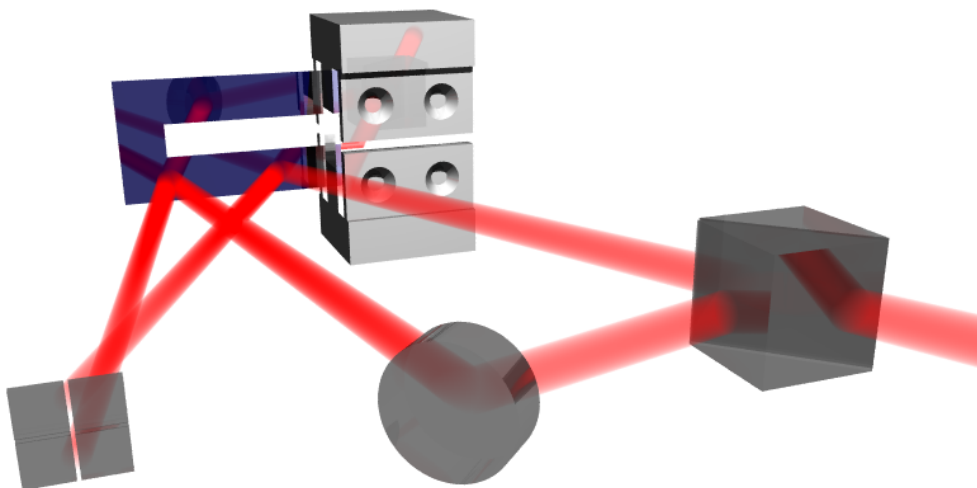


Percy Zahl

---

# Oberflächenspannung auf Si(111): Heteroepitaxie von Ge und $\text{CaF}_2$ , Adsorption von H und Sb

---



---

Dissertation

Dezember 2000



# **Oberflächenspannung auf Si(111): Heteroepitaxie von Ge und CaF<sub>2</sub>, Adsorption von H und Sb**

Vom Fachbereich Physik  
der Universität Hannover  
zur Erlangung des Grades

Doktor der Naturwissenschaften

Dr. rer. nat.

genehmigte Dissertation  
von

Dipl.-Phys. Percy Zahl

geboren am 3.4.1971  
in Hannover, Niedersachsen

Hannover, 2000

Referent: Prof. Dr. M. Horn-von Hoegen

Korreferent: Prof. Dr. M. Henzler

Tag der Promotion: 7. Dez. 2000

**Schlagworte:**

Oberflächenspannung, SSIOD, SPA-LEED, Si(111), H, Ge, Sb, CaF<sub>2</sub> , Heteroepitaxie

**Keywords:**

Surface-Stress, SSIOD, SPA-LEED, Si(111), H, Ge, Sb, CaF<sub>2</sub> , Hetero-Epitaxy







*für meine Eltern*

.

•

•



•

•



---

## Abstract

The interplay between surface morphology and intrinsic *in-plane* stress is of crucial relevance for growing thin heteroepitaxial films. A nearly perfect lattice mismatch adaptation of germanium films on silicon occurs using surfactants, and the stress increase with thickness is strongly reduced. The misfit of 4 % between Ge and Si results, without that modification, in a large film stress which causes a micro rough surface consisting of partially relaxed Ge clusters – which are less useful for technological applications in our case.

The unique combination of SPA–LEED, used for morphology analysis, and SSIOD, a method for surface stress detection, allows surface stress and morphology measurements during epitaxy experiments for the first time. An optical curvature detector, specially designed for the SSIOD method, was developed. Changes in curvature up to 20 km are traceable. Together with the SPA–LEED, which was developed further in a cone shaped design, both methods were successfully tested on the new machine.

The film stress and morphology during the initial pseudomorphic phase of the surfactant modified epitaxy (SME) of germanium on the silicon and subsequent relaxation via elastic microrough distortion was analyzed. A final plastic relaxation via a network of dislocations was observed; up to  $\approx 80\%$  of surface stress is reduced at about 30ML. This allows the growth of perfect Ge films up to several micrometers thickness. Using this SME method, the first Ge p-channel MOSFET was build in the semiconductor technology department.

Adsorption of antimony (Sb) in the submonolayer regime on the Si(111)/  $(7 \times 7)$ -surface induces coverage dependent superstructures which produce a measurable change in surface stress. The changes in surface stress between the  $(7 \times 7)$ ,  $d(1 \times 2)$ ,  $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})$  and the  $(5\sqrt{3} \times 5\sqrt{3})$  are investigated.

From hydrogen ad- and desorption experiments on the Si $(1 \times 1)$ -surface the desorption energy of hydrogen was determined by SSIOD for the first time. The hydrogen induced stress on a Si $(1 \times 1)$ -surface of  $0.12 \pm 0.05$  N/m was measured.

The first elastic characterisation of thin heteroepitaxial grown calcium fluoride films (about five atomic triple layers) using SSIOD was carried out. From the large difference in thermal expansion coefficients between CaF<sub>2</sub> and Si a change in volume misfit from 0.5 % at room temperature up to 2.5 % at 1000 K takes place. The analysis of stress increase during growth at different temperatures (e.g. misfits) allows estimating the stress at the Si/CaF<sub>2</sub>-interface. Furthermore measurements show, that at  $\approx 600$  K relaxed and stress free thin films can be grown, although a volume misfit of  $\approx 1.5\%$  exists.



---

## Zusammenfassung

Das Wechselspiel von Oberflächenmorphologie und intrinsischer *in-plane* Verspannung beim heteroepitaktischen Wachstum dünner Schichten ist von ausschlaggebender Bedeutung für die Qualität des entstehenden Films. So führt zum Beispiel der Einsatz von Surfactants bei dem gitterfehlangepassten System Germanium auf Silizium zu einem perfekten und spannungsrelaxierten Wachstum. Der Misfit von 4 % zwischen Ge und Si führt ohne diese Modifikation nach wenigen Lagen Ge zu erheblicher Spannung im Film, die eine mikrorauhe Phase mit elastischer Relaxation zur Folge hat – es entsteht ein für Technologieanwendungen ungeeigneter rauher Film. Die einzigartige Kombination aus SPA–LEED, zur Morphologieanalyse, und SSIOD, einer Methode zur Oberflächenspannungsbestimmung (Biegebalken), ermöglichen es erstmals die Filmspannung und Oberflächenmorphologie *in-situ* beim Wachstum zu messen. Für die SSIOD-Methode wurde ein optischer Krümmungsdetektor neu entwickelt, der Radiusänderungen von bis zu 20 nm nachweisen kann. Zusammen mit einem ebenfalls weiterentwickelten SPA–LEED wurden beide Methoden an einer neuen Apparatur zum Einsatz gebracht.

So konnte die Filmspannung und -beschaffenheit während der anfänglichen pseudomorphen Phase der Surfactant-Modifizierten-Epitaxie (SME) von Ge auf Si mit anschließender Relaxation in einer elastischen, mikrorauen Verzerrung beobachtet werden. Über die darauf folgende plastische Relaxationen in Form eines Netzwerkes von Versetzungen wird ein erheblicher Spannungsabbau erzielt und mit SSIOD beobachtet. Die Messungen zeigen, daß eine Relaxation der Misfit bedingten Spannungen von bis zu 83 % bei einer Filmstärke von  $\approx 30$  ML erreicht werden, wobei, im Gegensatz zu der Heteroepitaxie ohne Surfactant, perfekte und glatte Filme gewachsen werden können. Mittels dieser SME konnte in der Halbleitertechnologie bereits der erste Ge p-Kanal MOSFET realisiert werden.

Des Weiteren ist die Untersuchung von Relaxationsprozessen auf atomarer Skala mittels Rekonstruktion möglich. Die Adsorption von Antimon im Submonolagenbereich auf der Si(111)/(7 × 7)-Fläche induziert verschiedene, bedeckungsabhängige Überstrukturen, welche eine meßbare Änderung der Oberflächenspannung verursachen. Die Oberflächenspannungen zwischen der (7 × 7), d(1 × 2), ( $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ ) und der ( $5\sqrt{3} \times 5\sqrt{3}$ ) wurden vermessen. Aus Wasserstoff Ad- und Desorptionsversuchen auf der Si(111)-Fläche konnte erstmals die Desorptionsenergie von Wasserstoff mittels SSIOD bestimmt werden. Sogar die von Wasserstoff erzeugte Spannung auf der Si(1 × 1)-Fläche von nur  $0.12 \pm 0.05$  N/m konnte bestimmt werden.

SSIOD ist ebenfalls für die Spannungsuntersuchung an vollkommen anderen Systemen geeignet: Bei der Heteroepitaxie des Isolators CaF<sub>2</sub> auf Si(111) konnte erstmals eine Charakterisierung der Elastizitätseigenschaften eines wenige atomare Tripellagen dicken Ionenkristallfilmes vorgenommen werden. Aus der Analyse der temperaturabhängigen Misfitspannung dieser pseudomorphen CaF<sub>2</sub>-Schichten während des Wachstums konnte die Si/CaF<sub>2</sub>-Interfacespannung bestimmt werden. Die Messungen zeigen, daß relaxierte, d.h. spannungsfreie, dünne Filme bei  $\approx 600$  K gewachsen werden können, obwohl der Volumen-Misfit zwischen CaF<sub>2</sub> und Si für diese Temperatur  $\approx 1.5$  % beträgt.

---



# Inhaltsverzeichnis

- Abstract** **VII**
  
- Zusammenfassung/Abstract** **IX**
  
- Abkürzungsverzeichnis** **XV**
  
- Einleitung** **1**
  
- 1. Theoretische Betrachtungen** **3**
  - 1.1. Elastizitätstheorie der Kontinua 3
    - 1.1.1. Der Verzerrungstensor 3
    - 1.1.2. Der Spannungstensor 5
    - 1.1.3. Thermodynamik einer Deformation 7
    - 1.1.4. Scherung und Kompression 7
    - 1.1.5. Das Hooke'sche Gesetz 8
    - 1.1.6. Homogene Deformationen 8
  - 1.2. Elastizitätseigenschaften der Kristalle 9
    - 1.2.1. Freie Energie 9
    - 1.2.2. Kubische Symmetrie 9
  - 1.3. Definition der Oberflächenspannung 11
  - 1.4. Oberflächenenergie und -spannung 12
    - 1.4.1. Spannung mittels Rekonstruktion 12
    - 1.4.2. Spannung dünner Schichten 13
  - 1.5. Versetzungen und Gitterfehlpassung 14
    - 1.5.1. Verzerrungsfeld einer Versetzung 15
    - 1.5.2. Gitterfehlpassung mit Hilfe eines Versetzungsnetzwerkes 15
    - 1.5.3. Energiebilanz der Gitterfehlpassung 17
  
- 2. Experiment und Methoden** **21**
  - 2.1. Aufbau 21
    - 2.1.1. Vakuum Anlage 21
    - 2.1.2. Mechanische Dämpfung 25
    - 2.1.3. Probenhalter und Probe 25

---

2.2.	Biegebalkenmethode: Surface Stress Induced Optical Deflection . . . .	26
2.2.1.	Optischer Aufbau . . . . .	27
2.2.2.	SSIOD Kalibration . . . . .	29
2.2.3.	SSIOD Auflösungsgrenzen . . . . .	30
2.2.4.	SSIOD Datenaufnahme . . . . .	34
2.3.	Quellen für die MBE . . . . .	34
2.3.1.	Si, Ge und CaF <sub>2</sub> Verdampfer . . . . .	35
2.3.2.	Antimon Quelle . . . . .	35
2.3.3.	Schleubare Quellen . . . . .	36
2.4.	SPA-LEED . . . . .	37
2.4.1.	Kegelförmiges SPA-LEED-Design . . . . .	37
2.4.2.	Elektronenbeugung . . . . .	39
2.4.3.	Realraumscan: LDLRSEM . . . . .	39
2.5.	Herstellung und Präparation der Proben . . . . .	42
2.5.1.	Herstellung der U-Proben . . . . .	42
2.5.2.	Probengeometrie . . . . .	44
2.5.3.	Reinigung der Proben . . . . .	44
2.5.4.	Flashzyklus . . . . .	46
2.6.	Proben (Puls-)Heizung . . . . .	47
2.6.1.	Schaltgeschwindigkeit . . . . .	48
2.6.2.	Temperaturmessung . . . . .	49
<b>3.</b>	<b>Elektrostatische SPA-LEED Simulation</b>	<b>51</b>
3.1.	Elektrostatistisches System . . . . .	51
3.2.	Elektrostatik: Laplace und Minimierung . . . . .	52
3.3.	Elektronenoptik: Oktopol, Linse . . . . .	52
3.3.1.	Elektronenbahnsimulation . . . . .	52
3.4.	Optimierung . . . . .	55
3.4.1.	Linseneinstellung . . . . .	55
3.4.2.	Idealer Probenabstand/Faktor? . . . . .	56
3.4.3.	Schlußfolgerung – Wohin mit der Probe? . . . . .	56
<b>4.</b>	<b>Antimon auf Si(111)</b>	<b>57</b>
4.1.	Überstrukturen bei verschiedenen Sb Bedeckungen . . . . .	57
4.2.	Antimon Adsorption und Desorption . . . . .	59
4.3.	Zusammenfassung . . . . .	64
4.3.1.	Spannung zwischen Sb-Überstrukturen . . . . .	64
4.3.2.	Sb Desorptionsenergie . . . . .	64
<b>5.</b>	<b>Entspannung mit atomarem Wasserstoff und Si-Homoepitaxie</b>	<b>67</b>
5.1.	Reaktionen von Wasserstoff auf der Si(111)/(7x7) - Oberfläche . . . .	68
5.2.	Si Homoepitaxie mit atomarem Wasserstoff . . . . .	68

---

5.3.	Adsorption und Desorption von atomarem Wasserstoff . . . . .	73
5.3.1.	Modell zur Wasserstoff Adsorption / Desorption . . . . .	73
5.3.2.	Wasserstoff Adsorptions-/Desorptionsexperiment . . . . .	75
5.4.	Diskussion . . . . .	76
<b>6.</b>	<b>Heteroepitaxie Ge/Si, Sb</b>	<b>79</b>
6.1.	Ge/Si Heteroepitaxie . . . . .	79
6.2.	SME: Sb/Ge/Si Heteroepitaxie . . . . .	82
6.2.1.	Beobachtung des Versetzungsnetzwerkes mit SPA-LEED . . . . .	82
6.2.2.	Auf- und partieller Abbau von Spannung . . . . .	86
6.3.	Zusammenfassung . . . . .	87
6.3.1.	Ohne Surfactant . . . . .	87
6.3.2.	Mit Surfactant . . . . .	87
<b>7.</b>	<b>Röntgenbeugung am Ge/Si Versetzungsnetzwerk</b>	<b>89</b>
7.1.	Methode XRD . . . . .	89
7.2.	Röntgenmessungen . . . . .	93
7.2.1.	Rod Scans . . . . .	93
7.2.2.	In-Plane Scan . . . . .	96
7.3.	Diskussion . . . . .	98
<b>8.</b>	<b>Stress Messung beim Wachstum von CaF<sub>2</sub> auf Si(111)</b>	<b>99</b>
8.1.	Modell für die Oberflächenspannung . . . . .	100
8.1.1.	Oberflächenmorphologie . . . . .	101
8.1.2.	CaF <sub>2</sub> -Film im LEED . . . . .	103
8.2.	Experimente . . . . .	103
8.2.1.	Temperaturabhängigkeit der Filmspannung . . . . .	104
8.3.	Diskussion der Resultate . . . . .	108
<b>9.</b>	<b>Schlußbetrachtung und Ausblick</b>	<b>111</b>
9.1.	Adsorbate . . . . .	111
9.2.	Epitaxie und Heterosysteme . . . . .	112
9.3.	Spannende Systeme für die Zukunft . . . . .	113
9.4.	Apparatur . . . . .	113
<b>A.</b>	<b>Krümmung einer Platte infolge der Oberflächenspannung</b>	<b>115</b>
A.1.	Dimensionalität der Krümmung . . . . .	115
A.2.	Stoney's Formel . . . . .	119
A.3.	Messung der Krümmung mittels Zweistrahl-SSIOD Geometrie . . . . .	120
A.4.	Alternative Meßmethoden zur Krümmungsbestimmung . . . . .	121

---

<b>B. Meßprogramme</b>	<b>122</b>
B.1. Neues SPA-LEED-Programm: "gxsm" . . . . .	122
B.2. Hilfsprogramm für diverse Meßaufgaben: "goszi" . . . . .	126
B.3. DSP Programm Loader: "loadpci" . . . . .	126
<b>C. Meßtechnik</b>	<b>127</b>
C.1. PSD und IVC Elektronik . . . . .	127
C.2. Summen- und Differenzverstärker . . . . .	128
C.3. Aufbau der SSIOD-Lasermeßgun . . . . .	130
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>133</b>
<b>Index</b>	<b>145</b>
<b>Veröffentlichungen</b>	<b>150</b>
<b>Präsentationen</b>	<b>151</b>

## Abkürzungsverzeichnis

Abb.	Abbildung	ppb	parts per billion
ADC	Analog Digital Converter	PSD	Position Sensitive Detector
AES	Auger-Elektronen-Spektroskopie	QM	quantenmechanisch
AFM	Atomic Force Mikroskop	RAM	Random Access Memory
BL	(Bi-) Doppellage	REM	Reflection Elektron Microscopy
BZ	Brillouin Zone	RT	Raum Temperatur ( $\approx 300\text{K}$ )
CTR	Crystal Truncation Rod	RTM	Raster Tunnel Mikroskop
DAC	Digital Analog Converter	Sb	Antimon
DOS	density of states	SC1	Standart Clean 1
DSP	Digital Signal Processor	SEM	Scanning Elektron Microscope
DPRAM	Dual Ported RAM	Si	Silizium
FET	Fied Effect Transistor	SMD	Surface Mounted Device
FFT	Fast Fourier Transformation	SME	Surfactant Modified Epitaxy
FIM	Feld Ionen Mikroskop	SPA-LEED	Spot Profile Analysis – LEED
Ge	Germanium	SSIOD	Surface Stress Induced Optical Deflection
Gl., Gln.	Gleichung(en)	STM	Scanning Tunneling Microscopy
HF	Flußsäure	STS	Scanning Tunneling Spectroscopy
IC	Integrated Circuit	Tab.	Tabelle
IVC	Strom-Spannungs-Wandler	TL	(Tripel-) Dreifachlage
Kap.	Kapitel	UHV	Ultra Hoch Vakuum
LEED	Low Energy Electron Diffraction	XRD	X Ray Diffraction
LDA	Local Density Approximation		
LDOS	local density of states		
LDLRSEM	Long Distance Low Resolution SEM		
LSB	Least Significant Bit		
MBE	Molecular Beem Epitaxy		
MEIS	Medium Energy Ion Scattering		
ML	Monolage		
OP	Operationsverstärker		
p.a.	pro analysis (für die Analyse)		
PE	Polyetylen		
PI-Regler	Proportional-Integral-Regler		



# Einleitung

Es ist schon lange bekannt, daß bei dem Wachstum von verschiedenen Materialien aufeinander, ab einer bestimmten kritischen Filmdicke, verschiedene, teils unerwünschte, Phänomene auftreten. Das elektrochemische versilbern von Glas zur Herstellung von Spiegeln ist nur bis zu einer bestimmten Silberschichtstärke möglich, danach blättert die Schicht wegen zu großer Spannungen ab. *G. Stoney* [1] untersuchte bereits 1909 die Spannungen von metallischen Filmen bei dem elektrolytischen Abscheiden von Nickelfilmen.

In modernen integrierten Schaltkreisen werden zunehmend komplexere heterogene Schichtsysteme übereinander abgeschieden. Der Trend zu immer kleineren Strukturen führt auch zu dem Bedarf an dünnen und perfekten, d.h. epitaktischen, Isolatorschichten, was mit Siliziumoxidschichten nicht zu erreichen ist. Für die Qualität der Schichten sind die Filmspannungen und Lösungsansätze zu deren Minimierung von entscheidender Bedeutung. Für grundlegende Experimente zur Messung von Spannungen in dünnen und epitaktischen Filmen wurde eine neue Apparatur und eine spezielle Meßmethode entwickelt.

Die von *G. Stoney* zur Bestimmung der Filmspannung verwendete Methode des Biegebalkens ist vom Prinzip genau die, die auch hier zu der Messung kleinster Spannungen verwendet wird: Aus der Auslenkung eines schmalen Streifens, auf dem die zu untersuchende Schicht aufgebracht wird, kann der Krümmungsradius bestimmt werden und daraus, unter Verwendung des Elastizitätsmoduls des Streifens folgt wiederum die die Verbiegung bewirkende Spannung des Films.

Jedoch werden in der vorliegenden Arbeit die Morphologie und Spannungen von verschiedenen Adsorbaten und dünnen Filmen (wenige atomare Lagen) auf der Oberfläche eines Siliziumkristallstreifens unter reinsten Bedingungen im Ultrahochvakuum untersucht. Dabei können Änderungen des Krümmungsradius bis zu 20 km detektiert werden, dies entspricht einer Spannungsgrößenordnung, die von Adsorbat-Bedeckungen deutlich unterhalb einer atomaren Lage verursacht werden können. Parallel zu der Spannungsmessung kann *in-situ* und während des Experimentes mit SPA-LEED die Oberflächenbeschaffenheit analysiert werden. Diese Kombination von Analysemethoden erlaubt erstmals die Beobachtung des Wechselspiels von Oberflächenspannung und -morphologie.

Die diskutierten Experimente reichen von der Untersuchung grundlegender einfacher

---

Systeme wie der Wasserstoff Ad- und Desorption auf der Si(111)/(1 × 1)-Fläche und der Silizium Homoepitaxie über die Vermessung von Spannungen verschiedener Antimon Überstrukturen bis zur Ge- und CaF<sub>2</sub>-Heteroepitaxie.

Letztere Untersuchungen sind von prinzipiellem Interesse für die Technologie: Für die Herstellung von perfekten Germaniumschichten mit hoher Elektronenbeweglichkeit zur Verwendung als Leitungskanal in modernen integrierten Hochgeschwindigkeitsschalt-elementen (MOSFET, MODFET, HEMT) sind spezielle Verfahren zur Gitterfehlanpassung (Ge hat eine 4 % größere Gitterkonstante als Si) zwischen Träger- und Filmmaterial nötig, um geeignete Filme genügender Stärke und Perfektion zu realisieren. Dazu liefert die Messung der Filmspannung während der Heteroepitaxie wertvolle Informationen zum tieferen Verständnis. Weiterhin sind die gezielte Herstellung von verspannten (Ge-) Filmen von großem Interesse, da über die Spannung auf die Bandstruktur Einfluß genommen werden kann. Es ist unter geeigneten Bedingungen möglich auf diese Art einen indirekten Halbleiter in einen direkten zu wandeln.

In Kombination mit der hochauflösenden Elektronenbeugung (SPA-LEED) stellt die Maschine ideale Voraussetzungen zur Analyse des Heteroepitaktischen Wachstums verschiedenster Materialien. Im Vergleich dazu werden verschieden starke Ge-Filme am DESY/BW1 mit Röntgenbeugung auf die Gitterstruktur hin untersucht.

Die Vorteile eines auf Ge-Filmen basierenden Transistors sind der deutlich geringere Preis und eine bessere Umweltverträglichkeit – gegenüber der GaAs Technologie –, denn es können gewöhnliche Siliziumwafer verwendet werden. Der Einsatz von Ge p-Kanal Strukturen ist außerdem in Kombination mit der konventionellen CMOS-Technologie denkbar, indem auf dem Integrierten Schaltkreis nur ausgewählte Schaltstellen in SME/Ge-Technologie hergestellt werden.

Ein vollkommen anderes Problem stellt die Herstellung perfekter und epitaktischer Isolatorschichten: CaF<sub>2</sub>-Schichtsysteme sind für zukünftige Tunnelbauelemente von Relevanz, da die isolierenden Kalziumfluorid Filme in perfekter und kristalliner Form aufwachsen – im Gegensatz zu Siliziumoxid – und damit sehr dünne Tunnelbarrieren realisierbar werden. Der Misfit zwischen CaF<sub>2</sub> und Si ist stark temperaturabhängig, so daß mit der Spannungsmessung einige interessante Eigenschaften, der aus nur wenigen Atomlagen bestehenden Filme, analysiert werden können.

—

Die Biegebalkenmethode wurde in der speziellen Version eines „differentiellen Lichtzeigers“ zusammen mit der Apparatur Namens „Stress“ neu entwickelt und optimiert. Im Kapitel „Experiment und Methoden“ [Kap. 2] werden die Funktionsweise, Möglichkeiten und Grenzen der Anlage dargestellt. Einige Details sind im speziellen für meine Nachfolger an der Maschine und Interessenten der Methode gedacht.



# 1. Theoretische Betrachtungen

Der physikalische Aspekt der durchgeführten Experimente und der speziell dafür entwickelten Meßmethode liegt in der Untersuchung von Spannungen im Kristall, bzw. dessen Oberfläche. Für das Verständnis der im weiteren vorgestellten Meßmethode sind einige Grundlagen aus der Elastizitätstheorie notwendig, und weiterhin werden einige Spezialisierungen für die Beschreibung der elastischen Vorgänge auf der Oberfläche benötigt.

## 1.1. Elastizitätstheorie der Kontinua

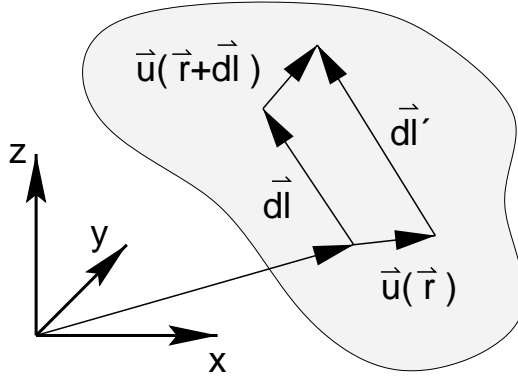
Im folgenden wird ein kurzer Überblick über die klassische Elastizitätstheorie der Kontinua gegeben, die von Cauchy und Poisson in den 20er Jahren des 19. Jahrhunderts entwickelt wurde. Die Darstellung ist der von *Landau* [2] und *Kittel* [3] angelehnt.

### 1.1.1. Der Verzerrungstensor

#### Einführung des Verzerrungstensors

Die Annahme, daß ein Körper im nicht deformierten Zustand frei von inneren Spannungen ist, ermöglicht die vollständige Beschreibung einer Deformation mittels der Verrückung  $\vec{u}(\vec{r})$  jedes Punktes im Körper aus seiner Gleichgewichtslage.

Der Abstand  $\left|d\vec{l}\right|$  zweier infinitesimal benachbarten Punkte ändert sich nach der Deformation zu  $\left|d\vec{l}'\right|$ , wie in Abb. 1.1 dargestellt.



**Abb. 1.1.:** Bei der Deformation eines Körpers ändert sich der Abstand zweier infinitesimal benachbarter Punkte

Es gilt

$$\begin{aligned}
 d\vec{l}'^2 &= \sum_i \left( dl_i + u_i(\vec{r} + d\vec{l}) - u_i(\vec{r}) \right)^2 \\
 \text{mit } \vec{u}(\vec{r} + d\vec{l}) &= \vec{u}(\vec{r}) + \sum_k \frac{\partial u_i}{\partial r_k} dl_k \quad \text{folgt} \\
 d\vec{l}'^2 &= \sum_i \left( dl_i + \sum_k \frac{\partial u_i}{\partial r_k} dl_k \right)^2 \\
 &= \sum_i \left( dl_i^2 + 2dl_i \sum_k \frac{\partial u_i}{\partial r_k} dl_k + \left( \sum_k \frac{\partial u_i}{\partial r_k} dl_k \right)^2 \right) \\
 &= \left| d\vec{l} \right|^2 + 2 \sum_{ik} \frac{\partial u_i}{\partial r_k} dl_i dl_k + \sum_{ikm} \frac{\partial u_i}{\partial r_k} \frac{\partial u_i}{\partial r_m} dl_k dl_m \\
 &= \left| d\vec{l} \right|^2 + 2 \sum_{ik} \epsilon_{ik} dl_i dl_k.
 \end{aligned} \tag{1.1}$$

Im letzten Schritt wurde der *Verzerrungstensor* (engl.: *strain-tensor*)  $\epsilon_{ik}$  eingeführt:

$$\epsilon_{ik} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial r_k} + \frac{\partial u_k}{\partial r_i} + \sum_m \frac{\partial u_m}{\partial r_i} \frac{\partial u_m}{\partial r_k} \right). \tag{1.2}$$

Da  $\epsilon_{ik}$  symmetrisch ist, läßt er sich nach dem Spektralsatz der Linearen Algebra zumindest lokal diagonalisieren. Dann hat er die Gestalt

$$\epsilon_{ik} = \epsilon^i \delta_{ik}. \tag{1.3}$$

Hierbei sind die  $\epsilon^i$  die Eigenwerte des diagonalisierten  $\epsilon_{ik}$  und  $\delta_{ik}$  das Kronecker-Symbol. Ist  $\epsilon_{ik}$  diagonalisiert, dann ist das Abstandsquadrat  $d\vec{l}'^2$  nach der Deformation gegeben durch

$$d\vec{l}'^2 = \sum_i dl_i^2 (1 + 2\epsilon^i). \tag{1.4}$$

und zerfällt damit in drei voneinander unabhängige Terme, mit Hilfe derer die relativen Längenänderungen  $\frac{dl'_i - dl_i}{dl_i}$  entlang der Achse  $\vec{e}_i$  beschrieben werden:

$$\frac{dl'_i - dl_i}{dl_i} = \sqrt{1 + 2\epsilon^i} - 1. \tag{1.5}$$

### Kleine Deformationen

Für Deformationen, bei denen die relative Längenänderung deutlich kleiner ist als Eins, vereinfacht sich der Verzerrungstensor zu

$$\epsilon_{ik} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial r_k} + \frac{\partial u_k}{\partial r_i} \right). \quad (1.6)$$

Die relativen Längenänderungen sind dann einfach die Eigenwerte des Verzerrungstensors:

$$\frac{dl'_i - dl_i}{dl_i} = \sqrt{1 + 2\epsilon^i} - 1 \approx 1 + \epsilon^i - 1 = \epsilon^i. \quad (1.7)$$

Daraus ergibt sich unter Vernachlässigung von Termen höherer Ordnung die relative Deformation eines infinitesimalen Volumenelements zu

$$\begin{aligned} \frac{dV' - dV}{dV} &= \frac{\prod_i dl'_i - \prod_k dl_k}{\prod_m dl_m} \\ &= \frac{\prod_i dl_i (1 + \epsilon^i) - \prod_k dl_k}{\prod_m dl_m} \\ &\approx \frac{(1 + \sum_j \epsilon^j) \prod_i dl_i - \prod_k dl_k}{\prod_m dl_m} \\ &= Sp(\epsilon). \end{aligned} \quad (1.8)$$

Da die Spur einer Matrix gegenüber Drehungen des Koordinatensystems invariant ist, entfällt die Voraussetzung einer Diagonalforn von  $\epsilon_{ik}$  zumindest für die relative Volumendeformation.

### 1.1.2. Der Spannungstensor

#### Einführung des Spannungstensors

Die Kraftdichte  $\vec{f}$  sei durch die Kraft  $d\vec{F}$  auf ein infinitesimales Volumenelement  $dV$  definiert:

$$\vec{f} := \frac{d\vec{F}}{dV}. \quad (1.9)$$

Die Kraft  $\vec{F}$  auf ein endliches Volumen eines Körpers ist dann gegeben durch das Volumenintegral über die Kraftdichte  $\vec{f}$ .

$$\vec{F} = \int dV \vec{f}. \quad (1.10)$$

Dieses Integral läßt sich in ein Oberflächenintegral übersetzen, da die Kräfte innerhalb eines Volumens keine Resultierende haben. Für jede Komponente  $F_j$  der Kraft  $\vec{F}$  gilt der Gauß'sche Satz:

$$F_j = \int dV f_j = \int dV \sum_i \frac{\partial \sigma_{ji}}{\partial r_i} = \oint dS_i \sigma_{ji}. \quad (1.11)$$

## 1. Theoretische Betrachtungen

---

Somit ist die Kraft  $\vec{F}$  auf ein endliches Volumen durch eine Divergenz eines Tensorfeldes zweiter Stufe darzustellen:

$$\vec{F} = \oint d\vec{S} \hat{\sigma}. \quad (1.12)$$

Der Tensor  $\hat{\sigma} = \sigma_{ji}$  heißt *Spannungstensor* (engl.: *stress-tensor*).

Er gibt die  $j$ -te Komponente der Kraft auf die Seitenfläche eines infinitesimalen Würfels an, die senkrecht zur  $i$ -ten Achse steht.

### Drehmomente auf endliche Volumina

Das Drehmoment auf ein endliches Volumen ist gegeben durch

$$\vec{M} = \int dV (\vec{r} \times \vec{f}) = \int dV (r_i f_j \epsilon_{ijk} \vec{e}_k). \quad (1.13)$$

Dieser Ausdruck läßt sich unter Verwendung der Definition der Kraftdichte  $\vec{f}$  umformen zu<sup>1</sup>

$$\begin{aligned} M_k &= \epsilon_{ijk} \int dV (r_i f_j - r_j f_i) \\ &= \epsilon_{ijk} \int dV \left( r_i \frac{\partial \sigma_{jl}}{\partial r_l} - r_j \frac{\partial \sigma_{il}}{\partial r_l} \right) \\ &= \epsilon_{ijk} \int dV \frac{\partial (\sigma_{jl} r_i - \sigma_{il} r_j)}{\partial r_l} - \int dV \left( \sigma_{jl} \frac{\partial r_i}{\partial r_l} - \sigma_{il} \frac{\partial r_j}{\partial r_l} \right) \\ &= \epsilon_{ijk} \left[ \oint dS (\sigma_{jl} r_i - \sigma_{il} r_j) - \int dV (\sigma_{ji} - \sigma_{ij}) \right]. \end{aligned} \quad (1.14)$$

$M$  muß sich als Oberflächenintegral ausdrücken lassen. Dazu muß aber der zweite Term Null sein und daraus folgt, daß  $\sigma$  symmetrisch ist.

### Hydrostatische Kompression

Im Fall einer *hydrostatischen Kompression* wirkt auf alle Seitenflächen eines infinitesimalen Würfels der gleiche Druck  $p$ , also auf ein Oberflächenelement  $d\vec{S}$  die Kraft

$$\vec{F}_i = -p d\vec{S}_i. \quad (1.15)$$

Mit der Definition des Spannungstensors wird daraus

$$\sigma_{ik} d\vec{S}_k = -p d\vec{S}_i. \quad (1.16)$$

Dann muß  $\sigma$  diagonal sein, und alle nicht verschwindenden Komponenten sind gerade dem Druck gleich:

$$\sigma_{ik} = -p \delta_{ik}. \quad (1.17)$$

---

<sup>1</sup>Summenkonvention für  $l$  anwenden!

### 1.1.3. Thermodynamik einer Deformation

Die in einem endlichen Volumen durch die Kräfte der Verspannung geleistete Arbeit ist

$$R = \sum_i \int dV F_i \delta u_i = \sum_{i,k} \int dV \frac{\partial \sigma_{ik}}{\partial x_k} \delta u_i. \quad (1.18)$$

Daraus wird mit partieller Integration

$$R = \sum_{i,k} \left( [\sigma_{ik} \delta u_i] - \int dV \sigma_{ik} \frac{\partial \delta u_i}{\partial x_k} \right). \quad (1.19)$$

Weil  $\sigma$  symmetrisch ist, läßt sich das schreiben als

$$R = - \int dV \sigma_{ik} \frac{1}{2} \left( \frac{\partial \delta u_i}{\partial x_k} - \frac{\partial \delta u_k}{\partial x_i} \right) = - \int dV \sigma_{ik} \delta \epsilon_{ik}. \quad (1.20)$$

Das Differential der *inneren Energie*  $\mathcal{E}$  ist definiert als

$$d\mathcal{E} = T dS - dR. \quad (1.21)$$

Mit  $dR = \sigma_{ik} \delta \epsilon_{ik}$  ergibt sich daraus

$$d\mathcal{E} = T dS - \sigma_{ik} \delta \epsilon_{ik}. \quad (1.22)$$

Und für die freie Energie ergibt sich

$$d\mathcal{F} = -S dT + \sigma_{ik} \delta \epsilon_{ik}. \quad (1.23)$$

Aus  $\epsilon_{ij}$  lassen sich zwei unabhängige Skalare bilden, so daß der allgemeine Ausdruck für die freie Energie lautet

$$\mathcal{F} = \mathcal{F}_0 + \frac{\lambda}{2} \epsilon_{ii}^2 + \mu \epsilon_{ik}^2. \quad (1.24)$$

Die Faktoren  $\lambda$  und  $\mu$  werden als *Lamé-Koeffizienten* bezeichnet.

### 1.1.4. Scherung und Kompression

Jede Deformation kann aus einer Scherung und einer Kompression zusammengesetzt werden, denn wenn der Verzerrungstensor aufgeteilt wird in

$$\epsilon_{ik} = \left( \epsilon_{ik} - \frac{1}{3} \delta_{ik} \epsilon_{ll} \right) + \frac{1}{3} \delta_{ik} \epsilon_{ll} \quad (1.25)$$

dann beschreibt der erste Term eine reine Scherung, da er spurfrei ist, und der zweite eine reine Kompression, denn er ist diagonal. Die freie Energie  $\mathcal{F}$  läßt sich dann auch durch quadratische Ausdrücke dieser beiden Terme beschreiben:

$$\mathcal{F} = \mu \left( \epsilon_{ik} - \frac{1}{3} \delta_{ik} \epsilon_{ll} \right)^2 + \frac{\kappa}{2} \epsilon_{ll}^2. \quad (1.26)$$

Dabei wurden das *Torsionsmodul*  $\mu$  und das *Kompressionsmodul*  $K$  eingeführt. Damit  $\mathcal{F}$  positiv definit ist, müssen  $K$  und  $\mu$  beide ebenfalls größer oder gleich Null sein.

### 1.1.5. Das Hooke'sche Gesetz

Das totale Differential der freien Energie bei konstanter Temperatur ist

$$\begin{aligned} d\mathcal{F} &= K \epsilon_{ll} d\epsilon_{ll} + 2\mu \left( \epsilon_{ik} - \frac{1}{3} \epsilon_{ll} \delta_{ik} \right) d \left( \epsilon_{ik} - \frac{1}{3} \epsilon_{ll} \delta_{ik} \right) \\ &= \left[ K \epsilon_{ll} \delta_{ik} + 2\mu \left( \epsilon_{ik} - \frac{1}{3} \epsilon_{ll} \delta_{ik} \right) \right] d\epsilon_{ik} \\ &= \sigma_{ik} d\epsilon_{ik}. \end{aligned} \quad (1.27)$$

Mit  $\epsilon_{ii} = \frac{1}{3K} \sigma_{ii}$  ergibt sich dann ein linearer Zusammenhang zwischen Verzerrungs- und Spannungstensor:

$$\epsilon_{ik} = \frac{1}{2\mu} \left( \sigma_{ik} - \frac{1}{3} \delta_{ik} \sigma_{ll} \right) + \frac{1}{9K} \delta_{ik} \sigma_{ll}. \quad (1.28)$$

Diese Beziehung wird *Hooke'sches Gesetz* genannt.

### 1.1.6. Homogene Deformationen

Wenn  $\epsilon_{ik}$  und  $\sigma_{ik}$  ortsunabhängig sind, dann wird die durch sie beschriebene Deformation als *homogen* bezeichnet. Betrachtet wird nun die Kompression in z-Richtung eines Stabes, der selbst parallel zur z-Achse liegt. Wenn die angreifenden Kräfte dabei  $\vec{P} = \pm P \vec{e}_z$  sind, dann ist der Spannungstensor  $\sigma_{zz} = P$ . Für den Elastizitätstensor folgt daraus:

$$\epsilon_{xx} = \epsilon_{yy} = -\frac{1}{3} \left( \frac{1}{2\mu} - \frac{1}{3K} \right) P. \quad (1.29)$$

und

$$\epsilon_{zz} = \frac{1}{3} \left( \frac{1}{\mu} + \frac{1}{3K} \right) P = \frac{1}{E} P. \quad (1.30)$$

Im letzten Schritt wurde der *Elastizitätskoeffizient*  $1/E$  eingeführt.  $E$  wird auch als *Elastizitätsmodul* oder *Young'sche Zahl* bezeichnet. Das Verhältnis aus Quer- ( $\epsilon_{xx}$

bzw.  $\epsilon_{yy}$ ) und Längstkontraktion (Verzerrung parallel zu  $\vec{P}$ ) wird als *Poisson'sche Zahl*  $\nu$  bezeichnet:

$$\nu = -\frac{\epsilon_{xx}}{\epsilon_{zz}} = \frac{1}{2} \frac{3K - 2\mu}{3K + \mu}. \quad (1.31)$$

Aus der Definition der freien Energie (Gl. 1.26) geht hervor, daß  $K$  und  $\mu$  positiv definit sind, somit folgt für den möglichen Wertebereich von  $\nu$

$$-1 \leq \nu \leq \frac{1}{2}. \quad (1.32)$$

## 1.2. Elastizitätseigenschaften der Kristalle

### 1.2.1. Freie Energie

Wie bei isotropen Körpern ist die Änderung der freien Energie bei der isothermen Kompression eines Kristalls eine quadratische Funktion des Verzerrungstensors  $u_{ik} \equiv \epsilon_{ik}$ . Im Gegensatz zu isotropen Körpern enthält diese Funktion nicht zwei, sondern eine große Anzahl unabhängiger Koeffizienten.

Die allgemeine Form der freien Energie  $\mathcal{F}$  eines deformierten Kristalls ist

$$\mathcal{F} = \frac{1}{2} \lambda_{iklm} u_{ik} u_{lm}, \quad (1.33)$$

wobei  $\lambda_{iklm}$  ein Tensor vierten Ranges ist, welcher auch als Tensor der Elastizitätsmoduln bezeichnet wird. Da der Verzerrungstensor symmetrisch ist, ändert sich das Produkt  $u_{ik} \cdot u_{lm}$  nicht bei Vertauschung der Indizes  $i$  mit  $k$ ,  $l$  mit  $m$  oder des Paares  $i, k$  mit dem Paar  $l, m$ . Der Tensor kann so definiert werden, daß er die gleichen Symmetrieeigenschaften bezüglich der Vertauschung der Indizes besitzt:

$$\lambda_{iklm} = \lambda_{kilm} = \lambda_{ikml} = \lambda_{lmik}. \quad (1.34)$$

Im allgemeinen Falle besitzt der Tensor 21 verschiedene Komponenten.

Der Spannungstensor kann unter Annahme eines Verzerrungstensors  $u_{ik}$  aus der freien Energie (Gl. 1.33) bestimmt werden:

$$\sigma_{ik} = \frac{\partial \mathcal{F}}{\partial u_{ik}} = \lambda_{iklm} u_{lm}. \quad (1.35)$$

### 1.2.2. Kubische Symmetrie

Wir legen die  $x$ -,  $y$ - und  $z$ -Achse in die drei 4-zähliger Symmetrie des kubischen Systems. Für kubische Symmetrie reduziert sich die Anzahl der Koeffizienten auf drei:

$$\begin{aligned} \mathcal{F} = & \frac{1}{2} \lambda_{xxxx} (u_{xx}^2 + u_{yy}^2 + u_{zz}^2) \\ & + \lambda_{xxyy} (u_{xx} u_{yy} + u_{xx} u_{zz} + u_{yy} u_{zz}) \\ & + 2\lambda_{xyxy} (u_{xy}^2 + u_{xz}^2 + u_{yz}^2). \end{aligned} \quad (1.36)$$

## 1. Theoretische Betrachtungen

	$h_{[111]}$	$\# \frac{\text{Atome}}{\text{cm}^2\text{ML}}$	$c_{11}$	$c_{12}$	$c_{44}$	$E_{[111]}$	$\nu_{[111]}$	$\left(\frac{E}{1-\nu}\right)$
Si	3.14 Å(BL)	$7.820 \times 10^{14}$	1.657	0.639	0.7956	1.690	0.262	2.290
Ge	3.28 Å(BL)	$7.205 \times 10^{14}$	1.292	0.479	0.670	1.377	0.250	1.835
CaF <sub>2</sub>	3.16 Å(TL)	$7.727 \times 10^{14}$	1.65	0.47	0.339	0.993	0.256	1.335
(*)			1.651	0.439	0.840	1.759	0.186	2.160

**Tab. 1.1.:** Tabelle der (111)-Stufenhöhe, Atomdichte (Anzahl Atome für 1 ML je 1 cm<sup>2</sup> bei RT) und der Elastizitätskonstanten für Si und Ge nach *Brantley* [4]. Werte für  $c$ 's von CaF<sub>2</sub> nach *Landolt-Börnstein (LB)* [5, 6] und die von LB abweichenden Angaben (\*) stammen von *K. Dahmen/CRC-Handbook* [7, 8].  $E$ ,  $\nu$ , ... wurden aus den  $c$ 's berechnet. Die Werte von  $c$ 's und  $E$  sind in Einheiten von  $1 \cdot 10^{11}$  N/m<sup>2</sup> gegeben.

### Richtungsabhängigkeit des Elastizitätsmoduls

Die Achse eines aus dem Kristall ausgeschnittenen Stabes möge die Richtung des Einheitsvektors  $\vec{n}$  haben. Der Spannungstensor  $\sigma_{ik}$  muß im gedehnten Stab folgenden Bedingungen genügen:

$$\sigma_{ik} = p n_i n_k \quad (1.37)$$

$$u_{xx} = p \frac{(c_{11} + 2c_{12})n_x^2 - c_{12}}{(c_{11} - c_{12})(c_{11} + 2c_{12})}, \quad u_{xy} = p \frac{n_x n_y}{2c_{44}}. \quad (1.38)$$

Wobei die übliche Schreibweise

$$\lambda_{xxxx} = c_{11}, \quad \lambda_{xxyy} = c_{12}, \quad \lambda_{xyxy} = c_{44}. \quad (1.39)$$

verwendet wird.

Die relative longitudinale Verlängerung des Stabes ist  $u = \frac{dl' - dl}{dl}$ ; außerdem gilt  $\frac{dx_i}{dl} = n_i$ . Das liefert für kleine Deformationen  $u = u_{ik} n_i n_k$ .

Aus dem Proportionalitätsfaktor resultiert der Elastizitätsmodul  $p = Eu$ :

$$\frac{1}{E} = \frac{c_{11} + c_{12}}{(c_{11} - c_{12})(c_{11} + 2c_{12})} + \left( \frac{1}{c_{44}} - \frac{2}{c_{11} - c_{12}} \right) (n_x^2 n_y^2 + n_x^2 n_z^2 + n_y^2 n_z^2). \quad (1.40)$$

Die häufig benötigten Größen  $E$ ,  $\nu$ ,  $E/(1-\nu)$  in (111)-Richtung lassen sich nach *Brantley* [4] aus den Elastizitätskonstanten  $c_{11,12,44}$  bzw. deren *Compliances*  $s_{11,12,44}$  berechnen und sind in Tab. 1.1 für in dieser Arbeit betrachtete Stoffe angegeben. Auf die für CaF<sub>2</sub> auftretenden Differenzen für  $c_{44}$  zwischen zwei verschiedenen Quellen sei hier nur hingewiesen.

Die *Compliances* können mit folgenden Ausdrücken bestimmt werden:

$$s_{11} = \frac{c_{11} + c_{12}}{(c_{11} - c_{12})(c_{11} + 2c_{12})}, \quad s_{12} = -\frac{c_{12}}{(c_{11} - c_{12})(c_{11} + 2c_{12})}, \quad s_{44} = \frac{1}{c_{44}} \quad (1.41)$$



Das Elastizitätsmodul in (111)-Richtung ist:

$$E_{111} = \frac{4}{2s_{11} + 2s_{12} + s_{44}}. \quad (1.42)$$

Das Poissonratio in (111)-Richtung ist:

$$\nu_{111} = -\frac{2s_{11} + 10s_{12} - s_{44}}{3(2s_{11} + 2s_{12} + s_{44})}. \quad (1.43)$$

### Thermische Ausdehnung

Isotrope Körper dehnen sich bei Erwärmung in alle Richtungen gleich aus:

$$u_{ik} = \frac{1}{3}\alpha(T - T_0)\delta_{ik}, \quad (1.44)$$

dabei ist  $\alpha$  der Wärmeausdehnungskoeffizient. Im allgemeinen Falle eines anisotropen Kristalls ist die Wärmeausdehnung/-verzerrung als Tensordarstellung gegeben:

$$u_{ik} = \frac{\alpha_{ik}}{3}(T - T_0), \quad (1.45)$$

hier ist  $\alpha_{ik}$  ein in den  $i, k$  symmetrischer Tensor zweiten Ranges. Für kubische Systeme reduziert sich die Anzahl der unabhängigen Tensorkomponenten jedoch auf eins, so daß ein isotropes Verhalten vorliegt.

