *Appl. Phys. Lett.* **89** (2006) 1252.
- [12] A. Fouchet, W. Prellier and B. Mercey; *J. Appl. Phys.* **100** (2006) 13901.
- [13] A. Diaz-Ortiz, R. Drautz, M. Fähnle, H. Dosch and J.M. Sanchez; *Phys. Rev. B* **73** (2006) 224208.
- [14] K. He, L.Y. Ma, J.F. Jia and Q.K. Xue; *Appl. Phys. Lett.* **88** (2006) 232503.
- [15] G. Binasch, P. Grünberg, F. Saurenbach and W. Zinn; *Phys. Rev. B* **39** (1989) 4828.
- [16] C. Davisson and L.H. Germer; *Phys. Rev.* **60** (1927) 705.
- [17] A.L. Patterson; *Phys. Rev.* **46** (1934) 372.
- [18] C.Y. Chang, Z.C. Lin, Y.C. Chou and C.M. Wie; *Phys. Rev. Lett.* **83** (1999) 2580.
- [19] A.L. Adams and U. Landman; *Phys. Rev. B* **15** (1977) 3775.
- [20] S.Y. Tong and H. Wu; *J. Phys.: Condens. Matter* **14** (2002) 1231.
- [21] H. Wu and S.Y. Tong; *Phys. Rev. Lett.* **87** (2001) 36101.
- [22] C.Y. Chang, I.H. Hong, Y.C. Chou and C.M. Wei; *J. Phys.: Condens. Matter* **13** (2001) 10709.

-
- [23] A. Steubert, K. Heinz and D.K. Saldin; Phys. Rev. B **67** (2003) 125417.
- [24] K. Heinz, A. Seubert and D.K. Saldin; J. Phys.: Condens. Matter **13** (2001) 10647.
- [25] F. Pesty, P. Garoche and S. Dorel; J. Appl. Phys. **92** (2002) 3021.
- [26] S. Dorel, F. Pesty and P. Garoche; Surf. Sci. **446** (2000) 294.
- [27] U. Scheithauer, G. Meyer and M. Henzler; Surf. Sci. **178** (1986) 441.
- [28] P. Zahl, M. Horn von Hoegen; Rev. Sci. Inst. **73** (2002) 2958.
- [29] S. Mizuno, F. Rahman and M. Iwanaga; Jap. J. Appl. Phys. **43** (2004) 5501.
- [30] S. Mizuno, J. Kukuda, M. Iwanaga and H. Tochihara; Jap. J. Appl. Phys. **45** (2004) L178.
- [31] R. Frömter, H.P. Oepen and J. Kirschner; Appl. Phys. A **76** (2003) 869.
- [32] F.-J. Meyer zu Heringsdorf and M. Horn von Hoegen; Rev. Sci. Inst. **76** (2005) 85102.
- [33] T. Duden and E. Bauer; Surf. Rev. Lett. **5** (1998) 1213.
- [34] E. Bauer and W. Teliers; Proc. XIth Int. Cong. on Electron Microscopy, Kyoto (1986) 67.
- [35] T. Ichinokawa, Y. Ishikawa, M. Kemmochi, N. Ikeda, Y. Hosokawa and J. Kirschner; Surf. Sci. **176** (1986) 397.
- [36] J. Kirschner, T. Ichinokawa, Y. Ishikawa, M. Kemmochi, N. Ikeda and Y. Hosokawa; Scan. Elec. Micros. 1986/II 331.
- [37] L. Reimer; „*Scanning Electron Microscopy*“ 2nd Edition, Springer-Verlag Berlin Heidelberg 1998.
- [38] G. Schönhense and H.C. Siegmann; Ann. Physik **2** (1993) 465.
- [39] C.J. Powell and A. Jablonski; J. Phys. Chem. Ref. Data **28** (1999) 19.
- [40] R.C. Weast; „*Handbook of Chemistry and Physics*“ ed. 58, CRC Press, Palm Beach, Florida 1977.
- [41] A. Bravais; J. M. Sér. I, **14** (1849) 137
- [42] C. Kittel; „*Einführung in die Festkörperphysik*“ 3rd Edition, R. Oldenburg Verlag München 1968.
- [43] S. Hagstrom, H.B. Lyon and G.A. Somorjai; Phys. Rev. Lett. **15** (1965) 491.
- [44] H. Ibach, und H. Lüth „*Festkörperphysik*“ 2. Auflage, Springer-Lehrbuch Berlin Heidelberg New York 1988.
- [45] G. Ertl und J. Küppers; „*Low Energy Electrons and Surface Chemistry*“ Verlag Chemie Weinheim 1974.
- [46] M. Gavaza and D. Sebilliau; Surf. Sci. **532** (2003) 582.
- [47] E. Bauer; Surf. Rev. Lett. **5** (1998) 1275 .
- [48] L. Reimer; „*Transmission Electron Microscopy*“ 2nd Edition, Springer-Verlag Berlin Heidelberg 1989 .
- [49] M.N. Alam, M. Blackman and D.W. Pashley; Proc. R. Soc. **221A** (1954) 224.
- [50] J.A. Venables and C.J. Harland; Philos. Mag. **27** (1973) 1193.
- [51] J.A. Venables and R. bin-Jaya; Philos. Mag. **35** (1977) 1317.
- [52] D. Human, X.F. Hu, C.J. Hirschmugl, J. Ociepa, G. Hall, O. Jagutzki and K. Ullmann-Pfleger; Rev. of Sci. Inst. **77** (2006) 23302.

-
- [56] Manual SSL Model 239G PSD (1979).
- [54] Herstellerangabe Hitachi, Privat Communications.
- [55] P. Heilmann, K. Heinz and K. Müller; Surf. Sci. **83** (1979) 487.
- [56] K. Heinz, E. Lang, K. Strauss and K. Müller; Surf. Sci. **120** (1982) L401.
- [57] M.A. van Hove, R.J. Koestner, P.C. Stair, J.P. Biberian, L.L. Kesmodel, I. Bartos and G.A. Somojai; Surf. Sci. **103** (1980) 218.
- [58] M.A. van Hove, R.J. Koestner, P.C. Stair, J.P. Biberian, L.L. Kesmodel, I. Bartos and G.A. Somojai; Surf. Sci. **103** (1980) 189.
- [59] A. Borg, A.-M. Hilmen and E. Bergene; Surf. Sci. **306** (1994) 10.
- [60] G. Ritz, M. Schmid, P. Varga, A. Borg and Ronning; Phys. Rev. B **56** (1997) 10518.
- [61] M. Ovsyanko, G. Stojan, H. Wormeester and B. Poelsema; Phys. Rev. Lett. **93** (2003) 86103.
- [62] S. Müller, A. Kinne, M. Kottcke, R. Metzler, P. Bayer, L. Hammer and K. Heinz; Phys. Rev. Lett. **75** (1995) 2859.
- [63] J. Unguris, R.J. Celotta, D.A. Tulchinsky and D.T. Pierce; JMMM **198** (1999) 396.
- [64] Z.Q. Wang, S.H. Lu, Y.S. Li, F. Jona and P.M. Marcus; Phys. Rev. B **35** (1987) 9322.
- [65] H. Li, D. Tian, J. Quinn, Y.S. Li, F. Jona and P.M. Marcus; Phys. Rev. B **43** (1991) 6342.
- [66] L.A. Bruce and H. Jaeger; Philos. Mag. **36** (1977) 1331.
- [67] B.M. Ocko, I.K. Robinson, M. Weinert, R.J. Randler and D.M. Kolb; Phys. Rev. Lett. **83** (1999) 780.
- [68] B. Heinrich, Z. Celinski, J.F. Cochran, W.B. Muir, J. Rudd, Q.M. Zhong, A.S. Arrott, K. Myrtle and J. Kirschner; Phys. Rev. Lett. **64** (1990) 673.
- [69] I.A. Morrison, M.H. Kang and E.J. Mele; Phys. Rev. B **39** (1988) 1575.
- [70] H. Li, S.C. Wu, D. Tian, J. Quinn, F. Jona and P.M. Marcus; Phys. Rev. B **40** (1989) 5841.
- [71] T. Kraft, P.M. Marcus, M. Methfessel and M. Scheffler; Phys. Rev. B **48** (1993) 5886.
- [72] E. Hahn, E. Kampshoff, N. Wälchli and K. Kern; Phys. Rev. Lett. **74** (1995) 1803.