## 1.3. Definition der Oberflächenspannung

Aus rein elastizitätstheoretischer Sicht läßt sich die Oberflächenspannung wie folgt einführen [9]: Bisher wurde der Spannungstensor (Gl. 1.12) für ein unendliches Volumen definiert. Betrachten wir eine Grenzfläche mit in  $z$ -Richtung gelegter Oberflächennormale, so wird  $\sigma_{ij}^{\text{bulk}}$  zu einem  $z$ -abhängigen Tensor  $\sigma_{ij}(z)$ . Als Oberflächenspannungstensor  $\sigma^{(s)}$  definieren wir das Integral über alle  $z$ -Werte der Differenz dieser beiden:

$$\sigma_{ij}^{(s)} = \int_{-\infty}^{+\infty} dz (\sigma_{ij}(z) - \sigma_{ij}^{\text{bulk}}). \quad (1.46)$$

Der  $z$ -abhängige Tensor  $\sigma_{ij}(z)$  kann in Oberflächennähe von  $\sigma_{ij}^{\text{bulk}}$  verschieden sein, so daß eine Oberflächenspannung<sup>2</sup> auftritt.

Die Einheit der Oberflächenspannung wird in Kraft je Länge ( $\text{N/m}$ ) gemessen, da wegen der Integration über  $z$  eine Längeneinheit entfällt.

Ein positiver Wert für die Spannung bedeutet dabei Zugspannung (tensile stress) und ein negativer Wert Druckspannung (compressive stress).

---

<sup>2</sup>Oberflächenspannung, engl.: surface stress

Die Definition der Oberflächenspannung mittels Gl. 1.46 ist insbesondere nützlich zur experimentellen Bestimmung der Oberflächenspannung, denn der Volumenanteil der Spannung eines Kristalls läßt sich mit der bereits vorgestellten Elastizitätstheorie berechnen. Folglich kann aus der Krümmung einer dünnen Platte die Differenz der Oberflächenspannung von Ober- und Unterseite, z.B. bedingt durch Adsorbate, berechnet werden (siehe [Kap. A.2]).

## 1.4. Oberflächenenergie und -spannung

Die freie Oberflächenenergie  $\gamma$  ist die Arbeit, die nötig ist eine Oberfläche zu erzeugen. Diese ist zwangsweise positiv, denn sonst wäre der Festkörper nicht stabil und würde von selbst zerfallen. Die Oberflächenspannung  $\sigma_{ij}^{(s)}$  ist die Arbeit je Flächeneinheit  $A$ , die die Oberflächenstruktur elastisch und reversibel verzerrt ( $\epsilon_{ij}$ ).

Die Energie einer verzerrten ( $\delta\epsilon_{ij}$ ) dünnen Schicht der Fläche  $A$  läßt sich mit einem Integral über dessen Dicke  $t$  bestimmen:

$$\delta W = A \int_0^t dz \sum_{i,j} \sigma_{ij}(z) \delta\epsilon_{ij} = A \sum_{i,j} \sigma_{ij}^{(s)} \delta\epsilon_{ij}. \quad (1.47)$$

Aus energetischer Sicht läßt sich die Oberflächenspannung auch als Ableitung der Energie nach der Verzerrung  $\epsilon_{ij}$  schreiben (bekannt als *Shuttleworth Gleichung* [10]):

$$\sigma_{ij}^{(s)} = \frac{1}{A} \left\{ \frac{\partial(\gamma A)}{\partial\epsilon_{ij}} \right\}_{\epsilon_{ij}=0} = \frac{\partial\gamma}{\partial\epsilon_{ij}} + \gamma\delta_{ij}. \quad (1.48)$$

Diese Definition der Oberflächenspannung über die freie Energie ist für theoretische Berechnungen und Modellierungen gut verwendbar, um den spannungsbedingten Anteil der Oberflächenenergie zu bestimmen.

### 1.4.1. Spannung mittels Rekonstruktion

Die Umgebung der Atome einer Oberfläche zeichnet sich dadurch aus, daß die Volumenatome auf einer Seite fehlen. Für die elektrische Ladungsverteilung bedeutet dies eine Asymmetrie, die eine Abweichung der Ladungsdichte im Vergleich zum Volumen bedingt. Die Oberflächenspannung nach Gl. 1.46 ist das Integral über die Differenz der Spannung nahe der Oberfläche und dem Volumen. Für den Fall, daß die Ladungsumverteilung nicht auftritt, ist die Oberflächenspannung Null.

Die Minimierung der Oberflächenenergie mittels Rekonstruktion der Atome in den obersten Lagen erfolgt durch Verrückung der Atome aus ihren Volumengitterpositionen und ggf. dem Eingehen zusätzlicher Bindungen. Das Absättigen freier Bindungen erhöht dabei die Bindungsenergie und senkt damit die Oberflächenenergie. Die Verrückungen bewirken jedoch im allgemeinen eine Verzerrung der Atombindungen

Struktur	E [eV/(1 × 1)]	$\sigma_{ij}$ [eV/(1 × 1)]
(1 × 1)	1.45	-0.5
(1 × 1) (faulted)	1.51	0.0
(1 × 2) $\pi$ chain	1.15	1.4 (   chain) 0.4 ( $\perp$ chain)
(5 × 5)DS	1.428	1.22
(7 × 7)DS	1.427	0.83

**Tab. 1.2.:** Berechnete Oberflächenenergie und Spannung für einige Überstrukturen der Si(111) Oberfläche, nach D. Vanderbilt [11].

aus ihren Gleichgewichtsabständen, so daß damit der Aufbau von Oberflächenspannung einhergeht. Ist die damit verbundene Erhöhung der Oberflächenenergie kleiner als die gewonnene Bindungsenergie, so ist die Rekonstruktion stabil.

Aus *ab initio* Rechnungen mittels *local-density approximation* (LDA) können Oberflächenspannung und Energie für einfache Strukturen ((1 × 1), (1 × 2) und (2 × 2)) der Si(111) Fläche berechnet werden (D. Vanderbilt [11]). Für größere Überstrukturen, wie der (7 × 7) wurden empirische Potentialmodelle zur Spannungsberechnung verwendet, siehe auch [12, 13].

In Tab. 1.2 sind einige theoretisch berechnete Werte für wichtige Strukturen der Si(111) Fläche angegeben.

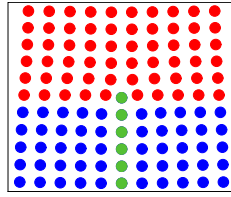
### 1.4.2. Spannung dünner Schichten

Das epitaktische Wachstum dünner Schichten kann auf vielfältige Weise eine Änderung der Oberflächenspannung verursachen:

#### Homoepitaxie

Im einfachsten Falle der Homoepitaxie treten folgende Effekte auf:

- Änderung der Rekonstruktion zu Beginn der Epitaxie. Z.B. wird bei Epitaxie auf Si(111) häufig die (7 × 7) zu einer (1 × 1), dabei wird die Zugspannung der (7 × 7) von 0.7 N/m frei.
- Während des „Stufenfluß-Wachstums“ ist keine Änderung der Oberflächenspannung zu erwarten.
- Für das „Lage- für Lage-Wachstum“ ist ein Spannungsunterschied zwischen geschlossener Lage und halb offener Lage zu erwarten (viele/wenige Stufenkanten).



**Abb. 1.2.:** Das Fehlen einer Gitterhalbebene erzeugt im Kristall eine lineare Versetzung. Die Gitterverzerrung ist nach Gl. 1.50 berechnet.

- Die Erzeugung vieler Stufen/Inseln beim Aufrauen der Schicht legt eine Spannungsänderung nahe.

### Heteroepitaxie

Insbesondere bei der Heteroepitaxie mit/ohne Gitterfehlانpassung wird eine starke Oberflächenspannung erzeugt. Ist der Misfit zwischen Substrat und Film unterhalb eines kritischen Wertes  $\epsilon_{\text{mf}} = \Delta a/a$  ( $\Delta a$  ist der Unterschied zwischen den Gitterkonstanten) und kann eine Benetzung des Substrates erfolgen, dazu muß die freie Oberflächenenergie des Films kleiner als die des Substrates sein, so kann der Film im „Lage- für Lage-Mode“ („Frank- van der Merwe-Wachstumsmode“) pseudomorph wachsen. Hat das Filmmaterial eine größere Gitterkonstante als das Substrat, wie im Falle von Germanium auf Silizium, so wird der Film tetragonal verzerrt, um sich der Gitterkonstanten des Substrats anzupassen. Dabei tritt ein Sprung in den Spannungen zwischen Substrat und Film auf ( $\sigma_0 = \epsilon_{\text{mf}} E / (1 - \nu)$ ). Es wird eine von der Schichtdicke  $t$  abhängige Oberflächenspannung (tangentielle Kraft)  $\sigma^{(s)}$  aufgebaut [14]:

$$\sigma^{(s)} = \epsilon_{\text{mf}} t \frac{E}{1 - \nu}. \quad (1.49)$$

Dies ist jedoch nur bis zu einer kritischen Filmdicke  $t_c$  möglich, denn sowie die aufgebaute Spannungsenergie größer wird als die Energie, die zur Erzeugung einer Versetzung benötigt wird, reißt der Film auf und es entstehen Versetzungen. Dies reduziert die Oberflächenspannung [15]. Das Wachstum wechselt in den „Stranski-Krastanow-Mode“ [16, 17, 18].

Eine Abschätzung der zu erwartenden kritischen Filmdicke  $t_c$  kann aus Vergleich der Spannungsenergie einer pseudomorphen Schicht und der Energie, die zur Erzeugung der Versetzungen nötig ist, gewonnen werden [Kap. 1.5.3].

## 1.5. Versetzungen und Gitterfehlانpassung

Versetzungen sind Gitterfehler im Kristall und entstehen im Falle der linearen Versetzung aus dem Fehlen einer Gitterhalbebene im Kristall. Wie in Abb. 1.2 gezeigt werden die Fehlstellen über elastische Verzerrung des Kristalls ausgeglichen. Eine Versetzung ist durch Angabe des zugehörigen Burgersvektors bestimmt.

Für die Bestimmung des Burgersvektors  $\vec{b}$  wird ein Umlauf um eine Versetzungslinie durchgeführt. Der Umlauf wird nicht geschlossen, sondern der Pfad führt jeweils dieselbe Anzahl von Schritten im Gitter in jede Richtung aus. Wegen der Versetzung wird der Ausgangspunkt nicht wieder erreicht. Dieser Schließungsfehler (der negative Verbindungsvektor zwischen End- und Anfangspunkt) ist der Burgersvektor der Versetzung. Der Burgersvektor einer perfekten Versetzung ist immer ein Gittervektor.

Da Versetzungslinien beliebig gekrümmt sein können, und darüberhinaus auch Burgersvektoren vorkommen werden, die kürzer sind als Translationsvektoren des Gitters (z.B.  $\vec{b} = a/6[112]$ ), ist eine allgemeinere Definition der Versetzung sinnvoll und notwendig.

Volta terra hat schon 1907 eine kontinuumsmechanische Definition gegeben, deren Übertragung auf ein (damals noch unbekanntes) Kristallgitter sofort zum allg. Begriff der Versetzung führt, siehe auch [19, 2].

### 1.5.1. Verzerrungsfeld einer Versetzung

Kontinuumselastisch betrachtet läßt sich das Verzerrungsfeld und damit auch das Spannungsfeld einer linearen Versetzung berechnen.

Nach *Landau Lifschitz, Nabarro, Lothe* [2, 19, 14] ist das Verzerrungsfeld einer linearen Versetzung in  $y$ -Richtung ( $\vec{b} = (b_x, 0, 0)$ ) gegeben als:

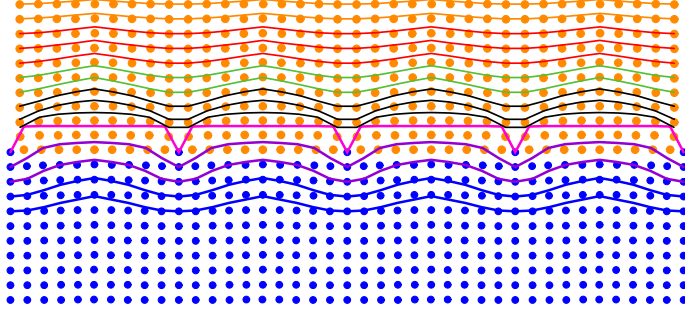
$$\begin{aligned} u_x &= \frac{b}{2\pi} \left\{ \arctan\left(\frac{z}{x}\right) + \frac{1}{2(1-\nu)} \frac{xz}{x^2 + z^2} \right\} \\ u_z &= -\frac{b}{2\pi} \left\{ \frac{1-2\nu}{2(1-\nu)} \ln\left(\sqrt{x^2 + z^2}\right) + \frac{1}{2(1-\nu)} \frac{x^2}{x^2 + z^2} \right\}. \end{aligned} \quad (1.50)$$

In Richtung der Versetzungslinie selbst ( $y$ ) tritt keine Verzerrung auf.

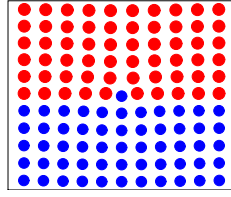
Der Term  $x^2 + z^2$  ist dabei ein Maß für die Entfernung der betrachteten Verschiebung vom Kern der Versetzung. Die  $\arctan()$  Funktion sorgt für den Sprung bei  $x = 0$ , d.h. das Auslassen/Einfügen einer Gitterebene. Die Divergenz des  $\ln$ -Terms im Kern der Versetzung ist rein mathematischer Natur, d.h. die Beschreibung des Verzerrungsfeldes auf atomarer Skala in der Umgebung der Kerns von ein bis zwei Gitterabständen versagt, da eine kontinuumsmechanische Rechnung entsprechend ungeeignet ist.

### 1.5.2. Gitterfehlpassung mit Hilfe eines Versetzungsnetzwerkes

Eine periodische Anordnung von Versetzungen – ein Versetzungsnetzwerk – am Interface zwischen zwei Materialien gering verschiedener Gitterkonstanten kann bei



**Abb. 1.3.:** Z-Verzerrungsfeld und Höhenmodulation für ein Versetzungsnetzwerk



**Abb. 1.4.:** Ausschnitt aus der Verzerrung eines linearen Versetzungsnetzwerks für eine ideale eindimensionale Gitterfehlانpassung

geeigneter Periodenlänge den Misfit  $\epsilon_{\text{mf}}$  kompensieren. Hat das Substrat die Gitterkonstanten  $a_s$  und das Filmmaterial  $a_f$ , so ist der Misfit definiert als:

$$\epsilon_{\text{mf}} = \frac{\Delta a}{a_s} = \frac{a_s - a_f}{a_s} \quad (1.51)$$

Im 1D Modell ergibt sich die Netzwerkperiodenlänge  $a_{\text{net}}$  für eine vollständige Gitterfehlانpassung aus dem Misfit und der Länge des Burgerschen Vektors  $b$  ( $b = a_s$  für eine volle Gitterversetzung):

$$a_{\text{net}} = \frac{b}{|\epsilon_{\text{mf}}|} \quad (1.52)$$

Für  $\nu = 1/2$  (Grenzfall der inkompressiblen Verzerrung) vereinfacht sich Gl. 1.50 des Verzerrungsfeldes zu:

$$\begin{aligned} u_x &= \frac{b}{2\pi} \left( \arctan\left(\frac{z}{x}\right) + \frac{xz}{x^2 + z^2} \right), & u'_x &= u_x \left( 1 - \frac{2|x|}{a_{\text{net}}} \right) \text{ für } z > 0 \\ u_z &= -\frac{b}{2\pi} \frac{x^2}{x^2 + z^2} & & \text{für } \nu = \frac{1}{2} \end{aligned} \quad (1.53)$$

Die Verschiebung der Atompositionen in einem Netzwerk kann in erster Näherung mit Gl. 1.53 beschrieben werden. Die Korrektur von  $u'_x$  berücksichtigt die Änderung der Gitterkonstanten im Film und wird für den Fall der Gitterfehlانpassung benötigt. Somit wird die Verschiebung in der Mitte zwischen zwei Versetzungen auf Null normiert.

In Abb. 1.4 ist die Gitterverzerrung im Falle der idealen Gitterfehlانpassung über ein Netzwerk von Versetzungen gezeigt, welche mit Gl. 1.53 berechnet wurde.

Die Auswirkungen der Verzerrung auf die Gitterebenen ober- und unterhalb der Versetzungen zeigt Abb. 1.3. Die Höhenmodulation ist in 10-facher Überhöhung dargestellt.

### 1.5.3. Energiebilanz der Gitterfehlanpassung

Anhand eines einfachen Modells für die Gesamtenergie eines pseudomorphen Filmes mit Misfitversetzungen wird die Energiebilanz für verschiedene Wachstums-Szenarien diskutiert. Die Oberflächenenergie kann über die Oberflächenspannung  $\sigma$  und eine Einheitsfläche  $A$  ausgedrückt werden, da  $W = \sigma A$  gilt. Dies ermöglicht es, die Gesamtenergie aus drei Oberflächenspannungsanteilen zusammensetzen [9, 20, 21, 22]:

- Energie der Misfitversetzungen
- Spannungsenergie resultierend aus der elastischen Verzerrung des pseudomorphen Films selbst
- Summe der freien Energie am Interface (zwischen Substrat und Film) und der Filmoberfläche

Zur Beschreibung des Systems mit partieller Gitterfehlanpassung wird eine den Misfit  $\epsilon_{\text{mf}}$  (Gl. 1.51) entgegenwirkende Größe  $e$  eingeführt. Der Wertebereich von  $e$  ist auf den Bereich  $0 < e/\epsilon_{\text{mf}} \leq 1$  beschränkt, so daß für  $e = 0$  eine relaxierte Schicht vorliegt und für  $e = \epsilon_{\text{mf}}$  keine Relaxation stattfindet.

Dann ist  $(\epsilon_{\text{mf}} - e)$  die Spannung, die von den Misfitversetzungen kompensiert wird und  $e$  selbst die verbleibende Restverzerrung des Films. Im Potenzen von  $e/\epsilon_{\text{mf}}$  kann  $(\epsilon_{\text{mf}} - e)$  als  $\epsilon_{\text{mf}}(1 - e/\epsilon_{\text{mf}})$  dargestellt werden. Damit kann der Anteil der Versetzungen an der Oberflächenenergie je Einheitsfläche  $\sigma_{\text{dissloc}}$  mit

$$\sigma_{\text{dissloc}} = \alpha M b \left| \frac{1 - e}{2\epsilon_{\text{mf}}} \right| \quad (1.54)$$

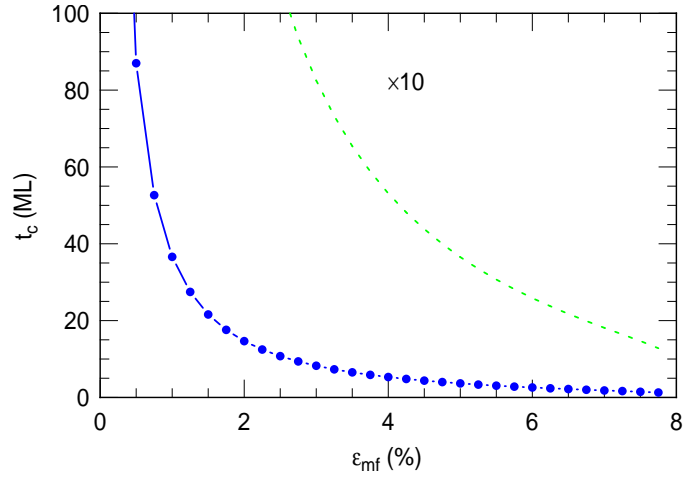
beschrieben werden. Dabei geht die dimensionslose Größe  $\alpha = [\ln(R/b) + 1]|\epsilon_{\text{mf}}|/2\pi$ , die Elastizitätskonstante  $M = (2[(1 - \nu_f)/\mu_f + (1 - \nu_s)/\mu_s])^{-1}$  und der Betrag des Burgersvektors  $b$  der Misfitversetzungen ein.  $\nu_{s,f}$  sind hier die Poissonzahlen von Substrat und Film und  $\mu_{s,f}$  die entsprechenden Schermodule.  $R$  ist der effektive Spannungsfeldradius der Versetzungen und kann mit  $R = \min(t, b/(2|\epsilon_{\text{mf}} - e|))$  angenähert werden, also mit der kleineren Länge von Schichtdicke  $t$  oder dem doppelten Versetzungsabstand.

Der Energieanteil der elastischen Verzerrung ist (vgl. Gl. 1.49):

$$\sigma_{\text{elastic}} = -Yte, \quad Y = 2\mu_f \frac{1 + \nu_f}{1 - \nu_f}. \quad (1.55)$$

Der dritte Anteil setzt sich aus der freie Energie am Interface und der Oberfläche des Films zusammen:

$$\Delta\sigma_{\text{rest}} = \sigma^{(\text{surface})} + \sigma^{(\text{interface})}. \quad (1.56)$$



**Abb. 1.5.:** Lösung der impliziten Gleichung Gl. 1.59 für  $M/Y = 1$ .

Betrachten eines Gleichgewichtes aller drei Spannungsanteile ist zwar möglich, jedoch ist letzterer Anteil unbekannt.

Aus Vergleich der Spannungsenergie (Gl. 1.49) eines rein pseudomorph verspannten Films mit der Erzeugungsenergie einer Versetzung Gl. 1.54 kann die minimale kritische Schichtdicke  $t_c$  abgeleitet werden, ab der Versetzungen auftreten *J. Srolovitz* [23] können.

Dieser Wert ist in der Regel kleiner als die im Experiment zu beobachtende kritische Dicke, da nicht die gesamte verfügbare Verspannungsenergie zu Bildung der Versetzung zur Verfügung steht.

Für die Energie einer Versetzung gilt nach Gl. 1.54 und einsetzen von  $\alpha$ :

$$\sigma_{\text{dissloc}} = \frac{1}{4\pi} Mb(1 - e) \left( \ln \left( \frac{t}{b} \right) + 1 \right). \quad (1.57)$$

Aus Gleichsetzen von  $\sigma_{\text{dissloc}}$  mit  $|\sigma_{\text{elastic}}|$  folgt für die minimale kritische Dicke  $t_c = t$ :

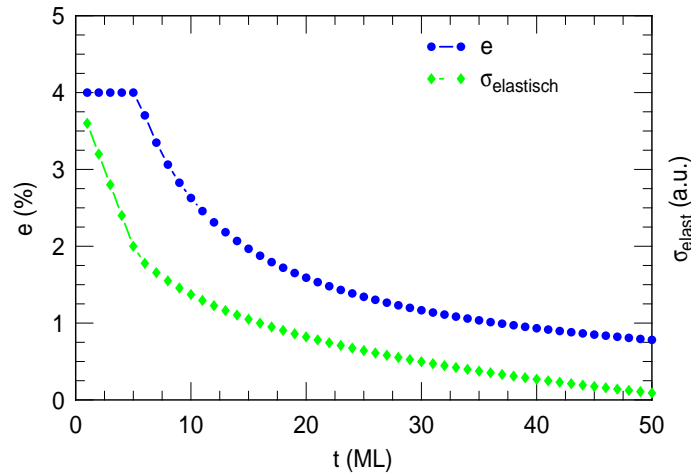
$$\frac{t_c}{b} = \frac{1}{4\pi} \frac{M}{Y} \frac{1 - e}{e} \left( \ln \left( \frac{t_c}{b} \right) + 1 \right). \quad (1.58)$$

Mit  $(1 - e)/e \approx 1/e$  für  $|e| \ll 1$  und nach Elimination der Invarianten  $b$  kann  $t_c$  in folgender impliziten Form gegeben werden:

$$t_c = \frac{1}{4\pi} \frac{M}{Y} \frac{1}{e} (\ln(t_c) + 1). \quad (1.59)$$

Der funktionale Zusammenhang zwischen  $t_c$  und dem Misfit (dabei gilt  $e = \epsilon_{\text{mf}}$  für einen noch nicht relaxierten Film) kann numerisch gelöst werden. Für  $M/Y = 1$  resultiert die in Abb. 1.5 dargestellte Form.





**Abb. 1.6.:** Verlauf von Misfit und Spannungsenergie (Oberflächenspannung resultierend aus der elastischen Verzerrung) mit zunehmender Anzahl von Lagen für einen initialen Substrat-Film Misfit von 4%. Der Verlauf resultiert aus Gl. 1.59, unter der Annahme, daß sich immer der Schichtdickenabhängige ideale Misfit einstellt (Gleichgewichtsbedingung).

Unter der Voraussetzung, daß der Film perfekt und im Kräfte-Gleichgewicht zwischen Misfitversetzungsspannung und Verzerrungsspannung (pseudomorpher Anteil) wächst, kann der in Abb. 1.6 dargestellte Verlauf der Verzerrung und die daraus resultierende Oberflächenspannung aus Gl. 1.59 gewonnen werden.

Dabei wird angenommen, daß ein initialer Substrat-Film Misfit von 4 % bis zum Erreichen der Versetzungserzeugungsenergie bei 6 Lagen erhalten bleibt. In dieser rein pseudomorphen Phase tritt eine lineare Spannungszunahme von  $\sigma_{\text{elastisch}}$  mit der Bedeckung  $t$  ein. Nach überschreiten der kritischen Schichtdicke bei 6 ML wird der Spannungsaufbau gebremst und läuft mit zunehmender Lagenzahl langsam gegen Null.

Der Vergleich mit einem realen System ist aus verschiedenen Gründen nur qualitativ möglich:

- $M/Y \approx 1$  ist nur eine Annahme. Ein realer Wert könnte zwar aus Volumenelastizitätswerten berechnet werden, wäre jedoch wegen der unbekanntenen Filmelastizitätsparameter ebenso fragwürdig.
- Das Modell für die minimale kritische Schichtdicke macht nur bei perfektem Lage für Lage Wachstum Sinn, da bei erhöhter Rauigkeit, Facettierung, etc. die Erzeugungsenergie für Versetzungen vermindert wird.
- Jedoch die beiden prinzipiellen Phasen – rein pseudomorph und Misfitkompensation – können im Experiment wiedergefunden werden.

### **Zusammenfassung**

Es kann also festgehalten werden, daß das Geschehen auf der Oberfläche von der gegenseitigen Beeinflussung der atomarer Verzerrung (pseudomorph) und der Veränderung der Gitterstruktur mittels Versetzungen (plastisch) über die Energiebilanz dieser Prozesse bestimmt wird. Da in diesem einfachen Modell der Anteil der freien Oberflächen- und Interfaceenergie nicht enthalten ist, sind über das Wachstumsverhalten für den Fall, daß diese Anteile einer starken Änderung unterliegen, keine einfachen Aussagen möglich.

Für ein idealisiertes System ohne Filmoberflächen- und Interfaceenergieanteil existiert folglich eine genau definierte kritische Dicke, bis zu der ein rein tetragonal verzerrter Film wachsen kann. Danach entstehen sukzessiv Versetzungen, die den Film stetig mit zunehmender Bedeckung relaxieren lassen.

Dennoch kann das prinzipielle Verhalten auch Abschnittsweise – nach erfolgter Änderung der Oberflächenenergie – mit dem Experiment verglichen werden.

## 2. Experiment und Methoden

Die Durchführung von Experimenten auf reinen Siliziumoberflächen im Ultrahochvakuum erfordert je nach verwendeten Meßmethoden eine spezialisierte Apparatur. Für die in-situ Analyse von Oberflächenspannung und -morphologie während Adsorptions- und Epitaxieexperimenten auf Siliziumproben wurde im Rahmen dieser Arbeit eine neue Ultrahochvakuumapparatur entworfen. Zur Messung der Oberflächenspannung wurde ein Detektor zur optischen Krümmungsbestimmung zwischen zwei Punkten auf der Probe entwickelt und optimiert.

Für Messungen der Oberflächenspannung über Verbiegung wird eine einseitig freistehende Probe benötigt. Eine U-förmige und beidseitig polierte Probe ermöglicht das Heizen mittels Stromdurchgang, die Krümmungsmessung auf der Rückseite und das Experimentieren auf der Vorderseite. Zur Reinigung kann die Probe mit direktem Stromdurchgang auf bis zu zum Schmelzpunkt von Silizium von  $\approx 1700$  K geheizt werden.

Die Oberflächenanalyse während des Experiments erfolgt mit einem modifizierten, kegelförmigen SPA-LEED.

Besonderes Augenmerk wurde auf die Herstellung und Präparation der speziellen U-förmigen und dünnen Siliziumproben gelegt, da dies wider Erwarten den aufwändigsten Aspekt in der Vorbereitung einer Messung darstellte.

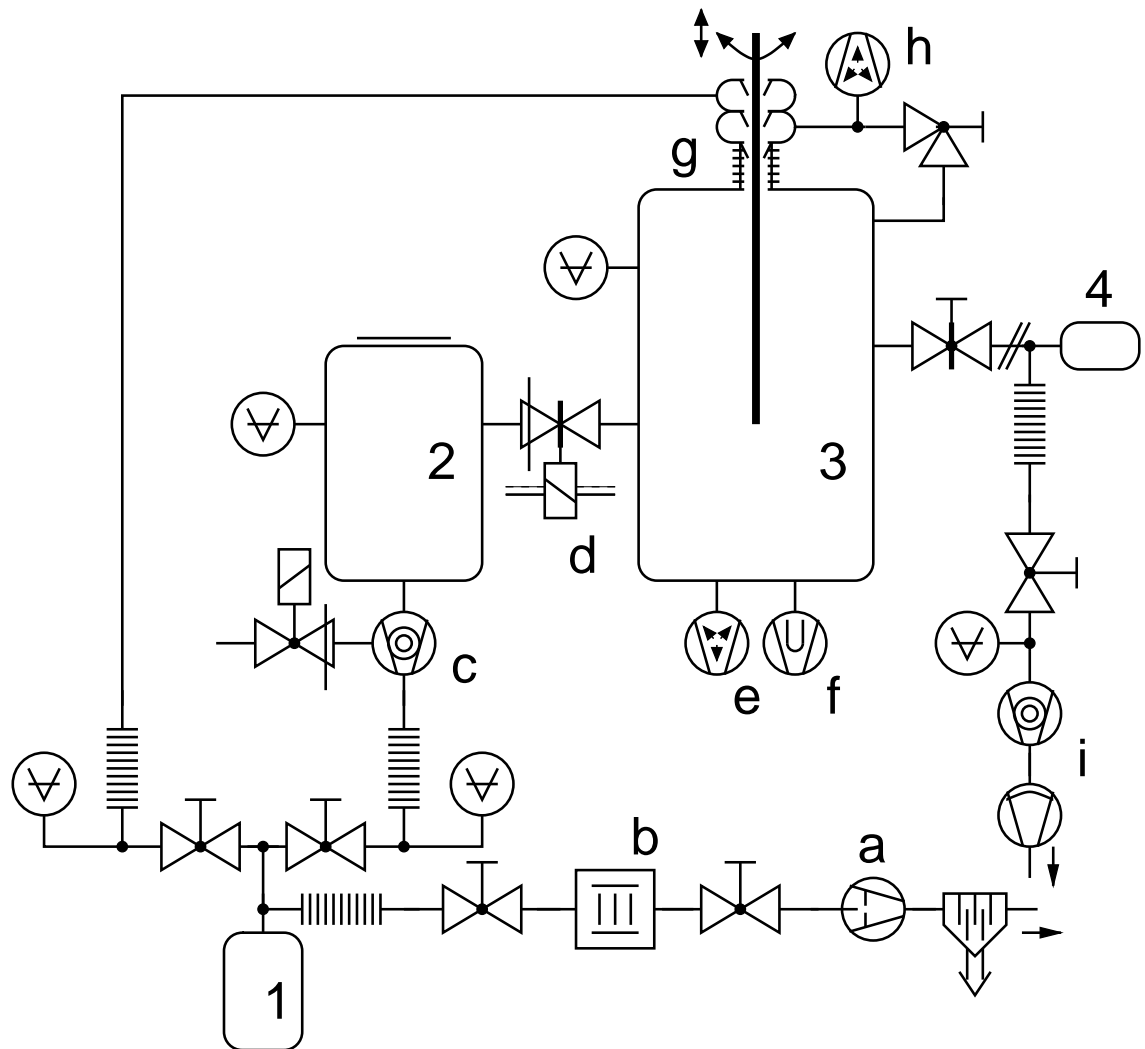
### 2.1. Aufbau

Für das DFG Projekt Ho1611/6-1 „Biegebalken“ wurde im Rahmen dieser Dissertation die neue UHV-Apparatur „Stress“ konstruiert. Die Apparatur und der Aufbau bzw. die Funktionsweise der verwendeten Meßmethoden werden im folgenden vorgestellt.

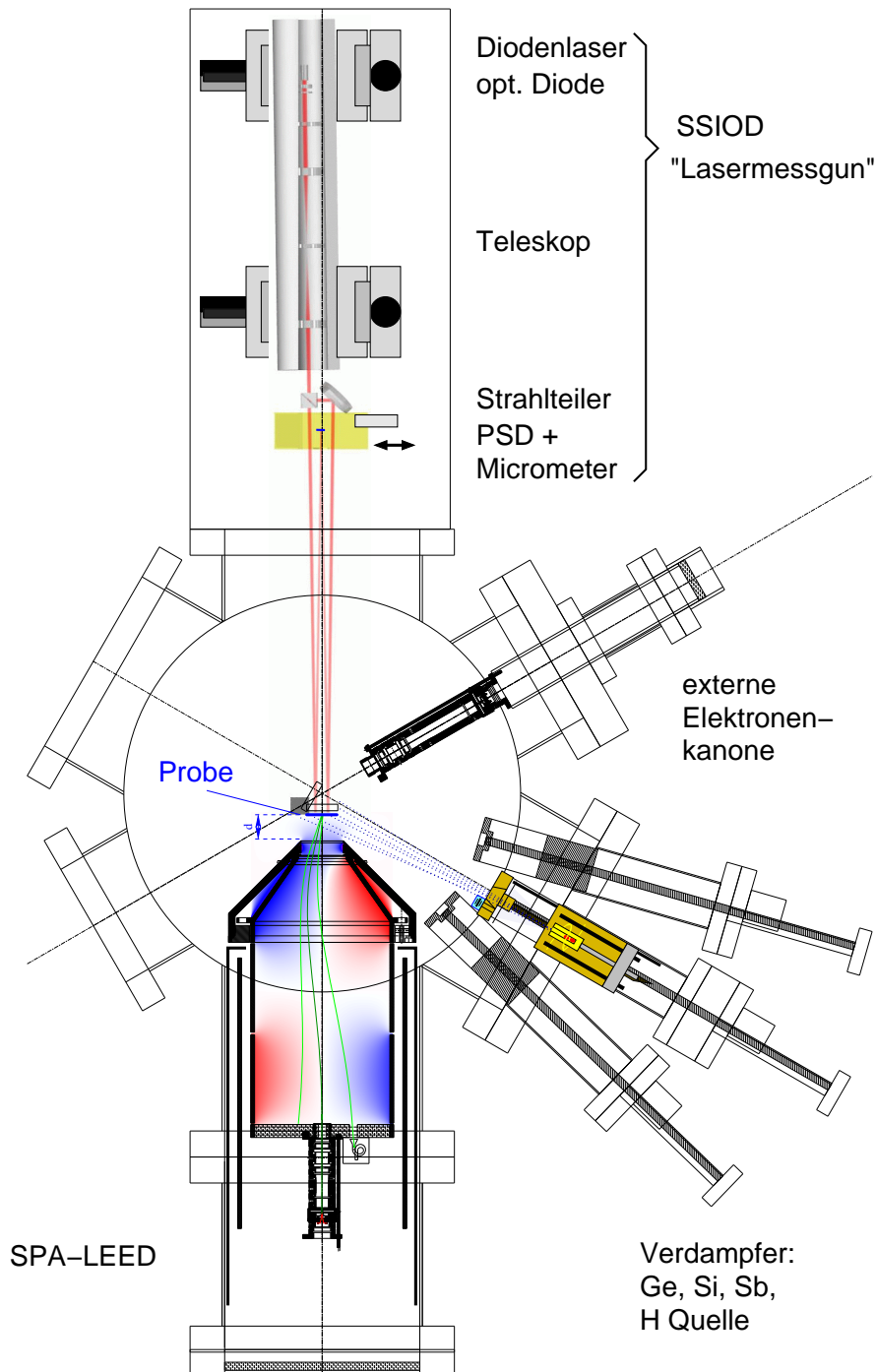
#### 2.1.1. Vakuum Anlage

##### Vorvakuum-puffer

Das Vorvakuumssystem (Abb. 2.1) besteht aus einem 50 l Edelstahl Bierfaß (1) mit KF-Adapter und zwei Ventilen, an dem einen ist die Turbo angeschlossen und am anderen die äußere Stufe der differentiellen Drehdurchführung (g). Diese Anordnung



**Abb. 2.1.:** Symbolische Zeichnung des Vakuumsystem nach DIN 28 401: (1) Vorvakuum-puffer (501 VA-Bierfaß), (2) Schleusen-kammer (HV/UHV), (3) Hauptkammer (UHV), (4) Schleusbarer Verdampfer (UHV), (a) Drehschieberpumpe, (b) Zeolith-falle, (c) Turbomolekularpumpe, (d) Pneumatischer Schieber, mit elektronischer Sicherheitsschaltung, (e) Ionengetterpumpe, (f) Titansublimatorpumpe, (g) differentiell gepumpte Drehdurchführung auf XYZ-Manipulator, (h) Miniatur Ionengetterpumpe, (i) Turbopumpstand mit Membranvorpumpe (Öl frei)



**Abb. 2.2.:** Schnitt durch die obere Meßebeene der Hauptkammer mit SPA-LEED, Verdampfern, „externer“ Elektronenkanone und SSIOD-Optik (neue Geometrie).

ermöglicht ein kurzfristiges Abtrennen der äußeren Stufe der Drehdurchführung, um diese zu Beginn des Evakuierens der Schleuse nicht einem unvermeidlichen Druckstoß auszusetzen.

Das Faß wird von einer Drehschieberpumpe (a) über eine Zeolithfalle (b) (Ölnebelabsorber) evakuiert und ist zusätzlich mit Ventilen von der Pumpe trennbar. Zweck des Puffers ist es, die geringe Gaslast der Drehdurchführung und der Turbo über bis zu 24 Stunden bei abgestellter Drehschieberpumpe aufzunehmen. So werden Vibrationen der Pumpe abgestellt, die die empfindliche Biegebalkenmessung stören. Typisch ist ein Vordruck von  $< 1 \times 10^{-3}$  mbar, der bei abgestellter Vorpumpe nach 12 Stunden auf etwa  $5 \times 10^{-2}$  mbar ansteigt.

### **UHV System mit Schleuse**

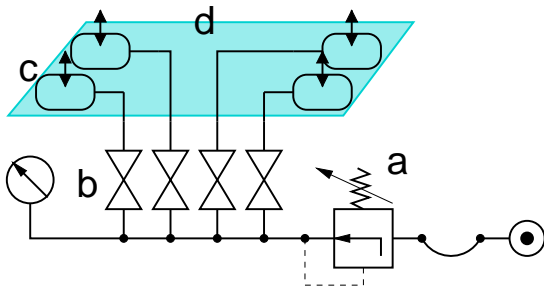
Die UHV-Kammer Abb. 2.1 gliedert sich in Schleuse (2), Hauptkammer (3) und einen andockbaren Verdampfer (4). Die Proben werden über einen magnetischen Transferstab von der Schleuse in den Hauptmanipulator transferiert. Auf einer 250 l Ionengetterpumpe mit Titansublimator ist die Hauptkammer mit zwei Meßebenen aufgebaut.

In der unteren Ebene sind die Schleuse, ein Auger und ein optionaler NW 200 Flansch mit zugeordnetem Wobbelstickport für eine zukünftige Erweiterung um ein STM/AFM vorgesehen. Auf der oberen Ebene (Abb. 2.2) sind in je  $60^\circ$  folgende Komponenten angeordnet: SPA-LEED, Cluster-Verdampferflansch, „externe“ Elektronenkanone, Fenster (SSIOD „intern“), Fenster (SSIOD „extern“) und ein Fenster zur Kontrolle der SSIOD-Optikjustage. Die SSIOD-Optik kann optional auch gegenüber dem Verdampferflansch montiert werden, um in externer SPA-LEED-Geometrie zu arbeiten.

Die Schleuse ist mit einem NW 150 Flachzugschieber an die Hauptkammer gekoppelt und wird von einer Turbomolekularpumpe mit Anschluß an das Vorvakuumssystem evakuiert.

### **Manipulator**

Eine differentiell gepumpte Drehdurchführung auf einem XYZ-Manipulator (XY:  $\pm 25$  mm, Z: 200 mm) ermöglicht die freie Rotation der Probe und die bereits vorgesehene Nachrüstung einer Wasser-/Stickstoffkühlung des Probenhalters. Die Probe kann in XYZ verschoben und um die Z-Achse gedreht werden. Auf einen Flip, zum Kippen der Probe, wurde aus Stabilitätsgründen verzichtet, dafür ist die Probenhalterung auf etwa  $\pm 1/2^\circ$  präzise ausgeführt, so daß eine Winkeljustage senkrecht zu Z nicht erforderlich ist. Eine Offsetkorrektur für  $k_\perp - k_\parallel$  Scans kann im SPA-LEED-Betrieb softwareseitig automatisch erfolgen [Kap. B].



**Abb. 2.3.:** Plan des pneumatischen Dämpfungssystems, bestehend aus: (a) Einstellbares Druckregelventil (0...3 bar), (b) Absperrventile und Manometer, (c) Sackkarrenräder (Schlauch mit Mantel, ohne Felge, aber innen mit PU-Weichschaum (Dämpfungsmaterial) ausgefüllt), (d) Apparaturbodenplatte (5mm Stahl).

### 2.1.2. Mechanische Dämpfung

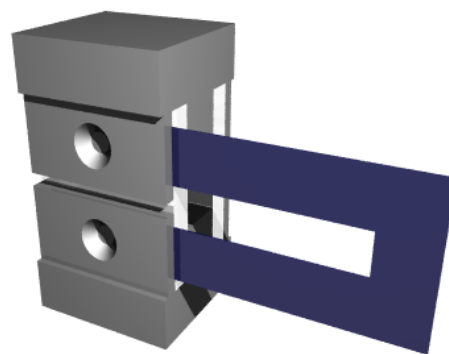
Der Signal-Rauschabstand, der auf mechanische Schwingungen empfindlichen Meßmethode SSIOD, wird mit einer einfachen Luftfederung und Dämpfung erheblich verbessert (Abb. 2.3). Vier einfache Sackkarrenräder (c), die flach unter der Bodenplatte (d) der gesamten Apparatur liegen und auf etwa 1...2 bar aufgepumpt sind, tragen die gesamte Masse. Eine Nivellierung wird über eine feine Druckjustage über das Druckregelventil (a) der vier Schläuche in den Rädern über einen Pressluftverteiler (b) erreicht. Wichtig ist, daß nach erfolgter Justage, die Ventile zu den Schläuchen geschlossen werden und die Maschine ungeregelt stabil steht.

Eine ständige Regulierung, wie bei den „Newportfüßen“, ist wegen den unvermeidbaren Neigungsänderungen und den damit verbundenen Verzerrung der gesamten Apparatur nicht geeignet, da dies eine Lageänderung und damit einen Offset für die SSIOD Messung bedeutet. Nach erfolgter Nivellierung bleibt die Anlage über Wochen ohne erneute Druckjustage stabil.

### 2.1.3. Probenhalter und Probe

Speziell für die Biegebalkenmethode wurde ein transferierbarer Probenhalter entworfen (Abb. 2.4). Zwei gegenüberstehende T-Profile aus Titan werden von zwei Saphirplättchen zusammengehalten. In der Mitte bilden die T-Füße mit den Saphirflächen einen quadratischen Kanal von  $4 \times 4 \text{ mm}^2$  Querschnitt, in den eine bajonettartige Aufnahme zum Transfer eingeführt werden kann.

Als Biegebalken wird eine dünne, doppelseitig polierte Siliziumprobe in U-Form verwendet. Dies erlaubt, auf der Probenrückseite mittels SSIOD die Krümmung zu bestimmen (siehe [Kap. A.3]), während mit der Vorderseite experimentiert wird. Die U-Form ermöglicht die Hei-



**Abb. 2.4.:** Transferierbarer Probenhalter mit auf Saphirplättchen aufliegender U-förmiger Probe.

zung der Probe mit Stromdurchgang [Kap. 2.6]. Ein 2 mm starkes Saphirplättchen sorgt für die ebene Auflage der U-Schenkel.

Beim Einbau der Probe ist darauf zu achten, daß die Schenkel spannungsfrei und nur ganz leicht an je einem Punkt mit Molybdänfedern fixiert werden, so daß die Probe gerade nicht herausfällt.

## 2.2. Biegebalkenmethode: Surface Stress Induced Optical Deflection

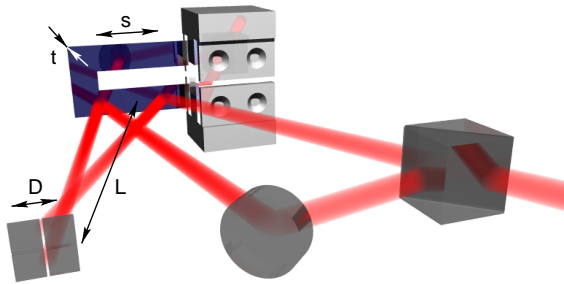


Abb. 2.5.: Skizze der SSIOD Geometrie

Die Messung von Oberflächenspannung erfolgt mittels Messung der makroskopischen Verbiegung einer dünnen, langen Probe, daher die Bezeichnung „Biegebalken“. Eine differentielle optische Methode erlaubt die Bestimmung der Probenkrümmung [18]. Denn die Änderung der Oberflächenspannung eines Kristallstreifens auf nur einer Seite bewirkt wegen des Unterschiedes der

Spannung auf der Vorder- ( $\sigma_1$ ) und Rückseite ( $\sigma_2$ ) eine Krümmung der Probe.

Wie bereits Stoney [1, 18], siehe auch [Kap. A.2], im Jahre 1909 herleitete, kann für eine dünne (Dicke  $t$ ), lange Probe der Krümmungsradius  $R$  aus der Differenz der Oberflächenspannungen ( $\Delta\sigma$ ) und den Elastizitätseigenschaften ( $E$ ,  $\nu$ ) der Probe bestimmt werden:

$$R = \frac{Et^2}{6(1-\nu)\Delta\sigma}, \quad \Delta\sigma = \sigma_1 - \sigma_2 \quad (2.1)$$

Dabei wird eine freie zweidimensionale Krümmung angenommen, was für einen genügenden Abstand der Meßpunkte vom Klemmpunkt auf einer schmalen Probe als gute Näherung verwendet werden kann (siehe [Kap. A.1]).

Die SSIOD Meßanordnung (Abb. 2.5, [Kap. A.3]) ermöglicht die Bestimmung des makroskopischen Krümmungsradius  $R$  zwischen zwei Punkten im Abstand  $s$  auf der Probe bei einer Detektorentfernung  $L$ :

$$R = \frac{2Ls}{D} \quad (2.2)$$

$D$  ist die relative Verschiebung der Meßflecken gegeneinander auf dem Detektor.

Die Spannungsänderung kann unter Verwendung von Gl. 2.1 geschrieben werden als:

$$\Delta\sigma = \frac{E}{(1-\nu)} \frac{t^2}{12Ls} D \quad (2.3)$$



Der „relaxierende“ Einfluß der verbogenen Probe selbst, die ja als Spannungssensor zu betrachten ist – das Gitter der Probe selbst verzerrt sich natürlich wegen der Verbiegung auch –, kann in allen Fällen vernachlässigt bleiben:

Im Falle einer eher starken Krümmung von 100m Radius einer 100 $\mu$ m Probe beträgt die maximale Verschiebung der Atompositionen  $10^{-6}$  der Gitterkonstanten selbst. Dies ist z.B. für ein pseudomorphes Heterosystem mit 4% Gitterfehlانpassung völlig vernachlässigbar.

### 2.2.1. Optischer Aufbau

Der erste Prototyp der SSIOD Optik war mit Standard-Optikkomponenten auf einer optischen Schiene aufgebaut, bestehend aus einem Diodenlaser<sup>1</sup>, gefolgt von einem Teleskop (Brennweitenverhältnis: 100 mm / 50 mm) zur Spotgrößeneinstellung auf dem Detektor und einem Strahlteilerwürfel mit Umlenkspiegel (wie im oberen Teil von Abb. 2.6, jedoch noch ohne die optische Diode (Polfilter,  $\lambda/4$ -Plättchen).

Der Detektor befand sich auf einem XZ-Tisch neben dem Strahlteiler und ist in X zusätzlich, was der Ablenkrichtung bei Probenkrümmung entspricht, mit einem schrittmotorgetriebenen Mikrometer verschiebbar.

Die Justage erfolgt mittels Verschieben und Kippen des gesamten Optiktisches auf der am Flansch befestigten Haltevorrichtung. Eine Feinjustage des Detektors ermöglichte der XZ-Tisch.

Dieser Aufbau hat sich prinzipiell in ersten Meßreihen bewährt, neigt jedoch aufgrund ungenügender mechanischer Stabilität der Komponentenhalter zu Schwingungen und hat zum Design einer „integrierten“ Optik in Form einer „Lasermessung“ geführt.

Alle optischen Komponenten (Laserdiode, ... Strahlteilerwürfel) sind nun in einem massiven Aluminiumrohr untergebracht, zusätzlich wurde eine optische Diode direkt hinter der Laserdiode eingefügt. Die kompakte Meßeinheit hat nun außerdem einen idealen, in sich selbst gefalteten Strahlverlauf mit minimalem Platzbedarf, dazu mußten Öffnungen unmittelbar neben dem Detektor auf der IVC-Platine vorgesehen werden [Kap. C.1]. Der Detektor ist am Ende der Optikeinheit über den X-Motormikrometer (schrittmotorgetriebenes Getriebe-Micrometer zur Kalibration der Ablenkempfindlichkeit) angeschlossen.

<sup>1</sup>Halbleiterlaserdiode :  $\lambda = 640$  nm, P=2 mW

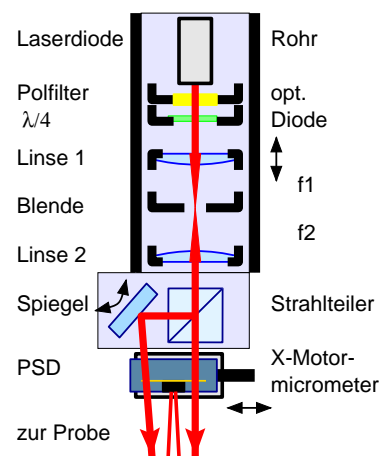
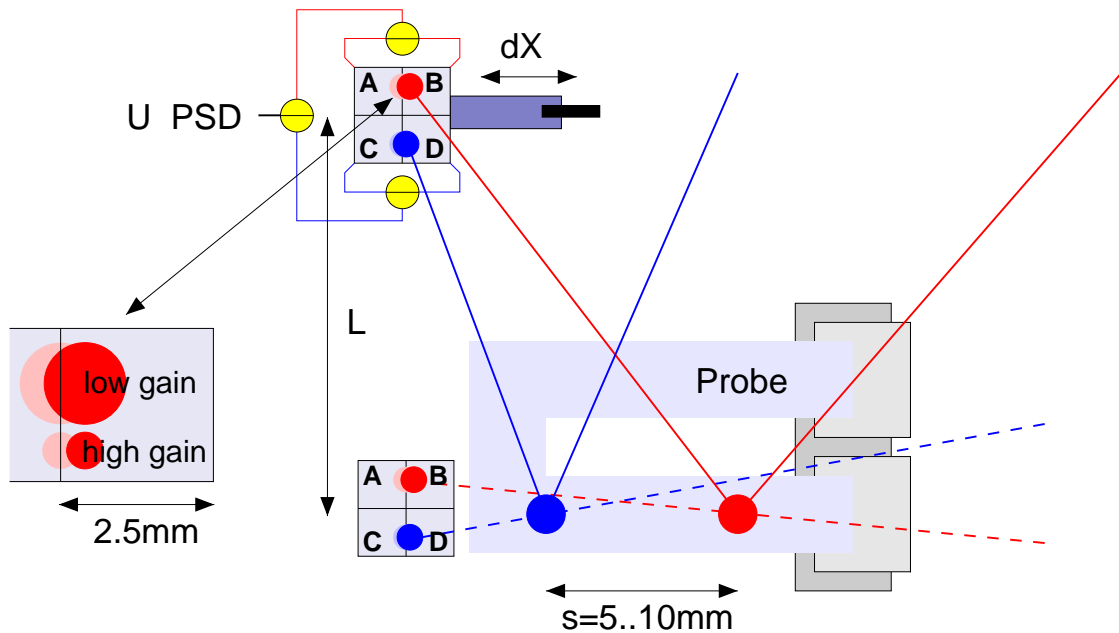


Abb. 2.6.: Aufbau der SSIOD Optik



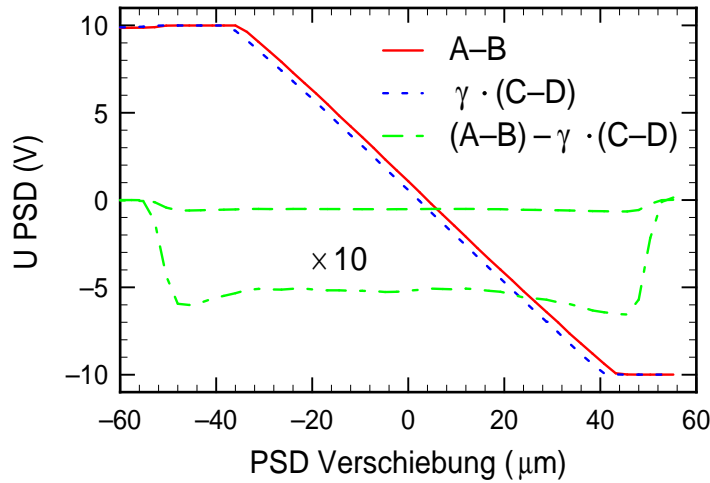
**Abb. 2.7.:** Funktionsprinzip der differentiellen SSIOD Methode und Einstellung der PSD Empfindlichkeit über die Größe der Laserspots auf dem Detektor (PSD). Durchgezogene Laserstrahlen: Aufsicht, gestrichelte: Blick senkrecht auf die Probe

Zur Justage wird die „Lasermessung“ komplett über je zwei XZ-Verstellungen an beiden Enden im Raum justiert, eine Drehung um die eigene Achse erzeugt den nötigen Strahlhöhenversatz, siehe auch [Kap. C.3].

## Optische Diode

Diodenlaser reagieren auf rückgestreutes Licht mit undefinierten Schwankungen der Polarisation, bzw. Intensitätsverschiebung zwischen verschiedenen Moden. Dieses Verhalten ist zu vermeiden, bzw. so abzuändern, daß keine Störung des Strahlteilungsverhaltens eintritt.

Die Rückkopplung von Laserlicht, resultierend von Reflexen der nicht vergüteten optischen Elemente, in die Laserdiode wird mit einer optischen Diode, bestehend aus einem Folienpolarisationsfilter und dem aus einem Glimmerplättchen hergestellten  $\lambda/4$ -Plättchen, um etwa zwei Größenordnungen vermindert. Zusätzlich bewirkt das zirkulare Licht (Zirkularität besser 5%<sup>2</sup>) ein von der Laserpolarisation unabhängiges Strahlteilungsverhältnis von 1:1.



**Abb. 2.8.:** Eine typische PSD Kalibrationskurve bei einer Detektorempfindlichkeit von (A-B):  $-259.9 \text{ V/mm}$  und (C-D):  $-260.9 \text{ V/mm}$ . Die Auflösung des X-Mikrometers beträgt  $0.0244 \mu\text{m}/1/2\text{Step}$ . Die Differenzkurve  $((A-B) - \gamma(C-D))$  bleibt im Bereich von  $\pm 10 \text{ V}$  im Rahmen der Meßgenauigkeit konstant.

### 2.2.2. SSIOD Kalibration

Die Empfindlichkeit dieser Methode (Gl. A.9) ist quadratisch abhängig von der Proben dicke  $t$ . Der Abstand  $L$  und die Meßpunktseparation  $s$  skalieren linear mit der Änderung der Oberflächenspannung  $\Delta\sigma$ . Das Verschiebungssignal  $D$  wird aus den Differenzen von je zwei Photoströmen ( $A-B$  und  $C-D$ ) einer Vierquadrantenphotodiode (PSD) (Abb. 2.7) gebildet und ist direkt proportional zur Spannungsänderung:

$$D \propto U_{(\text{PSD})} = (A - B) - \gamma \cdot (C - D), \quad \gamma : \text{gain} \simeq 1 \quad (2.4)$$

Geringe Abweichungen in der Empfindlichkeit der beiden Meßzweige, hervorgerufen durch kleine Laserprofil- und Intensitätsunterschiede beider Teilstrahlen, werden mittels eines elektronischen Verstärkungsabgleichs (gain  $\gamma$ ) kompensiert.

Eine definierte Verschiebung des Detektors mit dem Motormikrometer ermöglicht eine Bestimmung der Empfindlichkeit beider Meßzweige. Das Motormicrometer hat eine Auflösung von  $0.0244 \mu\text{m}$  je Halbschritt (ein  $1/8$ -Schrittbetrieb ist möglich, wird jedoch nicht benötigt).

Dazu wird vor jeder Messung eine Kalibration durchgeführt, d.h. die Steigung der beiden Geraden gemessen und die Verstärkung so angepaßt, bis beide gleich sind (Abb. 2.8). Die ermittelte Steigung ist der Proportionalitätsfaktor zwischen der gemessenen Spannung  $U_{(\text{PSD})}$  und der relativen Verschiebung  $D$ , gemessen in  $\text{V/mm}$ .

Die Empfindlichkeit des Detektors auf die Spot-Verschiebung kann über den Durchmesser der Laserspots auf dem PSD eingestellt werden (typische Werte sind:  $50 \dots 500 \text{ V/mm}$ , Abb. 2.7).

<sup>2</sup>gemessen vom Schulpraktikanten Theo Ridder am 7.3.2000

Der Abstand  $s$  der Lasermeßpunkte auf der Probe wird mittels Verschieben der Probe mit dem X-Mikrometerantrieb des Hauptmanipulators bestimmt, indem z.B. das Überstreichen der Laserflecken einer Kante visuell beobachtet wird. Aus den so ermittelten X-Mikrometerpositionen ergibt sich aus der Differenz der Meßpunktabstand  $s$ . Die Genauigkeit liegt bei etwas  $1/10$  mm.

### 2.2.3. SSIOD Auflösungsgrenzen

#### Detektor

Die Detektoreinheit [Kap. C.1] enthält bereits die vier I-V Konverter für die vier Segmente der SMD-Vierquadrantenphotodiode. Eine präzise Analogelektronik [Kap. C.2] verstärkt die Signale und bildet bereits die benötigten Differenzen, welche im Meßrechner mit 16-Bit ( $\pm 10$  V) digitalisiert und aufgezeichnet werden.

Die elektronisch erreichbare „theoretische“ Auflösung der Verschiebung liegt für alle sinnvoll einstellbaren Spotdurchmesser weit unterhalb des „mechanischen“ Störlevels und ist somit nicht auflösungsbegrenzend.

#### Mechanische Störungen

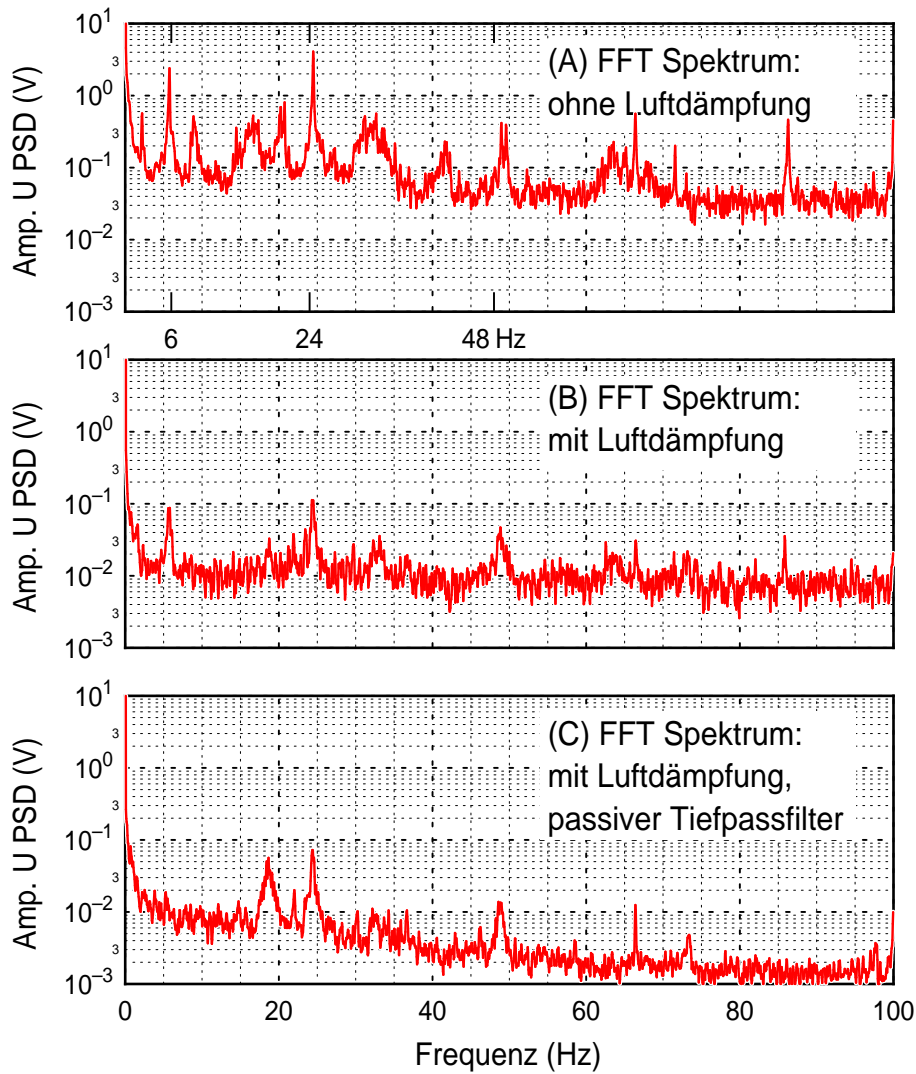
Zur mechanischen Entkoppelung der Biegebalkenmaschine von Fußbodenschwingungen wird eine einfache und effektive pneumatische Vibrationsdämpfung mit Luftfüßen [Kap. 2.1.2], bestehend aus vier statisch mit Pressluft befüllten Sackkarrenrädern an den vier Ecken der Bodenplatte von „Stress“, verwendet.

In Abb. 2.9 sind FFT-Spektren des PSD-Signals bei abgeschalteter Drehschieberpumpe gezeigt, wobei die Apparatur bei Messung (A) ungedämpft auf dem Laborfußboden stand und in Messung (B) über die Luftfüße mechanisch vom Boden entkoppelt wurde. Es wird eine mittlere Absenkung des Störsignallevels um ca.  $1\frac{1}{2}$  Größenordnungen erreicht. Im Spektrum (C) wurde zusätzlich ein passiver Tiefpaß eingeschaltet, bei Frequenzen größer 80 Hz gelangt das Signal bereits in die Größenordnung der AD-Wandlungsauflösung ( $V_{pp}: \pm 1 \text{ LSB} = 0.61 \text{ mV}$ ).

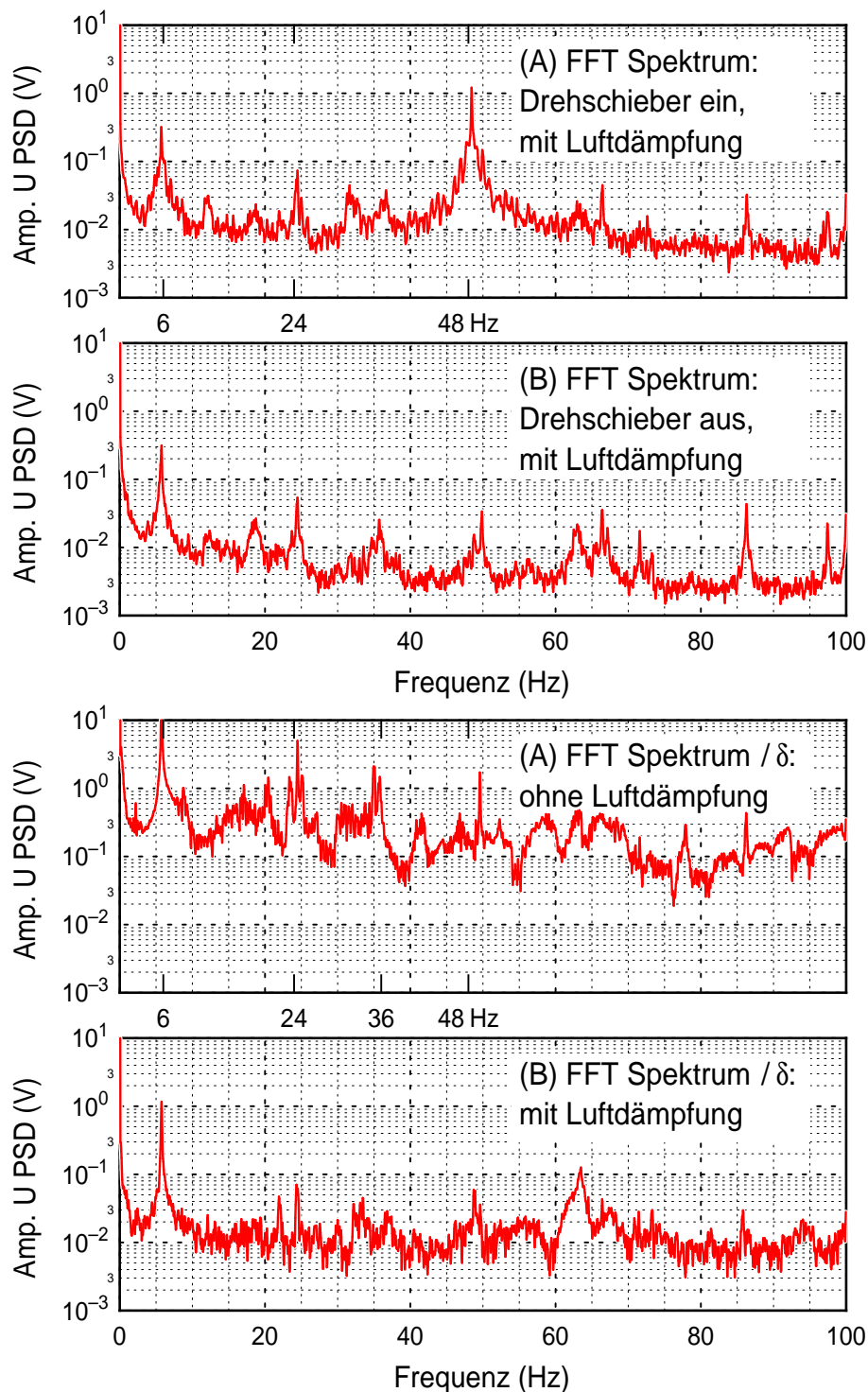
Der Einfluß der laufenden Drehschieberpumpe ist in Abb. 2.10 demonstriert. In dem oberen Spektrum ist ein deutlicher Peak bei 48 Hz sichtbar, der genau bei der Rotationsfrequenz der Pumpe liegt.

Um die Leistungsfähigkeit der Dämpfung zu demonstrieren, wurde der Einfluß einer definierten Störung (Fallenlassen eines schweren Gegenstandes aus 20 cm Höhe auf den Fußboden nahe der Apparatur) einmal ohne und einmal mit Dämpfung untersucht (Abb. 2.10). Das vom Fußboden entkoppelte System bleibt nahezu ungestört, nur eine Resonanz bei ca. 6 Hz wird leicht angeregt, jedoch um zwei Größenordnungen weniger als ohne Luftfüße.

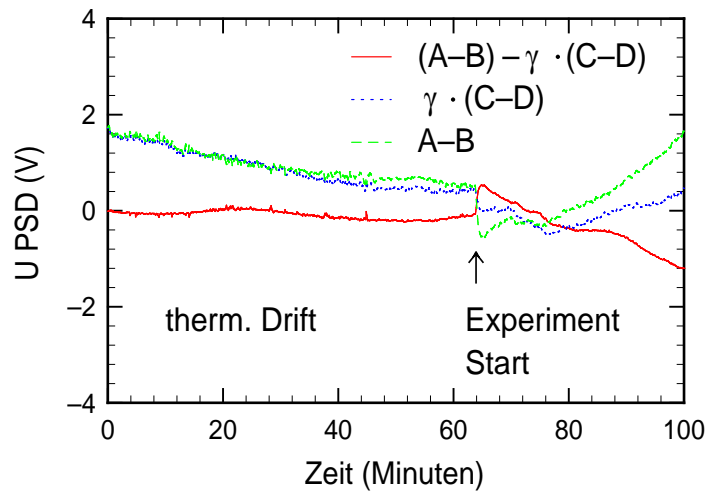
Weiterhin kann die Drehschieberpumpe (Einsatz des Vakuumpuffers) abgestellt werden. Dies vermeidet eine Vibrationsübertragung über das Vordruckwellschlauchsystem.



**Abb. 2.9.:** Vergleich der FFT Spektren des PSD-Signals bei abgeschalteter Drehschieberpumpe: (A) Spektrum ohne Luftdämpfungsfüße (Apparatur steht den vier Füßen der Bodenplatte). (B) Spektrum mit Luftdämpfungsfüßen (Apparatur ist mit den Luftfüßen angehoben). (C) wie (B), nur mit zusätzlichem passiven Tiefpassfilter ( $f_g \approx 40$  Hz).



**Abb. 2.10.:** Vergleich der FFT Spektren des PSD-Signals. Oben: mit Luftdämpfung und mit bzw. ohne laufender Drehschieberpumpe. Unten: mit und ohne Luftdämpfungsfüße jeweils 5 s nach Fallenlassen eines Gegenstandes auf den Fußboden.



**Abb. 2.11.:** Aufgezeichnete Differenz und Einzelsignale des PSD's (in Volt, Maximalbereich:  $\pm 10.0$  V) während einer typischen SSIOD Thermalisierungsphase bei  $550^\circ\text{C}$  innerhalb einer Stunde vor dem Experiment.

stem. In Abb. 2.9 ist die Absenkung der Störampplitude bei der typischen Rotationsfrequenz von ca. 48 Hz um den Faktor 100 deutlich sichtbar.

Die mit diesen Maßnahmen erreichbare mechanische Abkoppelung von dem Fußboden ist ausreichend, da der erreichte Störlevel von im folgenden Abschnitt diskutierten stabilitäts- und auflösungsverringenden Einflüssen übertroffen wird.

### Langzeitinstabilitäten und Drift

Während die eben diskutierten Kurzzeitstörungen/Rauschen mit Frequenzen größer 1 Hz mit geeigneten Mittelungsverfahren (fließende Mittelung) rechnerisch reduziert werden können, bleiben niederfrequente Schwankungen und driftartige Langzeitinstabilitäten, verursacht von folgenden Einflüssen, erhalten:

- Mechanische Verschiebungen/Neigung der Probe, die über den relativ großen Manipulator mit der Kammer verbunden ist, gegenüber der Detektionsoptik aufgrund von:
  - Neigung/Schwanken der gesamten Apparatur, angeregt durch Luftzug. Abhilfe: Fenster und Türen schließen!
  - Thermische Drift aufgrund von Temperaturschwankungen.

In Abb. 2.11 ist eine typische Thermalisierungsphase während einer Stunde vor Beginn des Experiments gezeigt. Die nur geringe Variation des Differenzsignals (durchgezogene Kurve) zeigt, daß die Differentielle Methode die Offsetverschiebung der beiden Einzelsignale gut kompensiert.

Abhilfe: Probe und Apparatur ausreichend lange thermalisieren lassen und Temperatur der Probe und der Umgebung stabil halten.

Diese Einflüsse fallen zwar aus dem Differenzsignal nahezu heraus, ergeben jedoch, sowie die Einzelsignale an die Grenzen des Meßbereichs stoßen, bedingt durch Nichtlinearitäten, Fehler.

- Schwankung der Laserintensität, war bisher nicht meßbar, wäre aber fatal, da damit die Empfindlichkeit des Detektors skaliert.
- Eine langsame Änderung der Polarisationsrichtung des Diodenlasers, angeregt durch Rückkopplung von Laserlicht, verursacht durch Rückreflexe an optischen Komponenten, hat dramatische Folgen:

Am Strahlteiler wird das Teilungsverhältnis verschoben und damit eine niederfrequente Modulation des Differenzsignals am Detektor erzwungen.

Dieses Problem wurde durch Einbau einer optischen Diode eliminiert [Kap. 2.2.1].

- Hohe Probentemperatur ( $> 900$  K): Sprünge im SSIOD-Signal, Versetzungen laufen ggf. durch die Probe, starkes thermisches Gefälle zwischen Probe und Halter, ...
- Pulsheizung, Probe wird bei ungünstig gewählter Puls-Frequenz zur Schwingung auf Eigenmoden angeregt.

### Erreichte Auflösung

Mit dem hier vorgestellten System lassen sich Änderungen im Krümmungsradius von bis zu 20 km nachweisen. Jedoch wegen nur begrenzter Genauigkeit der Driftkorrektur ist dieser Wert nur für Änderungen auf Zeitskalen von Minuten erreichbar. Damit wird klar, daß im Idealfall ein thermisches Gleichgewicht zwischen dem Probenhalter und der Umgebung anzustreben ist.

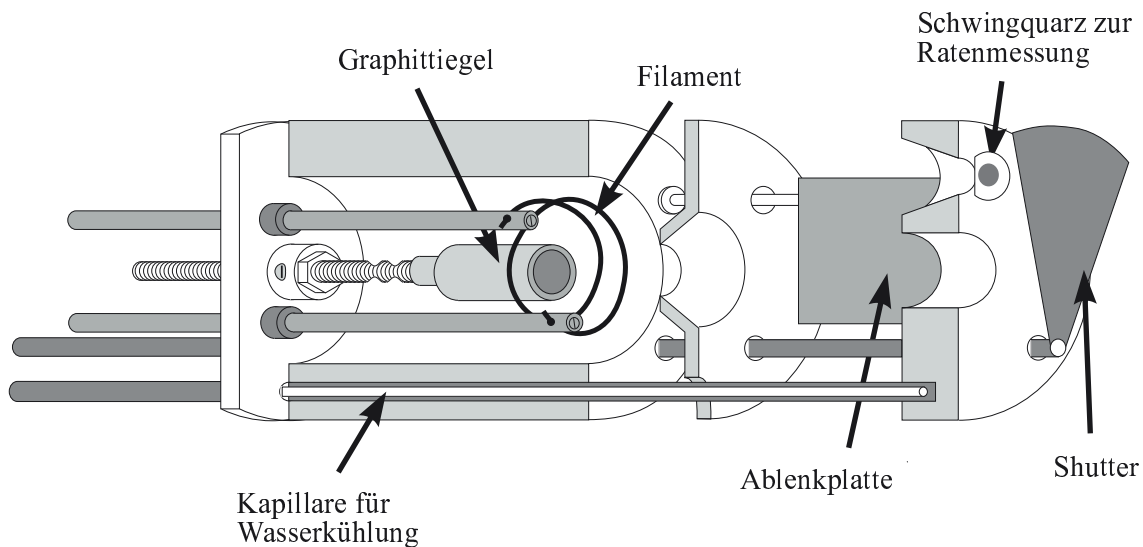
### 2.2.4. SSIOD Datenaufnahme

Eine zeitlich unbegrenzte 4-Kanal SSIOD-Datenaufnahme erfolgt über die DSP-Meßkarte und das Datenaufzeichnungsprogramm „Goszi“ [Kap. B.2]. Eine real-time FFT-Analyse der Detektorsignale steht zur Verfügung. Gleichzeitig dazu können SPA-LEED-Messungen im Pulsheizungsbetrieb erfolgen.

## 2.3. Quellen für die MBE

Alle direkt in der Kammer befindlichen Verdampfer sind an einem Cluster-Flansch mit bis zu 7 Positionen befestigt. Es sind bisher drei Verdampfer, ein Fenster mit





**Abb. 2.12.:** E-beam Verdampfer Typ „Heilo“

Blick auf die Probe, z.B. für das Pyrometer und ein Flachzugschieber für die an-dockbare Verdampfereinheit an diesem Flansch untergebracht.

### 2.3.1. Si, Ge und $\text{CaF}_2$ Verdampfer

Zur Verdampfung von Si, Ge,  $\text{CaF}_2$  und zum Erzeugen von atomarem Wasserstoff werden Elektronenstoß getriebene Verdampfer vom Typ „Heilo“ (Abb. 2.12) eingesetzt. Diese sind auf einem  $2\frac{3}{4}$  Zoll Flansch montiert und verfügen über ein Strahlungsschild mit Wasserkühlung und eine Quarzwaage (10 MHz Quarz) zur Mengen- und Ratenmessung.

Das Verdampfungsgut wird aus einem Tiegel aus hochdichtem Graphit verdampft.

### 2.3.2. Antimon Quelle

Antimon wird aus einem Quarztiegel mit Filament-Strahlungsheizung verdampft. Der Aufbau ist sonst wie bei dem „Heilo-Typ“. Das im Tiegel eingebrachte Antimongranulat sublimiert und stellt bereits vor dem Schmelzen einen genügend großen Fluß bereit. Die Ratenmessung erfolgt über eine Quarzwaage. Dabei entsprechen 36 Hz einer  $\text{ML}^3$  auf dem Quarz, 1 ML ist bezogen auf die äquivalente Bedeckung der Si(111) mit 1 ML Sb anstatt Si, d.h.  $7.82 \times 10^{14}$  Sb/(ML  $\text{cm}^2$ ). Dieser Wert ist dann der Geometrie entsprechend mit  $R_{\text{Quarz}}/R_{\text{Probe}} * \cos(\phi)$  zu korrigieren, wobei  $R$  die Abstände zum Tiegel und  $\phi$  der Winkel zur Probennormalen sind. Hier: 700  $\text{Hz}/\text{ML}$ .

<sup>3</sup>Für die verwendeten 10 MHz Quarze gilt eine „Quarzkonstante“ von  $2.266 \times 10^8$  Hz  $\text{cm}^2/\text{g}$ .

Typische im Experiment verwendete Raten: 0.1 . . . 4 ML/100 s

Die Genauigkeit ist prinzipiell sehr gut, jedoch wird die Unsicherheit über die Geometriekorrektur und den nicht ideal homogenen Fluß wegen der nicht punktförmigen Quelle herabgesetzt, so daß durchaus Fehler bis zu  $\pm 30\%$  anzunehmen sind.

Jedoch ist insbesondere bei den Sb Experimenten die Einstellung eines genauen Flusses nicht notwendig.

### 2.3.3. Schleusbare Quellen

An die Verdampferandockeinheit mit separater Turbomolekularpumpe wurde das Wasserstoffeffusionsrohr bzw. der  $\text{CaF}_2$ -Verdampfer angeschlossen.

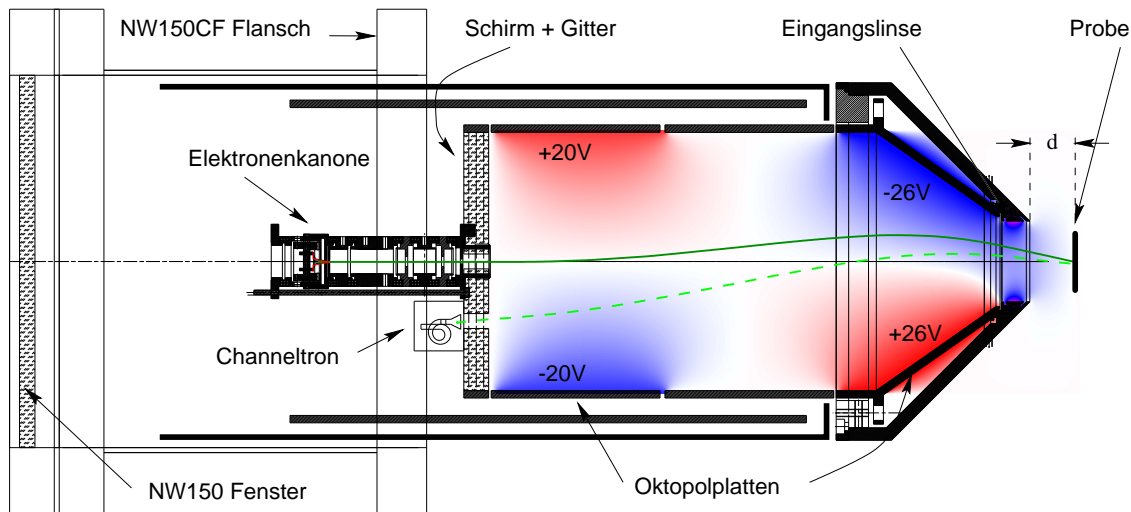
#### Effusionsrohr

Das Effusionsrohr zur Erzeugung von atomarem Wasserstoff besteht aus einem Wasserstoffdosierventil zum Einlaß von Wasserstoffgas. Dieses wird über eine Kapillarleitung durch eine mit Elektronenstoß auf bis zu  $1800\text{ }^\circ\text{C}$  beheizbare Wolframzelle (Katalysator zum Cracken von  $\text{H}_2$ ) geleitet. Die Wolframzelle ist eine aus aufgerolltem Wolframblech hergestellte Kapillare, die innen mit Wolframdraht ( $\text{Ø} = 0.01\text{mm}$ ) aufgefüllt ist, um die Stoßwahrscheinlichkeit von  $\text{H}_2$  mit Wolfram zu erhöhen.

Die typische verwendete Leistung für das Effusionsrohr beträgt 30 W. Der Wasserstofffluß wurde so eingestellt, daß sich in der Hauptkammer ein Wasserstoffpartialdruck von  $1 \times 10^{-6}$  mbar einstellt, während mit der Turbopumpe am schleusbaren Verdampfer  $\text{H}_2$  abgepumpt wird.

#### $\text{CaF}_2$ -Verdampfer

$\text{CaF}_2$ -Granulat wird aus einem Tiegel verdampft, der Ratenmessung erfolgt über eine Quarzwaage: Dabei entsprechen 23 Hz einer TL auf dem Quarz.



**Abb. 2.13.:** Kegelförmiges Design des SPA-LEED's. Eingezeichnet ist ein Potentialverlauf mit Elektronenbahn.

## 2.4. SPA-LEED

Parallel zu der Biegebalkenmethode wird eine in-situ Methode zur Bestimmung der Oberflächenmorphologie (SPA-LEED) verwendet. Dieses Gerät erlaubt die hochauflösende Detektierung von am Kristall gebeugten niederenergetischen Elektronen [24, 25, 26, 27].

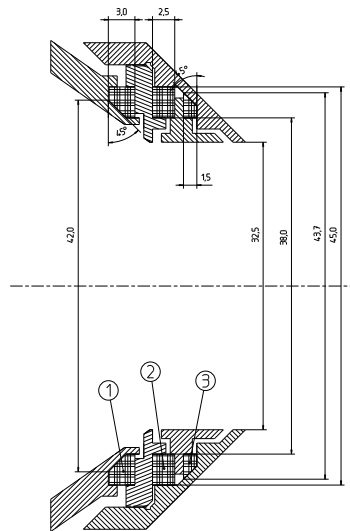
Das Gerät ist in Abb. 2.13 als Schnitt dargestellt. Es ist in einem 8 Zoll Rohr mit rückwärtigem Fenster eingebaut und wird außen von einer magnetischen Abschirmung (hochpermeables Metall) umgeben. Zentrisch im Leuchtschirm ist die „interne“ Elektronenkanone angebracht, unmittelbar daneben befindet sich der Channeltrondetektor. Der vordere Teil enthält die Oktopolablenkeinheit (siehe auch Abb. 3.1) und die Kristall/Eingangslinse.

Das Beugungsbild kann einerseits wie bei gewöhnlichem LEED auf dem Leuchtschirm betrachtet werden, oder aber mittels der elektrostatischen Ablenkeinheit (Oktopol) über eine Blende, hinter der das Channeltron sitzt, gerastert werden. Die Rasterung erfolgt in Folge der Variation des Einfallswinkels auf der Probe mittels der Ablenkeinheit.

Da es als wünschenswert erschien, auch während des Aufdampfens in „interner“-Geometrie arbeiten zu können, wurde ein halbfertiges Omicron – SPA-LEED der alten Bauform modifiziert.

### 2.4.1. Kegelförmiges SPA-LEED-Design

Die bisherige zylindrische Bauform des SPA-LEED-Gerätes verhindert den seitlichen Zugang zur Probe in „interner“ Geometrie.



**Abb. 2.14.:** Design der elektrostatischen Linse in kompakter Kegelform. Als leitendes Material wird Titan und zur Isolation Keramik (1,2,3) verwendet. Keramik (1) isoliert das Masse Element zwischen (1) und (2) gegenüber den Oktopolplatten auf der linken Seite. Das aktive Linsenelement befindet sich zwischen den Keramiken (2) und (3). Die Abschlußblende wird von dem äußerem Kegelmantel gebildet.

Um in „interner“ Geometrie Experimente durchführen zu können, wurde der vordere Teil des Oktopoles, der innen bereits partiell abgewinkelte Platten enthält, noch in einem etwas flacheren Winkel ausgeführt, so daß das abschirmende Gehäuse einen Kegel mit  $45^\circ$  Winkel beschreiben kann (Abb. 2.13). Weiterhin war es nötig eine kompakte, spitz zulaufende elektrostatische Kristall-Linse (Abb. 2.14) zu konstruieren.

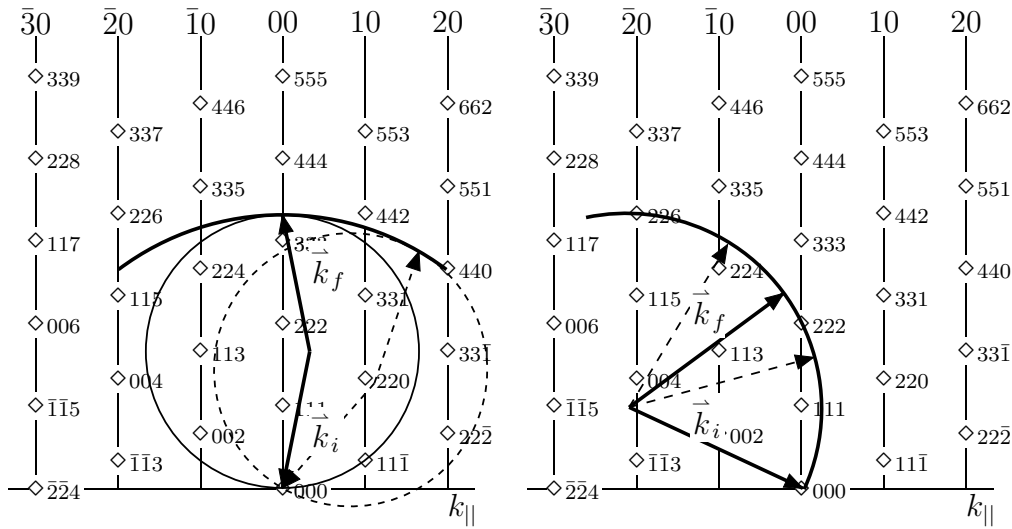
Da die elektrostatischen Verhältnisse nicht unverändert blieben, wurde eine umfassende Simulation zur Charakterisierung der zu erwartenden Eigenschaften durchgeführt [Kap. 3].

### interne/externe-Geometrie

Wie bei jedem SPA-LEED kann in zwei Probenpositionen gemessen werden: Die sogenannte „interne“ Geometrie verwendet die im SPA-LEED integrierte Elektronenkanone. So wird der (00)-Reflex auf nahezu senkrechten Einfallswinkel (halber Winkel zwischen Channeltron und Kanone) einjustiert – alternativ kann natürlich auch ein Reflex höherer Ordnung mechanisch ausgewählt werden.

Links in Abb. 2.15 ist die zugehörige Ewaldkonstruktion gezeigt. Beim abrastern des  $k$ -Raumes wird der Einfallswinkel  $\vec{k}_i$  variiert, dabei bleibt der Winkel zwischen ein- und ausfallendem Streuvektor konstant. Der Winkel Elektronenkanone – Probe – Channeltron beträgt bei dem verwendeten Gerät  $5^\circ$ .

Rechts in Abb. 2.15 ist die Ewaldkonstruktion zur „externen“-Geometrie gezeigt. Es wird eine sogenannte externe Elektronenkanone (Abb. 2.2) außerhalb des SPA-LEED's auf die Probe gerichtet, so daß der reflektierte Strahl, idealerweise zentrisch durch die Kristall-Linse, in das Channeltron trifft. Das Abtasten des  $k$ -Raumes erfolgt in diesem Fall mittels Variation des Winkels des ausfallenden Streuvektors  $\vec{k}_f$ .



**Abb. 2.15.:** Ewaldkonstruktion für die (111) Fläche eines fcc-Kristalls. Links: Für „interne SPA-LEED Geometrie“ bleibt der Winkel zwischen ein- und ausfallendem Streuvektor konstant. Rechts: Für „externe SPA-LEED Geometrie“ ist der einfallende Streuvektor fest.

### 2.4.2. Elektronenbeugung

Die Theorie zur Beugung langsamer Elektronen, der Auswertung und Analyse von Spot-Profilen mittels der kinematischen Näherung wurde bereits ausführlich in folgenden Werken diskutiert: E. Bauer [28], K.D. Gronwald [29], U. Scheithauer [24], A. Meier [30], B. Müller [31], A.A. Al-Falou [32], M. Horn-von Hoegen [26, 27]

Die Streuphase  $S$  ist von praktischem Interesse, sie gibt die Anzahl der Perioden einer Elektronenwelle (Wellenlänge  $\lambda$ ) an, die in eine atomare Lage (Lagenabstand  $d$ , Einfallswinkel  $\theta$ ) passen:

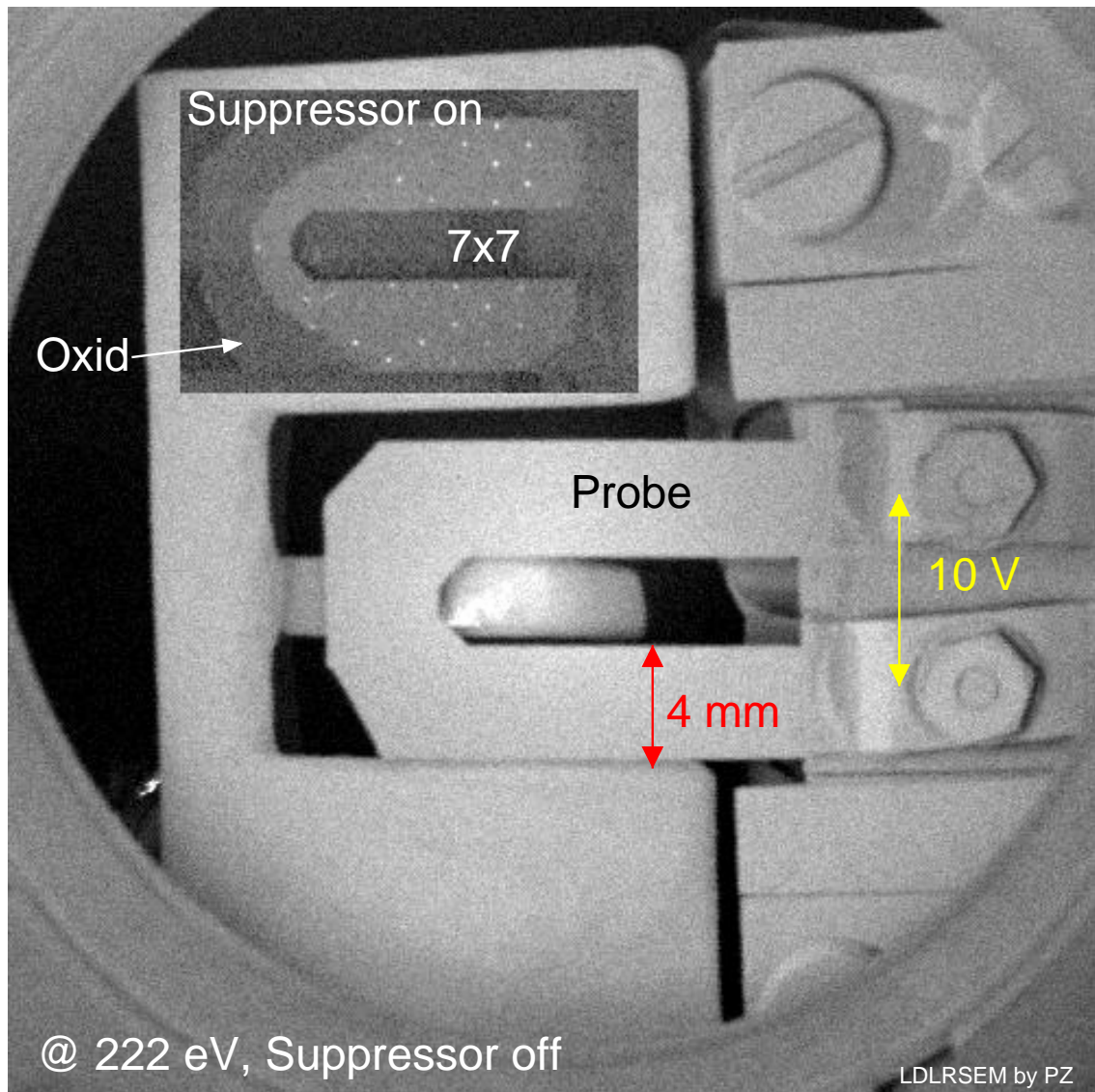
$$S = \frac{2d}{\lambda} \cos(\theta), \quad \lambda = \sqrt{\frac{h^2}{2m_e E}} \quad (2.5)$$

Zwischen der Elektronenenergie  $E$  und Streu-Phase  $S$  besteht also folgende Beziehung:

$$S = 2d(\text{\AA}) \cos(\theta) \sqrt{\frac{E(\text{eV})}{150.4}} \quad (2.6)$$

### 2.4.3. Realraumscan: LDLRSEM

Die SPA-LEED Elektronenoptik ist dafür ausgelegt zweidimensionale Bilder des reziproken Raumes abzurastern, d.h. im Idealfall auf einem Punkt der Probe den Elektronenstrahl in verschiedenen Winkeln auftreffen zu lassen. Dies wird über zwei hintereinander gelegte Oktopolanordnungen realisiert [Kap. 3].



**Abb. 2.16.:** Realraumscan mit SPA-LEED im LDLRSEM Modus aufgenommen; Energie: 222eV, Scanlänge: 70V. Die Kanonenfokussierung wurde geringfügig gegenüber der normalen Einstellung optimiert, so daß der Elektronenstrahldurchmesser auf der Probe möglichst klein wird, d.h. maximale Ortsauflösung erzielt wird. Die Kristall-Linse ist abgestellt. Der Suppressor wird ausgeschaltet, so daß auch inelastisch gestreute Elektronen detektiert werden (lineare Grauskala). Mit Suppressor kann ein pseudo-Beugungsbild auf der Probe sichtbar gemacht werden, wie in der Überlagerung links (logarithmische Grauskala) oben sichtbar: Trifft auf den Winkel zwischen scannendem Elektronenstrahl, Probentreffpunkt und Channeltron gerade eine Braggbedingung zu, so erscheint ein Beugungsreflex.

Für verschiedene Zwecke wäre es vorteilhaft die Probe und Umgebung auch mal im Realraum abzubilden, daß dies möglich ist, zeigt die nahezu photorealistische Darstellung in Abb. 2.16.

Mit Vertauschen der Vorzeichen von  $\pm U_x$  und  $\pm U_y$  eines Oktopoles wird auf einfache Weise erreicht, daß der Elektronenstrahl bei Anlegen einer rasternden Ablenkspannung  $U_{XY}$  über die Probe und die Umgebung scannt. Alternativ wird es auch genügen den vorderen Oktopol komplett auf Massepotential zu legen. Die elektrostatische Kristall-Linse wird zur optimalen Bildaufnahme abgestellt, da sonst am Rand der Linse Verzerrungen auftreten.

Damit nun auch Elektronen als bildgebend detektiert werden können, ist es notwendig, den Suppressor abzustellen, damit auch inelastisch gestreute Elektronen das Channeltron erreichen. Die Bildschärfe läßt sich noch optimieren, wenn der Fokussierungspunkt – der gewöhnlich auf das Channeltron optimiert ist – nun auf die Probe eingestellt wird. Da der Elektronenstrahl jedoch im Idealfall einen geringen Durchmesser (ca. 1 mm) hat, ergeben sich auch ohne Nachfokussierung bereits brauchbare Bilder.