Anhang

A Datenerfassung mit LabVIEW7.1

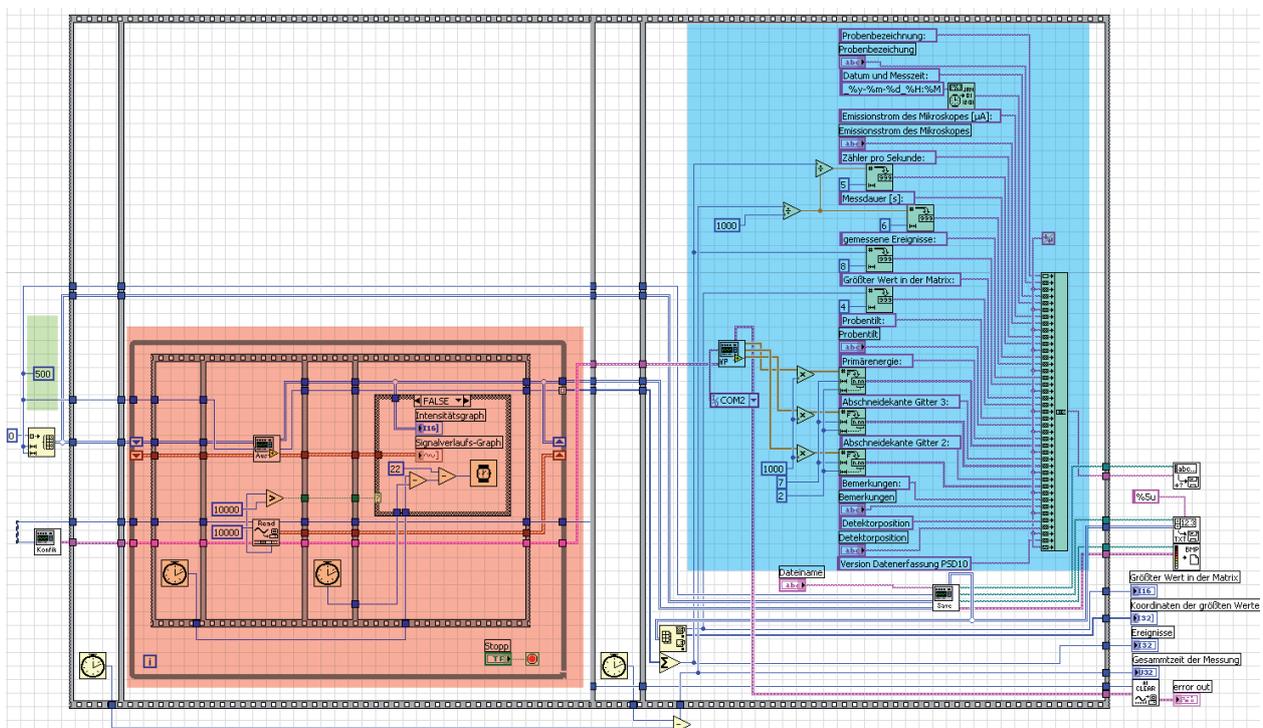


Abb. A1: Blockscheema des Datenerfassungsprogramms des Raster LEED Mikroskops. Die grün unterlegte Zahl ganz links definiert die Größe der Erfassungsmatrix. Der rot unterlegte Bereich ist die eigentliche Datenerfassung und Auswertung, während im blau unterlegten Gebiet die Parameter des Experiments wie Primärenergie, Gitterenergien, Probenneigung und ähnliches erfasst und in einer Datei als Text zusammengefasst werden.

Im Folgenden soll die mit LabVIEW7.1 erstellte Erfassungssoftware des Raster LEED Mikroskops dargestellt und erläutert werden. Das Blockdiagramm des Programms ist in Abb. A1 abgebildet.

Das Programm ist mit einer Sequenzstruktur unterteilt, damit die einzelnen Operationen in den Teilbereichen nacheinander abgearbeitet werden. Das soll ermöglichen, dass

II

während die Messung im rot unterlegten Gebiet erfolgt, gleichzeitig noch Parameter in dem blau unterlegten Bereich eingegeben werden können.

Links außerhalb der Sequenzstruktur wird die Messkarte so konfiguriert, dass, immer wenn das „Strobe“ Signal kleiner als 0,4 V ist, mit 5 MHz Abtastrate gemessen wird. Da die Flanken des „Strobe“ Signals nicht rechteckig sind, sondern eher einem Sägezahn ähneln und sich der Start der Messung je nach karteninterner Taktung um bis zu 0,2 μ s verschieben kann, ist die Anzahl der Messwerte pro Ereignis nicht konstant, sondern variiert zwischen 15 und 20. Außerdem wird mit der grün unterlegten Zahl die Größe der Erfassungsmatrix festgelegt -in diesem Fall 500 \times 500- und eine nur mit Nullen gefüllte Matrix in die rot unterlegte Datenerfassung eingegeben.

Der blau unterlegte Bereich dient dazu, die Parameter des Experimentes zu erfassen. Dazu werden verschiedene Werte aus den Messdaten errechnet. Einige andere Parameter müssen per Hand eingegeben werden, wie zum Beispiel: Um welche Probe es sich handelt, die Probenneigung oder die ungefähre Detektorposition. Die Gitterspannungen und die Primärenergie werden mit Hilfe einer Agilent 34901A Multiplexer Karte eingelesen. All diese Parameter werden anschließend in einer Textdatei abgespeichert.

Für jede Messung wird automatisch ein Name aus dem Tag und der Uhrzeit der Messung generiert, es kann aber auch noch ein Zusatz eingegeben werden, der dem Zeitstempel voran gestellt wird. Unter diesem Namen werden je drei Dateien abgespeichert: eine Textdatei (.txt), die die Parameter des Experimentes enthält, eine Bitmap (.bmp), die das Verteilungsbild als 8 Bit Graustufen Bild darstellt und ein Spreadsheet (.dat), das die Messdaten als 16 Bit Integer im ASCII Code enthält. Die eigentliche Datenausgabe erfolgt rechts außerhalb der Sequenzstruktur.

Die eigentliche Messung erfolgt im rot unterlegten Bereich von Abb. A.1, auf den hier im Folgenden näher eingegangen wird und der in Abb. A.2 noch einmal groß dargestellt ist.

Die ganze Datenerfassung liegt in einer „While“-Schleife, die so lange durchlaufen wird, bis die Messung mit „Stopp“ abgebrochen wird. Parallel werden immer der Kartenspeicher mit „read“ (grün) in Einheiten von jeweils 10^4 Messpunkten für x , y und Strobe ausgelesen und die Daten aus dem vorherigen Durchlauf ausgewertet (rot), wobei im ersten Durchlauf eine Nullauswertung erfolgt und die letzten 10^4 Messpunkte nach drücken der „Stopp“ Taste nicht mehr ausgewertet werden.

Um die Messung kontinuierlich laufen lassen zu können, muss LabVIEW höchste Systempriorität bekommen, da es sonst zu Datenstaus kommen kann. Da aber das Betriebssystem auch einige Prozessorzeit benötigt, um beispielsweise den Bildschirm neu aufzubauen, ist in dem blauen Bereich eine Sicherheitsabfrage eingeführt worden,

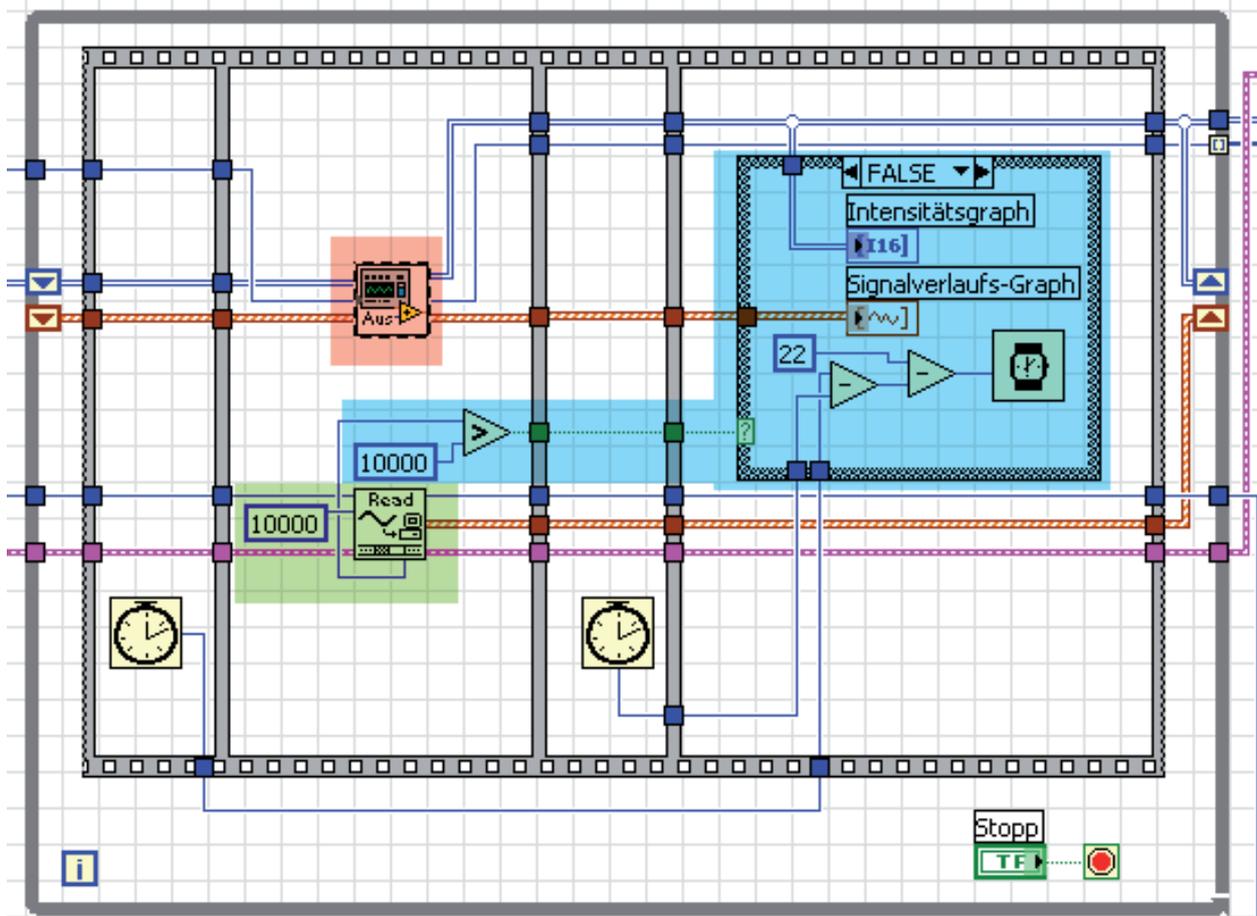


Abb. A.2: Messroutine der Datenerfassung für das Raster LEED Mikroskop. Parallel werden immer der Kartenspeicher ausgelesen (grün) und die ausgelesenen Daten weiterverarbeitet (rot). Die Darstellung der Messung und Timingprobleme werden in dem blau unterlegten Gebiet gelöst.

die nun beschrieben werden soll. Es wird überprüft, ob in dem Kartenspeicher mehr als 10^4 Einträge sind oder nicht. Sind mehr als 10^4 Einträge vorhanden, wird mit voller Kapazität weiter ausgelesen und ausgewertet. Sind weniger als 10^4 Einträge im Kartenspeicher, wird 22 ms minus der Zeit für die Erfassung gewartet, wobei ein Durchlauf im Durchschnitt ca. 12 ms dauert. Dadurch werden Takte für das Betriebssystem freigegeben.

Der Inhalt der in Abb. A.2 rot gekennzeichneten Auswerterroutine ist in Abb. A.3 gesondert abgebildet. Zu Beginn werden die Messdaten, die vorher von „read“ in Einheiten von 10^4 Messpunkten in jedem der drei Kanäle eingelesen wurden, ganz links eingespielt. Die einzelnen Messblöcke zu 15 bis 20 Werten liegen im 10^4 Buffer ohne Trennmerkmale hintereinander. Deshalb werden zunächst die 3 mal 10^4 Messpunkte mit ihrer unbekannt Anzahl von Ereignissen in die drei gemessenen Kanäle aufgespalten, wobei Kanal 0 Strobe, Kanal 1 x und Kanal 2 y ist. Das Strobe-Signal, das auch schon für die Triggerung der Messkarte verwendet wurde, wird in dem blauen Gebiet genutzt, um die Ereignisse voneinander zu trennen.

IV

Da die abfallende Flanke von Strobe klarer definiert ist als die ansteigende und bei einer Signallänge von $4 \mu\text{s}$ und einer Abtastrate von 5 MHz eigentlich 20 aber mindestens 15 Messpunkte ein Ereignis bilden, wird die abfallende Flanke für die Ereignistriggerung genutzt. Hierfür wird überprüft, ob Strobe kleiner ist als $2,4 \text{ V}$, was das Ende eines bereits ausgewerteten Ereignisses bedeutet. Ist Strobe noch größer, so wird einfach der nächste Messwert betrachtet, bis ein Messwert kleiner ist. Sobald ein Messwert kleiner ist, also das Ende eines Ereignisses erreicht wurde, werden die nächsten 5 Messwerte von x und y übersprungen, um den schlecht definierten

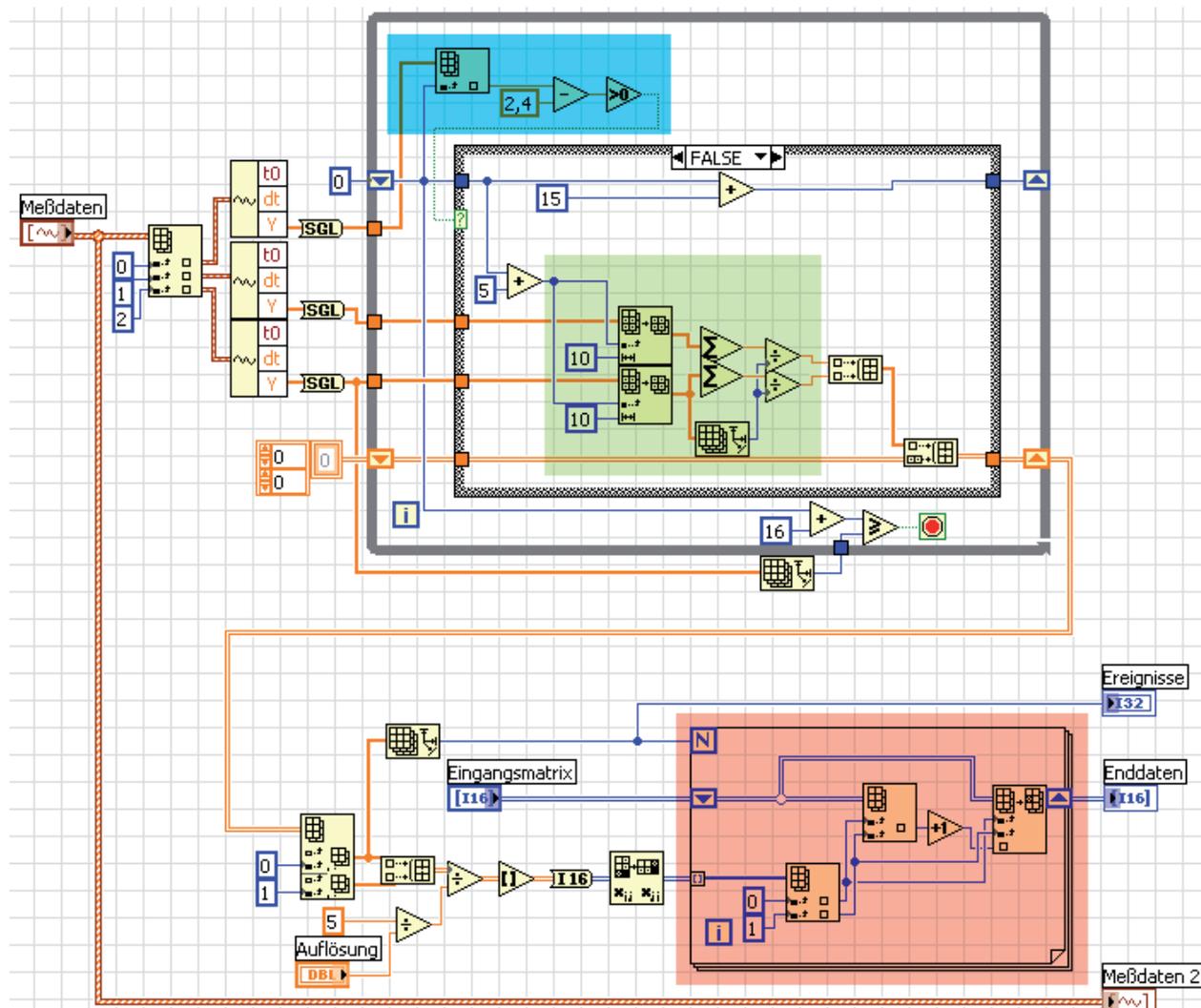


Abb. A.3: Inhalt der Auswertungsroutine. Blau ist die Triggerbedingung zur Unterscheidung von einzelnen Ereignissen; grün die Bildung des Mittelwertes; im rot unterlegten Gebiet werden die Einträge in die Matrix gemacht.

Flanken Rechnung zu tragen und definitiv Messwerte des nächsten Ereignisses zu erfassen. In dem grün unterlegten Gebiet in Abb. A.3 wird dann über 10 Messwerte von x und y gemittelt. Insgesamt werden also 15 Messwerte verarbeitet. Deshalb wird nach der Auswertung des Ereignisses auch der Zählindex von Strobe um 15 erhöht und wieder nach dem Ende eines Ereignisses gesucht. Alle Ereignisse sind

getrennt, sobald ein Ende eines Ereignisses eintritt und weniger als 16 Messwerte von den ursprünglich 10^4 Werten verblieben sind.

Nachdem alle Ereignisse getrennt sind, werden sie in dem rot unterlegten Bereich in Abb. A.3 in die Matrix eingetragen. Dazu werden die x - und y - Einträge, deren Werte zwischen 0 und 5 liegen, durch $5/\text{Matrixgröße}$ -also in diesem Beispiel durch $5/500=100$ - geteilt und auf die nächste ganze Zahl aufgerundet. In der Eingangsmatrix, die nur bei der ersten Auswertung ausschließlich Nulleinträge hat und sonst bereits die Einträge der vorherigen Auswertungen enthält, wird für jedes Ereignis an der entsprechenden Stelle der Matrix der Eintrag um eins erhöht. Im Anschluss an die Auswerteroutine wird die Matrix und ein 256 Graustufenbild gespeichert.

B.1 Benutzeroberfläche des C++ Programms zur Berechnung von Beugungsbildern

Zur Bestimmung von Beugungsreflexen sind mit Hilfe eines C+ Programms von N. Mikuszeit die Positionen der Reflexe nach der kinematischen Beugungstheorie berechnet worden. In Abb. B.1 ist die Benutzeroberfläche dargestellt.