Aus dem Profil des Kantenkontrasts in Abb. 2.16 kann die Größe des Fokus bzw. des streuenden Bereiches zu einem Durchmesser von  $< 0.3$  mm abgeschätzt werden. Die Kontrastmechanismen sind identisch mit denen von SEM, nur daß hier die Elektronenenergie geringer ist. Daher auch die Bezeichnung:

#### **Long Distance Low Resolution SEM**

Dies ist z.B. an dem Schattenwurf des Schraubenkopfes rechts oben im Bild zu sehen (Abb. 2.16). Ebenfalls werden Potentialunterschiede an verschiedenen Helligkeitsstufen erkennbar, wie z.B. an den beiden Muttern auf den Probenhalteklammern rechts im Bild zu erkennen ist (10 V Spannungsdifferenz).

Mit Variation der Suppressorspannung kann der Materialkontrast beeinflusst werden. Einschalten des Suppressors bewirkt, daß ein „pseudo“-Beugungsbild sichtbar wird: Es können Beugungsreflexe auf der Probe sichtbar gemacht werden, wie in der Überlagerung links oben im Bild sichtbar: Trifft auf den Winkel zwischen scannendem Elektronenstrahl, Probentreffpunkt und Channeltron gerade eine Braggbedingung zu, so erscheint ein Beugungsreflex.

#### **Nutzen von LDLRSEM**

- Justage des Meßfleckens auf Probenmitte: Die Tatsache, daß die Meßposition im  $k$ -Raum bei Ablenkspannung Null identisch ist mit dem Elektronenstrahl-treffpunkt bei Null-Volt Ablenkung im LDLRSEM Mode, erlaubt auf einfache Weise, die Probe zu justieren. Bei einem laufenden 2D-Scan Movie mit ca. 1...2 Hz wird die Probe verschoben, bis die gewünschte Position erreicht ist. Hierbei ist es zweckmäßig, die Kristall-Linse nicht abzustellen, damit ein eventueller Einfluß auf den Offset mit berücksichtigt wird.



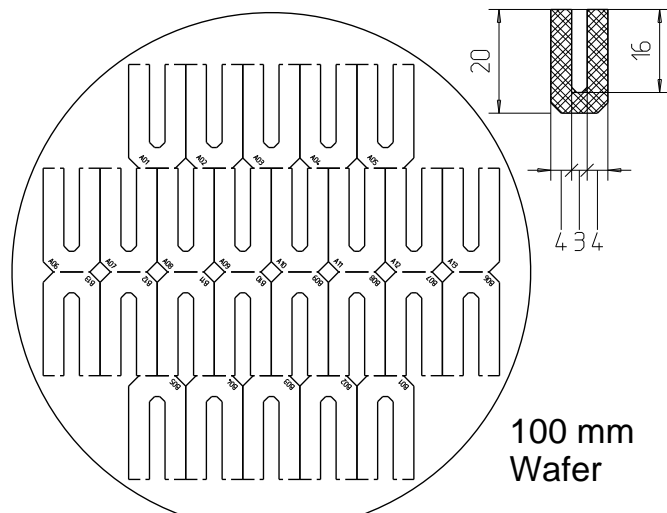
- Es kann ein Materialkontrast zwischen Si und SiO<sub>2</sub> erzielt werden. Z.B. sind an dem U die dunklen Ecken noch oxidiert.
- Fehlersuche: Bei genügend großen Ablenkspannungen (220 eV, 150 V) scannt der Elektronenstrahl im Gerät selbst, und es werden die Ablenkplatten sichtbar. Gibt es Aufladungen oder andere störende Einflüsse, so wird dies deutlich sichtbar.
- Auch Aufladungen am Probenhalter, etc. können auf diese Weise gefunden werden.

## 2.5. Herstellung und Präparation der Proben

Für die Biegebalkenmethode werden dünne U-förmige Proben benötigt. Da die Herstellung der Proben sich als aufwändigster Teil einer Messung herausgestellt hat, wird diesem Problem der folgenden Abschnitt gewidmet.

### 2.5.1. Herstellung der U-Proben

Die übliche Methode Siliziumproben mit einem Glasschneider auszuschneiden (anritzen und brechen), ist leider nicht geeignet um U's aus Silizium herzustellen. Daher sind schneidende Methoden zu verwenden.



**Abb. 2.17.:** Links ist die verwendete Laser-Scannervorlage zur Zerteilung eines  $\text{Ø} = 100\text{mm}$  Wafers in U-Proben gezeigt. Rechts oben: Maße eines U's

### Femtosekunden Laserablationsschneiden

Die U-förmigen Proben aus 100  $\mu\text{m}$  starkem Silizium (111) wurden aus einem beidseitig poliertem 100mm Wafer am LZH-Hannover [33, 34, 35, 36, 37] ausgeschnitten.



Abb. 2.17 zeigt die Schnittvorlage, nach der ein Laserscanner die kurzen Pulse eines frequenzverdoppelten Titan Saphir Lasers<sup>4</sup> über die Probe scannt bis die U's per Ablation freigelegt sind. Die Prozedur dauert etwa eine Stunde für einen 100  $\mu\text{m}$  Wafer, aus dem bis zu 26 U's gewonnen werden können.

Es treten dabei verschiedene Probleme auf: Der Schnitt erfolgt zwar ohne das Silizium anzuschmelzen, da die Ablation nur lokal Material „absprengt“, jedoch erfolgt ein mittlerer Energieeintrag, der zur leichten Erwärmung des Wafers im Halter führt. Das hat aufgrund der thermischen Ausdehnung des Wafers zur Folge, daß der extrem feine Laserfokus nicht mehr an den exakt selben Stellen schneidet und damit der Schnittvorgang zusätzlich verlängert wird. Die Präzision der Schnitte ist trotz allem mehr als ausreichend (Genauigkeit im 1  $\mu\text{m}$ -Bereich).

Außerdem wurden einige U's nicht komplett herausgetrennt, was später mehr Probleme bereitete als vermutet, da ein Herausbrechen der im U verbliebenen Stege nicht ohne Bruchgefahr möglich war.

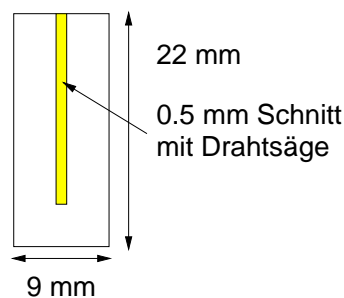
Es wurden auch Versuche mit 50  $\mu\text{m}$  Wafern durchgeführt, jedoch hat die Erwärmung der Wafer zur Verspannung der Wafer im Halter und damit zu erheblichem Bruch geführt, einige U's konnten jedoch gerettet werden. Tests mit diesen Proben haben ergeben, daß die 50  $\mu\text{m}$  Proben bereits so empfindlich auf (Oberflächen-)Spannungen typischer Größe reagieren (um den Faktor 4 empfindlicher), so daß der verfügbare Meßbereich des verwendeten SSIOD Detektors dafür sehr klein ist.

Der beim Schneiden entstehende Silizium Staub haftet fest auf der Probenoberfläche und mußte später mit einer aufwändigen chemischen Reinigung entfernt werden.

## Sägen

Für 200  $\mu\text{m}$  Wafer wurde eine alternative Methode angewendet, da das Ablationslaserschneiden zu lange dauern würde und damit verhältnismäßig zu aufwändig und teuer wäre. Diese Methode ist jedoch ebenfalls für 100  $\mu\text{m}$  Wafer geeignet.

Als erstes wird als Oberflächenschutz ein Fotolack auf beide Seiten des beidseitig polierte Wafers aufgesponnen. Anschließend wird der Wafer auf einer Adhäsionsfolie angebracht und mit einer CNC-Wafersäge<sup>5</sup> in gleichartige Rechtecke der Größe 22  $\times$  9 mm<sup>2</sup> zerteilt. Die verwendete CNC-Wafersäge (Kreissäge) kann nur gerade und durchgehende Schnitte ausführen, so daß die Schlitzte nicht damit ausgeführt werden können.



**Abb. 2.18.:** Neues Design der U-Form zur Verwendung mit der „Sägemethode“.

<sup>4</sup>Laserparameter: 2 mJ Puls Energie, 150 fs Pulslänge, 1 kHz Repitionsrate, 780 nm Wellenlänge

<sup>5</sup>Es stand die CNC Wafersäge des LFI zur Verfügung.

Die fertigen Rechtecke werden für die weitere Bearbeitung von der Adhäsionsfolie abgenommen. Ein Stapel aus bis zu 10 Silizium Rechtecken wird in einem speziellen Halter fixiert und mit einer Drahtsäge gemeinsam geschlitzt, so daß U's wie in Abb. 2.18 entstehen. Der Andruck des Sägedrahtes ist so einzustellen, daß ein sauberer und gerader Schnitt erfolgt (sehr geringer Andruck). Die Schnittbreite wird von dem Drahtdurchmesser bestimmt (0.2 . . . 0.5 mm).

Der Photolack ist in Aceton löslich und kann in mehrfachen Acetonspülvorgängen entfernen werden.

### 2.5.2. Probengeometrie

Die letzt genannte Geometrie, in der das U aus einer Platte mit dünnen Schlitz hergestellt wird, hat folgende Vorzüge:

- einfach und günstig herzustellen
- günstiges thermisches Verhalten:  
Der idealerweise infinitesimal schmale Schlitz hat zur Folge, daß fast die gesamte Breite des U's aufliegen kann.

Unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten von Silizium und Saphir erzwingen für ein mechanisch spannungsfreies U während der Temperaturänderung eine geringe Verschiebung der Schenkel auf der Saphirauflage gegeneinander, denn der Ausdehnungsunterschied auf der Breite der Lücke muß kompensiert werden. Da die Schenkel jedoch auf der Unterlage fixiert sind, kann dieser Ausgleich nicht geschehen.

Die neue U-Form mit minimaler Schlitzbreite ist daher ideal. Damit ist die Gefahr einer unbeabsichtigten Verformung des U's beim Flashen minimiert.

- lange Schenkel:  
Großer Bereich der freien, zweidimensionalen Krümmung. Siehe [Kap. A.1] .

### 2.5.3. Reinigung der Proben

Die bei dem Schneiden entstandenen Verunreinigungen mit Metallen, z.B. vom Sägeblatt oder der Halterung, werden mit chemischen Reinigungszyklen entfernt [38]. Abschließend ist wieder ein dünnes Schutzoxid zu erzeugen, damit die Probenoberfläche beim Handling an Luft und beim Ausgasen geschützt ist. Dabei ist darauf zu achten, daß das Oxid nicht zu dick wird, so daß es mit kurzem „Flashen“ entfernbar bleibt.

Zur chemischen Reinigung werden folgende Bäder hochreiner Chemiekalien (PA) verwendet:

**HF:** Flußsäure (40 %) im Teflonbecher

**SC1:** 1 Teil Ammoniumfluorid (40 %),  
1 Teil Wasserstoffperoxid (35 %),  
3 Teile Reinstwasser in ein Becherglas füllen und im Wasserbad auf ca.  
80 °C temperieren.

**Spülung:** Reinstwasser (Verunreinigungen < 1 ppb)

Alle verwendeten Gefäße (Teflon für HF!) werden zuvor mit SC1 ausgekocht. Die Abfolge des Reinigungsvorgangs ist wie folgt, es werden für jeden Schritt neue Bäder verwendet.

1. ggf. Photolack mit Aceton entfernen, Propanol/Methanol Spülung
2. 20 s HF-Dip in **HF**
3. spülen in Reinstwasser
4. 15 min. kochen in **SC1**
5. spülen in Reinstwasser
6. wiederholen der Schritte 2 ... 5
7. 20 s HF-Dip in **HF**
8. spülen in Reinstwasser
9. 2 min. kochen in **SC1** zum Erzeugen eines dünnen Schutzoxids
10. spülen in Reinstwasser
11. trocknen, idealerweise mit sauberem Gas abblasen

### **Probeneinbau**

Der Einbau des U's in den Halter ist mit besonderer Sorgfalt vorzunehmen, damit die Probe auch in unverspanntem Zustand fixiert wird.

Dazu werden in einem letzten Reinigungsprozeß beide Seiten des U's mit einem in Propanol getränkten Kimwipe abgezogen (beide Seiten, zweimal!). Mit einer PE-Pinzette wird das U unter die Halteklemmen geschoben und ausgerichtet. Zur Fixierung sind beide Klemmen leicht zu spannen, gerade eben so, daß das U nicht herausfällt. Abschließend beide Klemmen abwechselnd leicht anheben, damit sichergestellt wird, daß die Schenkel unverspannt aufliegen.

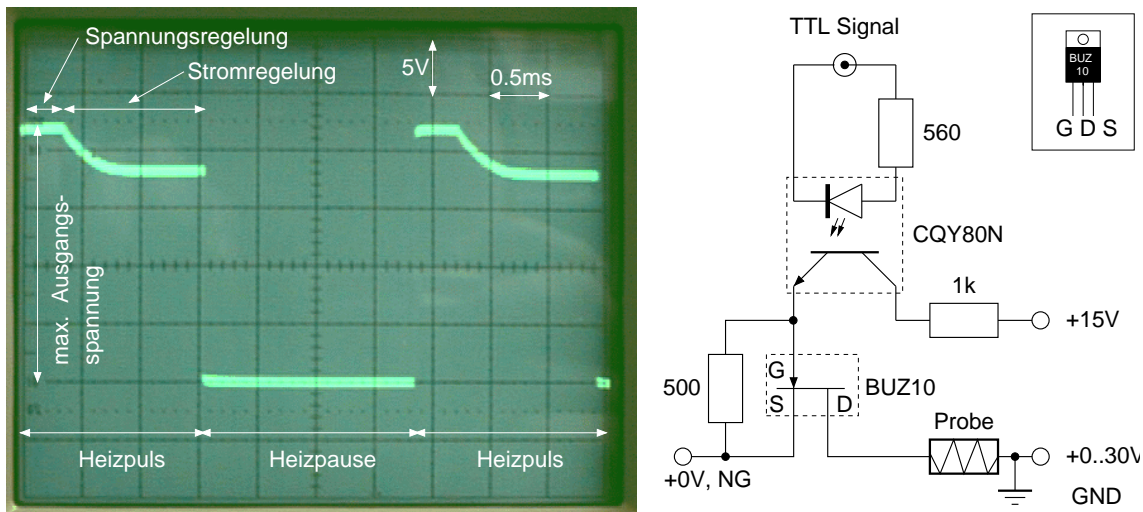
Probenhalter einschleusen und die Probe bei 900 K für mindestens 12 Stunden ausgasen, im Dunkeln ist die tief rote Strahlung der Probe gut sichtbar.

### 2.5.4. Flashzyklus

Das Flashen, d.h. die Entfernung der natürlichen Oxidschicht einer Siliziumprobe, erfolgt mittels kurzzeitigem Erwärmen der Probe auf ca. 1200 °C mit Stromdurchgangsheizung. Der Flash-Prozeß für Si(111) -Proben wird idealerweise in vier Phasen durchgeführt und ggf. wiederholt:

1. Temperieren der Probe auf ca. 600...700 °C für mindestens 10 s (Farbe: Tiefrot).
2. Zügiges Flashen, idealer Weise bis 1200 °C in ca. 1...5 s mit unmittelbar folgender Abkühlung auf 800 °C (Farbe: Orange).  
Bei der U-Geometrie wird der Umkehrpunkt am U-Fuß in der Biegung am wärmsten, ein Anschmelzen in diesem Bereich ist zu vermeiden. Ist auf den U-Schenkeln im LDLRSEM-Mode noch Oxid sichtbar, so ist der Flashvorgang zu wiederholen! An den äußeren Ecken des U's läßt sich eine vollständige Oxidentfernung nicht erzielen, dies stellt jedoch kein Problem dar, da dort nicht gemessen wird.
3. Tempern bei ca. 825 °C (Phasenübergang (1 × 1), (7 × 7)):  
Präparation einer (7 × 7).
4. Abkühlen, bzw. Versuchsbedingungen herstellen.

Weitere Details zum thermischen Verhalten der Proben und Flashzyklus können in der Diplomarbeit von *P. Kury* [39] nachgelesen werden.



**Abb. 2.19.:** links: Zeitlicher Verlauf der Probenspannung während eines Pulsheizungszyklus. rechts: Schaltplan der Pulsheizung, ein TTL-Signal (IO-Leitung der DSP-Meßkarte) schaltet über einen Optokoppler mit nachgeschaltetem FET die Probe in der Heizpause spannungsfrei. Die Heizspannung resultiert aus der Sollstromregelung des Labornetzgerätes.

## 2.6. Proben (Puls-)Heizung

Die U-Probenform ermöglicht die Temperierung der stark dotierten Siliziumproben ( $20 \text{ m}\Omega\text{cm}$ ) mittels Stromdurchgang, beginnend bei Raumtemperatur bis zum Schmelzpunkt des Siliziums.

Bei Verwendung eines konstanten Heizstromes ergibt sich der Nachteil, daß an der Probe ständig ein Spannungsgradient zwischen den Klemmpunkten anliegt, denn für die Beugung langsamer Elektronen ist dieses Potential eine Störung, die zur Ablenkung und Verschlechterung der Fokusform führt.

Um die Probe während der Meßphase spannungsfrei, d.h. auf Potential Null zu legen, wird ein Pulsheizbetrieb verwendet. Dazu werden ein elektronischer Schalter (Abb. 2.19) und ein Labornetzgerät mit schneller Stromregelung verwendet. Denn beim Einschalten des FET's muß das Netzgerät die eingestellte Maximalspannung innerhalb  $< 0.5 \text{ ms}$  soweit herunterregeln können, daß der eingestellte Sollstrom erreicht wird. Ein typischer Spannungsverlauf ist in Abb. 2.19 gezeigt. Bei einer SPA-LEED-Messung werden dann nur in den Heizpausen Pulse vom Channeltron gezählt, d.h. die Gatezeit wird gegebenenfalls über mehrere Heizzyklen aufgeteilt. Auf diese Weise kann die Proben temperatur ohne Einfluß auf die Elektronenoptik verändert werden.

### 2.6.1. Schaltgeschwindigkeit

Um den optimalen Abstand zwischen zwei Pulsen zu ermitteln, muß die Geschwindigkeit, mit der die Probe abkühlt, abgeschätzt werden. Die Änderung der in der Probe vorhandenen Wärmeenergie wird im wesentlichen von der Wärmeabstrahlung bestimmt, da wegen des Vakuums keine Konvektion möglich ist und der Wärmeleitwiderstand der dünnen Si-Probe so hoch ist, daß auch ihre Ankopplung an den Probenhalter, in genügend großem Abstand ( $> 4$  mm) von der Klemmung, wegen der sehr dünnen Probe zu vernachlässigen ist. Die thermische Energieabstrahlung beschreibt das Stefan-Boltzmann-Gesetz:

$$\frac{dW}{dt} = 2\epsilon\sigma AT^4$$

Die Wärmekapazität der Probe ist:

$$\frac{dW}{dT} = cV\rho = cAd\rho$$

Durch Auflösen nach  $dW$  und Gleichsetzen beider Formeln ergibt sich die für die zeitliche Änderung der Temperatur der Si-Probe:

$$\frac{dT}{dt} = \frac{2\epsilon\sigma T^4}{dc\rho} \quad (2.7)$$

Mit der spezifischen Wärmekapazität  $c = 710 \text{ J/kg K}$  und dem spezifischen Gewicht  $\rho = 2.33 \text{ g/cm}^3$  von Silizium, sowie der Probendicke  $d = 0.1 \text{ mm}$ , einer Emissivität von  $\epsilon = 0.75$  und der Stefan-Boltzmann-Konstanten (siehe z.B. bei *Tipler*, [40])

$$\sigma = \frac{\pi^2}{60} \frac{k_B^4}{\hbar^3 c^2} = 5.67051 \cdot 10^{-8} \frac{\text{W}}{\text{m}^2 \text{K}^4}$$

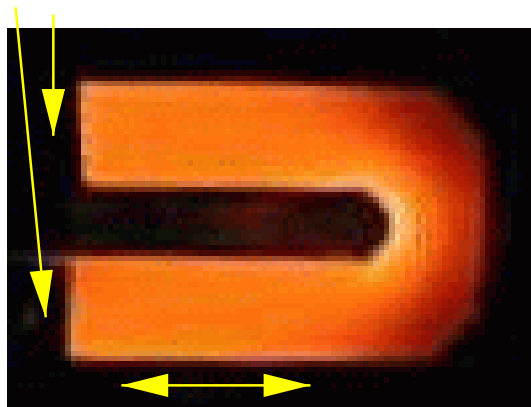
ergibt sich dann:

$$\left( \frac{dT}{dt} \right)_{1100 \text{ K}} = 700 \frac{\text{K}}{\text{s}} \quad (2.8)$$

Somit ist es notwendig, mit Zeitintervallen im ms-Bereich zu arbeiten, um die Temperatur der Probe innerhalb eines Intervalls von  $1 \dots 2 \text{ K}$  zu halten.

Für alle Messungen wurde ein Zeitintervall von ca.  $1.5 \text{ ms}$  verwendet, wobei die Periodenlänge und das Tastverhältnis zwischen Heizzeit und Meßzeit etwas optimiert wurde, so daß keine Obertöne / Proberesonanzen angeregt werden. Denn bei bestimmten Frequenzen konnte eine merkliche Anregung der Probe zum Schwingen im kHz-Bereich beobachtet werden.

Klemmpunkte



Meßbereich

**Abb. 2.20.:** Digital-Photo der auf  $\approx 900\text{ °C}$  geheizten U-Probe. Auf den Schenkeln liegt eine homogene Temperaturverteilung vor, während die im Bogen erhöhte Stromdichte zu kühleren „Ecken“ führt.

### 2.6.2. Temperaturmessung

Das mit direktem Stromdurchgang geheizte U hat eine in Abb. 2.20 gezeigte Temperaturverteilung. Dabei ist die lokale Temperatur im wesentlichen von der Stromdichte bestimmt: Auf den Schenkeln stellt sich eine homogene Stromverteilung ein, während im Umkehrpunkt (rechte Seite des U's im Bild) ein deutliche Inhomogenität auftritt. Der Strompfad führt entlang der kürzesten Strecke scharf um den Bogen herum und erzeugt dort eine lokal erhöhte Stromdichte, mit der Folge, daß sich dort die höchste Temperatur einstellt und die „Ecken“ relativ kühl bleiben. Entscheidend ist, daß im Bereich des Experiments und der Krümmungsmessung eine homogene Temperatur vorliegt.

Die Messung der Proben temperatur wurde mit einem Infrarotpyrometer<sup>6</sup> mit Emissivitätskorrektur vorgenommen. Zusätzlich wurde eine Temperatur – Leistungskalibrierung zur einfachen und exakten Reproduzierung der Proben temperatur vorgenommen [41, 39].

<sup>6</sup>Typ: Impac IGA-10





## 3. Elektrostatische SPA-LEED Simulation

Eine elektrostatische Charakterisierung der Abbildungs- und Ablenkungseigenschaften des SPA-LEED's wird hier vorgestellt. Für die praktische Verwendung des SPA-LEED Gerätes sind insbesondere die Eigenschaften der elektrostatischen Kristall-Linse und das Verhalten der Meßposition auf der Probe beim Scannen und bei Variation des Probenabstandes von Interesse.

Dazu wurde eine elektrostatische Simulation des Gerätes für typische Einstellungen durchgeführt: Es wurde die Abhängigkeit der Meßposition auf der Probe von dem Ablenkwert (der normierte Wert  $U/E$ , Spannung / Elektronenenergie), in Abhängigkeit von dem Meßabstand untersucht. Zusätzlich wurde der Einfluß des Faktors zwischen den Spannungen des vorderen und hinteren Oktopoles analysiert [42].

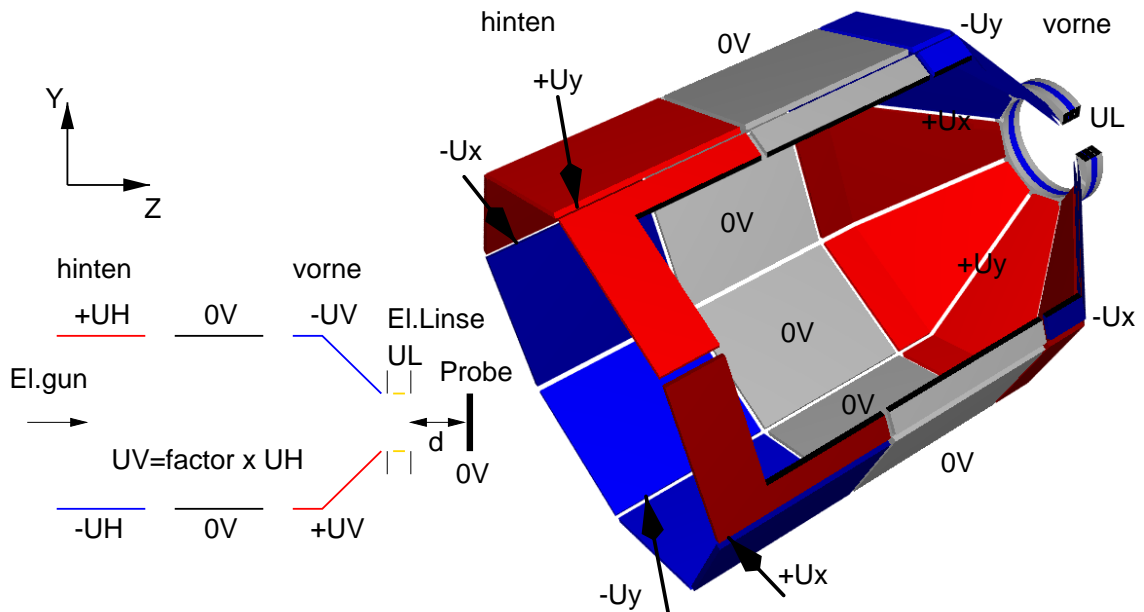
### 3.1. Elektrostatisches System

Links in Abb. 3.1 ist ein Schnitt durch das simulierte System gezeigt. Rechts ist das reale Ablenssystem des SPA-LEED's dargestellt: Drei hintereinander gelegte Oktopolplattenanordnungen (hinten, mitte und vorne) werden mit den Ablenkspannungen versorgt, so daß die gegenüberliegenden Platten eines Oktopoles jeweils das entgegengesetzte Vorzeichen tragen und an den dazwischenliegenden je die mittlere Spannung der benachbarten Platten anliegt. Der hintere (der Probe abgewandte) Oktopol wird mit den Spannungen  $U_x$  und  $U_y$  versorgt. Der mittlere liegt komplett auf Nullpotential und der vordere wiederum auf  $\text{factor}/100 \times U_y$  und  $\text{factor}/100 \times U_x$ , wobei die Polaritäten um  $180^\circ$  gegenüber dem hinteren verdreht sind.

Zusätzlich wird noch eine elektrostatische Linse (UL) mit simuliert, die zur Optimierung der Fokussierung des Elektronenstrahls verwendet werden kann und damit die Profilauflösung verbessert.

Das Koordinatensystem sei für die folgenden Betrachtungen so festgelegt, daß die mechanische Symmetrieachse des SPA-LEED's mit Z bezeichnet wird, wie in Abb. 3.1 angegeben.

Die Simulation betrachtet nun – aus Symmetriegründen ausreichend – nur die ZY-Ebene dieser Anordnung.



**Abb. 3.1.:** links: Skizze der simulierten zweidimensionalen Anordnung, rechts: 3D Geometrie der Oktopolablenkeinheit.

## 3.2. Elektrostatik: Laplace und Minimierung

Zur Potentialberechnung wurde die Methode der *sukzessiven Überrelaxation* (SOR) verwendet. Die Potentialgleichung

$$\Delta\Phi = 0 \quad (3.1)$$

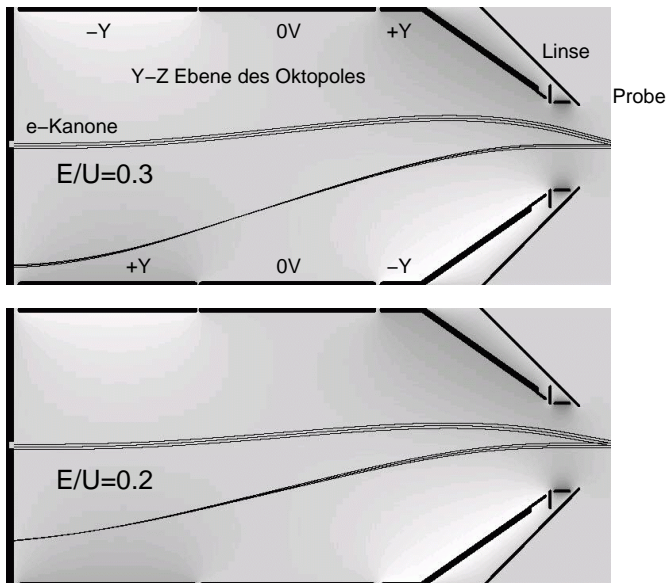
im Vakuum mit festen Randbedingungen (Plattenpotentiale) wird durch eine Differenzengleichung auf einem äquidistanten zweidimensionalen Gitter ersetzt. Ihre Lösung wird durch iterierte punktweise Minimierung der Differenzen (*Residuum*) angenähert [43].

Für die weiteren Untersuchungen wurde ein Satz von Potentialen für Faktoren im Bereich von 100 %...180 % in der ZY-Ebene berechnet, wobei Z die Instrumentenachse und Probennormale ist. Eine rein zweidimensionale Rechnung ist unter der Annahme, daß bei X-Spannung Null, die X-Abhängigkeit des Potentials in der YZ-Ebene verschwindet, ausreichend.

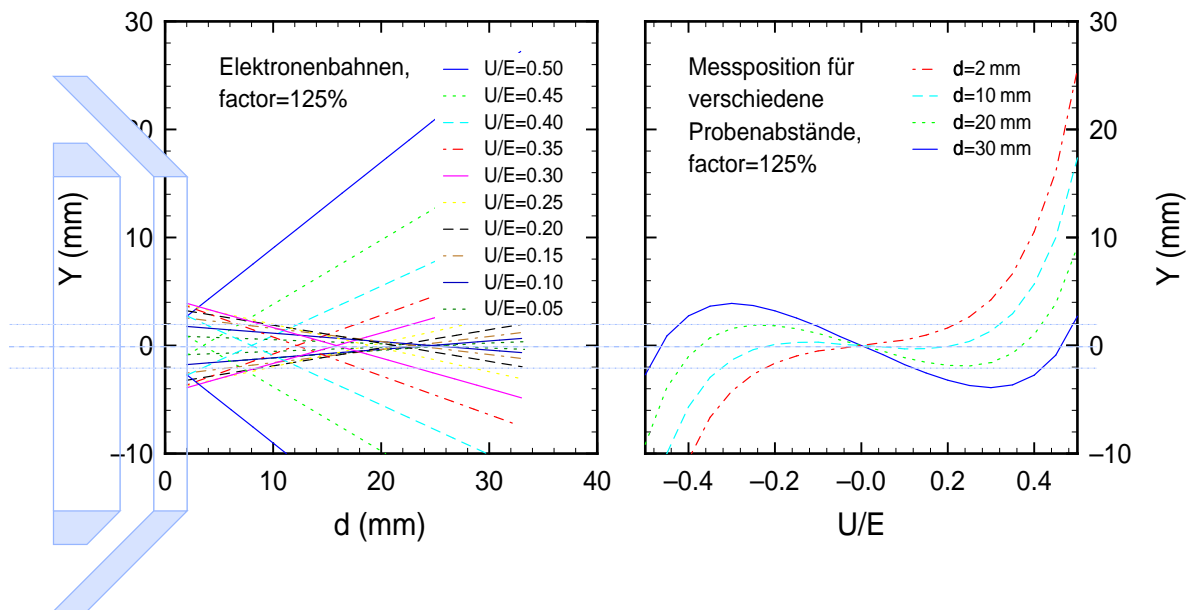
## 3.3. Elektronenoptik: Oktopol, Linse

### 3.3.1. Elektronenbahnsimulation

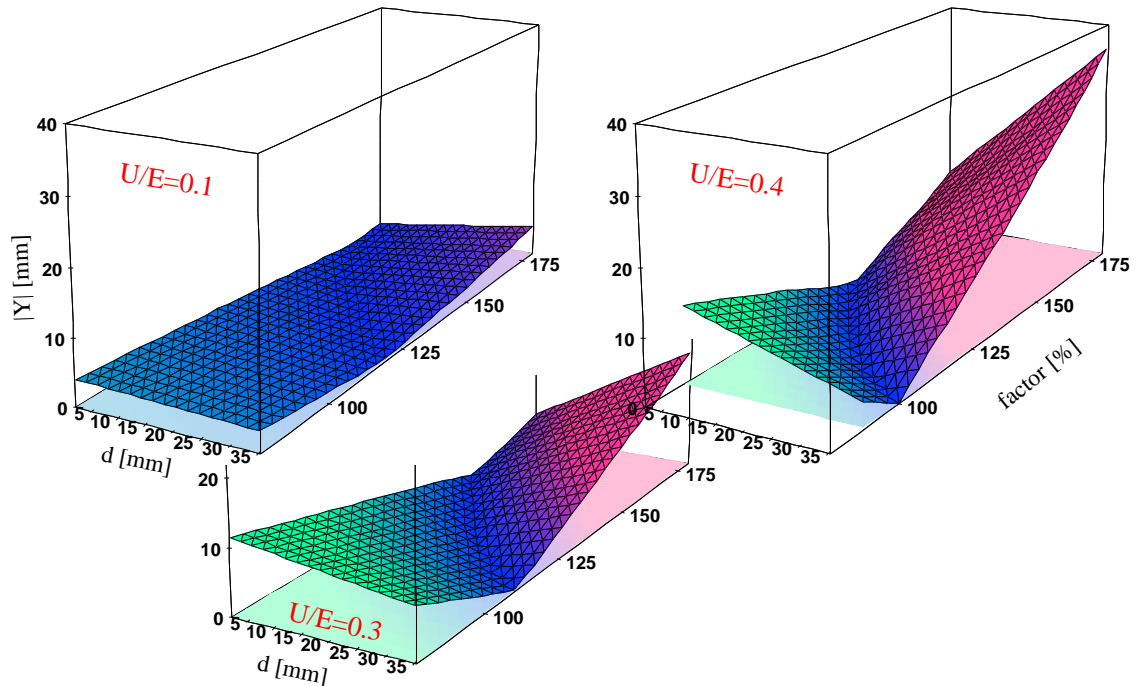
Es wurden in den berechneten Potentialen Elektronenflugbahnen mittels numerischer Lösung der Bewegungsgleichung für ein Elektron bestimmt. Zur numeri-



**Abb. 3.2.:** Gezeigt ist das Potential im Oktopol mit Linse als Grauskala. Für zwei Werte von  $U/E$  sind Flugbahnen, beginnend bei der Elektronenkanone links im Bild bis zur Probe, von dort erneut startend (senkrecht zur Probe) zurück durch die Linse in den Oktopol, gezeigt.



**Abb. 3.3.:** links: Flugbahnen für verschiedene Ablenkungen, rechts: Variation der Meßposition mit  $U/E$  bei Faktor 125 %.

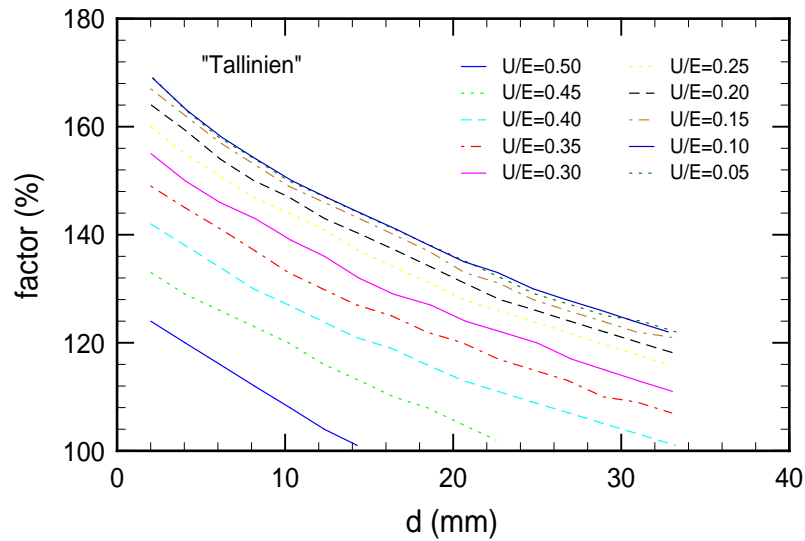


**Abb. 3.4.:** Visualisierung der Entfernung der Flugbahn von der Geräteachse ( $Y$ ) als Funktion des Abstands  $d$  von der Geräteöffnung und dem eingestellten Spannungsverhältnis (Faktor) für drei verschiedene Ablenkstärken ( $U/E$ ). Der Verlauf des Tals (Abstand Null) markiert je optimale Parametersätze.

schen Integration der Differentialgleichung auf dem diskreten Gitter des berechneten Potentials wurde ein Schrittweites gesteuertes Runge-Kutta Verfahren verwendet. Abb. 3.2 zeigt einige Flugbahnen. Es wurden drei gering parallel versetzte Elektronen links im Bild gestartet. Diese treffen dann auf die Probe, die Trefferkoordinaten werden zu späteren Auswertung vermerkt. Von dort werden erneut drei gering parallel versetzte Elektronenstrahlen, senkrecht zur Probe, in entgegengesetzte Richtung gestartet. Aus dem Abstand der Treffer auf dem Schirm (links) wurden die Fokuseigenschaften bestimmt[Kap. 3.4.1].

In Abb. 3.3 sind in (a) für einen typische Faktor von 125 % die Flugbahnen für  $U/E$ -Werte im Bereich von 0 ... 0.5 am Austritt der elektrostatischen Linse gezeigt. Abb. 3.3 (b) zeigt die  $Y$ -Position auf der Probe für verschiedene Meßabstände. Bei einem Abstand von 20 mm bleibt die Position im Bereich zwischen  $|U/E| < 0.3$  konstant. Wird die Probe in nur 10 mm Abstand gebracht, so bleibt die Meßfleckverschiebung in einem Bereich mit einem Radius  $< 2$  mm für  $|U/E| < 0.4$ .

In Abb. 3.4 sind nach links (Abstand  $d$  vom Gerät) Schaaren von Flugbahnabständen ( $Y$ ) von der  $Z$ -Achse gezeichnet, wobei nach hinten der Faktor als Parameter aufgetragen ist. Die drei Grafiken sind je für den angegebenen Ablenkwert  $U/E$  berechnet. Abb. 3.5 zeigt nur die „Tal-Linien“, also den idealen Faktor für einen bestimm-



**Abb. 3.5.:** Ideale Werte für den Faktor als Funktion des Probenabstandes für verschiedene Scangrößen bzw. Ablenkungen. Die Grafik ergibt sich aus der Lage der Tal-Linien in Abb. 3.4.

ten Probenabstand und eine gewählte Ablenkung, der sich aus Darstellungen wie Abb. 3.4 ergibt. Die Abbildung zeigt jedoch nur die Lage der Null-Linie, jedoch nicht, wie groß der Fehler bei geringfügiger Abweichung vom „Idealfaktors“ ausfällt. Für kleine „Ablenkwerte“ sind die Fehler bei gleicher Abweichungen von ideal-Faktor deutlich geringer als bei großer Ablenkung, so kann als Richtwert für den richtigen Faktor einfach der zu dem maximal gewünschten Ablenkwert und Probenabstand zugeordnete Faktor verwendet werden.

## 3.4. Optimierung

Das ideale SPA-LEED hat einen großen Spielraum für den Probenabstand und eine nicht veränderliche Meßposition beim Scannen, einen immer idealen Fokus und keine Verzerrungen im Beugungsbild. Dies bleibt jedoch ein Wunschgerät.

Bezüglich der Verzerrungen kann mit den verfügbaren Parametern nichts optimiert werden, dazu müßte die Geometrie verändert, bzw. im wesentlichen das Gerät mit größerem Durchmesser gebaut werden. Die Nichtlinearitäten treten insbesondere auf, wenn die Elektronen in den Randbereich der Linse gelangen.

### 3.4.1. Linseneinstellung

Die Auswertung der Flugbahnen hat ergeben, daß die Linsenspannung idealerweise 50 % der Elektronenbeschleunigungsspannung beträgt. Dieser Wert wurde für einen

typischen Parametersatz (Probenabstand: 20 mm, Scanbereich:  $U/E = 0.35$ , Faktor: 125 %) bestimmt, ist jedoch nur schwach abhängig von diesen.

#### 3.4.2. Idealer Probenabstand/Faktor?

Beschränken wir uns zunächst auf den Probenabstand und die Meßpositionsvariation. Dann ergibt sich aus Darstellung in Abb. 3.5 für eine geringste Variation der Meßposition bei großem Scanbereich (typ.  $U/E = 0.4$ ), daß die Probe idealerweise direkt vor dem Gerät ( $d = 0$  mm) steht und der Faktor auf ca. 140 % eingestellt wird.

Ist der Probenabstand fest vorgegeben, so kann nicht mehr getan werden, als den Faktor auf den zugehörigen Wert nach Abb. 3.5 einzustellen. So ergibt sich für einen mittleren Probenabstand von 20 mm in Kombination mit einem großen Scanbereich von  $U/E = 0.35$  ein Wert für den Faktor von 125 %.

#### 3.4.3. Schlußfolgerung – Wohin mit der Probe?

Zusammenfassend sind die in den beiden Abbildungen (Abb. 3.3, Abb. 3.5) dargestellten typischen Verhaltensweisen herauszustellen:

Es ist wichtig, das rechts in Abb. 3.3 gezeigte Verhalten zu kennen, denn wenn die Probe nicht zu klein ist und eine geringe Meßfleckvariation akzeptabel ist, kann für einen kleinen Meßabstand ein sehr großer Meßbereich verwendet werden. Andererseits kann durchaus mit einem großen Probenabstand gearbeitet werden, wenn ein kleiner Scanbereich während des Experiments genügt, um z.B. die Intensität eines Reflexes zu verfolgen (Oszillationsmessung während der Epitaxie).

Weiterhin ist herauszustellen, daß für bestimmte Anwendungen/Probenabstände die Spannungsverhältnisse am Oktopol (Faktor) nach Abb. 3.5 optimiert werden können.

*Hinweis: Die Veränderung des hier diskutierten „Faktors“ kann nur per Eingriff in den Ablenkverstärker geschehen. Bei dem alten Leybold Gerät existieren dazu vier Spindeltrimmer, mit denen das Verhältnis der vorderen zu den hinteren  $\pm X$  und  $\pm Y$  Spannungspaaren separat justiert werden kann.*

*Eine externe Ansteuerung ist nicht vorgesehen.*

## 4. Antimon auf Si(111)

Metallisches Antimon (Sb, lat. stibium)<sup>1</sup> ist glänzend silberweiß, spröde und an Luft beständig. Antimon schmilzt bei 631 °C und siedet bei 1380 °C [44, 45]. Im Verdampfer wird Antimon jedoch bereits unterhalb des Schmelzpunktes mittels Sublimation abgedampft.

Das relativ große Antimon kann als Dotierungsmaterial für Germaniumkristalle verwendet werden, es vermindert die Bildungsenergie von Kantenversetzungen, wenn es am Versetzungskern eingebaut ist (siehe *Nabarro* [19]).

Auf Silizium liegt Antimon je nach Bedeckung und „Vorgeschichte“ in verschiedenen Überstrukturen vor und erzeugt damit verschiedene Oberflächenspannungen.

Antimon wirkt bei der Heteroepitaxie von Germanium auf Silizium als Surfactant, sättigt freie Bindungen der Oberflächenatome und vergrößert die Beweglichkeit der Germaniumatome auf der Oberfläche. Damit wird ein perfektes Wachstum von Germanium auf Silizium ermöglicht, siehe [Kap. 6].

### 4.1. Überstrukturen bei verschiedenen Sb Bedeckungen

Antimon bildet auf der Si(111) Fläche bedeckungsabhängig verschiedene Überstrukturen aus, die bereits von *Elswijk et al.* [47], *Andrieu* [46] und *Park et al.* [48, 49, 50, 51] untersucht wurden.

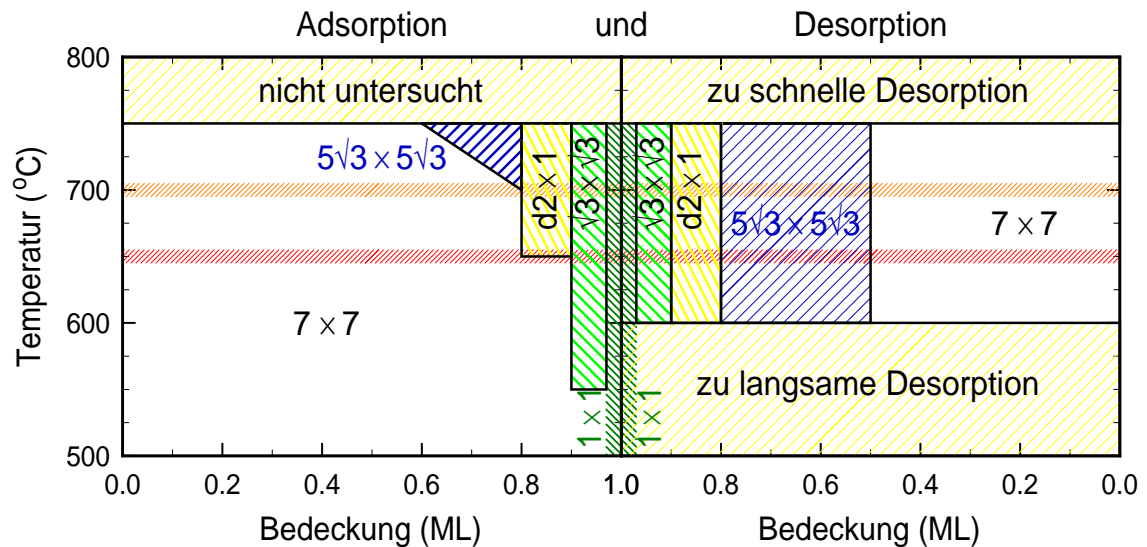
*M. Horn-von Hoegen* [52] hat den Einfluß von Antimon auf die Homoepitaxie auf Si(111) untersucht. STM Untersuchungen der Sb- $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})$ -Rekonstruktion wurden von *N. Theuerkauf* [53] durchgeführt.

*First Principle*-Rechnungen zu den Energieunterschieden zwischen den verschiedenen Antimon-Überstrukturen sind bei von *Noboru Takeuchi* [54] zu finden.

Hier wurde der Einfluß von Antimonstrukturen auf die Oberflächenspannung der Silizium (111)-Fläche untersucht. Da experimentell nur bei konstanter Proben-temperatur die Spannung gemessen werden kann, wurde bei ausgewählten Temperaturen ein bestimmter Antimonfluß angeboten und der Adsorptionsprozeß mit SSIOD

<sup>1</sup> Antimon: Element der V. Gruppe, Häufigkeit in der Erdkruste:  $6.5 \times 10^{-5}$ , Dichte: 6.68 g/cm<sup>3</sup> bei 20 °C, 121.75 amu





**Abb. 4.1.:** Erweitertes Strukturdiagramm [46] der Überstrukturen von Antimon auf der Silizium (111)-Fläche für die Adsorption und Desorption bei verschiedenen Temperaturen. Das Diagramm ist stark schematisiert, alle Übergänge sind nicht scharf definierbar, sondern es findet jeweils ein kontinuierlichen Übergang von der einen „Phase“ zur anderen statt. Weitere Details: siehe Text!

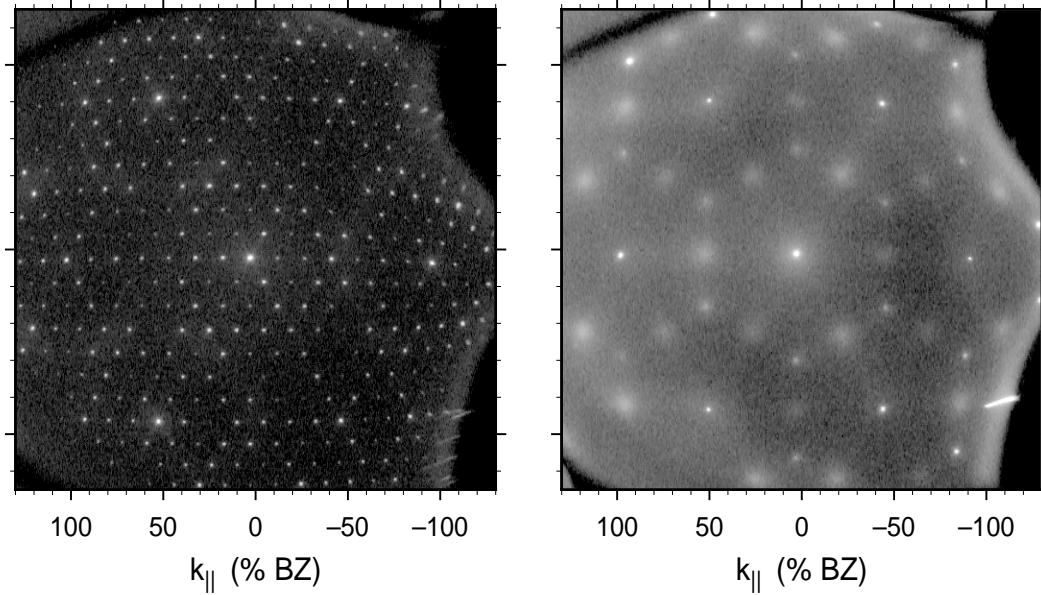
und SPA-LEED beobachtet. Nach schließen des Sb Verdampfers kann – insoweit die Temperatur in einem geeigneten Bereich von 600...750 °C eingestellt ist – der Desorptionsprozeß verfolgt werden.

Das erweiterte Strukturdiagramm (Abb. 4.1) zeigt eine Übersicht der Überstrukturen von Antimon auf der Silizium (111)-Fläche für die Adsorption und Desorption bei verschiedenen Temperaturen. Die Darstellung der verschiedenen Bereiche ist stark schematisiert: Alle Übergänge sind nicht scharf definierbar, sondern es erfolgt jeweils ein kontinuierlicher Wechsel von der einen „Phase“ zur anderen.

Bei der Adsorption wurde die  $(5\sqrt{3} \times 5\sqrt{3})$  in den gewählten Experimenten nicht untersucht, da der kleine Bereich oberhalb 700 °C bereits einen sehr hohen Antimon Fluß voraussetzt und zusätzlich auch nur sehr schwache LEED-Reflexe aufgrund der hohen Temperatur erwarten ließe. Die Bildung der  $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})$ -Struktur konnte beobachtet werden. Die diffuse  $d(2 \times 1)$  wurde ebenfalls wegen zu geringer Intensität bei hoher Temperatur nicht identifiziert.

Weiterhin ist zu bemerken, daß nach Erreichen des Bereich der  $(1 \times 1)$  für Bedeckungen nahe  $\simeq 1$  ML bei der Desorption keine  $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})$  bzw.  $d(2 \times 1)$  gebildet wird, sondern sofort nach Erreichen von ca. 0.8 ML eine  $(5\sqrt{3} \times 5\sqrt{3})$  ausgebildet wird. Danach findet ein kontinuierlicher Übergang von der  $(5\sqrt{3} \times 5\sqrt{3})$  zur  $(7 \times 7)$  statt.





**Abb. 4.2.:** LEED Bilder der  $(7 \times 7)$  Ausgangsfläche (links) und einer eingefrorenen Sb Übergangsstruktur  $d(1 \times 2)$  und  $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})$  (rechts).

## 4.2. Antimon Adsorption und Desorption

Der Adsorptions- und Desorptionsprozeß läßt sich mit Differentialgleichungen (Polanyi-Wigner-Gleichung, siehe *Baumgärtel, U. Schneider* [55, 56, 39]) beschreiben:

$$\text{Adsorption: } \quad \partial_t \Theta = \kappa S (1 - \Theta)^m \quad (4.1)$$

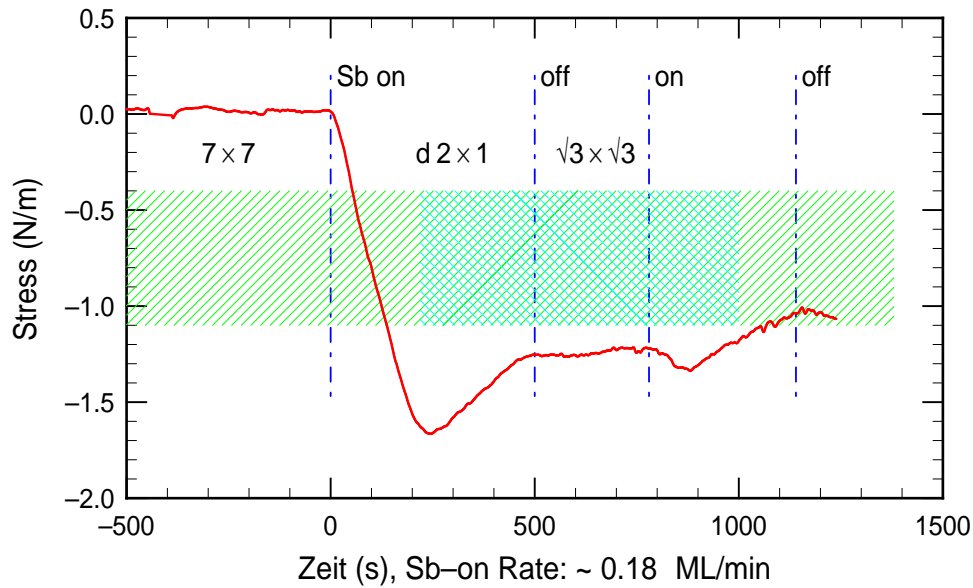
$$\text{Desorption: } \quad \partial_t \Theta = \nu^{(m)} \Theta^{(m)} e^{-\beta E_0} \quad (4.2)$$

$$\Theta(t) = -\kappa S \left( 1 - e^{(\kappa S - \nu e^{-\beta E_0})t} \right) \quad (4.3)$$

Wobei  $\nu$  die Versuchsfrequenz,  $\Theta$  die Sb-Bedeckung,  $E_0$  die Desorptionsenergie und  $m$  die Adsorptions- bzw. Desorptionsordnung sind.  $\kappa S$  bestimmt die Sb-Rate. Antimon ad- und desorbiert atomar, so daß der Prozeß von erster Ordnung ist ( $m = 1$ ). Das Sublimieren von  $\text{Sb}_4$ -Molekülen im Verdampfer kann vernachlässigt werden. Die Gleichgewichtsbedingung ist damit:

$$\Theta = \frac{\kappa S}{\kappa S - \nu e^{-\beta E_0}} \quad (4.4)$$

Bedeckungen von 1 ML lassen sich nur für hohe Raten  $\kappa S \gg \nu e^{-\beta E_0}$  erreichen. Die SSIOD Spannungsmessungen zur Antimon Ad-/Desorption wurden auf  $100 \mu\text{m}$  dicken U-förmigen, beidseitig polierten und stark Bor dotierten ( $20 \text{ m}\Omega\text{cm}$ ) Si(111)-Proben durchgeführt. Die starke Dotierung ist notwendig, um auch tiefere Tem-



**Abb. 4.3.:** Stresssignal bei der Antimon Adsorption/Desorption bei 650°C auf einer Si(111) Fläche einer 100  $\mu\text{m}$  dicken U-förmigen Probe.

peraturen stabil mit Stromdurchgangsheizung bei geringer Spannung einstellen zu können.

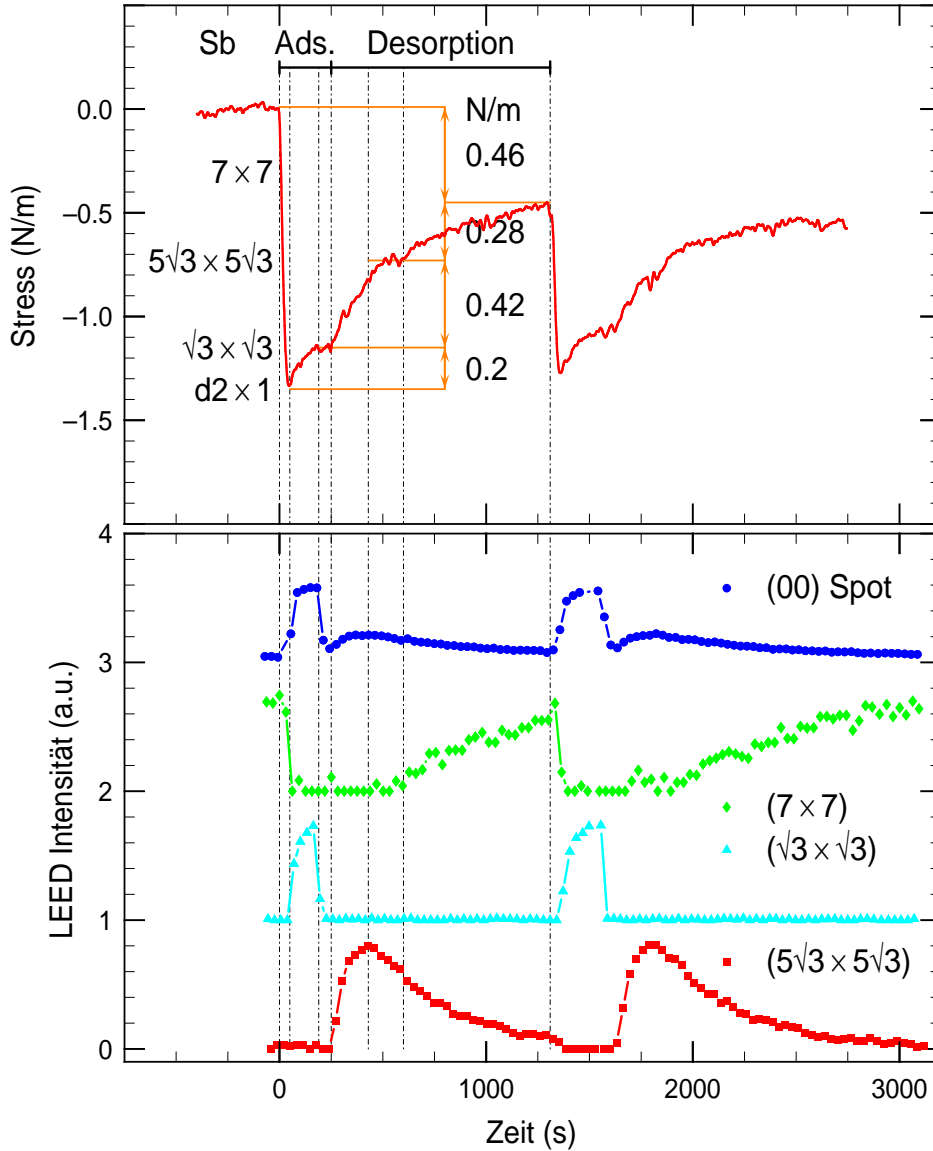
#### Sb Meßreihe bei 650 °C

Die in Abb. 4.3 gezeigte Meßreihe durchläuft das Strukturdiagramm aus Abb. 4.1 auf dem horizontal schraffierten Streifen bei 650 °C. Ab  $t=0$  s wird mit einer Rate von 0.18  $\text{ML}/\text{min}$  Antimon adsorbiert. Die Umstrukturierung der Oberfläche bewirkt als erstes einen Abbau der Zugverspannung der  $(7 \times 7)$  und später einen Aufbau von Druckspannung, der der  $d(2 \times 1)$  und der  $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})$  zuzuordnen ist. Da die diffuse  $(2 \times 1)$  bei erhöhter Proben temperatur in der verfügbare Meßzeit während der Adsorption nicht aufzulösen ist, kann für die Anfangsphase keine Strukturzuordnung gegeben werden.

Ein stoppen des Experimentes bei 650 °C im Spannungsextremum und einfrieren der Struktur bei 25 °C, zeigt im LEED (Abb. 4.2, rechts) das Vorliegen einer Mischung aus einer  $d(2 \times 1)$ - und  $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})$ -Sb- Überstruktur.

#### Sb Meßreihe bei 700 °C

Die in Abb. 4.4 gezeigten Meßreihen durchlaufen das Strukturdiagramm aus Abb. 4.1 auf dem horizontal schraffierten Streifen bei 700 °C. Der starke Aufbau von Druckspannung ab  $t=0$  s ist dem Aufbau der  $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})$ - Struktur zuzuschreiben. Zeitlich und strukturell nicht aufgelöst wurde die diffuse  $d(1 \times 2)$ . Jedoch kann angenommen



**Abb. 4.4.:** Stresssignal und LEED-Reflexintensitäten bei der Antimon Adsorption und Desorption. Gezeigt ist die Adsorption von Sb auf eine neu präparierte Si(111) Fläche mit folgender Wiederholung der Sb Adsorption. Der verbleibende Offset in Stress-Signal ist auf die nicht vollständige Desorption von Antimon bei 700 °C zurückzuführen. Die Intensität ausgewählter LEED-Reflexe zeigt das Auftreten und Verschwinden verschiedener Überstrukturen [39].

werden, daß das erste Extremum im Spannungssignal dieser Struktur zuzuschreiben ist, und damit ein Anteil von  $0.2 \text{ N/m}$  Druckspannung<sup>2</sup> gegenüber der  $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})$  auf die diffuse  $(1 \times 2)$  fallen. Kurz vor Abbruch der Adsorptionsphase fällt die Intensität des der  $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})$ -Struktur zugehörigen LEED-Reflexes ab, während die Spannung konstant bleibt. Dieser Bereich wird der Ausbildung einer Sb- $(1 \times 1)$  zugeordnet. Da der  $(1 \times 1)$  und  $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})$  nahezu gleiche Spannungsenergie zugeordnet werden kann, erscheint bei folgender Desorption die  $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})$ -Struktur nicht erneut, sondern es wird nach Erreichen von ca. 0.8 ML Sb direkt die  $(5\sqrt{3} \times 5\sqrt{3})$ -Überstruktur gebildet. Der Spannungsunterschied zwischen der  $(1 \times 1)$  bzw. der  $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})$  beträgt  $0.5 \text{ N/m}$ . Weitere Desorption führt zu einem kontinuierlichen Übergang zur  $(7 \times 7)$ , dabei werden etwa  $0.3 \text{ N/m}$  an Druckspannung abgebaut.

Die mittlere Desorptionsrate für geringe Bedeckungen ist  $\beta = 2 \text{ } 1/1000 \text{ s}$ .

Der totale Spannungshub von ca.  $-1.4 \text{ N/m}$  kann nur auf die Si- $(7 \times 7)$  bezogen werden und hat keine Aussagekraft bezüglich der Antimon induzierten Spannung auf eine Si(111) Fläche. Dazu müßte zuvor eine ideale  $(1 \times 1)$  erzeugt werden, was mittels vohergehender Si-Homoepitaxie sogar möglich wäre, jedoch in diesem Zusammenhang nicht untersucht wurde.

#### Sb Meßreihe bei $750 \text{ }^\circ\text{C}$

Die in Abb. 4.5 gezeigte Meßreihe durchläuft das Strukturdiagramm aus Abb. 4.1 auf dem horizontalen Grenzbereich bei  $750 \text{ }^\circ\text{C}$ . Der starke Aufbau von Druckspannung ab  $t=0 \text{ s}$  ist im wesentlichen dem Abbau der  $(7 \times 7)$  bedingten Zugspannung zuzuschreiben. Zusätzlich bedingt die Sb Adsorption einen – ohne Kenntnis der genauen  $(7 \times 7)$ -Zugspannung – eine Druckspannungserhöhung. Der totale Druckspannungshub von  $1.75 \text{ N/m}$  ist etwas größer, als der bei  $700 \text{ }^\circ\text{C}$  bzw.  $650 \text{ }^\circ\text{C}$  gemessene Wert. Es ist anzunehmen, daß die geordnete  $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})$  eine geringere Druckspannung bedingt, als eine ungeordnete Sb Struktur bei hoher Temperatur.

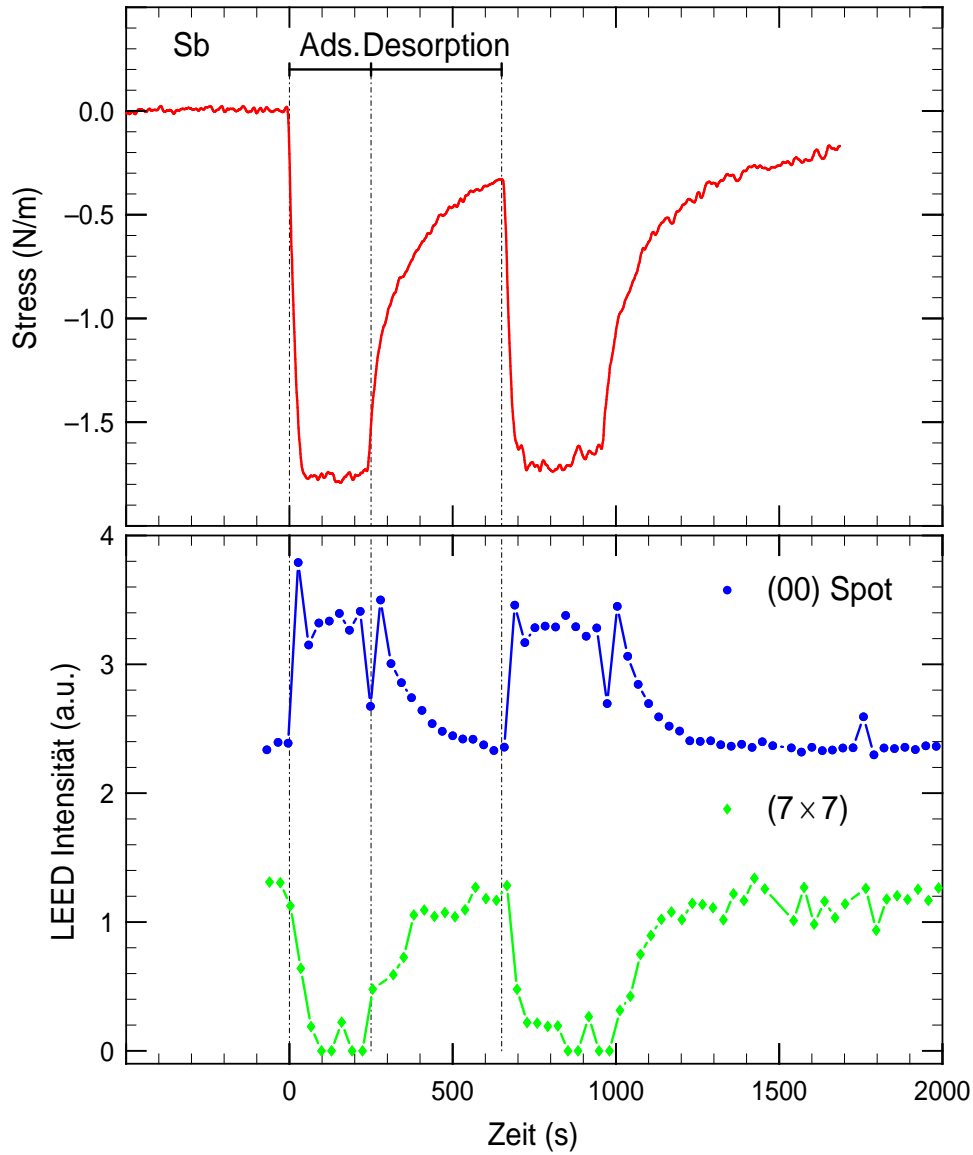
Die Gleichgewichtsbedeckung von  $\approx 1 \text{ ML}$  ist nach wenigen Sekunden erreicht, und das Spannungssignal bleibt konstant.

Nach stoppen des Antimonflusses setzt sofort die Desorption mit einer mittleren Rate von  $\beta = 7.7 \text{ } 1/1000 \text{ s}$  ein, was an der exponentiellen Abnahme der Druckspannung zu erkennen ist. Der Spannungsverlauf während der Desorption ist nahezu gleichförmig, im Gegensatz zu der Messung bei  $700 \text{ }^\circ\text{C}$ , bei der verschiedene Strukturen durchlaufen werden, welches im Spannungssignal deutlich erkennbar ist.

Die Genauere Analyse des Kurvenverlaufs (Exponentialfit) zeigt, daß die Rate bei hoher Bedeckung (nahe 1 ML) geringfügig größer ist, als für Bedeckungen kleiner ca. 0.5 ML. Dies ist in Übereinstimmung mit Thermodesorptionsmessungen (s.u.). Eine quantitative Auswertung der Kurvenform wurde nicht vorgenommen, da die

---

<sup>2</sup>Die Änderung der Oberflächenspannung kann direkt in Energie je Einheitsmasche umgerechnet werden:  $0.92 \text{ N/m} = 1 \text{ eV}/(1 \times 1)_{\text{Si}(111)}$



**Abb. 4.5.:** Stresssignal und LEED-Reflexintensitäten während der Antimon Adsorption und Desorption bei 750 °C. Gezeigt ist die Adsorption von Sb auf eine neu präparierte Si(111) Fläche mit folgender Wiederholung der Sb Adsorption bei  $t=700$  s. Die exponentielle Extrapolation des Stress-Signals in beiden Desorptionsbereichen für wieder auf den Ausgangswert, d.h. das Antimon desorbiert nahezu vollständig. Der Verlauf der Intensität des (00) und  $(7 \times 7)$  LEED-Reflexes zeigt den Strukturwechsel an. Typische Antimon Überstrukturen treten bei dieser relative hohen Temperatur nicht mehr auf [39].

Struktur		Spannung in (N/m)	Energie (eV)
$(7 \times 7)_{\text{no Sb}}$	↓	-1.36	-1.25
$d(2 \times 1)$	↓	0.2	0.2
$(\sqrt{3} \times \sqrt{3})$	↓	0.42	0.4
$(5\sqrt{3} \times 5\sqrt{3})$	↓	$\approx 0.28$	$\approx 0.26$
$(7 \times 7)_{\text{Sb}}$	↓		

**Tab. 4.1.:** Tabelle der Spannungs/Energieänderung zwischen den beobachteten Antimon Strukturen.

Angabe sinnvoller Werte als nicht möglich erscheint: Für hohe Bedeckungen ist die Proportionalität zwischen Spannung und Bedeckung fragwürdig. Der Übergang zwischen verschiedenen Desorptionsmechanismen und Überstrukturen geht als Summe in das Spannungssignal ein.

Ebenfalls ist im LEED nichts außer dem Wiedererscheinen der  $(7 \times 7)$  festzustellen. In der Extrapolation gelangt das Spannungssignal wieder auf den Ausgangswert, was bedeutet, daß das Sb bei 750 °C bereits vollständig desorbiert.

## 4.3. Zusammenfassung

### 4.3.1. Spannung zwischen Sb-Überstrukturen

Es konnten die Differenzen in der Oberflächenspannung zwischen den in Tab. 4.1 angegebenen Strukturen mit der Biegebalkenmethode bestimmt werden. Dabei wurde die bedeckungsabhängige Ausbildung bestimmter Sb-Überstrukturen beim horizontalen Duchlaufen der in Abb. 4.1 dargestellten Bereiche ausgenutzt. Daraus folgt direkt die Änderung der Spannenergie der Oberfläche je Einheitsmasche.

### 4.3.2. Sb Desorptionsenergie

Eine exponentielle Anpassung des Spannungssignals an

$$\sigma(t) = -\sigma_0 (1 - e^{-\beta t}) \quad (4.5)$$

liefert die Desorptionsrate.

Für die Exponentialfits wurde das letzten Drittel der Desorptionsphase verwendet. Damit werden Bedeckungen kleiner ca. 0.5ML betrachtet, was die Annahme, daß die Änderung der Oberflächenspannung proportional zur Sb-Bedeckung ist, als plausibel erscheinen läßt.

Wird die Rate für verschiedene Temperaturen bestimmt, so kann nach Arrhenius der Wert von  $E_0$  bestimmt werden. Da der Temperaturbereich jedoch sehr beschränkt ist

(650...750 °C), ist die Bestimmung eines zuverlässigen Wertes für die Desorptionenergie eher schwierig. Erschwerend kommt hinzu, daß bei tieferen Temperaturen verschiedene Überstrukturen beteiligt sind.

Aus den zwei verfügbaren Temperaturen mit je zwei Datenpunkten konnte jedoch eine Desorptionenergie von  $2.7 \pm 0.4$  eV ermittelt werden. Dieser Wert stimmt erstaunlich gut mit der von *P. Müller* [57] mittels Thermodesorption bestimmten Desorptionenergie von  $E_\gamma = 2.7$  eV für den  $\gamma$ -Peak bei 750 °C überein. Der  $\gamma$ -Peak ist dem Bereich geringer Bedeckungen ( $\lesssim 0.5$  ML) zuzuschreiben.

Im TDS Spektrum von Sb auf Si(111) erscheinen beim Durchlaufen der Temperatur drei Desorptionsmaxima, die nach *P. Müller* [57]: Das erste Maximum bei 600 °C (noch hohe Sb Bedeckung) wird einer Desorptionenergie von  $E_\alpha = 2.3$  eV zugeordnet, es folgen mit  $E_\beta = 2.5$  eV ein Maximum bei 700 °C und zu letzt mit  $E_\gamma = 2.7$  eV ein Maximum bei 750 °C.

Damit wird der nur über die Verbiegung der Probe bestimmte Wert für die Desorptionenergie von Antimon für geringe Bedeckungen bestätigt.





## 5. Entspannung mit atomarem Wasserstoff und Si-Homoepitaxie

Das klassische Experiment der Silizium Homoepitaxie auf der (111)-Fläche ist von grundlegendem Interesse. Es sind „Lage- für Lage- Wachstum“, Aufrauhen, Inselbildung und Facettierung zu beobachten – entsprechend der Wachstumsbedingungen. Dazu zählen die Wachstumstemperatur, der Silizium-Fluß, Adsorbate und die Beschaffenheit der Ausgangsfläche – also Vicinalität und ggf. das Vorhandensein von Störstellen.

Die Siliziumhomoepitaxie wurde bereits ausführlich mit SPA-LEED untersucht von *A. Golla* [58], *M. Huszar* [59], *H. Pietsch* [60] und *M. Horm-von Hoegen* und *M. Henzler* [61, 62, 63].

Hier wird jedoch erstmalig die direkte Beobachtung der Änderung der Oberflächenspannung während der Wasserstoffadsorption mit folgender Si Homoepitaxie vorgestellt.

Insbesondere der Einfluß von atomarem Wasserstoff auf die Oberflächenspannung der  $(7 \times 7)$  rekonstruierten Si(111)- Fläche [12] wird untersucht. Mittels Si Homoepitaxie mit atomarem Wasserstoff ist die Umwandlung der  $(7 \times 7)$ - Struktur in eine  $(1 \times 1)$  bei erhöhter konstanter Temperatur möglich, so daß der Spannungsunterschied bestimmt werden kann.

Dies ermöglicht die experimentelle Bestimmung der absoluten Verspannung der  $(7 \times 7)$ - Überstruktur, da die Spannung der  $(1 \times 1)$  aus theoretischen Arbeiten als Referenz bekannt ist.

Nach LDA Rechnungen (Tab. 1.2) ist die  $(7 \times 7)$ - Fläche (DAS-Modell nach *Takayanagi et al.* [64]) gegenüber der  $(1 \times 1)$  zugverspannt.

Die Wasserstoff Adsorption und Desorption auf der  $(1 \times 1)$  bei verschiedenen Temperaturen bedingt ebenfalls eine geringe meßbare Spannungsänderung, die die Abschätzung der Wasserstoffdesorptionsenergie ermöglicht.

## 5.1. Reaktionen von Wasserstoff auf der Si(111)/(7×7) - Oberfläche

Wasserstoff ist das elementarste vorstellbare chemisorbierende Adsorbat. Für eine einfache Geometrie, wie H auf der (1×1), existieren *ab initio* Rechnungen zu der Bindungs- und Spannungsenergie [65].

Auf der (7×7) - Oberfläche ist das Geschehen etwas komplexer: Wasserstoff reagiert mit der Si(111)/(7×7) - Fläche nur dann in merklicher Weise, wenn er in atomarer Form angeboten wird. Dazu wird H<sub>2</sub>-Gas durch ein Effusionsrohr geleitet, in dem H<sub>2</sub> zu atomarem H dissoziiert. Die Wahrscheinlichkeit der H<sub>2</sub> Adsorption ist äußerst gering, da dieses auf der Si(111) nicht spontan dissoziiert [66]. Der Haftkoeffizient von Wasserstoff liegt bei Temperaturen von 580 K bei  $2 \cdot 10^{-9}$  und steigt auf  $5 \cdot 10^{-6}$  bei 1040 K.

Atomarer Wasserstoff chemisorbiert auf der Si(111)/(7×7) anfangs über Sättigung der freien Bindungen (*dangling bonds*) der (7×7). Es werden Monohydride gebildet, die nur die *dangling bonds* sättigen und die (7×7) - Struktur erhalten. Dies ermöglicht eine maximale H-Bedeckung von 0.39 ML bei Absättigung von 19 *dangling bonds* in der (7×7) - Einheitszelle. Eine maximale Wasserstoffbedeckung von  $\approx 1.25 \dots 1.36$  ML ist möglich, wenn Si-Si Oberflächenbindungen gebrochen werden und die (7×7) - Überstruktur damit zerstört wird. Es entstehen zusätzlich zu den Monohydriden Di- und Trihydride (SiH<sub>2</sub>, SiH<sub>3</sub>), zu deren Entstehung je ein, bzw. zwei Si-Si Oberflächenbindungen zum Substrat gebrochen werden und ein Wasserstoffatom eingefügt wird. Bevorzugt werden die verspannten Rückbindungen der Siliziumadatomate aufgebrochen. Ein Adatomtrihydrid hat keine verspannte Bindung und befindet sich senkrecht über dem darunter liegenden Substrat Si-Atom. Bei sehr hohem H Angebot tritt sogar ein Si-ätzen ein (*H. Bethge* [67]).

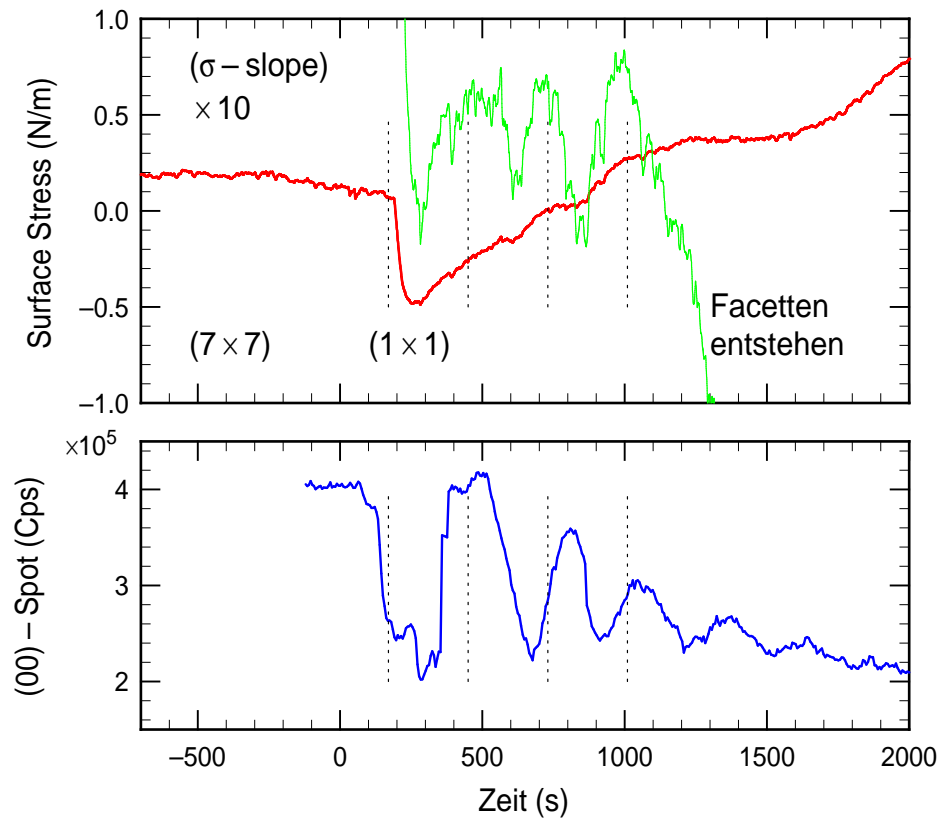
Damit wird klar, daß während der H Adsorption auf der Si(111)/(7×7) - Fläche diverse Spannungseffekte zu erwarten sind, aber ebenfalls wird klar, daß eine Zuordnung des makroskopischen Spannungssignals zu den Einzelprozessen nicht trivial möglich sein wird.

## 5.2. Si Homoepitaxie mit atomarem Wasserstoff

Die Bestimmung der (7×7) - Zugverspannung, als auch der Versuch eine Änderung in der Oberflächenspannung während des Homoepitaktischen Wachstums zu messen werden mit dem folgenden Experiment angestrebt:

Als Ausgangsfläche wird eine Si(111) - Oberfläche mit Fehlneigung kleiner  $1/2^\circ$  verwendet. Als Besonderheit ist die Probe in U-Form, nur 100  $\mu\text{m}$  stark und auf beiden Seiten poliert – zwecks Verwendung für SSIOD.

Ein langes Ausgasen ( $> 12$  h) bei 600 °C und folgendes temperieren auf 550 °C ( $p < 4 \times 10^{-10}$  mbar) stellen zwei Dinge sicher:



**Abb. 5.1.:** Spannungs/Oszillationmessung während der Wasserstoff gestützten Si Homoepitaxie bei ca. 550 °C auf der Si(111)-Fläche. Si/H Epitaxie Begin bei  $t=0$ . Oben: Oberflächenspannungssignal und 10-fache Vergrößerung der Modulation, Unten: LEED Intensitätsoszillationen des (00) Reflexes. Die Maxima entsprechen jeweils einem BL Si.

1. Eine saubere Probe
2. Eine gut temperierte Probe und Umgebung, wichtig für geringe Drift bei der folgenden SSIOD Messung.

Mehrfaches kurzes flashen (ausgehend und endend bei 550°C) entfernt das noch vorhandene natürliche Schutzoxid und präpariert die bekannte (7 × 7)-Überstruktur, siehe Bild links oben in Abb. 5.2.

Es folgt eine letzte Thermalisierungsphase von ca. einer Stunde, um die beim Flashen entstandene Störung des thermischen Gleichgewichts abklingen zu lassen.

Das Experiment beginnt mit dem Einlassen von atomarem Wasserstoff aus dem Effusionsrohr ( $p_{\text{H}_2} 2 \times 10^{-6}$  mbar) mit folgendem Siliziumangebot bei  $t = 0$  s. Es ist hier wichtig, daß nur die Probenvorderseite atomaren Wasserstoff „sieht“, damit sich die Effekte auf Vorder- und Rückseite nicht aufheben. Dies ist gewährleistet, da der atomare Wasserstoffstrahl aus dem Effusionsrohr nur eine Probenseite treffen kann, der restliche Wasserstoff trifft zwangsläufig auf irgendwelche Kammerwände und rekombiniert/reagiert dort. Solange keine heißen Filamente in Sicht der Probenrückseite sind (Druckmeßröhre ist abgestellt) ist damit sichergestellt, daß kein atomarer Wasserstoff auf die Probenrückseite gelangen kann. Der Anteil des molekularen haftenden  $\text{H}_2$  kann dabei wegen des geringen Haftkoeffizienten vernachlässigt werden [68].

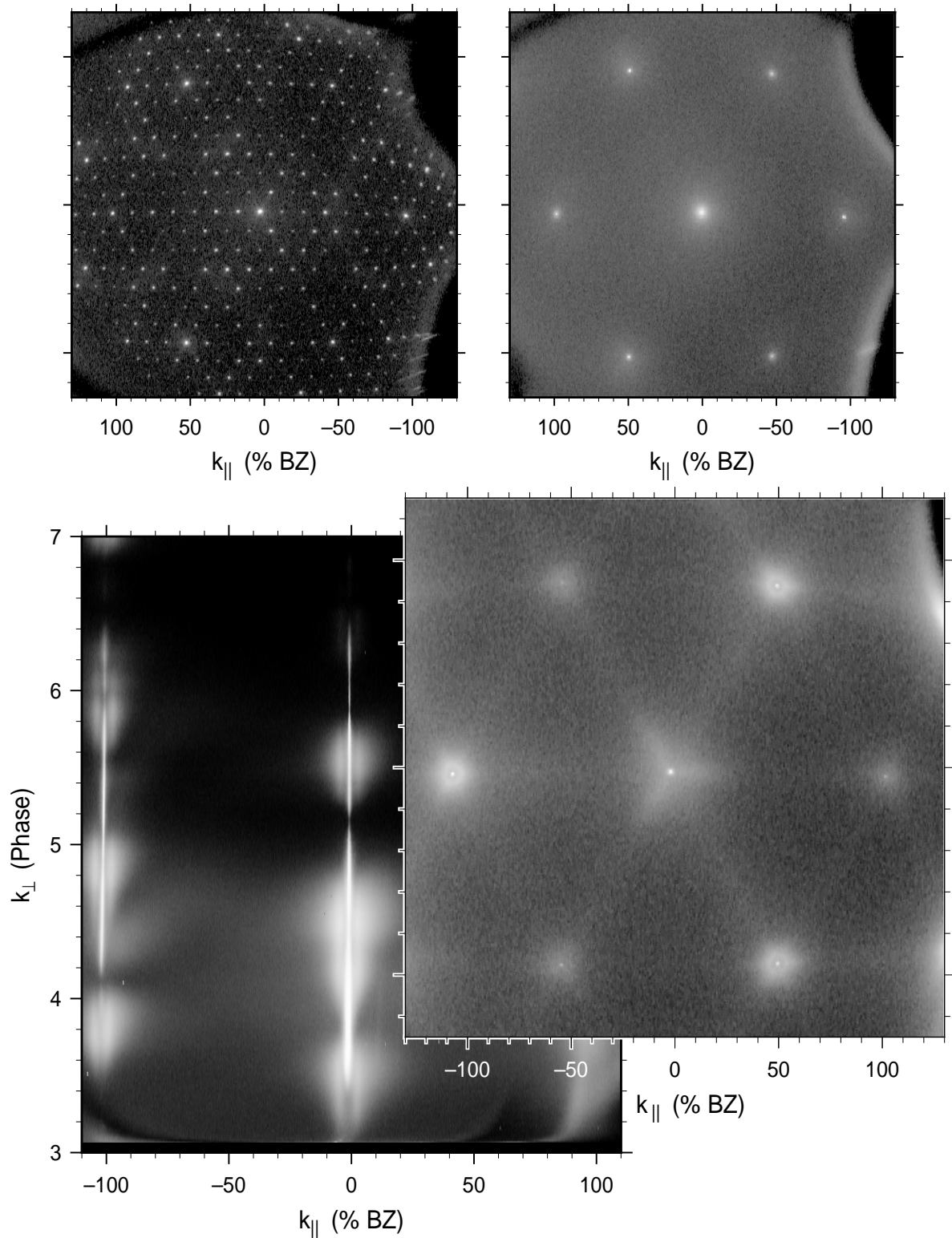
In der oberen Hälfte von Abb. 5.1 ist der Verlauf der Oberflächenspannung während des Experiments dargestellt, darunter ist die (00)-LEED Spot Intensität aufgetragen. Als erstes bewirkt die Wasserstoffadsorption simultan mit dem Si Angebot eine Auflösung der (7 × 7) und die Erzeugung einer (1 × 1) (rechts oben in Abb. 5.2). Dabei wird eine Spannungsaufhebung von 0.7 N/m bewirkt, gleichzeitig nimmt die LEED-Intensität ab. Es wächst die erste Lage Si auf – rauht die Fläche auf – und schließt sich wieder, was am 1. LEED-Oszillationsmaximum bei  $t = 500$ s zu erkennen ist.

Im folgenden wiederholen sich die LEED-Oszillationen mit abklingender Amplitude, während mit zunehmender Bedeckung wiederum Zugspannung aufgebaut wird. Dem ansteigenden Spannungssignal ist eine Modulation überlagert: Im mittleren Bereich ist die Modulation von etwa 0.05 N/m im steigenden Spannungssignal um den Faktor 10 vergrößert dargestellt.

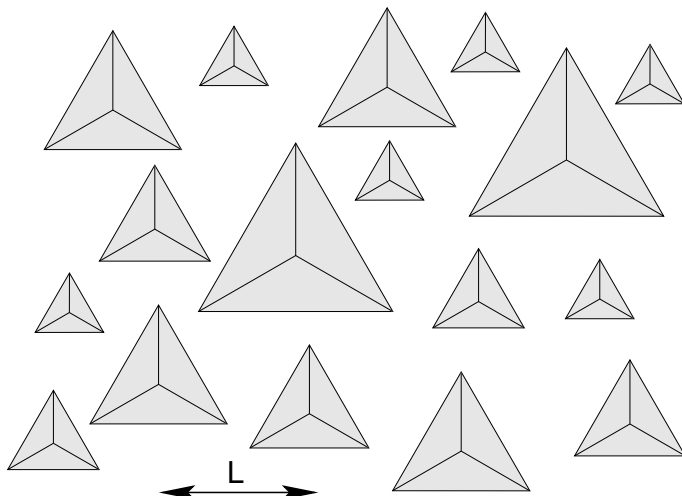
Es kann eine Übereinstimmung des ersten Spannungssignals mit dem ersten LEED-Maxima festgestellt werden. Das folgende ist außer Phase, während das dritte wieder paßt.

Da hier bereits ab einer Bedeckung von zwei Lagen Silizium ein Übergang zu einem komplexen Mehr-Lagen-Wachstumsmodus stattfindet, ist die beobachtete Phasenverschiebung zwischen LEED und Stresssignal durchaus denkbar.

Ab 4 BL entstehen (113) bis (779) Facetten, wobei die ebenen (111)-Bereiche im Endzustand nahezu vollständig verschwinden [69]. Das Beugungsbild der bereits facettierten Fläche in Abb. 5.2 rechts unten zeigt eine dreifach Symmetrie und scharfe



**Abb. 5.2.:** Oben, links: LEED Bild der  $(7 \times 7)$ - Ausgangsfläche, rechts:  $(1 \times 1)$  nach Si Homoepitaxie mit atomarem Wasserstoff. Unten, links:  $k_{\parallel} - k_{\perp}$  Scan von  $S = 3 \dots 7$  einer der bei der Si-Homoepitaxie ( $\approx 10$  BL) mit atomarem Wasserstoff facettierten Fläche. Rechts: 2D LEED-Scan davon bei 88.5 eV



**Abb. 5.3.:** Facetten/Inseln auf Si(111) mit einem mittleren Abstand  $L$ . Die Facetten sind anfangs Inseln mit Facettenkanten.

Spitzen, die von einem Henzlerring umgeben sind. Aus der Symmetrie folgt, daß der Stapelfehleranteil beim Wachstum gering ist. Die scharfen Spitzen bedeuten, daß ein perfektes Wachstum stattfindet. Der Henzlerring von etwa 8% BZ Durchmesser zeigt an, daß die Fläche eine scharfe Inselverteilung eines mittleren Abstandes von  $96 \text{ \AA}$  aufweist. Die Inseln sind dreieckig und die Kanten bestehen aus Facetten. Die anfängliche Insel-/Facettenbildung erzeugt offensichtlich eine globale Zugspannungszunahme, die Bedeckungsbedingte Modulation der Rauigkeit prägt dem Spannungsverlauf eine schwache Modulation auf. Eine genauere Interpretation ist zur Zeit nicht verfügbar und läßt Spielraum für weiterreichende Untersuchungen. Z.B. hat *D. J. Srolovitz* [70, 71] Stufen-Stufen Wechselwirkungen und die Oberflächenstabilität theoretisch untersucht.

## 5.3. Adsorption und Desorption von atomarem Wasserstoff

Das Desorptionsverhalten von Wasserstoff von der Si(111)-Fläche ist bereits gut bekannt [72, 73, 74, 75, 76, 77, 78, 68].

Die Änderung der Oberflächenspannung bei Adsorption von Wasserstoff auf der Si(111)/(1 × 1)-Fläche wurde von *E. Pehlke* [65] theoretisch berechnet, es ist eine Spannungsenergie von  $-7 \dots -12 \text{ meV}/\text{\AA}^2$  zu erwarten. Dies entspricht  $0.08 \text{ N/m}$ .

Ziel des folgenden Experiments ist es, zu zeigen, daß die Bestimmung der Wasserstoff Desorptionsenergie mittels SSIOD möglich ist. Es wurde der Einfluß der Ad- und Desorption von atomarem Wasserstoff auf der (7 × 7) rekonstruierten Si(111)-Fläche im Temperaturbereich von 790 ... 835 K auf die Oberflächenspannung untersucht. Nach Wachsen von etwa 1 ML Silizium unter Angebot von atomarem Wasserstoff ist die Fläche (1 × 1) rekonstruiert, und es wurde die Wasserstoffad- und -desorption darauf untersucht.

### 5.3.1. Modell zur Wasserstoff Adsorption / Desorption

Der Wasserstoff Adsorptions- und Desorptionsprozeß läßt sich mit folgender Raten-gleichung für die Bedeckung  $\Theta$  beschreiben:

$$\dot{\Theta} = JS(1 - \Theta) - \nu^m e^{-\frac{E_d}{k_B T}} \Theta^m, \quad m = \frac{3}{2}. \quad (5.1)$$

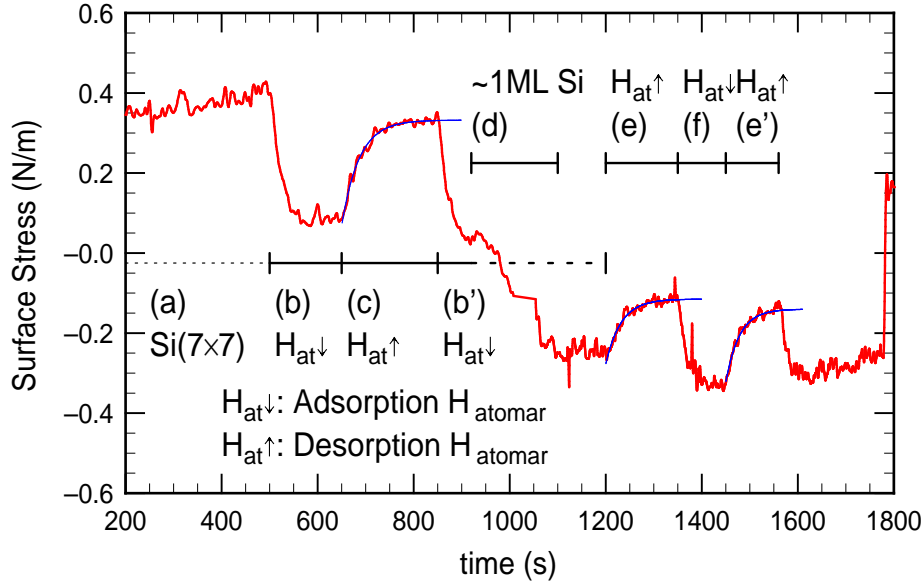
Die Adsorption wird mit dem ersten Term beschrieben: Der Haftkoeffizient  $S$  für atomaren Wasserstoff liegt nahe Eins.  $J$  ist der Wasserstofffluß auf die Probe.

Wasserstoff desorbiert in molekularer Form als ( $\text{H}_2$ ), dazu ist es notwendig, daß sich zwei H Atome auf der Oberfläche treffen, d.h. der Prozeß ist von zweiter Ordnung ( $m = 2$ ). Jedoch weisen Untersuchungen mittels Thermodesorptionspektroskopie (TDS) auf eine etwas geringere Desorptionsordnung von  $m = 3/2$  hin [72]. Die Ursache dafür liegt in der speziellen Bindungsart von H auf Si(111), denn es gibt zwei verschiedenen Bindungsplätze. Dies bewirkt, daß die einen H's bei einer bestimmten Temperatur beweglich sind, während andere noch festsitzen. Trifft nun ein bewegliches H ein gebundenes, so kann eine Desorption von  $\text{H}_2$  stattfinden, dieser Prozeß ist eher als 1. Ordnung anzusehen, so daß ein effektiver Wert zwischen 1 und 2 anzunehmen ist.

Die Lösung der Ratengleichung Gl. 5.1 für reine Desorption ( $J = 0, m = 3/2$ ) ist:

$$\Theta(t) = 4 \left( \nu^m e^{-\frac{E_d}{k_B T}} (t - t_a) \right)^{-2}. \quad (5.2)$$

Hier ist  $t_a$  nicht der Desorptionsbeginn, sondern ein freier Parameter, denn die Desorption beginnt mit einer endlichen Geschwindigkeit.



**Abb. 5.4.:** Stress Messung während der Adsorption/Desorption von atomarem Wasserstoff, beginnend mit einer neu präparierten Si ( $7 \times 7$ ) - Oberfläche (a) bei 793 K. Im Bereich (b) wurde atomarer Wasserstoff angeboten, danach (c) Wasserstofffluß gestoppt, es setzt Desorption ein. Im Bereich (d) wurde ca. 1 ML Si angeboten zwecks Erzeugung einer perfekten ( $1 \times 1$ ). Wiederholung der ads./des. Versuche bei (e) und (f). In den Desorptionsbereichen sind Fitkurven (mit Gl. 5.3) eingezeichnet.

Für die einfache Annahme, daß die Oberflächenspannung proportional zur Wasserstoffbedeckung ist, ergibt sich das folgende Modell für den Verlauf der Spannung während der Desorption:

$$\Delta\sigma(t) = \sigma_H \Theta(t). \quad (5.3)$$

Diese Annahme ist für geringe Bedeckungen ( $\Theta \lesssim 0.5$ ) plausibel, da jedes H einen bestimmten Beitrag zur Oberflächenspannung liefert, für größere Bedeckungen ist ggf. eine (geringe) Korrektur wegen der Wechselwirkung zwischen den H's nötig.  $\sigma_H$  ist der Spannungsunterschied zwischen der reinen und der komplett mit Wasserstoff bedeckten Si Fläche.