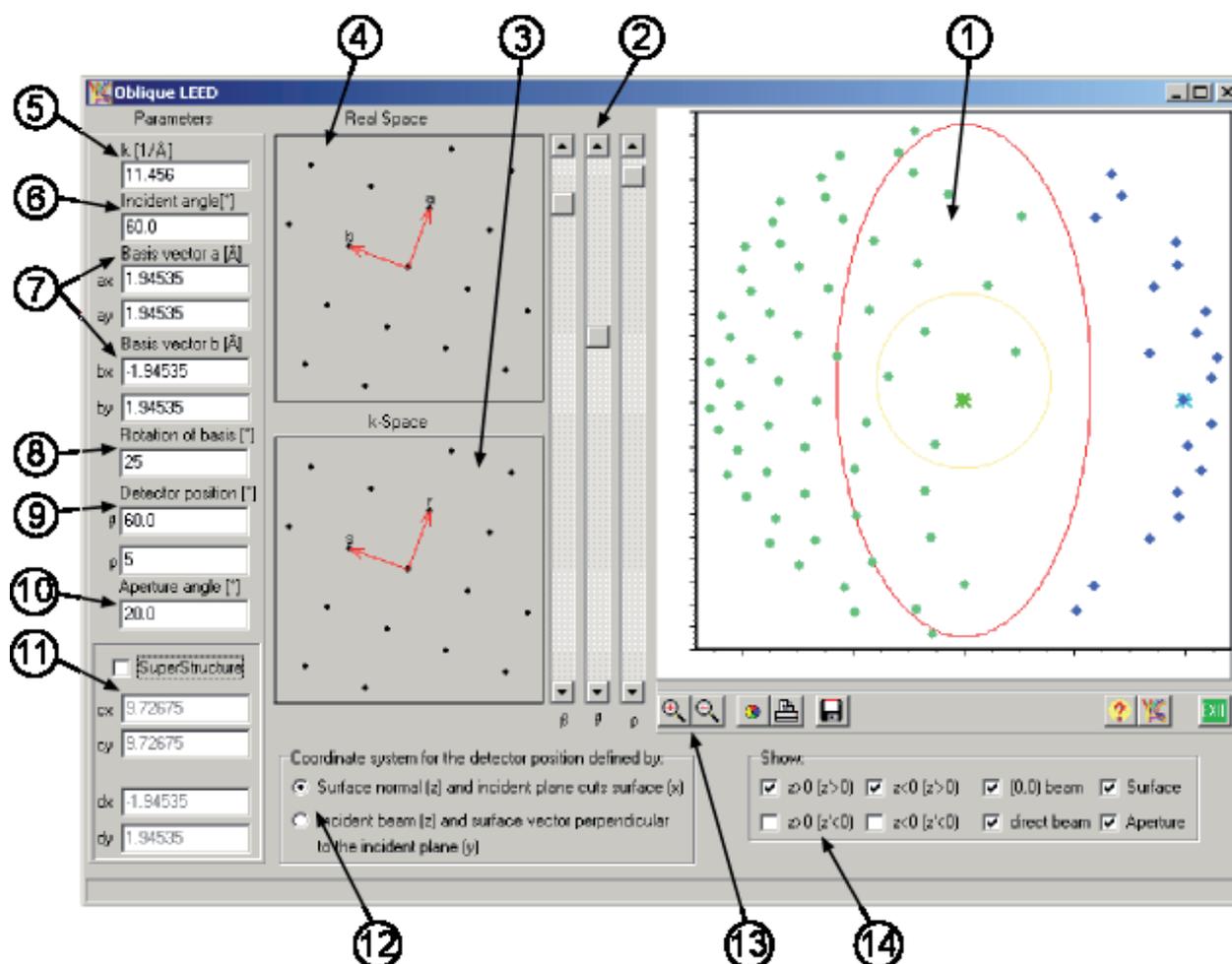


Abb. B.1: Benutzeroberfläche des OLEED Programms von N. Mikuszeit am Beispiel einer 500 eV Elektronenenergie unter einem Einfallswinkel von 60° zur Probenormalen an einer Pt(100) Oberfläche. Die Basis der Oberfläche ist gegen die Projektion des Primärstrahls auf die Oberfläche um 25° gedreht, der Detektor um 60° gegen die Probennormale geneigt und um 5° gegen die Ebene Probennormale–Primärstrahl umdreht. Die Beschreibung der einzelnen Bedienungselemente folgt im Text.

- ① Das nach der kinematischen Beugungstheorie berechnete Beugungsbild. Die durch den gelben Kreis eingeschlossene Fläche entspricht der Detektorgröße. Der rote Kreis symbolisiert die Umrandung der Probe. Die realen, reflektierten Beugungsreflexe sind grün, der direkt reflektierte Strahl ein grüner Stern, während der durch die Probe transmittierte Strahl hellblau und die transmittierten Beugungsreflexe dunkelblau sind.

- ② Diese Schieberegler sind für die Rotation β der Basis \mathbf{a} und \mathbf{b} der realen Oberfläche um die Probenormale, die Detektorneigung θ und die Detektorrotation φ verantwortlich.
- ③ Ist eine Darstellung der Basisvektoren \mathbf{r} und \mathbf{s} im reziproken Raum, während in
- ④ die Basisvektoren \mathbf{a} und \mathbf{b} im Realraum dargestellt sind.
- ⑤ Hier wird die Elektronenwellenzahl k eingegeben. Mit der rechten Maustaste lässt sich ein Pulldown-Menü öffnen, das verschiedene k Werte für die meisten benutzten Elektronenenergien enthält. Der Zusammenhang zwischen Wellenzahl k und der Elektronenenergie E ist
- $$k \left[\frac{1}{\text{Å}} \right] = 2\pi \sqrt{\frac{E[\text{eV}]}{150}}$$
- In
- ⑥ wird der Einfallswinkel des primären Elektronenstrahls im Bezug auf die Proben normale definiert. Bei
- ⑦ werden die Basisvektoren \mathbf{a} und \mathbf{b} der Oberfläche eingegeben. Mit der rechten Maustaste lässt sich ein Pulldown-Menü öffnen, das einige Beispieloberflächen enthält. In Abb. B.1 ist eine Pt(100) Oberfläche ausgewählt.
- ⑧ gibt die numerische Einstellmöglichkeit der Rotation β der Basisvektoren \mathbf{a} und \mathbf{b} um die Oberflächennormale an, während in
- ⑨ die Detektorneigung θ und die Detektorrotation φ numerisch eingegeben werden können.
- ⑩ definiert den Öffnungswinkel der Apertur, die durch den gelben Kreis in ① angezeigt wird. Die Apertur entspricht dem Detektorradius. Mit
- ⑪ kann der Oberfläche eine Domäne einer Überstruktur hinzugefügt werden. Mit Häkchen wird eine Überstruktur mit den Basisvektoren \mathbf{c} und \mathbf{d} berücksichtigt. Mit der rechten Maustaste lässt sich ein Pulldown-Menü öffnen, das einige Beispiel überstrukturen enthält. Bei
- ⑫ kann das verwendete Koordinatensystem von dem Probensystem -oben- zu dem Laborsystem -unten- umgestellt werden.
- ⑬ sind die Knöpfe für Zoom, Farbänderungsmenü für die Reflexe, Drucken und Speicherung. Mit
- ⑭ können Apertur, Oberflächenprojektion, primärer Strahl, durchgehender Strahl und die unterschiedlichen mathematisch möglichen Reflexe, von denen sich mit LEED jedoch nur die grünen auch beobachten lassen, ausgeblendet werden.

B.2 Wesentliche Subroutinen des C++ Programms zur Berechnung von Beugungsbildern

Der für die Berechnung mit dem Mikuszeitschen Programm verantwortliche Programmteil ist hier aufgelistet:

```

/*=====Functions=====*/

bool parallel(vec2D a_vector, vec2D b_vector)
{
    //(by,-bx) is perpendicular to (bx,by)
    //if(ax,ay).(by,-bx)==0 then these two are perpendicular
    //consequently, (ax,ay) and (bx,by) are parallel!
    if(fabs(a_vector.x*b_vector.y-a_vector.y*b_vector.x)<1.0e-15)
        return TRUE;
    else return FALSE;
}

//-----

void create_perpendicular(vec2D* s_vector, vec2D* d_vector)
{
    d_vector->x=s_vector->y;
    d_vector->y=(-1.0)*s_vector->x;
    return;
}

//-----

void calc_rs(void)//transforms a and b into k-Space
{
    vol_ab=a_vector.y*b_vector.x-a_vector.x*b_vector.y;

    double vol_rs;
    double betaRAD=beta*DEGREE;
    vec2D ROT_1,ROT_2;
    double rs_factor= TWOPI/fabs(vol_ab);

    ROT_1.x=cos(betaRAD)*a_vector.x-sin(betaRAD)*a_vector.y;
    ROT_1.y=sin(betaRAD)*a_vector.x+cos(betaRAD)*a_vector.y;
    ROT_2.x=cos(betaRAD)*b_vector.x-sin(betaRAD)*b_vector.y;
    ROT_2.y=sin(betaRAD)*b_vector.x+cos(betaRAD)*b_vector.y;
}