Die Desorptionsgeschwindigkeit wird von der Oberflächentemperatur  $T$  bestimmt.

Aus dem zeitlichen Verlauf der Spannungskurve während der Desorption kann in Abhängigkeit von der Temperatur der Vorfaktor  $\nu^m \exp(-\frac{E_d}{k_B T})$  aus Gl. 5.2 bestimmt werden. Eine Arrheniusauftragung der Fit-Daten liefert die Versuchsfrequenz  $\nu$  und die Desorptionsenergie  $E_d$ .



### 5.3.2. Wasserstoff Adsorptions-/Desorptionsexperiment

Das Experiment wurde auf einer 100  $\mu\text{m}$  starken Si(111)-Probe durchgeführt. Als Quelle für atomaren Wasserstoff kommt ein Effusionsrohr, an der Verdampferschleuse montiert, zum Einsatz.

Die mittels Flashen frisch präparierte Oberfläche der Si(111)-Probe ist zu Beginn des Experimentes ( $7 \times 7$ ) rekonstruiert.

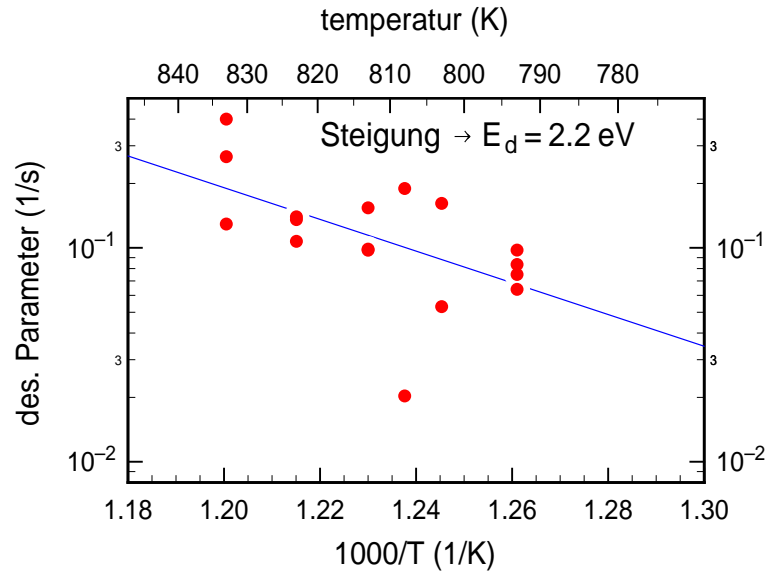
Das Experiment läuft wie folgt ab:

1. Präparieren der Ausgangsfläche (flashen)
2. Temperatur wählen und Probe thermalisieren lassen bis die Drift in den beiden Biegesignalen (nicht die Differenz)  $1/20$  des Meßbereiches in ca. 30 min unterschreitet.
3.  $1/7$ -tel Reflexe mit SPA-LEED beobachten.
4. Den atomaren Wasserstofffluß mittels Öffnen des Schiebers zur Kammer einstellen.
5. Warten bis das SSIOD Signal sättigt.
6. Atomaren Wasserstofffluß stoppen (Schieber zu).
7. Warten bis das SSIOD Signal sättigt.
8. Ggf. letzten Zyklus reproduzieren
9. Ca. 1 ML Si anbieten, (bis  $1 \times 1$ ) sichtbar).
10. Mehrere Wasserstoffad-/desorptionszyklen fahren.

In Abb. 5.4 ist die Oberflächenspannungsänderung gegen die Zeit aufgetragen. Bei 793 K wurde im Bereich (b) atomarer Wasserstoff angeboten. Im Bereich (c) ist der Fluß von atomarem Wasserstoff unterbrochen, und es kann die Desorption beobachtet werden.

Die Wasserstoffsättigung der  $(7 \times 7)$ -Fläche bewirkt eine Druckspannung von  $0.35 \text{ N/m}$ . Bei (d) erfolgt die Umwandlung der  $(7 \times 7)$  und in eine  $(1 \times 1)$ -Struktur, indem eine Lage Silizium unter Angebot von atomarem Wasserstoff aufgewachsen wird. Dabei treten beim Öffnen und Schließen des Si-Shutters kurzzeitig Störungen auf. Die Abnahme der  $(7 \times 7)$  bedingten Zugspannung kann zu  $0.6 \pm 0.1 \text{ N/m}$  bestimmt werden. Was in Übereinstimmung mit der  $(7 \times 7)$ -Spannungsauflösung (dort:  $0.7 \pm 0.1 \text{ N/m}$ ) zu Beginn des Si-Homoepitaxieexperimentes in Abb. 5.1 steht.

Folgende Ad- und Desorptionsversuche zeigen, daß die Wasserstoffsättigung der  $(1 \times 1)$ -Fläche eine Spannungsänderung von nur noch  $0.12 \pm 0.05 \text{ N/m}$  bewirkt. Dieses Resultat steht in guter Übereinstimmung mit dem theoretisch berechneten Wert



**Abb. 5.5.:** Logarithmische Auftragung der Fittparameter aus den Wasserstoffdesorptionsmessungen gegenüber  $1/T$  als Arrheniusplot. Es ergibt sich daraus eine charakteristische Desorptionsenergie von  $2.2 \pm 0.3$  eV.

von  $0.08 \text{ N/m}$  (*E. Pehlke* [65]) für den Spannungsunterschied zwischen der reinen  $\text{Si}(1 \times 1)$  und der wasserstoffbedeckten  $(1 \times 1)$ -Fläche.

Der Sprung bei 1800s beruht auf der Änderung der Proben temperatur mit folgender Offsetkorrektur und Neukalibration (nicht mehr im Bild gezeigt).

Die Ad- und Desorptionsexperimente wurden für verschiedene Temperaturen mehrfach wiederholt. Für die Desorptionsphase ist jeweils der Vorfaktor  $\nu^m \exp(-\frac{E_d}{k_B T})$  (Desorptionsgeschwindigkeit) aus (Gl. 5.3) aus einem Fit bestimmt worden und in Abb. 5.5 gegen die inverse Temperatur aufgetragen.

Aus der Steigung der Ausgleichsgeraden in Abb. 5.5 (Arrheniusplot) für die Meßpunkte läßt sich die charakteristische Desorptionsenergie von Wasserstoff zu  $2.2 \pm 0.3$  eV bestimmen.

Die bestimmten Desorptionsraten sind vergleichbar mit aus *Iso-Thermal Programmed Desorption (TPD)* Experimenten bestimmten Raten von *G. A. Reider* [72] im Bereich von  $10^{-1 \dots -2} \text{ s}^{-1}$  für Temperaturen von  $780 \dots 840$  °C.

## 5.4. Diskussion

Die erste direkte experimentelle Bestimmung der  $(7 \times 7)$ -Verspannung relativ zur  $(1 \times 1)$  wurde mit SSIOD durchgeführt.

Nach LDA Rechnungen von *D. Vanderbilt* [11], siehe Tab. 1.2 in [Kap. 1.4.1], ist die  $(7 \times 7)$  um  $0.83 \text{ eV}/(1 \times 1)$  (entspricht  $0.76 \text{ N/m}$ ) gegenüber der  $(1 \times 1)$  (faul-

ted) verspannt. Dieser Wert ist im Rahmen der absoluten Meßgenauigkeit in guter Übereinstimmung mit den beiden mit der SSIOD-Methode erhaltenen Werten von  $0.6 \pm 0.1 \text{ N/m}$  und  $0.7 \pm 0.1 \text{ N/m}$ .

Während der Si-Homoepitaxie konnte eine Modulation der Oberflächenspannung in der Größenordnung von  $0.05 \text{ N/m}$  beobachtet werden. Das Signal ist einer mit der Bedeckung steigenden Zugspannung überlagert, die mit der zunehmenden Oberflächenrauigkeit/Facettierung in Zusammenhang steht. Es kann daher keine Aussage über den Spannungsunterschied zwischen einer geschlossenen und einer halb offenen Lage getroffen werden, sondern nur festgestellt werden, daß eine Variation in der Rauigkeit – wie die abnehmenden LEED-Oszillationen zeigen – im Oberflächenspannungssignal sichtbar ist.

Es wurde ein bei der Wasserstoffsättigung der Si( $7 \times 7$ )-Fläche auftretender Spannungshub von  $0.35 \pm 0.1 \text{ N/m}$  festgestellt. Über die atomistischen Ursachen kann nur spekuliert werden, denn die ( $7 \times 7$ ) wird dabei nicht sofort zerstört. Wie bereits einleitend erwähnt, finden mit zunehmender H-Bedeckung diverse strukturelle Umwandlungen auf der ( $7 \times 7$ )-Fläche, wie Mono-, Di- und Trihydridbildung, mit entsprechend komplexer Änderung der Bindungsverspannungen statt. Da die Adsorption/Desorptionsversuche in relativ kurzer Zeit ablaufen und nahezu reversibel ausführbar sind, die Siebtelreflexe im LEED jedoch mit der Zeit etwas an Intensität verlieren, kann keine klare Trennung zwischen ( $7 \times 7$ )-(1  $\times$  1)-Spannung und reiner H-( $7 \times 7$ )-Adsorptionsspannung vorgenommen werden und damit nur der totale Effekt beschrieben werden.

Die Experimente auf der einfachen Si(1  $\times$  1)-Fläche erlauben hingegen eine exakte Zuordnung des Spannungshubes auf das Adsorbat (Monohydrid): Der während der Wasserstoffsättigung der Si(1  $\times$  1)-Fläche auftretende Spannungshub von  $0.12 \pm 0.05 \text{ N/m}$  steht in guter Übereinstimmung mit dem theoretisch berechneten Wert von  $0.08 \text{ N/m}$  von *E. Pehlke*.

Die bestimmte Wasserstoffdesorptionsenergie von  $2.2 \pm 0.3 \text{ eV}$  weicht von der erwarteten Energie von  $2.4 \text{ eV}$  [72] etwas nach unten ab, befindet sich jedoch noch im Rahmen des Fehlermaßes. Da dieses Experiment im Grenzbereich der möglichen Auflösung durchgeführt wurde, ist die Streuung der Meßwerte nicht verwunderlich. Zu den Fehlerquellen sind mechanische Störungen beim Ventil öffnen und schließen (Betätigungsdauer der Schiebers: ca. 10 s), der störende Einfluß bei Betätigung des Si-Shutters, als auch ein geringer Einfluß der thermischen Strahlungslast des Si-Verdampfers (110W) auf die Probe in Betracht zu ziehen.

Diese Experimente sind als Systemtest und erste Vorversuche für weiterführende Untersuchungen der Spannung beim epitaktischen Lage für Lage Wachstum von Si auf Si anzusehen.



## 6. Heteroepitaxie Ge/Si, Sb

Die meisten aller heute verwendeten modernen Elektronikbauelemente sind aus Halbleiterheterostrukturen aufgebaut. Dabei spielt die Einstellbarkeit der Bandlücke und das Vorhandensein einer Unstetigkeit in der Bandstruktur eine wichtige Rolle. Über die Verzerrung des Gitters lassen sich die Lage der Extrempunkte im Band eines Halbleiters manipulieren, so daß im Extremfall aus einem indirekten ein direkter Halbleiter werden kann.

Die Wahl verschiedener Materialien zum Aufbau einer Mischstruktur hat in der Regel eine Fehlpassung der Gitterkonstanten im Übergangsbereich, und damit Verzerrungen und Spannungen, zur Folge.

Die beim Wachsen derartiger verspannter Schichtsysteme auftretenden Probleme und deren mögliche Lösungen sind Inhalt dieses Kapitels.

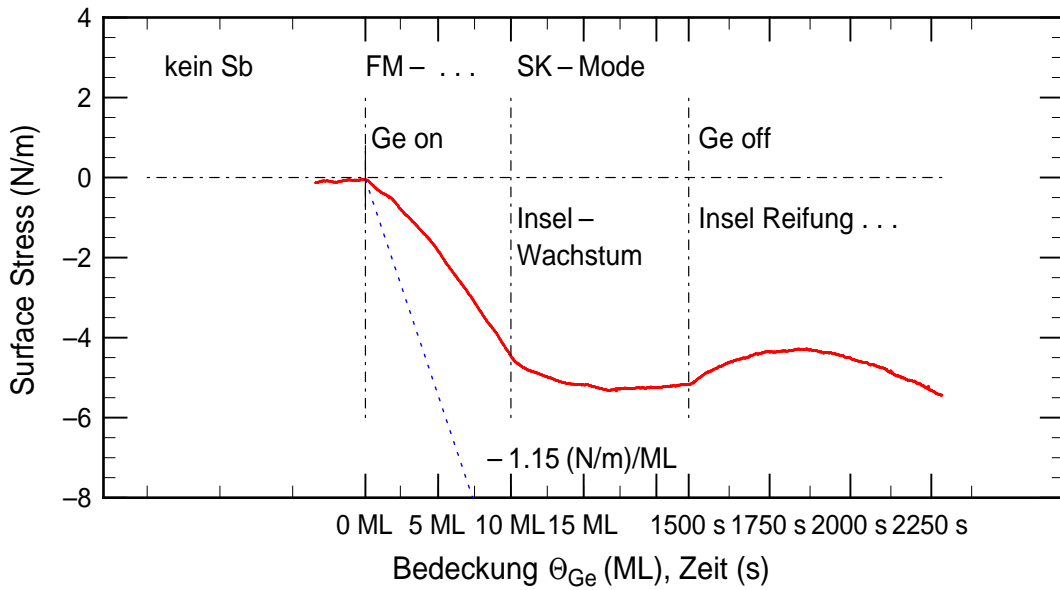
Das System Germanium auf Silizium ist bereits in einigen Punkten gut verstanden und es wurde erfolgreich ein Prototyp eines Ge p-Kanal MOSFET Transistors (MODFET, HEMT), basierend auf einer Germaniumschicht auf Silizium, hergestellt und vermessen (*D. Behammer [79], N. Hoffmann [80]*). Darin wurde die bisher höchste Beweglichkeit von  $3150 \text{ cm}^2/\text{Vs}$  für ein zweidimensionales Elektronengas in einer verspannten Heterostruktur, bestehend aus einer mit SME gewachsenen 100 nm dicken Germanium Schicht, gemessen.

Für das Wachstum von perfekten Germanium Schichten auf Silizium ist das Verständnis des Gitterfehlpassungsmechanismus von besonderer Bedeutung, da Germanium eine 4 % größere Gitterkonstante als Silizium hat. Dazu wurde die Oberflächenspannung und die Bildung des Versetzungsnetzwerkes während des Wachstums beobachtet.

Für das Wachstum perfekter Germaniumschichten wurde die Surfactant modifizierte Epitaxie mit Antimon verwendet (siehe *M. Copel [81]*).

### 6.1. Ge/Si Heteroepitaxie

Der Wachstumsmodus im thermischen Gleichgewicht wird von dem Unterschied in der freien Oberflächenenergie und der Gitterfehlpassung bestimmt. Silizium hat eine höhere freie Oberflächenenergie als Germanium, daher benetzt Si nicht Ge, sondern bildet dreidimensionale Cluster. Das Germanium mit der niedrigeren freien Ober-



**Abb. 6.1.:** Oberflächenspannung während des Wachstums von Ge auf Si(111) ohne Surfactant bei 600 °C.

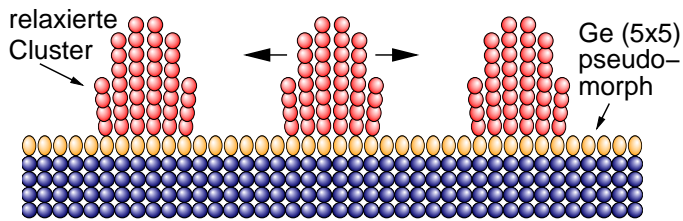
flächenenergie benetzt eine Silizium Unterlage. Eine auf drei bis vier Monolagen anwachsende geschlossene Ge Schicht kann entstehen, bis die aufgebaute Spannung das pseudomorphe Wachstum beendet [53]. Inselbildung und damit dreidimensionales Wachstum überwiegen (SK-Wachstumsmode), die Oberfläche rauht stark auf. In Abb. 6.1 ist die Oberflächenspannung während des Wachstums von Germanium auf Silizium gezeigt. Die Zunahme der Druckspannung weicht bereits zu Beginn des Wachstums von der des idealen Falles eines pseudomorphen Wachstums ab. Für pseudomorphes Wachstum, d.h. die Germanium Atome wachsen auf Silizium Gitterplätzen auf und werden folglich um 4% tetragonal verzerrt, wäre eine Druckspannungszunahme von  $1.15 \text{ N/m/ML}^1$  zu erwarten (Gl. 1.49):

$$\Delta\sigma/1 \text{ ML Ge} = \left( \frac{E}{1-\nu} \right)_{[111],\text{Ge}} \times 0.04 \times \left( \frac{1}{2} \times 3.28 \text{ \AA} \right) / \text{ML} = 1.15 \text{ N/m/ML}$$

Dies bedeutet, daß die Germaniumschicht bereits zu Beginn stark aufgerauht, sich mit Silizium vermischt, bzw. im Inselmode, wächst und damit bereits teilweise relaxieren kann. Unterstützt wird diese Aussage damit, daß die Intensität des (00)-LEED Reflexes sofort abnimmt, eine  $(5 \times 5)$  entsteht und später beide Gitterkonstanten, die von Si und Ge, im LEED gleichzeitig nachweisbar sind.

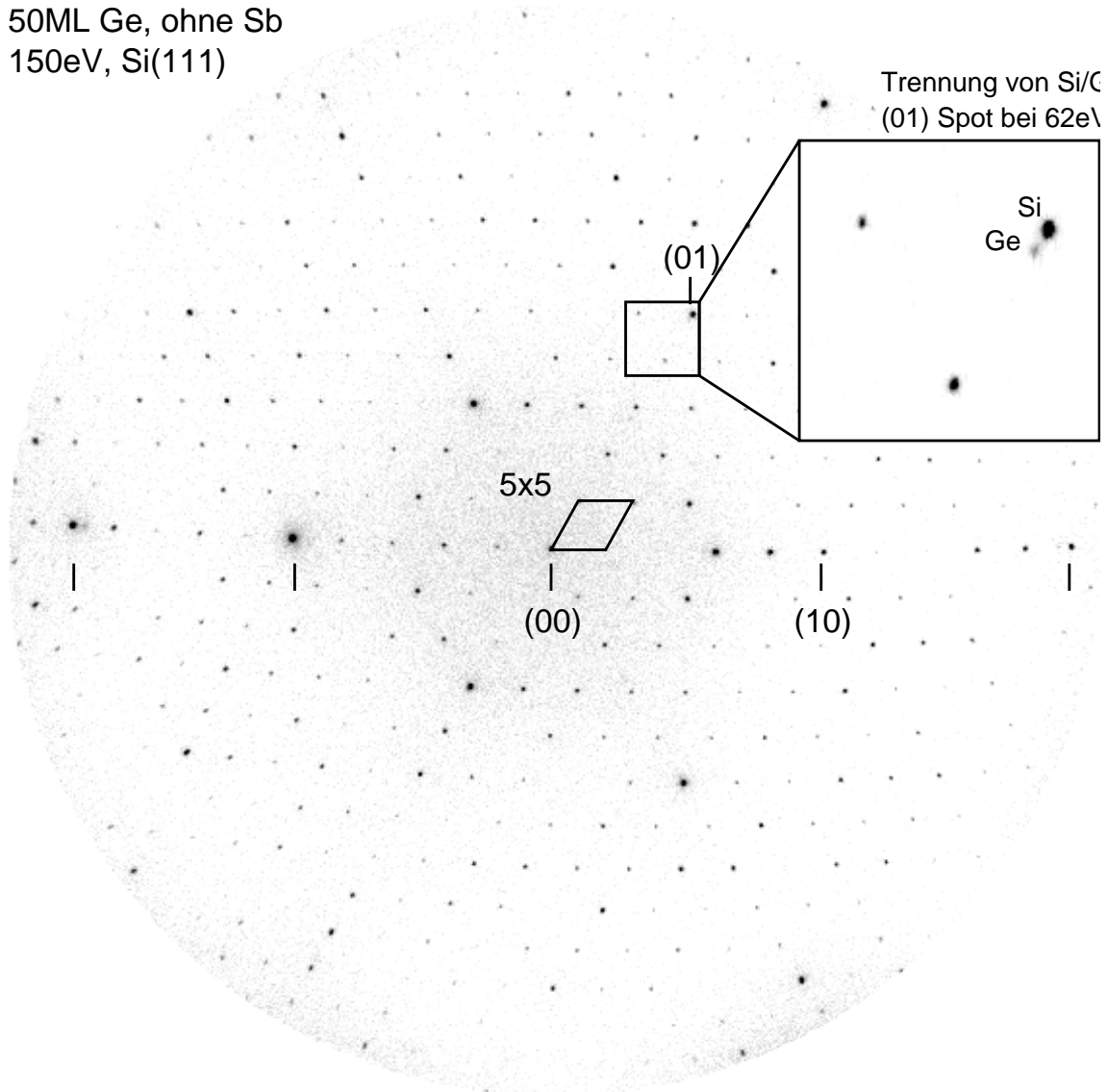
Im LEED (Abb. 6.3) ist die pseudomorphe Ge-Benetzungsschicht mit  $(5 \times 5)$ -Struktur am Interface mit Silizium Gitterkonstante sichtbar. In Überlagerung treten nach innen versetzte Ge-Reflexe auf Ge-Volumen Gitterplätzen auf. Das bedeutet, daß die

<sup>1</sup>Definition: 1 ML (Monolage) :=  $7.205 \times 10^{14}$  Ge Atome je  $\text{cm}^2$  bei Raumtemperatur.



**Abb. 6.2.:** Modell relaxierter Germanium-Cluster auf einer pseudomorphen Ge Benetzungsschicht mit einer  $(5 \times 5)$ -Überstruktur auf dem Siliziumsubstrat (extreme Darstellung).

50ML Ge, ohne Sb  
150eV, Si(111)



**Abb. 6.3.:** LEED Aufnahme von bei  $600\text{ }^\circ\text{C}$  aufgewachsenen Ge-Inseln (50 ML Ge) bei 150 eV, ohne Sb Einsatz. Der Lupenausschnitt zeigt die beiden (01) Spots bei 62 eV: Die Si/Ge Trennung deutet auf das Vorhandensein einer pseudomorphen Ge-Benetzungsschicht mit  $(5 \times 5)$  Struktur und von relaxierten Ge Inseln.

für LEED sichtbare Inseloberfläche bereits relaxiert ist. Die  $(5 \times 5)$  wurde auch von *T. Ichikawa* [82] und *S. Hasegawa* [83] beobachtet.

STM Untersuchungen von *N. Theuerkauf* [53] zeigen Stranski-Krastanov Wachstum. Nach Deposition von 13 ML werden große dreidimensionale Ge-Inseln beobachtet. Bei  $600^\circ\text{C}$  beträgt die Inseldichte etwa  $10^{12}\text{cm}^{-2}$  und der mittlere Inselabstand  $50\text{\AA}$ . Ab ca. 10ML bleibt die Spannung nahezu konstant, es setzt reines 3D Inselwachstum ein. Da die Inseln seitlich relaxieren können (Abb. 6.2), verursacht dies keine weitere Zunahme von Spannung.

Auf diese Weise kann also kein geschlossener und glatter Film hergestellt werden.

### 6.2. SME: Sb/Ge/Si Heteroepitaxie

Die Herstellung von perfekten Germaniumfilmen auf Silizium gelingt mit der Surfactant modifizierten Epitaxie (SME) bei  $600^\circ\text{C}$ .

Dazu wird vor Beginn der Germaniumheteroepitaxie eine Monolage Antimon auf der Siliziumfläche adsorbiert. Es entsteht eine Sb  $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})$  - Überstruktur. Während des Wachstums von Germanium wird weiterhin ein Antimonfluß aufrecht erhalten, das Antimon wird dabei nicht in die Schicht eingebaut, sondern schwimmt auf der Oberfläche auf und sättigt freie Bindungen von Si bzw. Ge ab, damit wird die Beweglichkeit der oberen Atome vergrößert und ein perfektes Wachstum ermöglicht. Die dabei entstehende Dotierung mit Antimon ist geringer als  $10^{18\cdots 19}\text{Sb}/\text{cm}^3$  (*Horn-von Hoegen* [84], *B. Voigtländer* [85], *Horn-von Hoegen* [86], *D. Reinking* [87, 88]). und stört damit auch bei späteren Halbleiteranwendungen nicht.

Germanium wächst bis etwa 5 ML perfekt pseudomorph, wie links oben in Abb. 6.4 illustriert.

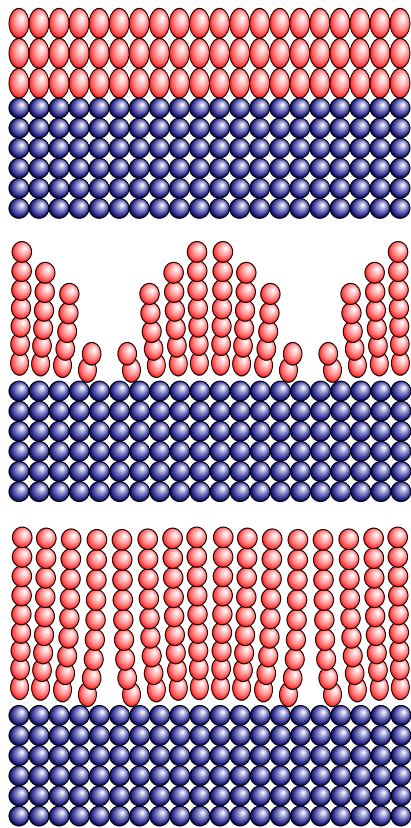
Darauf entstehen am Interface erste Fehlanpassungs-Versetzungen (*A. Rockett* [16]) die eine partielle Filmrelaxation bewirken.

Mit einem einfachen Modell aus der Kontinuumselastizitätstheorie nach *Landau* (Gl. 1.53) wurde die Höhenmodulation eines pseudomorphen Ge - Filmes mit einem einfachen, hexagonalem Versetzungsnetzwerk (mit in  $60^\circ$  kreuzenden Versetzungslinien, und der vereinfachender Annahme von superponierenden Verzerrungsfeldern) simuliert. In Abb. 6.4 ist die Höhenmodulation als Grauskala für drei verschiedene Abstände vom Interface dargestellt.

#### 6.2.1. Beobachtung des Versetzungsnetzwerkes mit SPA-LEED

Ab einem bestimmten Punkt in der pseudomorphen Phase wird die aufgebaute Spannung größer als die benötigte Energie zur Erzeugung einer Versetzung. Dies hat zur Folge, daß die Schicht einreißt, dabei entstehen sogenannte Mikropyramiden, wie oben rechts in Abb. 6.4 dargestellt. Während dieser Phase bildet sich das Versetzungsnetzwerk aus, wobei die hohe Sb induzierte, Mobilität der Germaniumatome

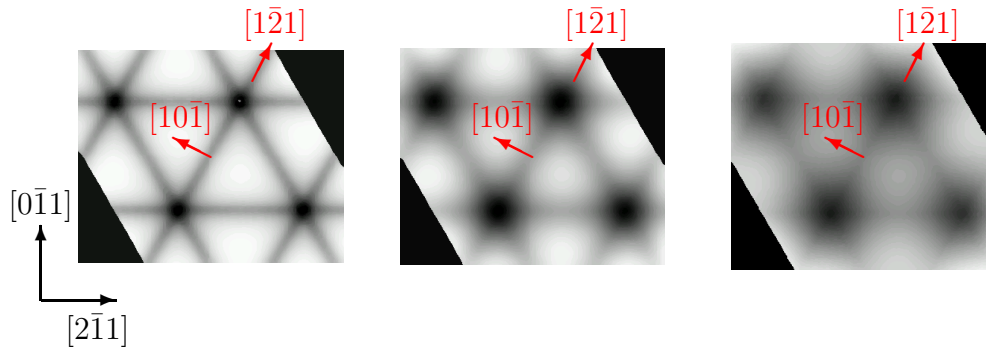




a) pseudomorphe Startphase:  
Der Ge Film wird lateral auf die Si-Gitterkonstante komprimiert und expandiert senkrecht dazu entsprechend dem *Poission-Ratio*.

b) microrauhe Zwischenphase:  
Bildung von Microclustern, Spannungsminderung. Versetzungen zwischen den Clustern und glätten der Schicht führt zur folgenden Phase.

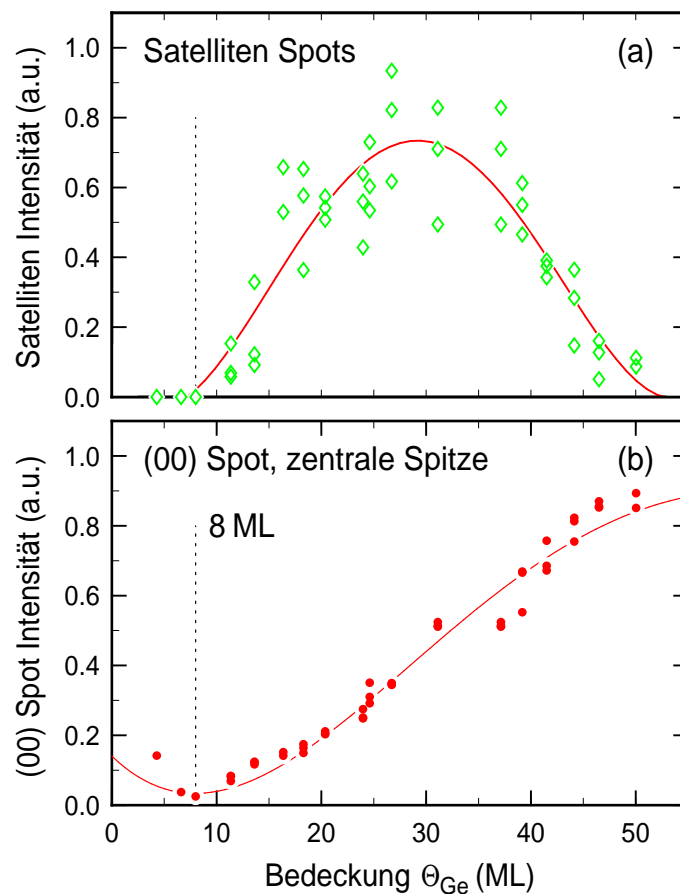
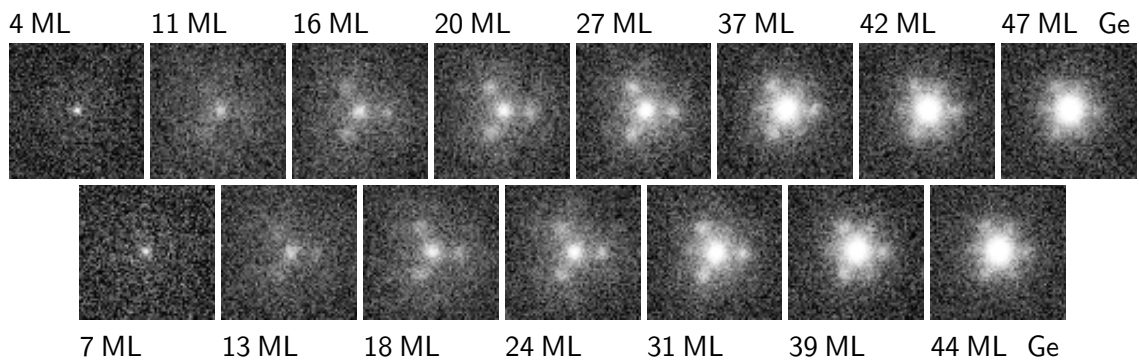
c) relaxierte Endphase:  
Geglätter Film mit periodischer Anordnung von Versetzungen. Die gezeigte Lagenmodulation ist 5-fach überhöht. Die Versetzung wurde mit  $b = 2$  gezeichnet, um den Effekt hervorzuheben.



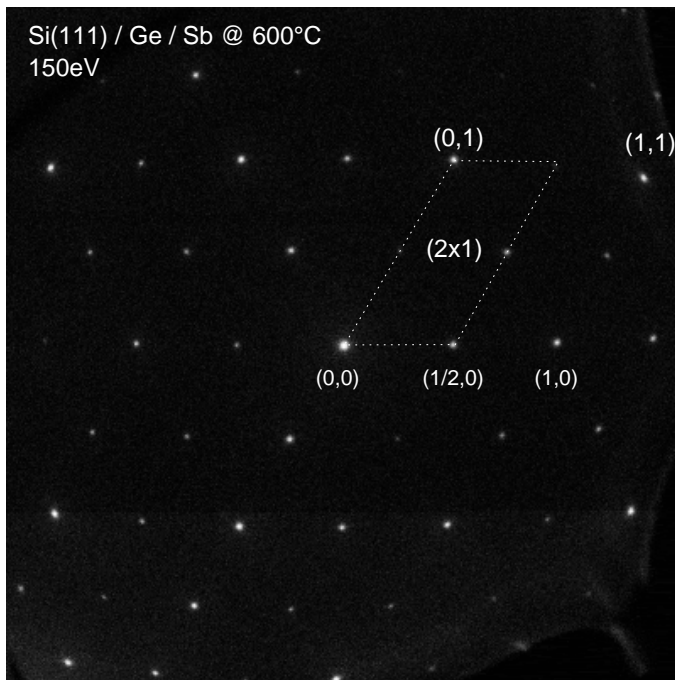
6 BL Ge,  $\Delta z \approx 1.0 \text{ \AA}$     20 BL Ge,  $\Delta z \approx 0.7 \text{ \AA}$     40 BL Ge,  $\Delta z \approx 0.1 \text{ \AA}$

**Abb. 6.4.:** Oben: Skizzen der drei Wachstumsphasen a,b,c von Ge auf Si mit SME. Unten: Simulierte Höhenmodulation innerhalb einer Lage einer perfekten relaxierten Ge Schicht in verschiedenen Abständen vom Interface, unter Annahme eines hexagonalen Versetzungsnetzwerk.

## 6. Heteroepitaxie Ge/Si, Sb



**Abb. 6.5.:** Oben: Serie von LEED Aufnahmen des (00)-Spots bei 72 eV ( $15 \times 15$  % BZ) während des Sb modifizierten Wachstums von Ge auf Si (111). Mit zunehmender Ge Bedeckung entstehen Satellitenreflexe 1. Ordnung bei 3.2 % BZ um den (00), die ab etwa 10 ML zu erkennen sind und auf die Bildung des periodischen Versetzungsnetzwerkes hinweisen. Für Bedeckungen größer 50...60ML nimmt die Intensität der Satelliten wegen abnehmender Höhenmodulation der Oberfläche ab. Unten: (a) Integrale Intensität der Satelliten erster Ordnung als Funktion der Ge Bedeckung. Über die Form der Kurve und die Lage des Maximalintensität wurde die Ge Bedeckung kalibriert in Vergleich mit [89, 90]. Die Höhenmodulation ist ab  $\approx 60$ ML nicht mehr mit SPA-LEED aufzulösen. (b) Intensität der zentralen Spitze der Satellitenanordnung.



**Abb. 6.6.:** LEED Aufnahme eines perfekten 50 ML Ge Filmes auf Si(111), gewachsen mit Sb als Surfactant bei 900K. Der Film ist bereits nahezu völlig geglättet, d.h die netzwerkbedingte Höhenmodulation ist nicht mehr erkennbar.

ein erneutes Schließen der Schicht ermöglicht. Das Versetzungsnetzwerk verrät sich über die geringe Höhenmodulation (siehe Simulation, unten in Abb. 6.5) der nun relativ glatten Oberfläche, welche mit SPA-LEED nachweisbar ist.

Die hexagonale Höhenmodulation (Simulation) läßt eine Aufspaltung der LEED Reflexe in ebenfalls hexagonaler Geometrie erwarten.

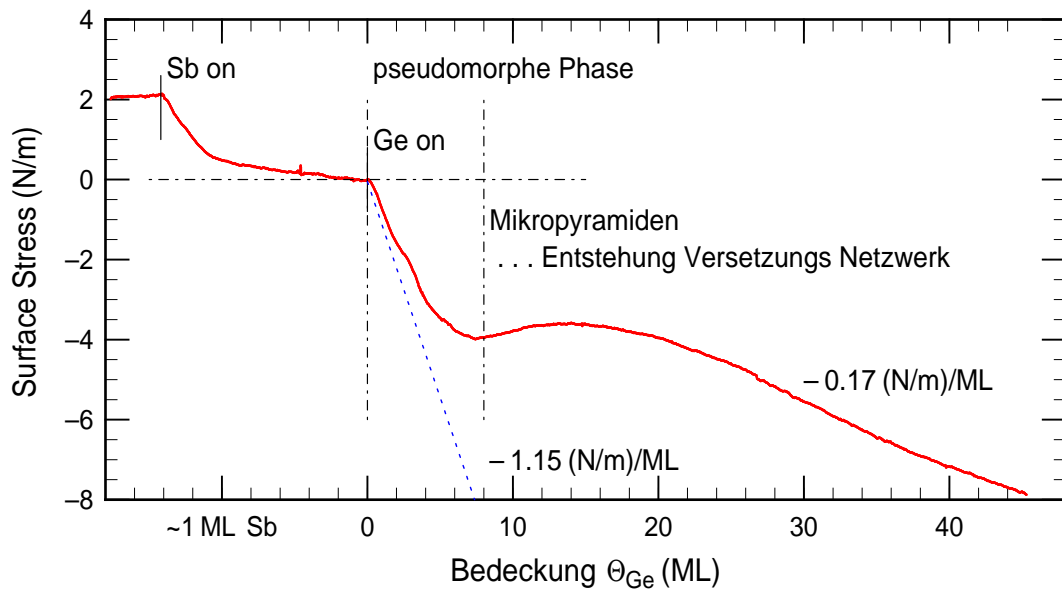
Die Serie von LEED Aufnahmen des (00)-Reflexes in Abb. 6.5 zeigt das Entstehen und Abschwächen der Satellitenreflexe. Zu hohen Bedeckungen hin nimmt die Amplitude der Satelliten ab, da die Modulationsamplitude ebenfalls abnimmt [91]. Es ist ein Bereich von 15% BZ gezeigt, das Auftreten von Satelliten im Abstand von 3.2 % BZ um den (00)-Reflex ab 10 ML ist deutlich erkennbar. Aus dem Abstand der Satelliten läßt sich die Netzwerkperiode auf  $98 \pm 10 \text{ \AA}$  bestimmen.

Aus der hexagonalen Anordnung der Satelliten folgt, daß auch das Netzwerk eine hexagonale Symmetrie hat.

In Abb. 6.5 (oben) ist die integrale Intensität der Satelliten 1. Ordnung gegen die Ge Bedeckung aufgetragen. In Vergleich mit [89, 90] liegt das Maximum bei einer Bedeckung von etwa 30 ML.

Aus der anfänglichen Abnahme der Spitzenintensität der zentralen Sitze des (00) Reflexes bis zu 8 ML ist der Punkt maximaler Rauigkeit ablesbar. Die folgende Zunahme und langsame Sättigung für Bedeckungen  $> 60 \text{ ML}$  zeigt, daß der Film sich glättet.

Das Beugungsbild eines 50 ML dicken Germaniumfilmes ist in Abb. 6.6 abgebildet. Die  $(2 \times 1)$ -Überstruktur ist gut zu erkennen. Die hohe Dynamik und der geringe Untergrund sprechen für eine perfekte Oberfläche mit geringer Rauigkeit.



**Abb. 6.7.:** Oberflächenspannungsmessung während der Ge/Si Heteroepitaxie auf Si(111) mit Sb als Surfactant bei 600 °C.

### 6.2.2. Auf- und partieller Abbau von Spannung

Parallel zu den zuvor diskutierten SPA-LEED-Messungen wurde die Oberflächenspannung während des Wachstums verfolgt [92]. In Abb. 6.7 ist der Verlauf des Stress-Signals, beginnend mit der Antimonadsorption (Sb on), bis zu 45 ML Germanium gezeigt.

In der Vorbereitungsphase (Sb on) wird die Zugspannung der  $(7 \times 7)$  abgebaut und Antimon bedingt eine Druckspannung aufgebaut. Dazu wird der Sb-Fluß soweit erhöht, bis eine Sb  $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})$  in SPA-LEED sichtbar wird.

Der Antimonfluß wird nun auf ca.  $1 \text{ Hz/s}$  reduziert, was genügt, um ca. eine Monolage Antimon auf der Fläche zu halten. Die exakte Einhaltung eines bestimmten Flusses ist nicht notwendig, da alles überschüssige (mehr als eine Monolage) Antimon bei 600 °C sehr schnell desorbiert.

Der Beginn des Germaniumwachstums verläuft bis etwa 5 ML perfekt pseudomorph, wie an der linearen Druckspannungszunahme von  $-1.15 \text{ N/m/ML}$  abgelesen werden kann. Einziges noch unverstandenes Detail ist der kleine Absatz bei 2.5 ML, der in allen Meßreihen reproduziert wurde.

Bei einer kritischen Bedeckung  $\theta_{Ge,critic}=8 \text{ ML}$  beginnt der Film aufzureißen und es entstehen Mikropyramiden. Der folgende Abbau von Druckspannung ist auf die Bildung von Versetzungen zurückzuführen. Die Selbstorganisation eines Versetzungsnetzwerkes beginnt – wie die Beugungsbeobachtungen ergeben haben – zu diesem Zeitpunkt und der Film beginnt sich bereits wieder zu glätten.

Da jedoch eine Restverspannung – in der Größe der Versetzungsbildungsenergie –

bleibt, wird im folgenden wieder Druckspannung aufgebaut, jedoch mit einer deutlich geringeren Rate von  $-0.17 \text{ N}_m/\text{ML}$  bei 30 ML. Mit zunehmender Bedeckung findet jedoch eine weitere stetige Relaxation statt, so daß bei 40 ML nur noch etwa  $-0.14 \text{ N}_m/\text{ML}$  verbleiben.

## 6.3. Zusammenfassung

### 6.3.1. Ohne Surfactant

Der Versuch Germanium auf Silizium in epitaktischen und glatten Filmen aufzuwachsen scheitert nach den ersten drei bis vier Lagen Germanium. Es bildet sich eine pseudomorphe Ge-Benetzungsschicht auf dem Si Substrat aus, die ein  $(5 \times 5)$ -Überstruktur mit Si Gitterkonstante zeigt. Weitere Lagen werden nicht mehr geschlossen, sondern sammeln sich in großen Ge-Clustern an. Die Cluster können innerhalb der unteren Lagen zur Seite hin relaxieren, so daß die oberen Schichten die Ge-Volumengitterkonstante einnehmen können. Im LEED sind diese relaxierten Lagen über zusätzliche Reflexe an zum (00)-Reflex hin verschobenen Positionen zu identifizieren. Das Spannungssignal steigt während des fortgeschrittenen Clusterwachstums nicht weiter an, da die Cluster bereits relaxiert sind.

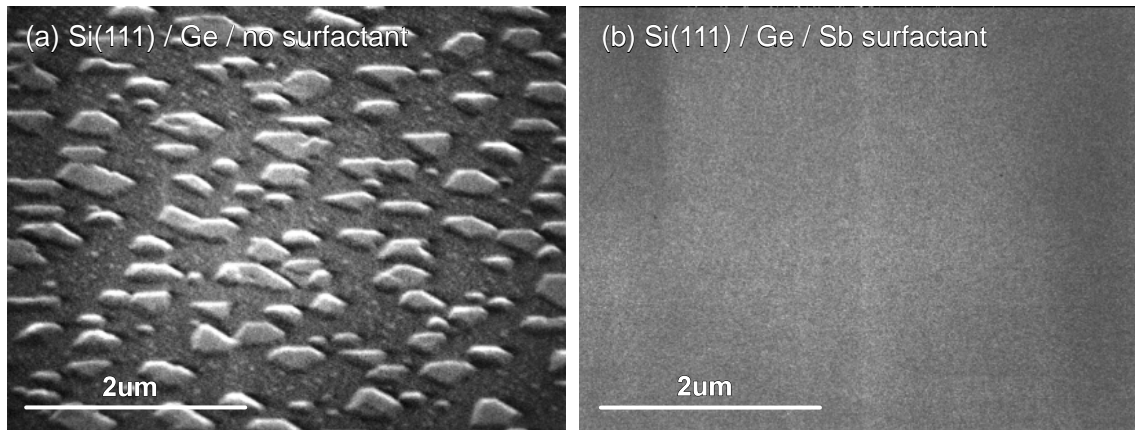
Auf diese Weise können folglich keine geschlossenen Ge-Schichten auf Silizium hergestellt werden.

### 6.3.2. Mit Surfactant

Der Erfolg in der Änderung des Wachstumsmodos mittels SME ist in den beiden SEM-Aufnahmen in Abb. 6.8 deutlich zu erkennen: Die 50 ML Germanium Schicht der Probe im linken Bild wuchs ohne SME, es haben sich große Ge-Cluster gebildet, das Wachstum ist in den Stranski-Krastanov-Mode übergewechselt. Im rechten Bild wurde unter vergleichbaren Bedingungen eine 50ML Ge Schicht mit SME gewachsen, es ist außer einer strukturlosen, glatten Oberfläche nichts zu erkennen [93].

Der Verlauf der Filmspannung während der SME zeigt, für die anfängliche pseudomorphe Phase und für das Wachstum bei Bedeckungen größer 20 ML, qualitativ das Verhalten des in Kapitel [Kap. 1.5.3], Abb. 1.6 vorgestellten Modells. Der Bereich um 8...20 ML umfaßt eine komplexe Umstrukturierung, die das Modell nicht beinhaltet. Die Spannungszunahme (Steigung) von  $-1.15 \text{ N}_m/\text{ML}$  in der pseudomorphen Phase stimmt exakt mit der aus den Elastizitätskonstanten von Ge berechneten überein. Dies zeigt, daß in dieser Phase eine perfekte pseudomorphe und geschlossene Ge Schicht mit lateraler Si Gitterkonstante aufwächst. Jede Art von Relaxation oder Vermischung mit Silizium würde die Steigung verringern. SME unterdrückt folglich die Vermischung von Ge und Si am Interface und begünstigt das pseudomorphe Wachstum (*M. Katayama* [94]).





**Abb. 6.8.:** SEM: Änderung des Wachstumsmode, Aufsicht 50 ML Ge auf Si(111) , (a) Ge Inselbildung ohne Surfactant, (b) Glatte Ge Schicht, mit SME.

STM Untersuchungen des Systems Sb/Ge/Si von *G. Meyer* [95], *B. Voigländer* [85] und *R. Stalder* [96] bestätigen diese Feststellung.

Der Übergang in die nächsten Phase erfolgt bei  $\approx 6$  ML mit der Verringerung des Spannungsaufbaus, das Wachstum schwenkt in die sogenannte mikrorauhe Übergangsphase ein.

Mit Erreichen der kritischen Bedeckung von  $\approx 8$  ML entstehen spontan Versetzungen am Interface. Der Film rauht in dieser Zwischenphase mittels Bildung von Mikropyramiden stark auf und es findet mit zunehmender Bedeckung ein Abbau von insgesamt  $0.5 \pm 0.1$  N/m Filmspannung statt.

Mit weiter zunehmender Bedeckung wächst die sich bereits geglättete Ge Schicht mit stetig abnehmender Spannungszunahme weiter. Bei  $\approx 30$  ML beträgt die Filmspannungszunahme  $-0.17$  N/m/ML, bei  $\approx 40$  ML nur noch  $-0.14$  N/m/ML. Dies zeigt, daß eine weitere Relaxation mit zunehmender Filmstärke – vgl. dem Modell – stattfindet. Bei  $\approx 30$  ML entspricht dies einer Relaxation  $\approx 83$  %. Der Vergleich mit Röntgenstrukturanalysen bestätigt diese Aussage, siehe folgendes Kapitel [Kap. 7]. Weitere Details zum Spannungsabbau mittels SME über der Defekt/Versetzungserzeugung oberhalb der kritischen Dicke  $t_c$  sind bei *F.K. LeGoues* [97], *M. Copel* [98] und *J.M.C. Thornton* [99] zu finden.

Das Netzwerk wurde von *F.K. LeGoues* [100] und *M. Kammler* [101] genauer auf die atomare Struktur untersucht.

In der Halbleitertechnologie-Abteilung konnten auf diese Weise bis zu  $1 \mu\text{m}$  starke nahezu relaxierte Ge Schichten hergestellt werden. Unter Verwendung dieser SME-Schichten wurde dort bereits erfolgreich der erste Ge p-Kanal MOSFET realisiert.