```

```
r_vector.x=ROT_2.y*rs_factor;
r_vector.y=(-1.0)*ROT_2.x*rs_factor;

s_vector.x=(-1.0)*ROT_1.y*rs_factor;
s_vector.y=ROT_1.x*rs_factor;

vol_rs=r_vector.y*s_vector.x-r_vector.x*s_vector.y;

sNorm=sqrt(s_vector.x*s_vector.x+s_vector.y*s_vector.y);
rNorm=sqrt(r_vector.x*r_vector.x+r_vector.y*r_vector.y);

if(SUPER)
{
    vol_cd=c_vector.y*d_vector.x-c_vector.x*d_vector.y;

    double tu_factor=TWOPI*sgnD(vol_ab)/vol_cd;

    ROT_1.x=cos(betaRAD)*c_vector.x-sin(betaRAD)*c_vector.y;
    ROT_1.y=sin(betaRAD)*c_vector.x+cos(betaRAD)*c_vector.y;
    ROT_2.x=cos(betaRAD)*d_vector.x-sin(betaRAD)*d_vector.y;
    ROT_2.y=sin(betaRAD)*d_vector.x+cos(betaRAD)*d_vector.y;

    t_vector.x=ROT_2.y*tu_factor;
    t_vector.y=(-1.0)*ROT_2.x*tu_factor;

    u_vector.x=(-1.0)*ROT_1.y*tu_factor;
    u_vector.y=ROT_1.x*tu_factor;

    vol_tu=t_vector.y*u_vector.x-t_vector.x*u_vector.y;

    //do I have to calc tNorm and uNorm?
    tNorm=sqrt(t_vector.x*t_vector.x+t_vector.y*t_vector.y);
    uNorm=sqrt(u_vector.x*u_vector.x+u_vector.y*u_vector.y);

}

return;
}

//-----

/*void calc_LJ(void)
```

X

```

{
    L=(k_vector/sNorm)+2;

    temp_vector.x= -s_vector.y/sNorm;
    temp_vector.y= s_vector.x/sNorm;//is a normalised vector perp on s

    J=k_vector/fabs(r_vector.x*temp_vector.x+r_vector.y*temp_vector.y)+2;
}*/

//-----

void calc_shift(void)
{
    double kParallel=k_vector*sin(DEGREE*delta);
    double v,w,vol;
    vec2D kappa;
    int Ns,Nr;

    kappa.x=0.0;//ky
    kappa.y=(-kParallel);//-kx

    vol=(s_vector.x*r_vector.y-s_vector.y*r_vector.x);

    Nr= round((s_vector.x*kappa.x+s_vector.y*kappa.y)/vol);
    Ns= round((r_vector.x*kappa.x+r_vector.y*kappa.y)/(-vol));

    shift_vector.x=kParallel-Ns*s_vector.x-Nr*r_vector.x;
    shift_vector.y=(-Ns)*s_vector.y-Nr*r_vector.y;

    return;
}

//-----

void calcBounds(vec2D a_vector,double aNorm,vec2D b_vector,double bNorm ,double
R,int* iMax,int* jMax)
{
    vec2D p_vector;
    double projection;

    p_vector.x=a_vector.y/aNorm;
    p_vector.y=(-1.0)*a_vector.x/aNorm;//p is unit normal on a

```

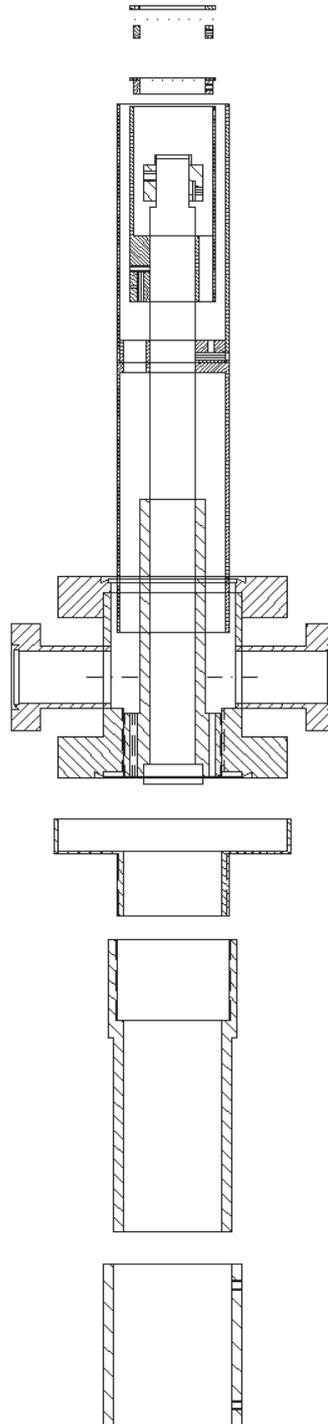
```
//projection of b on p is
projection=fabs(p_vector.x*b_vector.x+p_vector.y*b_vector.y);
//p cannot be perp b as this means a || b, which is not allowed
//how many times does it fit?
projection =(R/projection+1.0);
*jMax=round(projection);
//projecting b on a
projection=fabs(a_vector.x*b_vector.x+a_vector.y*b_vector.y);
//how many times does it fit? if we consider an additional offset by b
projection =( (R+projection*((double)*jMax))/aNorm+1.0);
*iMax=round(projection);

return;//bNorm is not used ok
}
```

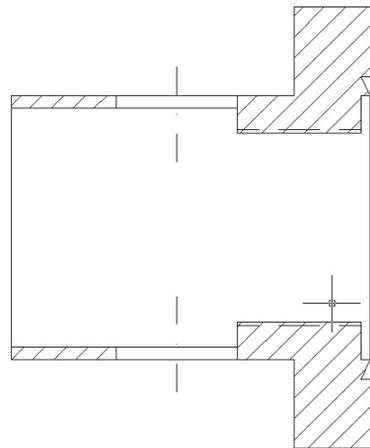
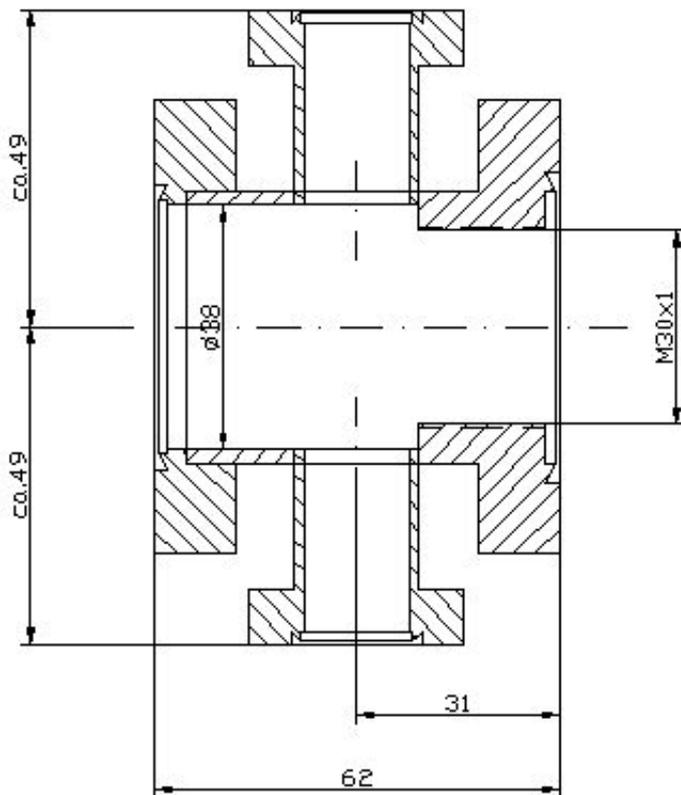
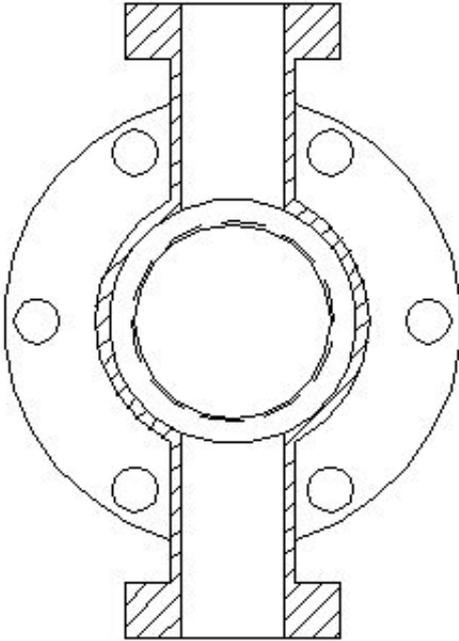
C Konstruktionszeichnung des Sekundärelektronendetektors für das Hitachi S800

Konstruktionszeichnungen eines neuen Sekundärelektronenverstärkers für das Hitachi S800.