# 7. Röntgenbeugung am Ge/Si Versetzungsnetzwerk

Das aus Kapitel [Kap. 6] bereits bekannte System Ge/Si(111) wurde am DESY/BW1 mit Röntgenbeugung (XRD) untersucht. Ziel dieser Meßreihen ist es, die Netzwerkgeometrie zu vermessen und die Restverspannung für verschieden Schichtdicken quantitativ zu bestimmen.

Dazu wurden mit SME gewachsene Ge Schichten verschiedener Dicke untersucht. Die Proben wurden von *M. Kammler* am LFI unter vergleichbaren Bedingungen hergestellt. Da XRD Messungen an Luft durchgeführt werden können, wurden die Proben mit einer bei Raumtemperatur gewachsenen Si Deckschicht geschützt. Diese ist ungeordnet und beeinflusst die Messung nicht.

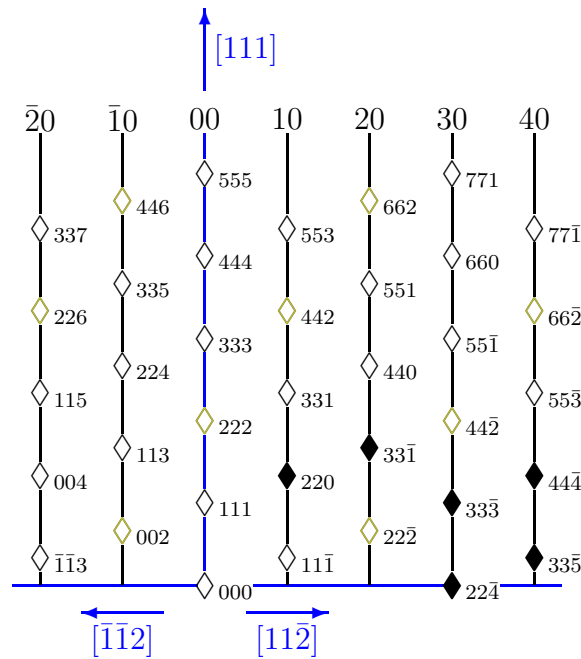
Um mit Röntgenbeugung oberflächensensibel zu sein, ist unter streifendem Einfallswinkel zu arbeiten.

## 7.1. Methode XRD

Da es sich um tief in den Kristall eindringende Strahlung (typisch 10keV) mit geringer Wechselwirkung handelt, genügt es nur Einfachstreuung zu betrachten. Dementsprechend ist auch die gestreute Intensität gering, und es ist von Vorteil die intensive Röntgenstrahlung eines Wignlers am Synchrotron zu verwenden. Eine ausführliche Einführung in die Thematik der oberflächenempfindlicher Röntgenbeugung geben *I.K. Robinson* [102], *R. Feidenhans'l* [103] und *H. Zabel* [104].

Der Aufbau am DESY/BW1 ist wie folgt: Das Röntgenlicht aus dem Wiggler wird mit einem Doppelkristallmonochromator gefiltert und gelangt über ein Strahlrohr zum Meßplatz. Dort steht ein rechnergesteuertes 6-Kreis Diffraktometer zur Verfügung, welches die Probe und einen Liniendetektor (PSD) trägt. Dieser kann auf einer Länge von ca. 13cm orts aufgelöst Röntgenphotonen in bis zu 2000 Kanälen zählen. Damit wird je nach Abstand Probe–Detektor (typ. 70...100 cm) ein bestimmter Winkelbereich abgedeckt. So kann mit einem Scan zwischen zwei Punkten im reziproken Raum ein zweidimensionaler Ausschnitt vermessen werden.

Die Intensitätsverteilung  $I(\vec{k})$  eines Objektes bei der Röntgenbeugung läßt sich, unter Ansatz der Einfachstreuung, als Summe über alle an der Streuung beteiligten



**Abb. 7.1.:** Schnitt des reziproken Gitters eines fcc-Kristalls in ( $k_{\perp}$ )  $[111]$ -CTR Richtung und ( $k_{\parallel}$ )  $[11\bar{2}]$ . Die Umgebungen der Reflexe mit den ausgefüllten Symbolen wurden vermessen, die Reflexe mit den hellgrauen Symbolen sind „verboten“.

Atome ( $f_i$  ist der Atomformfaktor) bestimmen:

$$I(\vec{k}) = I_0 \sum_i f_i(\vec{k}) e^{i \vec{k} \cdot \vec{r}_i} \quad (7.1)$$

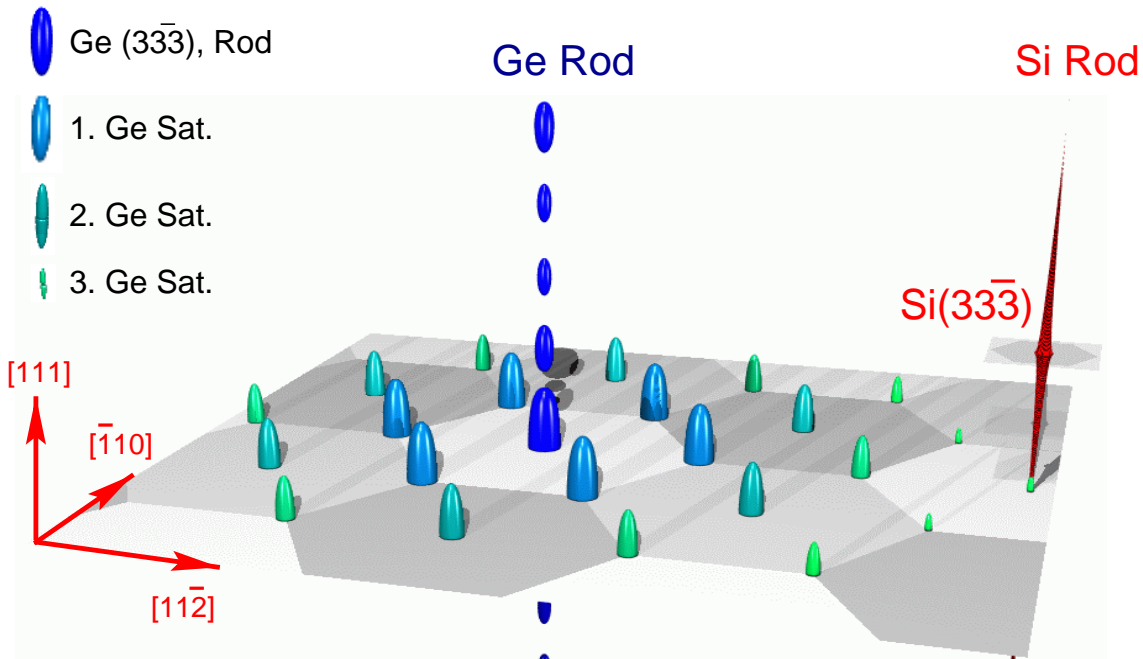
Für eine periodische Atomanordnung (Kristallgitter) transformiert Gl. 7.1 das reale Gitter in das reziproke Gitter. Wird das Gitter halbseitig abgeschnitten (Oberfläche), so wird die Intensitätsverteilung in der zur Oberfläche normalen Richtung verbreitert, es treten Stangen (Rods) auf.

In Abb. 7.1 sind einige Stangen des reziproken Gitters eines fcc-Kristalls gezeigt. Die Reflexindizierung ist in LEED-Nomenklatur mit „kubischer Basis“ vorgenommen, d.h. die (00)-Stange in  $[111]$ -Richtung ist die Oberflächennormale. Das in „Oberflächengeometrie“ gedrehte Koordinatensystem hat die neue Basis  $k_z$  in  $[111]$ ,  $k_{\parallel}$  in  $[11\bar{2}]$ -Richtung. Damit hat der  $(33\bar{3})$ -Reflex also die Koordinaten  $(310)$  und dem  $(220)$ -Reflex entspricht  $(1 \frac{4}{3} 0)$ .

Zur Veranschaulichung und zum Verständnis der folgenden Meßdaten bzw. Schnitte im dreidimensionalen  $k$ -Raum in verschiedenen Richtungen bei verschiedenen Positionen wird anhand von Abb. 7.2 die erwartete räumliche Intensitätsverteilung in der Umgebung des  $(33\bar{3})$ -Reflexes erläutert.

Die auftretenden Reflexe bzw. Stangen (Rods) werden am besten schrittweise, beginnend mit einem unendlichen Kristall, eingeführt: Das Silizium Volumen erzeugt





**Abb. 7.2.:** Schematische Darstellung (Isointensitätsflächen) der Umgebung des  $(3\bar{3}\bar{3})$ -Germanium Rods mit Satelliten und Si-Rod.

den scharfen Si  $(3\bar{3}\bar{3})$ -Reflex. Dieser wird zu einem in  $[111]$  (Oberflächennormale) ausgedehnten Rod, da der betrachtete Kristall eine Oberfläche hat und die spezielle Meßmethode mit flachem Einfallswinkel besonders oberflächensensibel ist.

Zusätzlich wird von dem dünnen Ge-Film mit abweichender Gitterkonstante (etwas größer als die von Si) der in Richtung  $(000)$  verschobene Ge  $(3\bar{3}\bar{3})$ -Reflex erzeugt. Dieser ist wegen der endlichen Dicke des Films zu einem modulierten Rod verbreitert. Die Anzahl der Maxima wird von der Anzahl der Ge-Lagen bestimmt, äquivalent zur Beugung am Gitter (dem Gitter mit  $N$  Spalten entsprechen hier die Ge-Lagen). Die phasenrichtige Aufsummierung der gestreuten Wellen an äquidistanten Ge Ebenen läßt sich unter Verwendung der geometrischen Reihe – unter Vernachlässigung des Formfaktors – ausführen ( $(00)$ -Stange):

$$I(k_z) = \left| A_0 \frac{\sin(\pi N(1 - \epsilon_{\text{mf},z})k_z)}{\sin(\pi(1 - \epsilon_{\text{mf},z})k_z)} \right|^2 \quad (7.2)$$

Hier ist  $\epsilon_{\text{mf},z}$  der Misfit zwischen der Si und Ge Gitterkonstanten in  $z$ -Richtung (Lagenabstand).

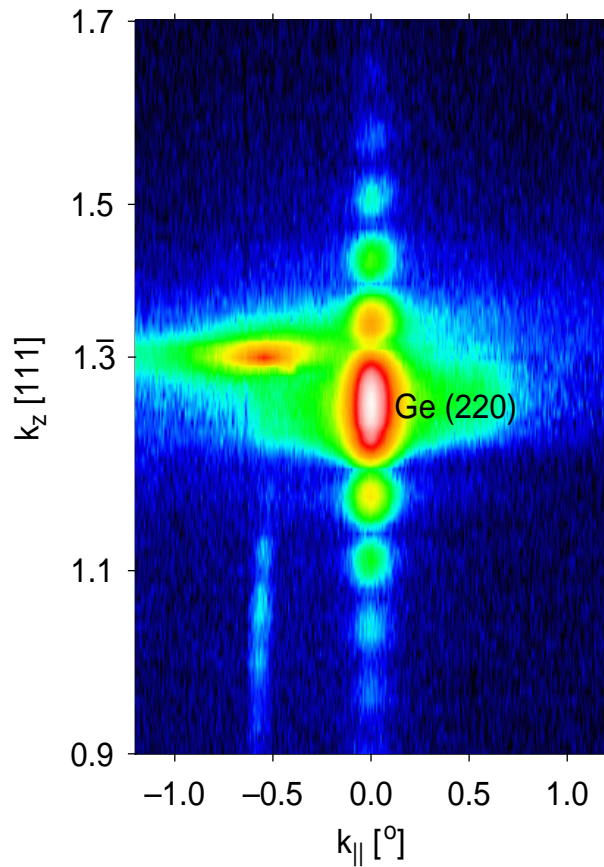
Damit sind die „Hauptreflexe“ – resultierend vom Si und Ge Gitter – beschrieben. Nun bleibt noch der interessanteste Bestandteil der Intensitätsverteilung zu erklären: In der  $[11\bar{2}]$ - $[\bar{1}10]$ -Ebene treten Germanium-Satellitenreflexe auf, und zwar auf exakt drittel-Positionen zwischen dem Ge- und Si-Rod in einem hexagonalen Raster. Das

bedeutet, daß der Ge-Film lateral (in der Ebene) mit einer periodischen, hexagonalen Struktur moduliert ist. Die Modulationsperiode resultiert aus dem inversen Satellitenabstand, d.h.  $1/\epsilon_{\text{mf,xy}}$ . Die eben eingeführte Modulation ist das Resultat des hexagonalen Versetzungsnetzwerkes im Germanium Film, das die Ge-Atompositionen sowohl lateral aus den Gitterplätzen auslenkt, als auch die Lagenabstände moduliert [Kap. 6].

Diese Satelliten treten ebenfalls als Satellitenrods auf, welche hier der Übersichtlichkeit wegen nicht gezeichnet sind.

Aus den Positionen und Abständen der Satellitenreflexe relativ zur Siliziumreflexposition kann die mittlere Gitterkonstante der Ge Schicht in lateraler und normaler Richtung bestimmt werden. Die Satellitenreflexintensitäten (Rod und In-Plane) enthalten Strukturinformationen, die nur mittels Modellrechnung und Vergleich auf indirekte Weise zugänglich sind. Als Strukturinformationen kommen Rauigkeit, Netzwerkgeometrie, Verteilung und Ordnung der Versetzungen in Frage. Detaillierte Modelle werden hier nicht behandelt, siehe *M. Kammler* [101].

Analog zu diesem Beispiel der Umgebung des  $(33\bar{3})$ - Reflexes sind auch alle anderen Reflexe aufgespalten.



**Abb. 7.3.:** Rod-Scan über den (220)-Reflex. Der Schnitt ist so orientiert, daß der Si-Rod/Reflex nicht getroffen wird (zu hohe Intensität). Die Rod Modulationsperiode beträgt 2.33 %, bezogen auf das Silizium Gitter, d.h. die Ge Schicht besteht aus 30 BL ( $\nu = 0.25, \epsilon_{xy} = 4\% \times 0.2$ ). Die schwache Intensität auf der linken Seite ist den Ausläufern des nicht geschnittenen Si-Rods zuzuordnen.

## 7.2. Röntgenmessungen

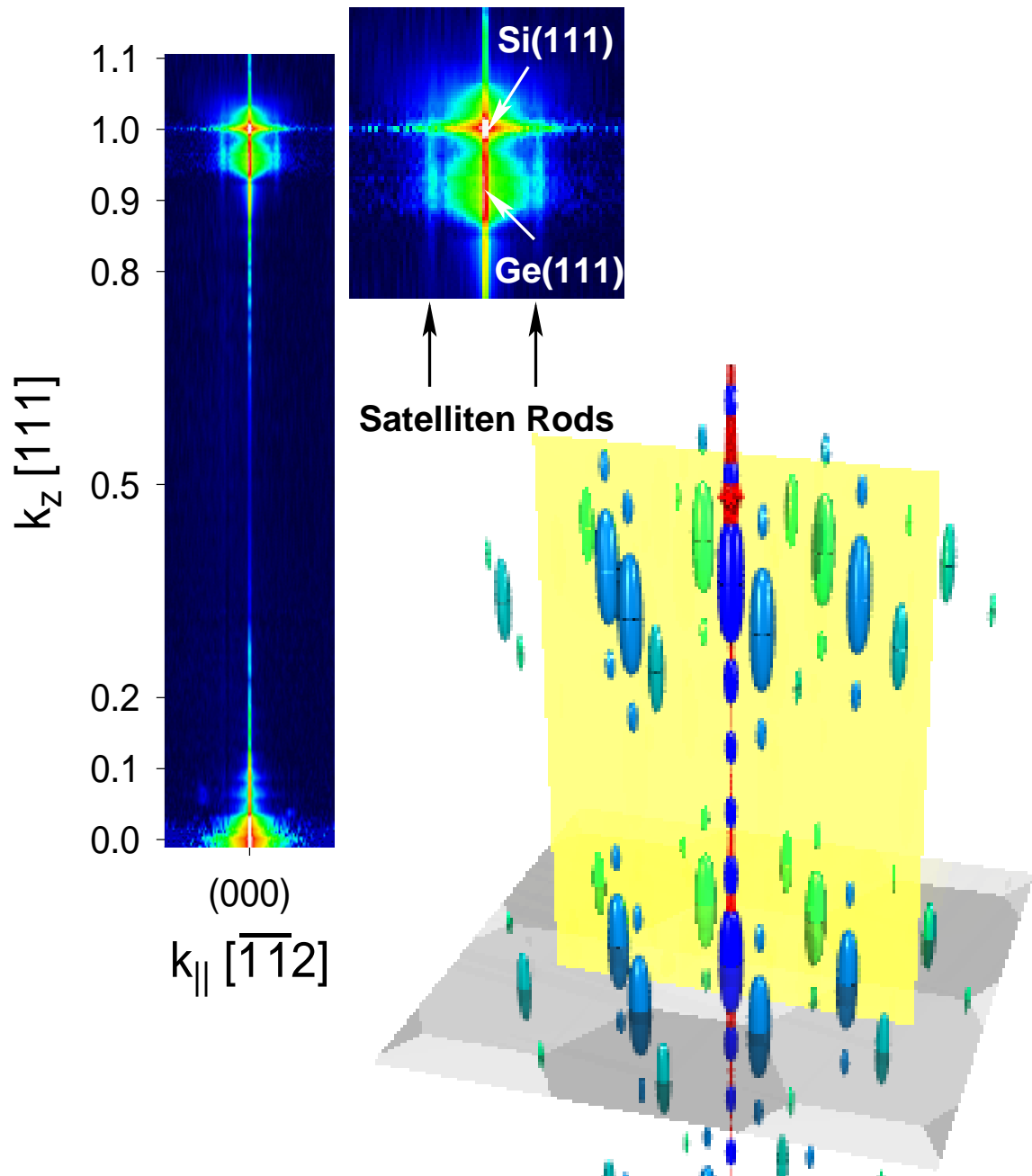
An der Beamline BW1/HASYLAB, Desy wurden Proben mit SME gewachsene Schichten von 15, 30 und 60 BL Ge mit XRD untersucht. Ziel sind die Charakterisierung der Geometrie des vergrabenen Versetzungsnetzwerkes und die Bestimmung der mittleren Ge Gitterkonstanten, d.h. den Lagenabstand und den mittleren lateralen Ge Atomabstand.

### 7.2.1. Rod Scans

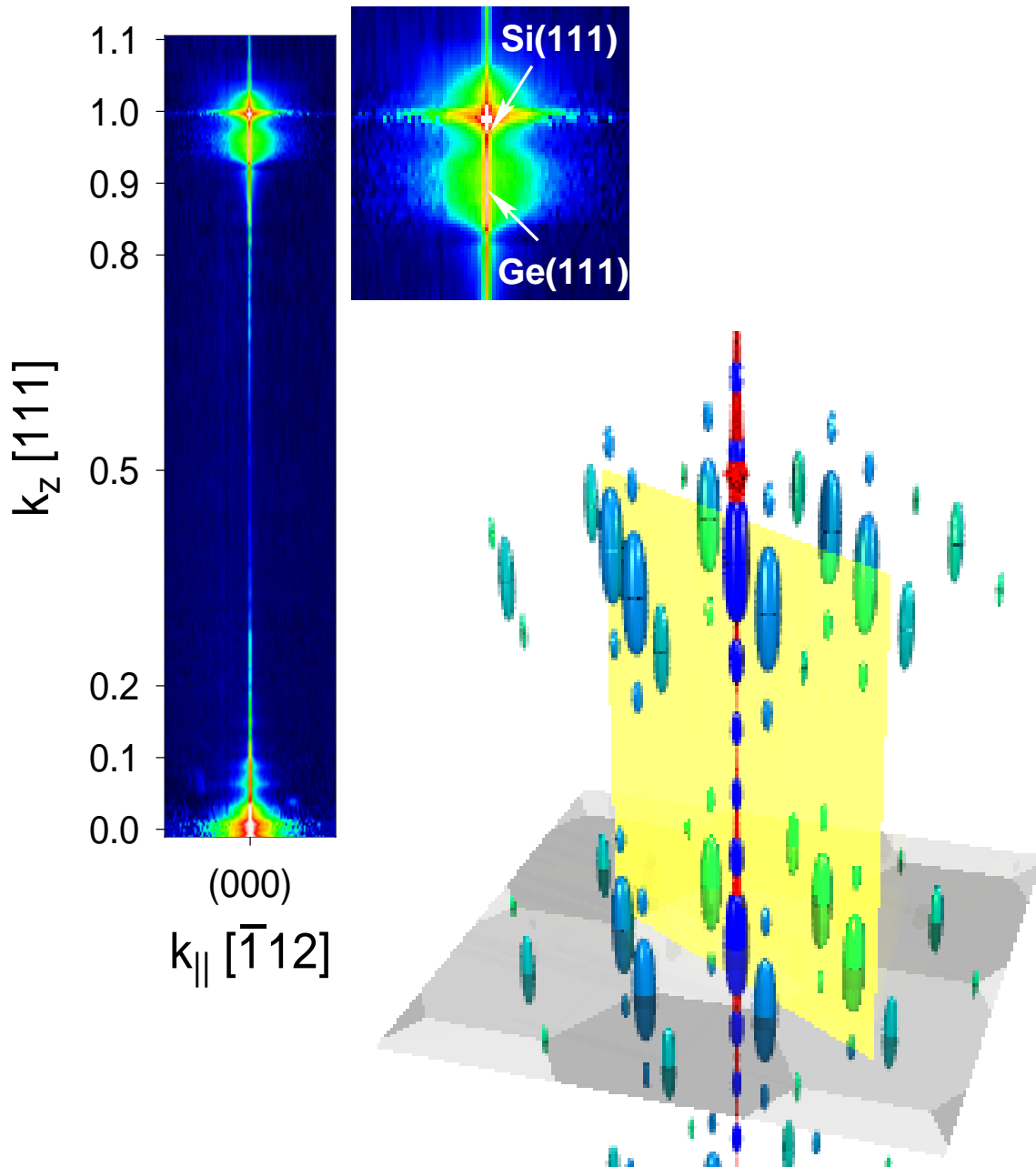
In Abb. 7.3 ist die Modulation des Ge-(220)-Rods, hervorgerufen von der dünnen Ge Schicht, gut zu erkennen. Aus der Modulationsperiode von 2.33 %, bezogen auf das Silizium Gitter, läßt sich eine 30.3 BL Ge Schichtdicke ableiten. Dies paßt auch zu der erwarteten Anzahl von 30.0 Ge-Lagen einer vertikal relaxierten Ge Schicht mit einem Poissonratio von  $\nu = 0.25$ .

Die schwache Intensität auf der linken Seite ist den Ausläufern des nicht geschnittenen Si-Rods zuzuordnen und ist hier nicht von Interesse.

Um die Orientierung des Netzwerkes, d.h. die Richtung, in der das Hexagon mit den



**Abb. 7.4.:** Links: Rod-Scan auf der (00)-Stange vom (000) zum (111). Der Detektor liegt in  $[\overline{112}]$ -Richtung, so daß Ge Satelliten Rods geschnitten werden. Rechts: Schematische Darstellung der Lage des 2D-Scans (hell eingezeichnete Ebene) im k-Raum.



**Abb. 7.5.:** Links: Rod-Scan auf der (00)-Stange vom (000) zum (111), der Detektor liegt in  $[\bar{1}12]$ -Richtung, so daß keine Ge Satelliten Rods geschnitten werden. Rechts: Schematische Darstellung der Lage des 2D-Scans (hell eingezeichnete Ebene) im k-Raum.

BL Ge	relative Abstände, bezüglich Si			Rest- Verspannung	$a_{net}$ [Si <sub>ao</sub> ]
	Satellit 1	Satellit 2	Ge-Si		
15	-3.25%	-3.31%	-3.27%	24%	31
30	-3.32%	-3.45%	-3.33%	22%	30
60	-3.35%	-3.35%	-3.41%	19%	29
∞-Modell	-4.06%	-4.06%	-4.06%	0%	25

**Tab. 7.1.:** Parameter aus der In-Plane Profilvermessung.

Satelliten ausgerichtet ist zu finden, wurden Rod-Scans auf der (00)-Stange vom (000) zum (111) gefahren.

Der Detektor wurde im ersten Scan in  $[\bar{1}\bar{1}2]$  ausgerichtet, so daß die auf der  $[\bar{1}\bar{1}2]$ -Richtung liegenden Ge Satelliten geschnitten werden. In Abb. 7.4 sind links die Intensitätsverteilung auf dem Rod und der Umgebung in  $[\bar{1}\bar{1}2]$ -Richtung und rechts eine Prinzipskizze mit eingezeichneter Meßebeane gezeigt.

Die Vergrößerung zeigt den (111)- Si Reflex (sehr scharf) und den breiten Ge Reflex mit benachbarten Ge-Rods.

Damit wird der Verlauf der Netzwerk-/Versetzungslinien auf die  $[1\bar{1}0]$ -Richtung (senkrecht zu  $[\bar{1}\bar{1}2]$  und in der Ebene liegend) festgelegt. Die anderen beiden Netzwerkrichtungen liegen dann um je 60° dazu verdreht.

Als Verifikation wurde noch ein äquivalenter Rodscan ausgeführt, jedoch liegt der Detektor diesmal genau in der Richtung  $[\bar{1}12]$  zwischen den Satelliten. Wie die Messung in Abb. 7.5 zeigt, sind an den zwischenliegenden Positionen auch keine Satellitenrods zu finden.

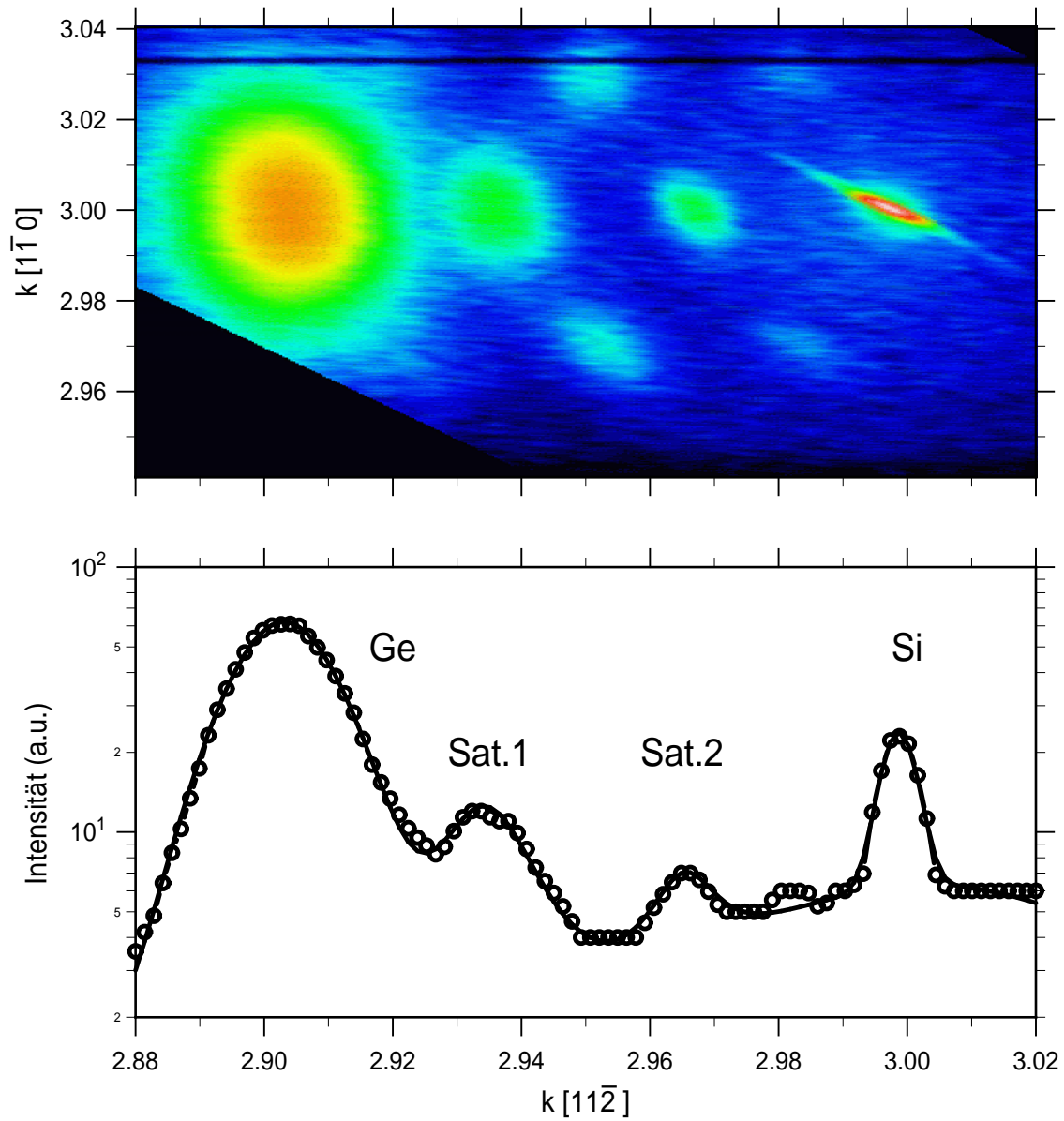
### 7.2.2. In-Plane Scan

Zur Bestimmung der mittleren lateralen (in der Oberflächenebene) Gitterkonstanten der Germaniumschicht wurden „In-Plane“ Scans in der  $[1\bar{1}0]$ – $[\bar{1}12]$  Ebene durch den  $(33\bar{3})$ -Ge Reflex aufgenommen, dies entspricht genau der schattierten Fläche in Abb. 7.2.

In Abb. 7.6 ist eine Intensitätsverteilung dargestellt, wobei die Originaldaten bereits entzerrt wurden. Das Profil unter dem Intensitätsmap wurde aus dem Datensatz so extrahiert, daß es genau durch den Ge Reflex (links) und die nach rechts auftretenden Satellitenreflexe verläuft, bei  $k_{[\bar{1}12]} = 3$  wird noch der Ausläufer des Silizium Rod geschnitten.

Für Proben mit verschiedener Anzahl von Ge Lagen (15, 30 und 60 BL) wurden die Satellitenpositionen und Abstände vermessen. Die genauen Peak-Positionen wurden per Fit aus den Profilen gewonnen.

In Tabelle Tab. 7.1 sind die Daten zusammengestellt.



**Abb. 7.6.:** In-Plane Scan durch den  $(33\bar{3})$ -Ge-Satelliten und Profilauszug in  $[11\bar{2}]$ -Richtung durch die Satelliten. Aus den angefitzten Positionen der Satelliten ergibt sich die laterale Restverspannung.

### 7.3. Diskussion

Aus einer einfachen Auswertung der Positionen von Germanium-, Satelliten- und Siliziumreflexen in In-Plane Geometrie läßt sich die laterale Filmgitterkonstante relativ zum Silizium bestimmen. Aus Vergleich mit dem Volumen Misfit zwischen Ge und Si von 4 % folgt, daß noch eine Schichtdickenabhängige Restverspannung vorliegt (Tab. 7.1).

Diese Ergebnis steht in Übereinstimmung mit den Messungen der Filmspannung. Die Richtung der Versetzungslinien wurde aus der Geometrie der Ge-Satelliten bestimmt, eine weiterreichende Charakterisierung der Netzwerkgeometrie mittels Modellrechnungen führt *M. Kammler* [101] aus.



## 8. Stress Messung beim Wachstum von $\text{CaF}_2$ auf $\text{Si}(111)$

Das heteroepitaktische Wachstum von Kalziumfluorid<sup>1</sup> auf Silizium ist ein in vielfältiger Weise interessantes System zum Verständnis der grundlegenden Mechanismen des aufeinanderwachsens verschiedenartiger Materialien. Kalziumfluorid und Silizium kristallisieren beide im fcc-Gitter, haben jedoch völlig verschiedene Bindungsarten und elektronische Eigenschaften: Silizium ist ein kovalent gebundener Halbleiter, während Kalziumfluorid einen Isolator mit ionischen Bindungen bildet.

Seit den 80er Jahren werden  $\text{CaF}_2$ -Filme auf (111)-orientierten Silizium Flächen gewachsen [105, 106].  $\text{CaF}_2$  wächst in sogenannten elektrisch neutralen Tripel-Lagen (TL) mit der [111]-Lagenfolge  $\text{F}^-$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{F}^-$  auf  $\text{Si}(111)$ . Bei Wachstumstemperaturen über 873 K wächst  $\text{CaF}_2$  in einem  $180^\circ$  gegenüber dem Si Gitter um die [111]-Achse gedrehten Orientierung auf (Typ B) [107]. Für tiefe Temperaturen ( $< 500$  K) liegt ausschließlich Typ A vor, d.h.  $\text{CaF}_2$  wächst in der Orientierung des Si-Gitters. Dazwischen liegt ein Mischung beider Typen vor (Tab. 8.2).

Während des Wachstums benetzt  $\text{CaF}_2$  das Silizium Substrat, da die freie Oberflächenenergie von  $\text{CaF}_2$  nur ein Drittel der Si Oberfläche beträgt. Je nach Wachstumsbedingungen, Temperatur, Terrassenbreite und  $\text{CaF}_2$ -Fluß, wächst der Film glatt, im Insel- oder Stufenflußmode (*M. Olmstead* [106], *J. Wollschläger* [108]).

Epitaktische, dünne und glatte Isolatorschichten sind für Quantenbauelemente aus Multilayerstrukturen ( $\text{Si-CaF}_2\text{-Si-}\dots$ ), wie z.B. resonante Tunneldioden, hoch interessant.

Die Materialkombination  $\text{CaF}_2/\text{Si}(111)$  ist für Untersuchungen der Oberflächenspannung interessant, da es einerseits auf  $\text{Si}(111)$  pseudomorph aufwächst und andererseits eine große temperaturabhängige Differenz der Ausdehnungskoeffizienten von Si und  $\text{CaF}_2$  besteht, so daß die Gitterfehlpassung zwischen Silizium und  $\text{CaF}_2$  im Bereich von 588...976 K von 1.4...2.4 % steigt [106]. Das Ziel der folgenden Experimente ist es, erstmalig auf direktem Wege etwas über die elastischen Eigenschaften einer dünnen (zweidimensionalen) pseudomorphen Ionenkristallschicht zu lernen und ggf. Abweichungen von dessen Volumeneigenschaften zu studieren.

---

<sup>1</sup>Kalziumfluorid:  $\text{CaF}_2$ , natürliches Vorkommen als Flußspat (Fluorit) in Form großer farbloser Kristalle.

T	$\epsilon_{\text{mf}}$	$\Delta\sigma / 1 \text{ TL (LB)}$	$\Delta\sigma / 1 \text{ TL (CRC)}$
277 K	0.6 %	0.25 $\text{N/m/TL}$	0.41 $\text{N/m/TL}$
432 K	1.0 %	0.42 $\text{N/m/TL}$	0.68 $\text{N/m/TL}$
627 K	1.5 %	0.63 $\text{N/m/TL}$	1.02 $\text{N/m/TL}$
820 K	2.0 %	0.84 $\text{N/m/TL}$	1.37 $\text{N/m/TL}$

**Tab. 8.1.:** Tabelle des  $\text{CaF}_2$  -  $\text{Si}(111)$  Misfits zwischen den Volumenmaterialien und daraus folgende Spannungszunahme je TL für beide Literaturwerte (siehe Text).

## 8.1. Modell für die Oberflächenspannung

Im folgenden Experiment wird die Oberflächenspannung während des pseudomorphen und epitaktischen Wachstums für verschiedene Temperaturen untersucht. Aus den Volumen-Elastizitätseigenschaften von  $\text{CaF}_2$  läßt sich für ideales pseudomorphes Wachstum – unter der Annahme, daß der dünne Film Volumen-Elastizitätseigenschaften besitzt – die Zunahme der Oberflächenspannung je Tripel-Lage in Abhängigkeit des Misfits  $\epsilon_{\text{mf}}(T)$  nach Gl. 1.49 berechnen. Die thermische Ausdehnung von Silizium kann im betrachteten Temperaturintervall als linear angesetzt werden (Si [109, 110, 111, 112],  $\text{CaF}_2$  LB [5], CRC [7]). In der Literatur sind zwei drastisch voneinander abweichende Werte für die Elastizitätsmodule (speziell  $c_{44}$ ) zu finden, *Landolt-Börnstein (LB)* gibt für  $c_{44}$  einen Wert von  $0.339 \text{ N/m}$  und im *CRC-Handbook (CRC)* ist ein Wert von  $0.840 \text{ N/m}$  zu finden. Daraus folgen insbesondere abweichende Werte für die *Poisson'sche Zahl* und das *E-Modul*, siehe Tab. 1.1.

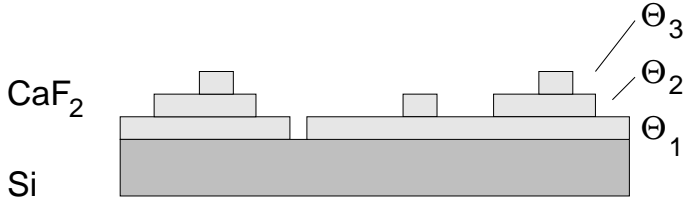
Aus dem stark temperaturabhängigen Unterschied in den Gitterkonstanten folgt der Misfit  $\epsilon_{\text{mf}}$  zwischen Si und  $\text{CaF}_2$ . Damit läßt sich die von der Filmstärke unabhängige Oberflächenspannungszunahme je TL ( $\Delta\sigma(T)/\text{TL}$ ) berechnen (CRC-Wert):

$$\frac{\Delta\sigma(T)}{\text{TL}} = \left( \frac{E}{1 - \nu} \right)_{[111]} \times \epsilon_{\text{mf}}(T) \times t = 2.16 \cdot 10^{11} \text{ N/m}^2 \times \frac{3.16 \text{ \AA}}{\text{TL}} \times \epsilon_{\text{mf}}(T). \quad (8.1)$$

Tabelle Tab. 8.1 listet für einige Temperaturen die zu erwartenden Spannung je TL auf.

Mit Gl. 8.1 wird die Spannungsänderung mit der Bedeckung für reines pseudomorphes Wachstum beschrieben, jedoch werden Interface und Oberflächenspannungen nicht betrachtet.

Für eine allgemeinere Beschreibung der Oberflächenspannung während des Schichtwachstums sind die am Interface zwischen Si und  $\text{CaF}_2$  auftretenden Spannungen, die  $\text{CaF}_2$  bedingte Änderung der Überstruktur der Si ( $7 \times 7$ ) während der Benetzung von Si mit  $\text{CaF}_2$  und die Oberflächenspannung eines  $\text{CaF}_2$ -Filmes zusätzlich zu der Misfit bedingten Spannung zu berücksichtigen.



**Abb. 8.1.:** Modell zur Erklärung des Verlaufs der Oberflächenspannung während der CaF<sub>2</sub>-Heteroepitaxie.

Das Modell in Abb. 8.1 zeigt eine mit ca. 1.5 TL CaF<sub>2</sub> bedeckte Si Oberfläche. Dabei verteilt sich das CaF<sub>2</sub> auf drei Lagen mit den Bedeckungen  $\Theta_{1...3}$ .

Die Gesamtbedeckung ist damit:

$$\Theta = \Theta_1 + \Theta_2 + \Theta_3. \quad (8.2)$$

Für die Filmspannung einer versetzungsfreien pseudomorphen Schicht werden drei Anteile betrachtet: Die einzelnen Lagen tragen je mit der Spannung resultierend aus der elastischen Verzerrung bei. Die Spannung am Interface und der CaF<sub>2</sub>-Oberfläche ( $\sigma_{\text{CaF}_2}^{(s)}$ ) sind zusätzlich zu betrachten. Der Interfaceanteil setzt sich aus der Spannung der  $(7 \times 7)$  – die  $(7 \times 7)$  löst sich während der CaF<sub>2</sub>-Adsorption auf, damit wird eine Zugspannung von  $0.7 \text{ N/m}$  ( $\sigma_{\text{Si } (7 \times 7)}$ ) frei – und der Silizium CaF<sub>2</sub>-Grenzschichtspannung ( $\sigma_{\text{CaF}_2/\text{Si}}$ ) zusammen:

$$\sigma = \Delta\sigma_{1 \text{ TL}}(\Theta_1 + \Theta_2 + \Theta_3) + (\sigma_{\text{CaF}_2/\text{Si}} - \sigma_{\text{Si } (7 \times 7)} + \sigma_{\text{CaF}_2}^{(s)})\Theta_1 \quad (8.3)$$

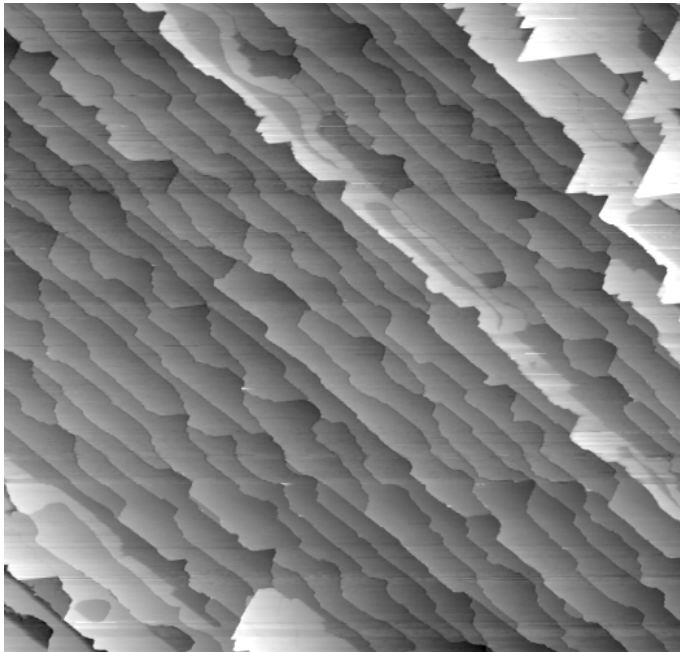
$$\Delta\sigma_{1 \text{ TL}}(T) = 0.4 \dots 1.4 \text{ N/m}, \quad \sigma_{\text{Si } (7 \times 7)} = 0.7 \text{ N/m}, \quad \sigma_{\text{CaF}_2/\text{Si}}, \sigma_{\text{CaF}_2}^{(s)} : \text{ unbekannt.}$$

Die Größen  $\sigma_{\text{CaF}_2/\text{Si}}$  und  $\sigma_{\text{CaF}_2}^{(s)}$  sind bisher unbekannt, die Spannung  $\sigma_{\text{CaF}_2}^{(s)}$  der freien CaF<sub>2</sub>-Oberfläche bleibt im folgenden vernachlässigt. Nach Schließen der ersten Lage sind bei der Betrachtung der Spannungszunahme je TL diese konstanten Terme wegen  $\Theta_1 = 1$  nicht mehr von Interesse.

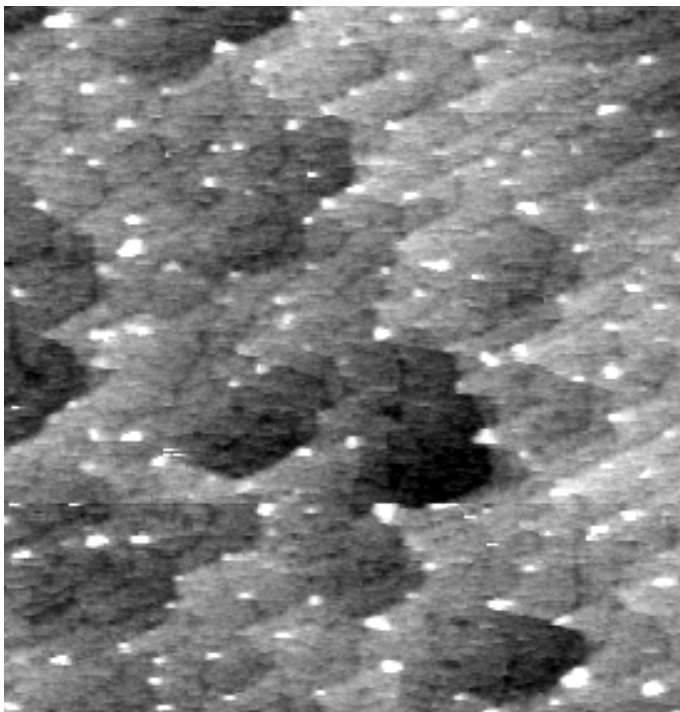
Zum Ende des Wachstums der ersten Tripellage ( $\Theta_1 = 1$ ) hin ist somit ein Knick im Verlauf der Spannungskurve zu erwarten, da einerseits die Lage am Interface geschlossen ist und andererseits die CaF<sub>2</sub>-Oberfläche komplett ausgebildet ist. Nach dem einfachen Modell hängt die pseudomorphe Spannung nur von der Bedeckung ab, dies trifft für geringe Oberflächenrauigkeit zu, denn sowie kleinere, seitlich freie, Cluster/Inseln entstehen, kann in den oberen Lagen eine laterale Relaxation stattfinden. Die Bildung von Misfitversetzungen tritt erst oberhalb von 12 TL bei 1023 K auf, zu tieferen Temperaturen hin erst noch später. STM Untersuchungen zur Folge wächst CaF<sub>2</sub> für Temperaturen größer 700 K nahezu perfekt im „Lage-für Lage Modus“, d.h. es liegt auf einer Terrasse (die Unterlage hat eine geringe Fehlneigung) jederzeit maximal eine offene CaF<sub>2</sub>-Lage vor.

### 8.1.1. Oberflächenmorphologie

STM Untersuchungen von *M. Bierkanndt* zum Wachstum von CaF<sub>2</sub> zeigen, daß die Tripellagen im „Lage- für Lage Mode“ aufwachsen. Abb. 8.2 zeigt eine  $1000 \times$



**Abb. 8.2.:** In-situ STM Aufnahme eines  $1000 \times 1000 \text{ nm}^2$  Bereiches: 2 TL  $\text{CaF}_2$  bei 873 K mit  $\approx 5 \text{ TL/h}$  gewachsen. Die Aufnahme wurde mir freundlicherweise von *M. Bierkandt* überlassen.



**Abb. 8.3.:** AFM Abbildung eines  $1000 \times 1000 \text{ nm}^2$  Bereiches an Luft, 5 TL  $\text{CaF}_2$ .

1000 nm<sup>2</sup> *in-situ* STM Aufnahme eines im UHV wachsenden CaF<sub>2</sub>-Filmes bei einer Bedeckung von  $\approx 2$  TL. Es sind nur die fehlneigungsbedingten Stufen des Substrates im geschlossenen CaF<sub>2</sub>-Film wiederzufinden. An wenigen Stellen sind etwas höhere dreieckig herauswachsende Bereiche zu erkennen, so daß einige Terrassen eine höhere Bedeckung aufweisen, jedoch tritt keine Inselbildung auf.

In Abb. 8.3 wurde eine der verwendeten „Biegebalkenproben“ mit einer Bedeckung von  $\approx 5$  TL Schicht an Luft mit AFM untersucht, der Ausschnitt zeigt 1000  $\times$  1000 nm<sup>2</sup>. Es sind wiederum nur Stufen zu erkennen, jedoch keine Inselbildung, d.h. der Film kann als glatt bezeichnet werden. Die hellen Flecken haben in etwa die Höhe von ein bis zwei TL. Es könnte sich dabei um CaF<sub>2</sub>-Nukleationskeime oder an Luft entstandene Verunreinigungen handeln.

Diese Daten zeigen, daß ein ideales „Lage- für Lage Wachstum“ vorliegt, und daß keine weiteren Spannungseffekte von einer stark aufgerauhten Oberfläche in Betracht zu ziehen sind. Dies gilt für Wachstumstemperaturen größer 673 K. Darunter tritt eine Art Clusterwachstum auf.

Zusätzlich ist bekannt, daß die CaF<sub>2</sub>-Filme ideal pseudomorph wachsen und auf Si-Gitterplätzen einrasten (Resultat aus XRD-Messungen A. Klust [113]) und dabei der Lagenabstand vergrößert wird (tetragonale Verzerrung).