Übersichtszeichnung:



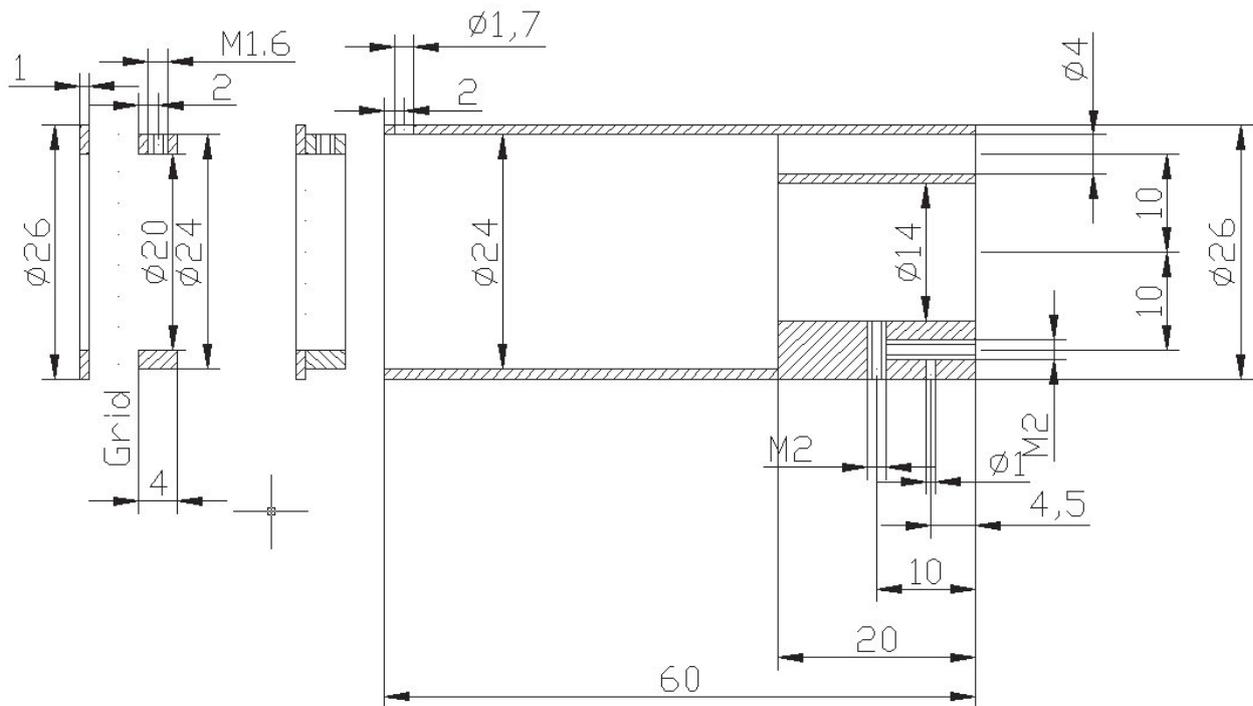
Das CF- Kreuz besteht aus zwei Standard CF16 tube Flanschen und einem CF40 Blindflansch. Der zweite CF40 Flansch mit Rohr und Gewinde muss gedreht werden.



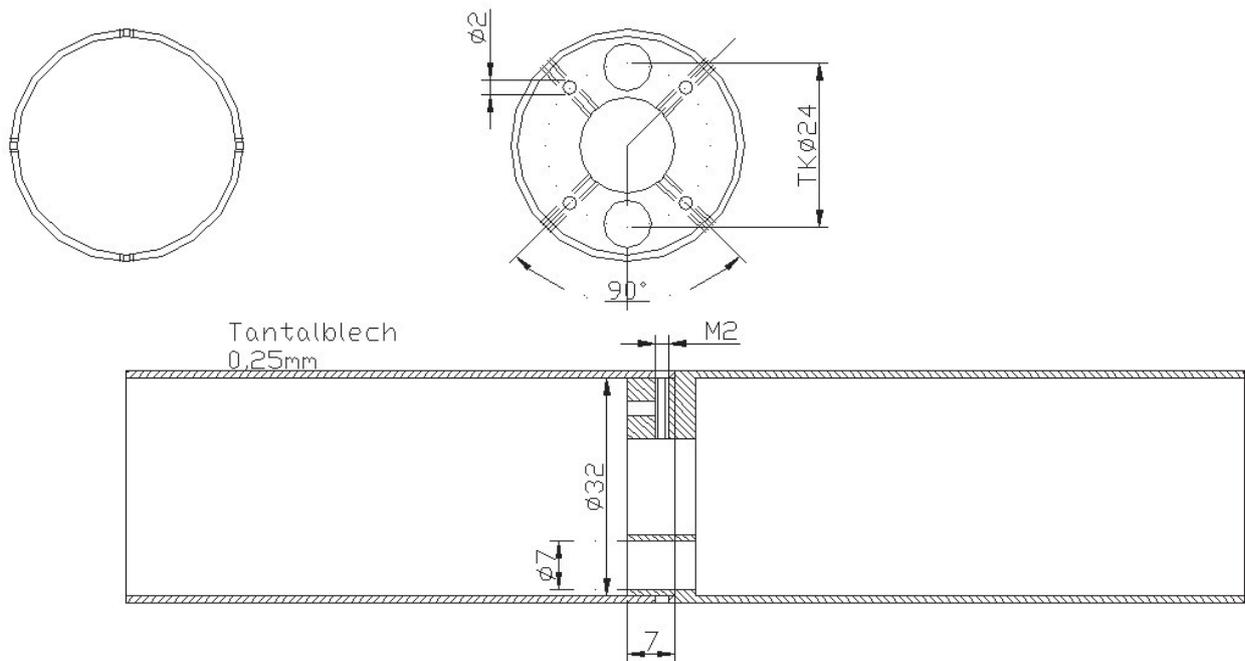
XIV

Halterung für das Ansauggitter mit Gitter. Die Halterung wird auf den Lichtleiter aufgeschoben und mit einer Madenschraube fixiert.

Material: Titan

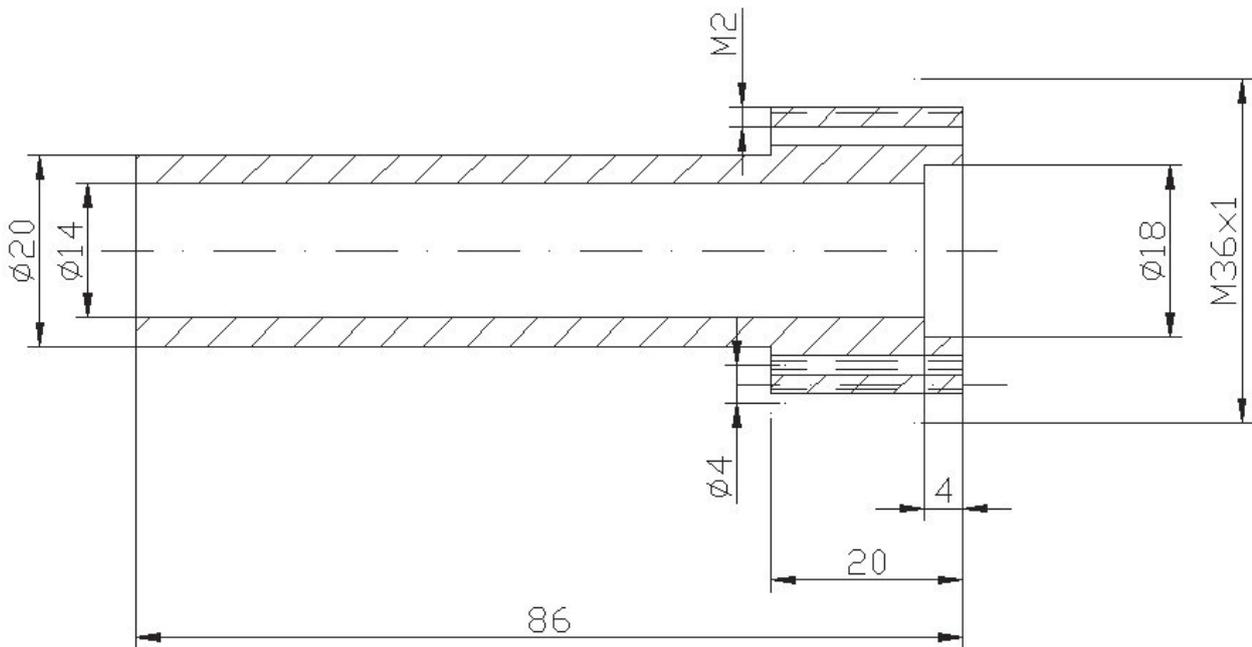
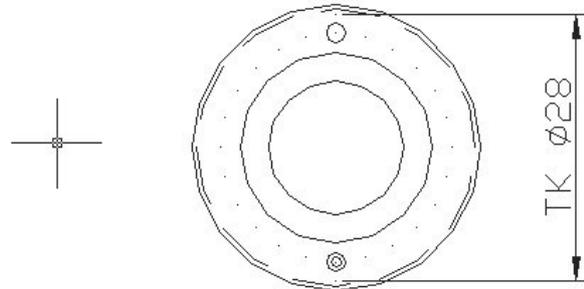


Der Spannungsschild wird an den Lichtleiter zwischen Lichtleiterhalterung und Gitterhalterung montiert. Es soll das Saugfeld des Gitters abschirmen.



Halterung für den Lichtleiter. Der Lichtleiter wird in den Halter eingeschoben und mit dem Gewinde in de gedrehten CF40 Flansch eingeschraubt und gegen ein Standard CF40 Fenster gepresst.

Material: Titan



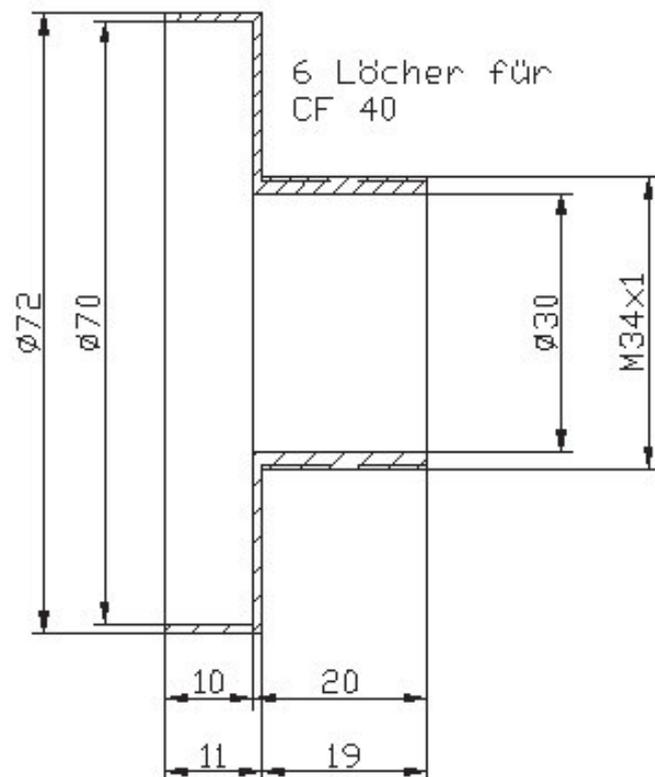
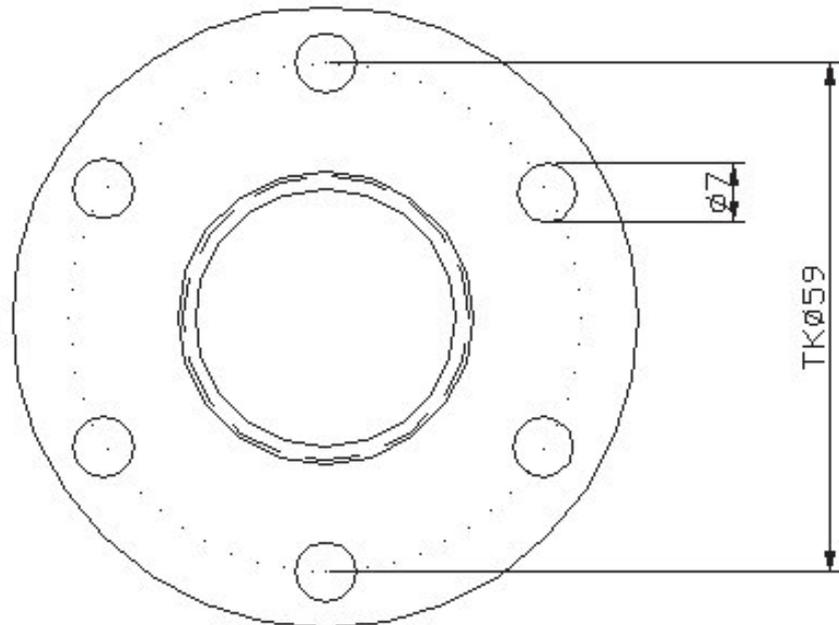
Lichtleiter mit Szintillator. Der Lichtleiter ist 193 mm lang und hat einen Durchmesser von 14 mm, einen 18 mm Kragen und eine 10 mm durchmessende Verjüngung an der Spitze, auf der der Standard Hitachi-Szintillatorhalter montiert ist. Der Lichtleiter ist als Standardbauelement erhältlich.



XVI

Diese Schutzkappe wird über das Standard CF40 Fenster geschraubt und dient als Halterung für den Photomultiplier mitsamt Schutzrohr und Elektronik.

Material: VA

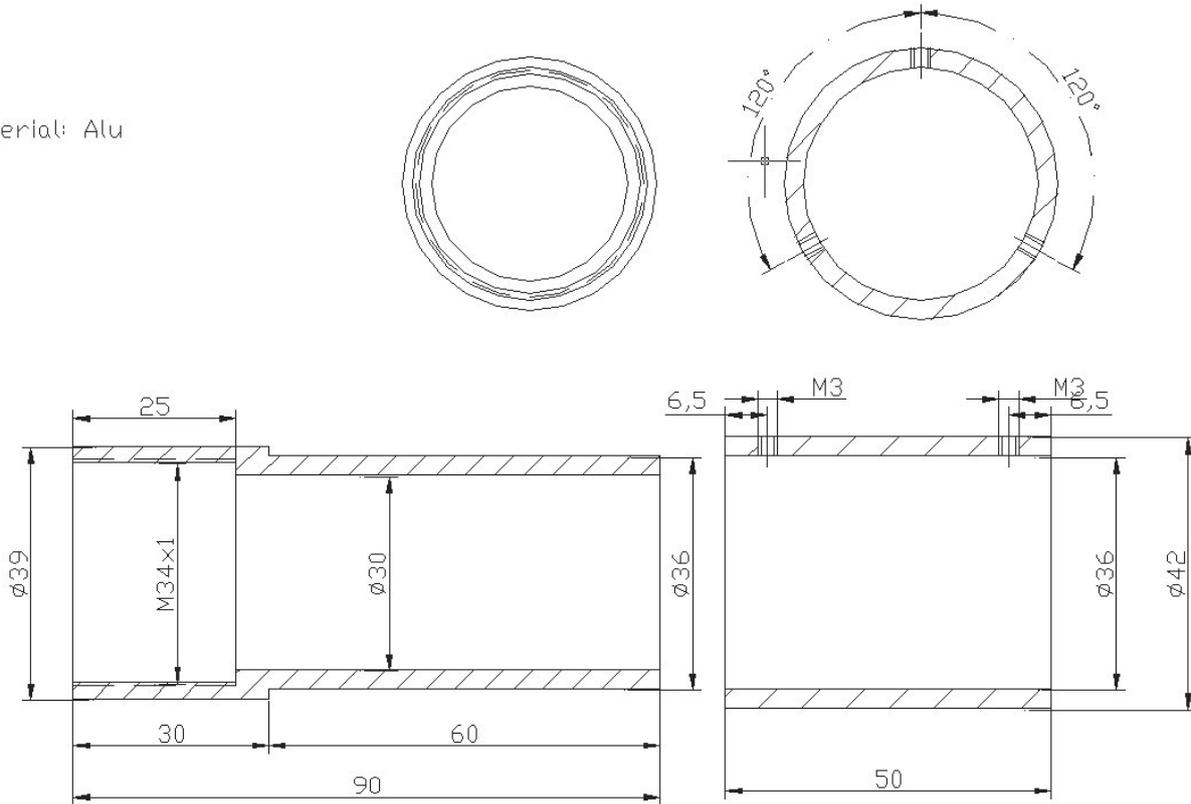


C Konstruktionszeichnung des Sekundärelektronendetektors
für das Hitachi S800

XVII

In diesem Rohr steckt der Photomultiplier. Das linke Rohrende wird auf die Schutzkappe aufgeschraubt. Sowohl Rohr als auch Schutzkappe müssen lichtdicht abschließen. Mit dem linken Rohrende wird der Photomultiplier gegen das CF40 Fenster gepresst. Madenschrauben fixieren linkes und rechte Rohrende. Auf das rechte Rohrende wird die normale Hitachi-Elektronik für den Photomultiplier montiert.

Material: Alu



Abbildungsverzeichnis

Abb. II.1	Schematisches Energiespektrum bei einer Primärenergie von einigen keV	6
Abb. II.2	Sekundärelektronenkeule	7
Abb. II.3	Schematische Darstellung verschiedener Kontrastmechanismen der Rasterelektronenmikroskopie	8
Abb. II.4	14 Bravaisgitter.....	10
Abb. II.5	Die fünf Oberflächengitter.....	11
Abb. II.6	5×1 Überstruktur	13
Abb. II.7	Schematische Darstellung der Streuung einer ebenen Welle in einer Ebene	14
Abb. II.8	Ewaldkonstruktion an einem eindimensionalen Gitter.....	15
Abb. II.9	Berechnete Beugungsbilder unter unterschiedlichen Betrachtungswinkeln	20,21
Abb. III.1	Schematische Darstellung der Funktionsweise des Raster LEED Mikroskops.....	24
Abb. IV.1	Abbildung des Experimentes mit allen Teilelementen	30
Abb. IV.2	Schematische Aufbau des Raster LEED Mikroskops	31
Abb. IV.3	Potentialverläufe bei unterschiedlichen Kathodentypen	32
Abb. IV.4	Schematischer Aufbau einer Feldemissionskathode	34
Abb. IV.5	Aufbau des LEED Detektors	35
Abb. IV.6	Graphische Darstellung der Auswirkung einer Abweichung des Beugungszentrums vom Detektormittelpunkt	37
Abb. IV.7	Verlauf der Energie des radialen Bewegungsanteils	

	bei Detektorfehlpositionierung.....	39
Abb. IV.8	Darstellung des verschobenen Detektormittelpunktes gegenüber dem Beugungszentrum.....	39
Abb. IV.9	LEED Detektors zusammen mit seiner Drehmechanik.....	41
Abb. IV.10	Beispiel für die inhomogene Ausleuchtung des LEED Detektors ..	42
Abb. IV.11	Schematische Darstellung der Bewegungsmöglichkeit des LEED Detektors	45
Abb. IV.12	Schematischer Aufbau des LEED Detektors mit daraus resultierenden Öffnungswinkeln	46
Abb. IV.13	Schaltplan des Raster LEED Mikroskops	48
Abb. IV.14	Knoten zur Bestimmung des Strahlstoms	50
Abb. IV.15	Intensitätsmodulation des Hintergrundes.....	51
Abb. IV.16	Diskriminatorverhalten des Mikro LEED Detektors.....	52
Abb. IV.17	Zeitlicher Verlauf der Signale der Analogelektronik des PSD.....	54
Abb. IV.18	Graphische Darstellung des Projektionsfehlers bei der Abbildung einer Kugel auf eine Ebene	55
Abb. IV.19	Geometrische Reflexaufweitung eines Raster LEED Mikroskops..	57
Abb. IV.20	Breite des Primärstrahles auf dem PSD in Abhängigkeit von der Intensität.....	58
Abb. IV.21	Am Gitter Aufgespalteter Beugungsreflex von Pt(100)	60
Abb. IV.22	Linienintensitätsprofil vom Aufgespaltetem Reflex aus Abb. IV.21.....	60
Abb. IV.23	Reflexbreitenbestimmung am Beispiel eines Kupferbeugungsbildes	61
Abb. IV.24	Verlauf des Magnetfeldes der Objektivlinse als Funktion des Abstandes vom Polschuh.....	63
Abb. IV.25	Ablenkung eines Elektrons Im Magnetfeld.....	64
Abb. V.1	Beispiele für Beugungsbilder an einer Pt(100) Oberfläche mit 5x1 Überstruktur	68
Abb. V.2	Reflexlaufen mit der Energie	69
Abb. V.3	Indizierte Reflexe an einem Beugungsbild einer Pt(100)5x1 Oberfläche mit zwei Überstrukturdomänen	71

Abb. V.4	Zusammengesetztes Beugungsbild einer Pt(100)5x1 Oberfläche...	72
Abb. V.5	Sekundärelektronenbild einer polykristallinen Kupferoberfläche..	73
Abb. V.6	Beugungsbilder unterschiedlicher Körner der polykristallinen Kupferoberfläche	74
Abb. V.7	3D Rekonstruktion der polykristallinen Kupferoberfläche.....	76
Abb. V.8	Verteilungsbilder mit Beugungskontrast.....	77
Abb. V.9	Beugungsbild einer Fe(100) Whiskeroberfläche	79
Abb. V.10	Sekundärelektronenbild von Kupferinseln auf einer Eisenwhiskeroberfläche.....	79
Abb. V.11	Kupfergranulierung auf einer Eisenwhiskeroberfläche.....	80
Abb. V.12	AFM Aufnahmen der Granulierung bei zwei unterschiedlichen Schichtdicken.....	81
Abb. V.13	AFM Aufnahmen zweier unterschiedlicher Kupferinseln bei unterschiedlichen Materialmengen	81
Abb. V.14	Die Höhe der facettierten Objekte gegen ihre Fläche aufgetragen	83
Abb. V.15	Zusammengesetztes LEED Bild bei 553V von einer von 48 nm dicken Kupferschicht auf einem Fe(100) Whisker	84
Abb. V.16	Beugungsbild mit viereckigen Reflexen von einer 28 nm dicken Kupferschicht auf einem Eisenwhisker	85
Abb. V.17	Entstehung von Strukturdomänen bei Kupfer auf Ag(100) nach Ocko.....	86
Tab IV.1	Verschiedene Abweichungen Δs auf einem Kreis mit 50 mm Radius von der Position ohne Magnetfeld	65
Tab V.1	Zuordnung der Körner anhand der Beugungsbilder	75
Abb. A.1	Blockschema des Datenerfassungsprogramms des Raster LEED Mikroskops.....	I
Abb. A.2	Messroutine der Datenerfassung für das Raster LEED Mikroskop	III
Abb. A.3	Inhalt der Auswertungsroutine.....	IV

Abkürzungsverzeichnis

AE	Auger-Elektronen
AES	Auger Elektronen Spektroskopie
AFM	Atomic Force Microscopy
bcc	body centered cubic
BSE	back scattered electrons
EBSD	Electron Backscattered Diffraction
EDX	energy dispersive x-ray analysis
eV	Elektronenvolt
fcc	face centred cubic
keV	Kiloelektronenvolt
kV	Kilovolt
LEED	low energy electron diffraction
LEEM	Low energy electron microscopy
LLE	low lost energy electrons
nm	Nanometer
μm	Mikrometer
PSD	positionssensitiver Detektor
REM	Rasterelektronenmikroskop
sc	simple cubic
SE	Sekundärelektronen
SEMPA	scanning electron microscopy with polarisation analysis
STM	scanning tunnel microscopy
STM LEED	scanning tunnel microscopy with low energy electron diffraction
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
UHV	ultra hoch Vakuum

Danke

Ich möchte mich bedanken bei

- Herrn Prof. Dr. H.P. Oepen für die Möglichkeit, diese Arbeit anzufertigen und die Option, jederzeit mit Fragen zu ihm kommen zu können, was ich nur zu selten genutzt habe.
- Herrn Prof. Dr. R. Anton für das Zweitgutachten zu dieser Arbeit.
- Herrn Dr. R. Frömter für seine ständige Bereitschaft, mir mit Wort und Tat beiseite zu stehen und mich von seiner Erfahrung profitieren zu lassen.
- Herrn H. Stillrich für viele Diskussionen und tatkräftige Hilfe, besonders beim wiederholten Einsetzen des LEED Detektors.
- Herrn Dr. N. Mikuszeit für das Programm zur Berechnung der Beugungsreflexe und die theoretische Sicht auf das Experiment.
- Frau Dr. S. Pütter für zahlreiche Diskussionen.
- C. Menk, N. Franz und S. Fiedler, da sie mir zeigten, dass es doch nicht so einfach ist, was ich mache.
- Der Elektronik- und Feinmechanikwerkstatt, die immer wieder zu schneller unkomplizierter Hilfe bereit waren.
- W. Pfützner für die EDX- und K. Rachor für die AFM Messungen.
- Für Unterstützung während der Arbeit sowie für ihr Korrekturlesen: Diana und Chistopher Clar, Jessica Mertl, Dirk Timm, Ute und Günter Mertl sowie Miloud Bauer.
- Britta Mertl, weil sie mich in allem was ich mache bestätigt, mir immer wieder Mut spendet und mir die Kraft gibt, immer weiter zu gehen.
- Ella und Hans-Jürgen Hoyer dass sie mir ermöglicht haben, so lange zu studieren wie ich wollte, auch wenn mein Vater meine Promotion nicht mehr erleben konnte.
- Zahlreiche weitere Freunde, die meine Launen und mein Gefasel über das Experiment ertragen haben.

Erklärung

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Promotionsarbeit selbständig und ohne fremde Hilfe verfasst habe. Andere als die von mir angegebenen Quellen und Hilfsmittel sind nicht verwendet worden. Den benutzten Werken wörtlich oder inhaltlich entnommene Stellen sind als solche kenntlich gemacht.

Tornesch, Februar 2007

Lebenslauf

Name: Jörn Hoyer

Ausbildung/Studium:

01.09.2002 Beginn der Promotion im Fachbereich Physik
"Aufbau und Kalibrierung eines Raster LEED Mikroskops"

01.07.2002 Diplom als Physiker
„Magnetische und strukturelle Untersuchungen
von ultradünnen Kobaltfilmen auf Pt(100)“

18.09.1996 Vordiplom

1993 - 1994 Wehrdienst

1992 Studiumsbeginn
Studiengang Physik an der Universität Hamburg

Schulbildung:

1992 Abitur

1983 - 1992 Kooperative Gesamtschule Elmshorn

1979 - 1983 Grundschule Heinholz in Elmshorn

Weitere Tätigkeiten:

1999 - 2001 Freier Mitarbeiter der Datenerfassung Thiessen in Tornesch

1995 - 2000 Verschiedene Tutoriate in Organisation und Lehre der Universität
Hamburg

1994 - 1998 Monteur und Verkäufer im Fahrradfachhandel "Eisenross"
in Tornesch

1994 - 2000 Mitarbeit im Fachbereichsrat Physik der Universität sowie
weiteren Ausschüssen

Geburtsdatum: 10.08.1972

Geburtsort: Elmshorn

Familienstand: ledig