### 8.1.2. CaF<sub>2</sub>-Film im LEED

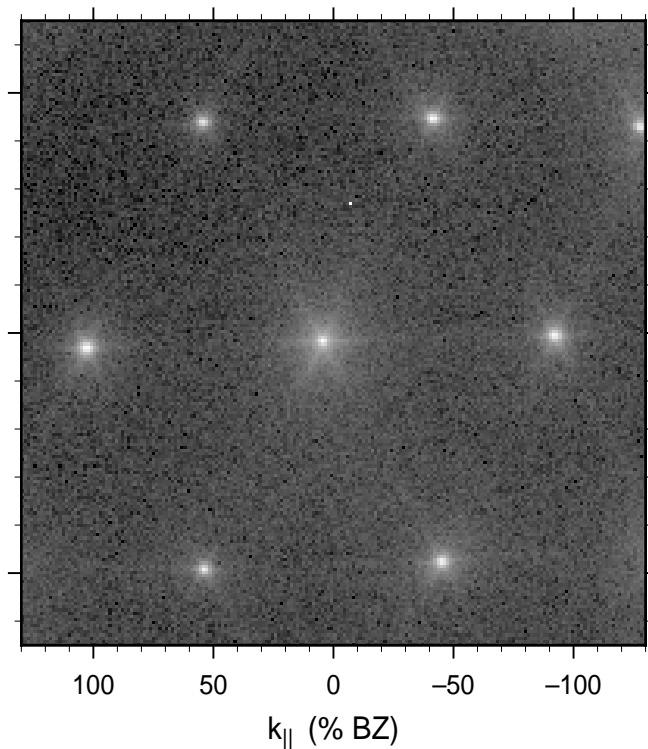
Die CaF<sub>2</sub>-Schichten zeigen im SPA-LEED eine (1  $\times$  1)-Struktur mit relativ geringem Untergrund und intensiven Reflexen. Die Reflexe in Abb. 8.4 zeigen keine signifikante Verbreiterung gegenüber denen der Ausgangsfläche.

Rauhigkeitsanalysen mit SPA-LEED sind zwar möglich, jedoch wird die CaF<sub>2</sub>-Schicht an der Oberfläche mit Elektronenbeschuß stark verändert, da die Fluoratome bei Elektronenenergien oberhalb von 28 eV desorbieren und damit die Oberflächenmorphologie verändert wird [114, 115, 116].

## 8.2. Experimente

Die CaF<sub>2</sub>-Heteroepitaxie wurde auf Si(111)-Proben mit einer geringen Fehlneigung ( $\approx 0.2^\circ$ ) in einem Temperaturbereich ausgeführt, der glatte und pseudomorphe Filme erwarten läßt. Es wurden nur dünne Filme mit bis zu 10 TL mit einer Rate von  $\approx 18$  TL/h gewachsen, da das elastische und thermische Verhalten einer dünnen CaF<sub>2</sub>-Schicht – im Kontrast zum Volumen CaF<sub>2</sub> – von Interesse ist.

Dazu wurden 100  $\mu$ m dicke Silizium Proben für die SSIOD Messung verwendet.



**Abb. 8.4.:** SPA-LEED Aufnahme einer 5 TL  $\text{CaF}_2$ -Schicht. Es wurde bei 825 K mit 18 TL/h gewachsen. Die Fläche zeigt im LEED ein  $(1 \times 1)$ -Struktur (84 eV).

### 8.2.1. Temperaturabhängigkeit der Filmspannung

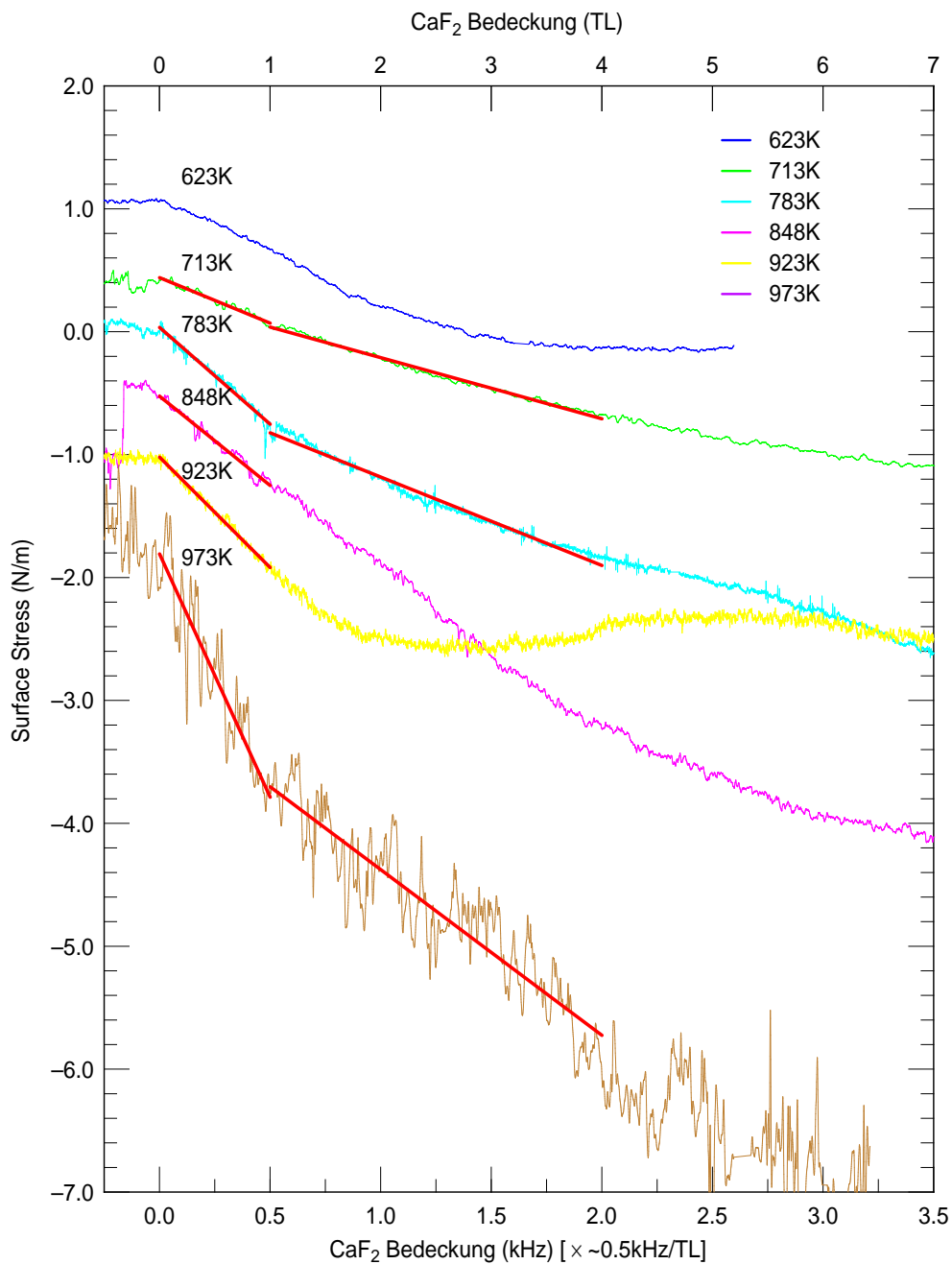
Zur Analyse der elastischen Eigenschaften dünner  $\text{CaF}_2$ -Filme wurden bei verschiedenen Temperaturen Schichten gewachsen und währenddessen die Änderung der Oberflächenspannung aufgezeichnet. Abb. 8.5 zeigt Meßreihen in einem Temperaturbereich von 623 K bis 973 K. In allen Kurven ist der erwartete Knick in der Steigung bei etwas 1 TL vorhanden, denn ab 1 TL ist die Zugspannung von  $-0.7 \text{ N/m}$  der  $(7 \times 7)$  in die Interfacespannung zwischen  $\text{Si}(1 \times 1)$  und  $\text{CaF}_2$  umgesetzt und das weitere  $\text{CaF}_2$ -Wachstum erzeugt danach nur noch einen durch Misfit bedingten linearen Anstieg der Druckspannung.

Das Abklingen der Druckspannungszunahme mit der Bedeckung bei 623 K ab ca. 3 TL ist auf den Übergang in einen anderen Wachstumsmodus zurückzuführen, in dem keine geschlossenen Schichten, sondern Cluster aufwachsen, die eine laterale Kompensation des Misfits in den oberen Lagen erlauben.

Oberhalb von 623 K wachsen geschlossene pseudomorphe Schichten.

Die Kurven für 713 K, 783 K und 973 K zeigen das vom Modell beschriebene Verhalten: Anfangs ( $< 1 \text{ TL}$ ) tritt eine erhöhte Spannungszunahme auf, danach läuft der Spannungsaufbau mit einer etwas geringeren Steigung weiter. Der Übergang (Knick) erstreckt sich über einen etwas ausgedehnten Bereich bei 1 TL, ist jedoch deutlich zu erkennen.

In Temperaturbereich um 923 K ist eine Abweichung von der erwarteten Kurvenform



**Abb. 8.5.:** Verlauf der Oberflächenspannung während des Aufdampfens von CaF<sub>2</sub> im Temperaturbereich von 623 K. . .973 K. Der Spannungsverlauf bei 923 K weicht von der erwarteten Kurvenform ab, siehe Text. Der erhöhte Störpegel in der Kurve für 973K ist auf die Verwendung einer 290  $\mu\text{m}$  dicken Probe zurückzuführen. Den Kurven für 713 K, 783 K und 973 K ist ein Knick in der Steigung bei etwas 1 TL gemeinsam.

ab ca. 1 TL zu beobachten. Aus STM Untersuchungen sind für diesen Temperaturbereich Überstrukturwechsel von  $(1 \times 1)$  nach  $(3 \times 1)$  ab Bedeckungen von  $1/3$  TL bekannt [117]. Der Wechsel der Überstruktur hat eine unbekannte Änderung der Oberflächenspannung des  $\text{CaF}_2$ -Filmes zur Folge und ist der Interface- und Misfitspannung überlagert, so daß die einzelnen Spannungsanteile im makroskopischen Biegesignal nicht unterscheidbar sind.

Der erhöhte Störpegel in der Messung bei 973 K ist auf die Verwendung einer  $290 \mu\text{m}$  dicken Probe zurückzuführen.

Um die bisher unbekannte Größe der  $\text{CaF}_2$ - $\text{Si}(1 \times 1)$ -Interfacespannung zu extrahieren wurden die Steigungen im Bereich von  $0 \dots 1$  TL und  $> 1$  TL bestimmt.

### Auswertung des Spannungsanstiegs

In Abb. 8.6 sind die Steigungen im Bereich  $0 \dots 1$  TL (volle Symbole) und  $> 1$  TL (offene Symbole) gegen die Temperatur (bzw. gegen den Misfit, obere Skala) aufgetragen. Die gestrichelten Geraden entsprechen den aus den Volumenparametern erwarteten Kurven für die beiden verfügbaren Literaturwerte. Die untere Graphik zeigt einen größeren Ausschnitt mit den nach Misfit Null verlängerten Kurven. Die Modellkurven beginnen dementsprechend mit einer Spannungssteigung Null bei  $T = 44$  K bzw. bei einem Misfit von Null. Die Extrapolation ist als reines Gedankenexperiment zu verstehen, da experimentell einerseits das Si Ausdehnungsverhalten nichtlinear wird und auf der anderen Seite  $\text{CaF}_2$  bei tiefen Temperaturen nicht mehr epitaktisch wächst.

Dennoch wäre für einen Film mit Volumenelastizitätseigenschaften der Punkt bei Misfit Null und Steigung Null ein Fixpunkt auf der Abszisse.

Der einzelne mit (\*, RT) markierte Meßpunkt im unteren Graphen wurde für einen bei Raumtemperatur gewachsenen Film bestimmt.  $\text{CaF}_2$  wächst unter diesen Umständen jedoch stark ungeordnet, so daß dieser Punkt aus der Datenmenge zur Analyse der Filmeigenschaften herausfällt. Es ist zu bemerken, daß das Spannungsverhalten dieser ungeordneten Schicht deutlich näher an dem für Volumen  $\text{CaF}_2$  erwarteten Wert liegt.

Für die Spannungszunahme im sub-TL Bereich (volle Symbole) wurde eine Ausgleichskurve bestimmt. Die Punkte mit den größeren Fehlerbalken (Rautensymbole) wurden mit auf dickeren Proben  $t = 290 \mu\text{m}$  erhalten<sup>2</sup>.

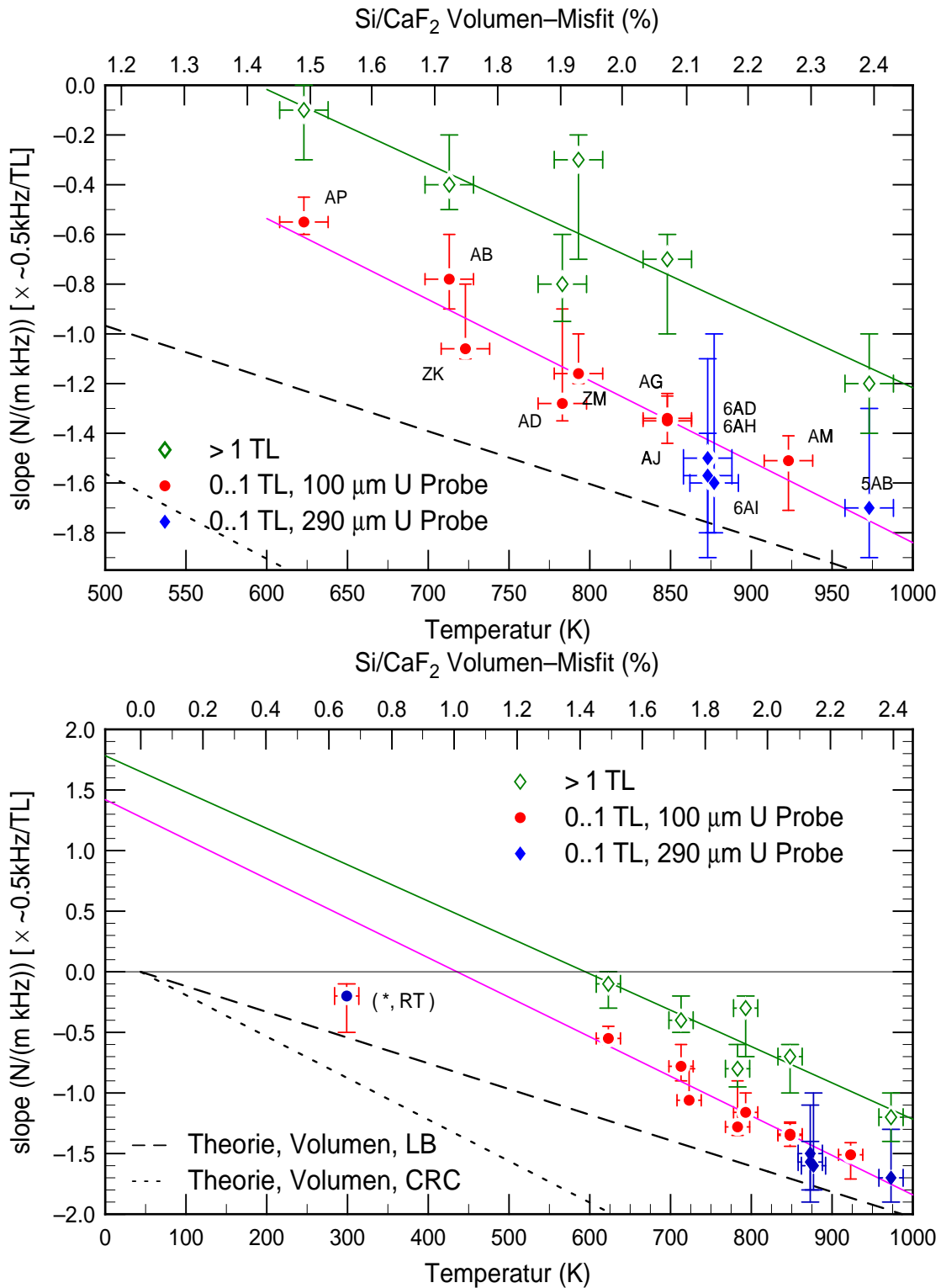
Aus der Datenpunktmenge für die Spannungszunahme im Bereich  $> 1$  TL (offene Symbole) wurden die im Bereich von 900 K ausgeschlossen, da dort eine im Modell nicht erfaßte Anomalie aufgrund des Überstrukturwechsels im Spannungssignal auftritt und für Bedeckungen im Bereich zwischen  $1 \dots 5$  TL keine sinnvolle Steigung zu ermitteln ist, siehe Kurve für 923 K in Abb. 8.5.

Aus der Verschiebung der beiden parallelen Ausgleichsgeraden gegeneinander kann

---

<sup>2</sup>Die SSIOD Empfindlichkeit skaliert mit der Probenstärke zum Quadrat ( $1/t^2$ ).





**Abb. 8.6.:** CaF<sub>2</sub>- Filmspannungsanstiegs (*slope*) für 0...1 TL bzw.  $> 1$  TL auf Si(111) in Abhängigkeit von der Temperatur bzw. des Misfits (obere Abszissenskala). Im Vergleich: reine Misfitspannungszunahme aus Volumenelastizitätswerten (Quellen: LB: [5, 6], CRC [7]) für CaF<sub>2</sub> und Si.

die Interfacespannung bzw. Spannungsenergie am Interface von  $\text{Si}(111)/(1 \times 1)/\text{CaF}_2$  nach Gl. 8.3 extrahiert werden. Die Ausgleichsgeraden für den Spannungsanstieg (*slope*) im sub-TL Bereich und für Bedeckungen darüber sind um  $0.28 \pm 0.1 \text{ N/m}$  je TL (Ordinatenskalierung am Graphen in  $2 \text{ N/m}$  je TL beachten) verschoben, daraus folgt, daß für den Interfacespannungsanteil von  $\text{CaF}_2$   $0.55 \pm 0.1 \text{ N/m}$  Zugspannung bzw.  $0.5 \pm 0.1 \text{ eV}$  Spannungsenergie je  $\text{Si}(1 \times 1)$ -Einheitszelle am Interface  $\text{Si}(1 \times 1)/\text{CaF}_2$  bleiben.

Es ist zu bemerken, daß  $\sigma_{\text{CaF}_2}^{(s)}$  dabei nicht berücksichtigt wurde.

Die Steigung der beiden Ausgleichsgeraden ist im Rahmen der Meßgenauigkeit identisch mit der, die sich aus den Elastizitätsdaten für Volumen  $\text{CaF}_2$  aus dem *CRC-Handbook* ergibt.

### 8.3. Diskussion der Resultate

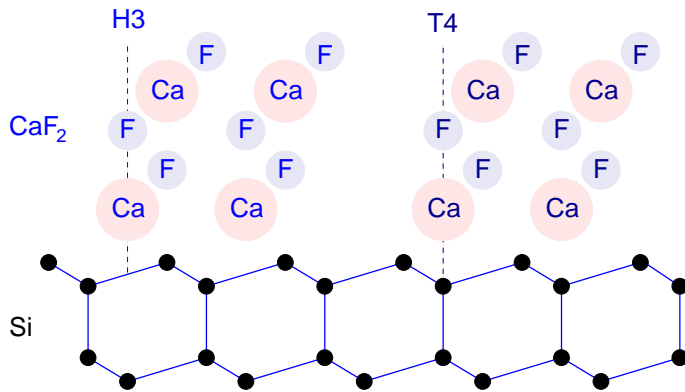
Die Analyse der Oberflächenspannung eines  $\text{CaF}_2$ -Filmes während des Wachstums der ersten TL hat ergeben, daß für die Erklärung des Zusammenhangs zwischen der Spannungszunahme je TL und dem Misfit bzw. der Temperatur mehr als nur der Einfluß des Misfits zu betrachten ist. Das diskutierte Modell enthält folgende Aspekte: Die anfängliche ( $0 \dots 1\text{TL}$ ) erhöhte Spannungszunahme kann unter Berücksichtigung des Interfacespannungsanteils in Überlagerung mit der Misfit bedingten Spannungszunahme erklärt werden. Als Interfaceanteil sind die Reduktion der ( $7 \times 7$ ) bedingten Zugspannung in Verbindung mit dem Aufbau der  $\text{Si-CaF}_2$ -Interfacespannung zu betrachten. Eine ggf. vorhandene  $\text{CaF}_2$ -Oberflächenspannung, bewirkt für Bedeckungen größer  $1\text{TL}$  einen konstanten Offset im Spannungssignal, und fällt in der Analyse der Spannungszunahme (*slope*) heraus.

Für die folgende etwas verringerte Spannungszunahme in den auf die erste Tripellage folgenden Lagen, genügt es, nur den Spannungsaufbau in der pseudomorphen Schicht anzusetzen, da weder auf der Oberfläche, noch am Interface Änderungen stattfinden.

Im Bereich um  $900 \text{ K}$  versagt das Modell, da sich ein Wechsel der  $\text{CaF}_2/\text{Si}$ -Überstruktur ( $(1 \times 1)$  nach  $(1 \times 3)$ ) im Bereich von  $0 \dots 2\text{TL}$  vollzieht und damit eine zusätzlicher, unbekannter Spannungsterm zur Gesamtspannung einzubeziehen ist. Oberhalb dieses Bereiches liegt wiederum nur eine Überstruktur vor, so daß das Modell – bis auf einen Spannungs Offset (nicht in der Steigung sichtbar) – wieder sinnvoll ist.

Die Auftragung der Steigungen für  $0 \dots 1\text{TL}$  und  $> 1\text{TL}$  gegen  $\epsilon_{\text{mf}}$  zeigt die erwartete lineare Misfitabhängigkeit.

Der Knick bei  $\approx 1\text{TL}$  – resultierend aus dem Aufbau der Interfaceschicht – hat zur Folge, daß eine um  $0.28 \text{ N/m}$  größere Druckspannungszunahme innerhalb der ersten Tripellage zu beobachten ist. Dieser Wert spiegelt die Summe der Spannungseffekte am Interface und der  $\text{CaF}_2$ -Oberfläche wieder. Unter Vernachlässigung der  $\text{CaF}_2$ -



**Abb. 8.7.:** Seitenansicht des Interfaces von  $\text{CaF}_2$ -Si. Ca auf H3 bzw. T4 Positionen, Typ B

Oberflächenspannung  $\sigma_{\text{CaF}_2}^{(s)}$  folgt aus

$$\sigma^{(\text{Interface})} = \sigma_{\text{CaF}_2/\text{Si}} - \sigma_{\text{Si}}(7 \times 7) + \sigma_{\text{CaF}_2}^{(s)} \quad \text{mit der Annahme} \quad \sigma_{\text{CaF}_2}^{(s)} \approx 0, \quad (8.4)$$

daß am Interface zwischen  $\text{CaF}_2$  und Si eine Zugspannung  $0.55 \text{ N/m}$  vorliegt.

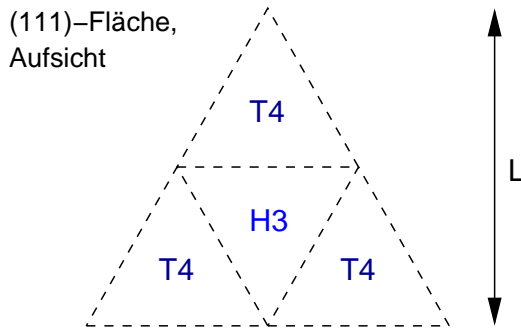
Die Steigung der gemessenen Kurve stimmt mit der aus den Volumenelastizitätswerten, laut dem *CRC-Handbook*, berechneten, überein. Unter der Annahme, daß die *CRC-Daten* richtig sind, folgt daraus, daß der Film ein mit Volumen  $\text{CaF}_2$  vergleichbares Elastizitätsmodul besitzt. Denn über das *E-Modul* und das *Poisson-Ratio* wird nach Gl. 8.1 die Steigung der Kurven in Abb. 8.6 festgelegt.

Es tritt jedoch ein Offset zwischen der Modellkurve (Berechnung der Spannungszunahme aus dem Misfit für Volumen  $\text{CaF}_2$  und Si nach Gl. 8.1) und der gemessenen Kurve für den pseudomorphen Anteil bei Bedeckungen oberhalb einer Tripelage auf. So schneidet die experimentell für eine dünne  $\text{CaF}_2$ -Schicht bestimmte Kurve für die Spannungszunahme je TL die Abszisse bei  $\approx 600 \dots 650 \text{ K}$  (Abb. 8.6). Bei dieser Temperatur beträgt der Misfit zwischen Volumen- $\text{CaF}_2$  und -Silizium 1.4 %, was von Null verschieden ist. Damit wäre kein spannungsfreies und pseudomorphes Wachstum denkbar. Dem Experiment zur Folge liegt jedoch ein auf Si(111) spannungsfreier dünner  $\text{CaF}_2$ -Film vor.

Für einen rein pseudomorphen Film bedeutet dies, daß die dünne  $\text{CaF}_2$ -Schicht auf Si(111) von selbst eine etwas kleinere laterale Gitterkonstante einnimmt und der Lagenabstand dem *Poissonratio* entsprechend vergrößert wird. Wie Röntgenanalysen von A. Klust und J. Wollschläger zeigen, wächst  $\text{CaF}_2$  pseudomorph, der Lagenabstand ist dabei sogar noch größer, als das *Poissonratio* (Volumendaten:  $\nu_{\text{CRC}} = 0.186$ ,  $\nu_{\text{LB}} = 0.256$ ) von  $\text{CaF}_2$  erwarten läßt ( $\nu_{\text{XRD}} \approx 1/8$  [113]).

Das bedeutet also, daß die laterale Gleichgewichtsgitterkonstante eines dünnen Kalziumfluoridfilmes ( $\lesssim 10 \text{ TL}$ ) auf Si(111) gegenüber dem Volumenmaterial um ca. 1.4 % verkleinert ist – zumindest für die Annahme eines pseudomorphen Wachstums. Damit wächst ein dünner  $\text{CaF}_2$ -Film bei  $600 \dots 650 \text{ K}$  „unverspannt“ auf.

Als alternative Erklärung könnte die Ausbildung eines geeigneten Netzwerkes aus



**Abb. 8.8.:** Aufsicht auf die  $\text{CaF}_2$ -Schicht: Netzwerk von dreieckigen T4 und H3 Bereichen mit Periodenlänge  $L$ .

von auf verschiedenen Positionen eingerasteten  $\text{CaF}_2$ -Bereichen (T4<sup>3</sup>, H3<sup>4</sup>) herangezogen werden:

Insbesondere für höhere Temperaturen  $\approx 1000$  K entstehen zunehmend mehr H3-Bereiche (Tab. 8.2). Zwischen H3 und T4 Bereichen besteht eine Verschiebung um  $\frac{1}{3}$  der Gitterkonstanten, so daß eine Relaxation stattfinden kann (Abb. 8.8).

Das Verhältnis der Anteile von T3- zu T4-Bereichen ist für den mittleren Temperaturbereich von 700...900 K noch unbekannt.

Von *K.G. Huang und J. Zegenhagen* [118] wurden 50 Å  $\text{CaF}_2$ -Schichten bei 973 K gewachsen und bei 1123 K ausgeheilt. Diese Schichten zeigen ein laterales Übergitter dreieckiger Struktur (T4 und H3 Bereiche) mit einer Periodizität von  $L = 205$  Å (Abb. 8.8). Die Bestimmung der lateralen Gitterkonstante dieser bei erhöhter Temperatur gewachsenen  $\text{CaF}_2$ -Schicht als Funktion der Temperatur zeigt, daß die  $\text{CaF}_2$ -Gitterkonstante um 1.3 % größer ist als die der Si Unterlage. In lateraler Richtung bleibt der  $\text{CaF}_2$ -Si Misfit innerhalb eines Temperaturbereiches von 20...700 °C unverändert, während der Lagenabstand mit der Temperatur zunimmt.

Der Fakt, daß die laterale Gitterkonstante des  $\text{CaF}_2$ -Films 1.3 % größer als die der Unterlage ist, könnte erklären, weshalb ein spannungsfreies Wachstum für einen Si- $\text{CaF}_2$  Volumenmisfit von  $\approx 1.4$  % möglich ist. Welcher Mechanismus jedoch auch während des Wachstums bei tieferen Temperaturen für die scheinbar geringere Gleichgewichtsgitterkonstante verantwortlich ist, bleibt offen.

<sup>3</sup>T4: *on Top* - Position, 4-fach koordiniert

<sup>4</sup>H3: *hollow* - Position, 3-fach koordiniert

T	Typ A : Typ B	T4 : H3
$\approx 1000$ K	0 % : 100 %	50 % : 50 %
$\approx 770$ K	0...19 % : Rest	Mischung ?
$\approx 640$ K	19...37 % : Rest	100 % : 0 %

**Tab. 8.2.:** Verfügbare Daten aus XRD und XSW Röntgenuntersuchungen [113, 118]).

## 9. Schlußbetrachtung und Ausblick

Der Neuaufbau der Biegebalken Apparatur „Stress“ zur *in-situ* Analyse von geringsten Oberflächenspannungen auf Siliziumkristallen wurde abgeschlossen. Die Detektoreinheit ist bereits vom Prototypenstatus zu einer zweiten, optimierten Generation fortgeschritten.

An vier völlig verschiedenen Systemen wurden Spannungsuntersuchungen vorgenommen und daraus verschiedenste physikalische Größen wie Desorptionsenergien, Adsorbatspannungen, Überstrukturspannungen, Restverspannungen und elastische Eigenschaften dünnster Schichten bestimmt und, soweit vorhanden, mit bekannten bzw. theoretischen Werten verglichen.

### 9.1. Adsorbate

Zu den untersuchten Adsorbaten auf der Si(111)-Fläche zählen hier Wasserstoff und Antimon:

#### **Antimon**

Für Antimon konnten Spannungen zwischen den verschiedenen Sb-Überstrukturen bestimmt werden. Die Bestimmung der Desorptionsenergie aus zwei verfügbaren Meßpunkten war möglich. Einige weitere Untersuchungen mit Sb für weitere Stützpunkte im Temperaturbereich von 650...750°C wären für zukünftige Sb Meßreihen denkbar. Dabei ist eine optimierte simultane Beobachtung der Überstruktureflexintensitäten mit SPA-LEED durchzuführen (ausgewählte Reflexe mit hoher Statistik verfolgen)

#### **Wasserstoff**

Die Oberflächenspannungsänderung während der Wasserstoffad- und -desorption auf der Si(111)-Fläche wurde mit SSIOD nachgewiesen. Insbesondere der Vergleich von der Wasserstoff induzierten Oberflächenspannung auf der (1 × 1) mit dem theoretisch berechneten Wert von  $-7 \dots -12 \text{ meV}/\text{Å}^2$  bzw.  $0.08 \text{ N/m}$  zeigt, daß die SSIOD Methode verlässliche Werte liefert. Ebenfalls die Wasserstoffdesorptionsenergie auf der Si(111) Fläche wurde verifiziert.

## 9.2. Epitaxie und Heterosysteme

Es wurden drei völlig verschiedene Epitaxieexperimente auf der Si(111) Fläche durchgeführt:

### Germanium/Silizium Heteroepitaxie

Der Spannungsverlauf während der Ge/Si Heteroepitaxie wurde mit und ohne Einsatz von SME vermessen. Die drei typischen Phasen – pseudomorphe Phase und microrauhe Phase mit Übergang zur Versetzungsbildung – wurden während der SME beobachtet. Es wurde festgestellt, daß eine schichtdickenabhängige Restverspannung vorliegt. Der Verlauf der Restverspannung folgt qualitativ dem in Kapitel [Kap. 1.5.3] diskutierten Modell zur Gitterfehlانpassung. Diese Ergebnisse werden von Röntgenstrukturanalysen bestätigt.

Das System Ge/Si wurde im idealen Wachstumsregime bei 600 °C bezüglich der Oberflächenspannung ausführlich charakterisiert. Ein weiteres denkbares Experiment könnte die Untersuchung von  $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$  Mischstrukturen, als auch von Sandwichstrukturen Si–Ge–Si–... , umfassen.

In Folge der Erkenntnisse aus der SME von Ge/Si ist zu vermuten, daß eine  $\text{Ge}_{0.8}\text{Si}_{0.2}$  Mischung, auf einem  $\approx 30$  ML SME gewachsenen Buffer aus reinem Ge vollkommen spannungsfrei wachsen sollte, da das angegebene Mischungsverhältnis des am Buffer vorliegenden Restmisfits entspricht. Für dieses Experiment ist also zu erwarten, daß nach zumischen von  $\approx 20$  % Ge bei ca. 30 ML die Spannungszunahme spontan auf Null abfällt.

### Silizium Homoepitaxie

Si Homoepitaxie mit Wasserstoff als Surfactant wurde auf Anzeichen für Spannungszitterungen während des „Lage- für Lage Wachstums“ untersucht. Eine geringe dem Spannungssignal überlagerte Modulation wurde gefunden, konnte jedoch wegen parasitären Effekten wie Aufrauhern, Facettierung und Mehrlagenwachstum nicht eindeutig als Stufendichten bedingte Spannung ausgewiesen werden. Zu diesem Thema erscheinen weiterführende Experimente als höchst interessant.

### Kalziumfluorid

Bei dem Wachstum dünnster  $\text{CaF}_2$ -Schichten wurde die Spannungszunahme in Abhängigkeit von einem zwischen 0.5...2.0 % einstellbaren Misfit für verschiedene Bedeckungsbereiche bestimmt. Da nicht nur der Misfit alleine zur Spannungszunahme beiträgt, konnte eine Aussage über die am Interface vorliegende Spannung getroffen werden. Für weitere Untersuchungen an diesem System erscheinen insbesondere der Übergangsbereich bei 900 K, bei gleichzeitiger Strukturanalyse bei niedrigen Elektronenenergien (um strahlungsbedingte Schädigungen zu vermeiden

sind Elektronenenergien  $E < 28$  eV notwendig), als besonders interessant. Die weitere Ausdehnung des Temperaturbereiches nach oben und das Wachstum von noch mehr Lagen bis zum Entstehen von Misfitversetzungen erscheinen denkbar und vielversprechend.

## 9.3. Spannende Systeme für die Zukunft

### Homoepitaxie

Die Spannungsanalyse während der Homoepitaxie auf der Si(111)-Fläche ist unbedingt weiterzuführen und verspricht grundlegende neue Resultate zur Stufen- Stufenwechselwirkung bezüglich der Spannungsenergie. Auch der Übergang zur Si(001)-Fläche ist denkbar.

### Spannungen auf der Si(001)-Fläche

Die Si(001)-Fläche mit der Dimerstruktur bietet vielfältige Experimentiermöglichkeiten:

Metall Adsorbate und Metall (Ag, Au) induzierte Facettierung der (vicinalen) Si(001)-Fläche [119, 120].

Auch die von Ge Hutclustern verursachte Oberflächenspannung [31] oder deren möglicherweise spannungsinduzierte Selbstordnung wäre ein interessantes Versuchsfeld. In diesem Zusammenhang stellt auch die aktive Verbiegung von Proben und die Analyse des damit verursachten Einflusses auf die Überstruktur bzw. Facettierung ein Feld von denkbaren Experimenten für die Zukunft.

## 9.4. Apparatur

### Manipulator

Die Apparatur wurde bereits für die Erweiterungen einer Kühlung der Probe vorbereitet. Für den Einsatz einer Kühlung, sei es als Wasser Wärmebad für eine stabilere und schnellere Thermalisierung der Probe oder als echte Kühlung mit flüssig Stickstoff, ist eine Kühlmittelzuleitung mit Tank und Wärmekopplung zum Probenhalterblock zu installieren. Die nötige Durchführung und die Anschlußmöglichkeit zum Probenhalterblock ist bereits vorhanden.

Die Probenhalterklemmen am Manipulator könnten etwas weniger stramm ausgeführt werden, damit der Probenwechsel mit geringerer Krafteinwirkung vollzogen werden kann. Die die Probe umrandende Blende am Manipulator könnte geometrisch optimiert werden, so daß das gegenüberliegende Fenster nicht bedampft wird.

Für einen erhöhten Probendurchsatz ist eine Probengarage mit elektrischem Anschluß zum Heizen der Proben in der Schleuse wünschenswert.

Die Erweiterung für aktive Verbiegung mittels piezoelektrischer oder elektrostatischer Krafteinwirkung auf das Probenende ist denkbar – insofern Experimente es erfordern.

### **Kegel SPA-LEED – Optimierung für niedrige Energien**

Die Möglichkeit die Probe mit umschließender Blende, als auch die Kegel-Abschlußblende am SPA-LEED, auf ein wählbares Elektronenbremspotential zu legen, würde es erlauben auch mit dem Omicron SPA-LEED an Energien bis zu 0eV zu gelangen. Von einer nachträglichen Graphitierung/Bedampfung ist wegen Kurzschlußgefahr an den mit Kapton isolierten Ablenkplatten abzuraten, denn zusätzliche Leckströme zwischen den hochohmig mit Widerständen verbundenen Platten lassen sich später von außen und innen kaum beheben bzw. lokalisieren und würden unvorhersagbare Verzerrungen in der Ablenkcharakteristik zur Folge haben. Für den Fall einer möglichen „sicheren“ „Aufladungshemmungsmaßnahme“ wäre dies natürlich eine gute Maßnahme.

*... Sei das Vakuum mit Euch :=)*



# A. Krümmung einer Platte infolge der Oberflächenspannung

Die Änderung der Oberflächenspannung  $\Delta\sigma$  einer Platte bedingt eine Krümmung. Mit Hilfe der Elastizitätstheorie und der Elastizitätskonstanten der Platte läßt sich aus dieser Krümmung die Oberflächenspannung ableiten.

Dabei kann unter bestimmten Bedingungen eine freie, zweidimensionale Krümmung als gute Näherung für die Bestimmung der Oberflächenspannungsdifferenz einer partiell nicht freien Biegung (die Dimensionalität der Krümmung kann lokal kleiner Zwei werden) verwendet werden.

## A.1. Dimensionalität der Krümmung

Eine freie Platte mit isotropen Elastizitätskonstanten in der Ebene, wie es für die Si(111) Fläche<sup>1</sup> zutreffend ist, krümmt sich unter Einfluß einer ebenfalls isotropen Oberflächenspannung zweidimensional und beschreibt damit die Form eines Kugeloberflächenabschnittes. Die Krümmung ist damit an jeder Stelle (x,y) der Oberfläche gleich.

Nach *H. Ibach* [9] kann für jeden Ort einer freien Platte die Krümmung  $1/R$  aus der dort anliegenden Oberflächenspannung  $\sigma^{(s)}$ , der Plattendicke  $t$ , dem *Young'schen Modul*  $E$  und dem *Poissionratio*  $\nu$  bestimmt werden:

$$\text{2-dimensional: } \frac{1}{R} = \frac{6\sigma^{(s)}}{Et^2}(1 - \nu). \quad (\text{A.1})$$

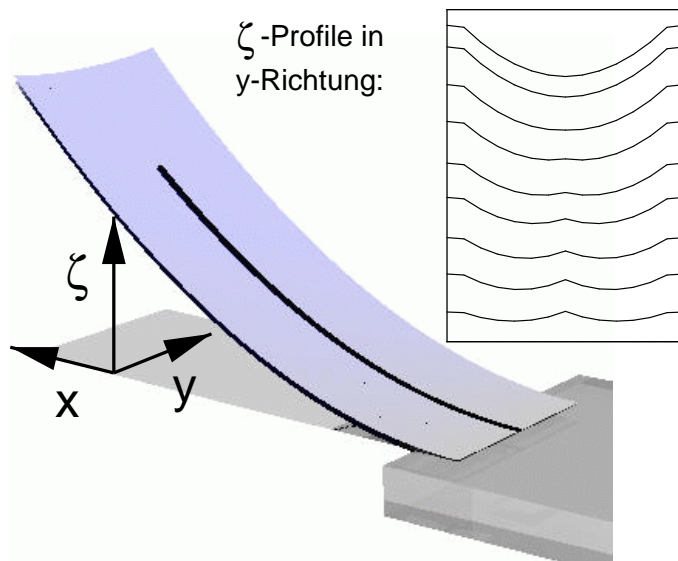
Für eine nicht freie Platte, es wird nur eine eindimensionale Krümmung zugelassen, gilt:

$$\text{1-dimensional: } \frac{1}{R} = \frac{6\sigma^{(s)}}{Et^2}(1 - \nu)(1 + \nu). \quad (\text{A.2})$$

Eine Verallgemeinerung für die Dimensionalität  $\kappa$  der Krümmung läßt sich aus der Interpolation zwischen den beiden Spezialfällen für die 1D- und 2D-Krümmung mit-

---

<sup>1</sup>Die Symmetrie der Si(111) Fläche bedingt eine Isotropie der Elastizitätskonstanten in der Ebene, dies ist bei der Si(001) Fläche nicht mehr zutreffend!



**Abb. A.1.:** Mit finiten Elementen berechnete Form eines U's. Die  $\zeta$ -Auslenkung ist stark überhöht dargestellt. rechts: Höhen-Profile entlang des U's parallel zur Klemmung ( $y$ -Richtung).

tels des Dimensionalitätsparameters  $1 \leq \kappa \leq 2$  erzielen:

$$\frac{1}{R(\kappa)} = \frac{6\sigma^{(s)}}{Et^2}(1 - \nu)[1 + (2 - \kappa)\nu]. \quad (\text{A.3})$$

Ist eine Platte nun an einem Ende eingespannt, so ist die Krümmung entlang dieser Linie mit Null vorgegeben und wird sich auf das Krümmungsverhalten der Platte auswirken. Mit Hilfe von Methoden der finiten Elemente läßt sich das Verhalten einer nicht freien Platte untersuchen. *K. Dahmen* hat dazu detaillierte Untersuchungen an rechteckigen, einseitig fixierten Platten verschiedener Aspektverhältnisse durchgeführt [121].

Zusammen mit *K. Dahmen*<sup>2</sup> wurde eine finite Elemente Rechnung für den speziellen Fall einer „U-Probe“, bestehend aus einer Platte mit infinitesimal breitem Schlitz, durchgeführt.

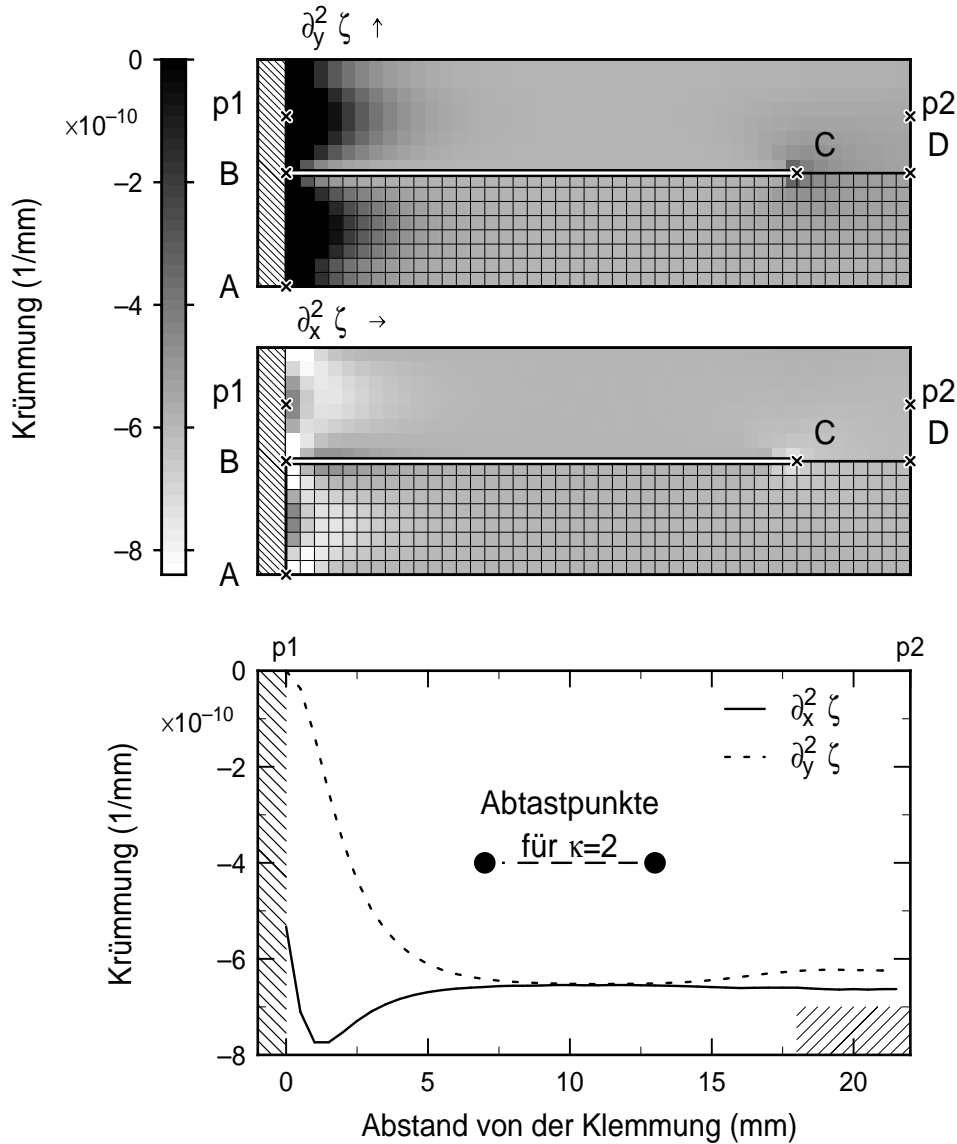
In *Abb. A.1* ist das Resultat einer unter isotroper Oberflächenspannung gekrümmten U-Platte mit Schlitz gezeigt. Dabei ist die Krümmung, d.h. der Maßstab in  $\zeta$ -Richtung, stark überhöht dargestellt.

In *Abb. A.2* ist die lokale Krümmung in  $x$ - und  $y$ -Richtung der finiten Elemente als Grauskalakarte dargestellt, wobei schwarz Krümmung Null bedeutet und hell eine starke Krümmung darstellt.

Zur Berechnung der Krümmung mit finiten Elementen wird nur ein Schenkel des U's betrachtet. Auf der unteren U-Hälfte ist das verwendete Raster der finiten Elemente eingezeichnet.

Es wird erstmal eine einseitig geklemmte und ansonsten freie Platte angenommen: Die Randbedingungen für den Start der Finite Elemente ergeben sich aus der Klem-

<sup>2</sup>K. Dahmen, Gruppe H. Ibach, FZ Jülich



**Abb. A.2.:** Dargestellt ist die mit finiten Elementen berechnete Krümmungsform der Oberfläche eines U's. Oben: Krümmung ( $\partial_y^2 \zeta$ ) in  $y$ -Richtung, darunter: Krümmung ( $\partial_x^2 \zeta$ ) in  $x$ -Richtung, schwarz: keine Krümmung, hell: starke Krümmung. Unten: Profile der Krümmungen in  $x$ - und  $y$ -Richtung auf der Mittellinie eines U-Schenkels je zwischen den Punkten p1 und p2. Zur Berechnung wird nur ein Schenkel des U's betrachtet (auf der unteren U-Hälfte ist das verwendete Raster der finiten Elemente eingezeichnet). Die Platte ist am linken Rand zwischen den Punkten A und B in  $y$ -Richtung geklemmt, d.h. dort ist die Auslenkung  $\zeta = 0$  und es sind die Steigungen  $\partial_x \zeta = 0, \partial_y \zeta = 0$ . Eine zusätzliche Symmetrie-Randbedingung  $\partial_y \zeta = 0$  im Bereich zwischen den Punkten C und D erzeugt aus der bisher gewöhnlichen Platte das U mit infinitesimalem Schlitz von B bis C. Aus Spiegelung der unteren Hälfte an BD resultiert dann die andere Hälfte.

## A. Krümmung einer Platte infolge der Oberflächenspannung

---

mung am linken Rand zwischen den Punkten A und B in  $y$ -Richtung. Dort ist die Auslenkung  $\zeta = 0$  und die Steigungen in  $x$  und  $y$  Null:

$$\zeta = 0, \quad \partial_x \zeta = 0, \quad \partial_y \zeta = 0$$

Eine zusätzliche Symmetrie-Randbedingung für die Steigung in  $y$ -Richtung im Bereich zwischen den Punkten C und D erzeugt aus der bisher gewöhnlichen Platte das U mit infinitesimalem Schlitz von B bis C. Denn wegen der Symmetrie der Geometrie des U's ist die Steigung im Verbindungsbereich beider Schenkel in  $y$ -Richtung Null:

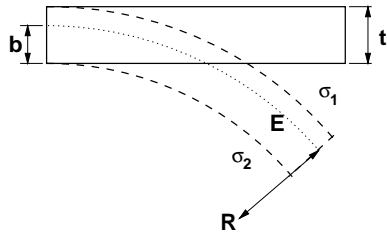
$$\partial_y \zeta = 0$$

Die obere Hälfte des U's ergibt sich damit aus der Spiegelung der unteren Hälfte an der Geraden BD.

Unten in Abb. A.2 ist die lokale Krümmung in  $x$ - und  $y$ -Richtung auf der Mittellinie (zwischen p1 und p2) eines U Schenkels dargestellt. Deutlich ist der Abfall der  $y$ -Krümmung auf Null bei der Klemmung zu erkennen, wobei gleichzeitig ein Anstieg der  $x$ -Krümmung kurz vor der Klemmung auftritt. Ab einem Abstand von etwa dem 1.5-fachen der Schenkelbreite von der Klemmung sind beide Krümmungen nahezu gleich. Damit kann von einer freien Platte mit zweidimensionaler Krümmung ausgegangen werden.

Im rechten Bereich weichen die Krümmungen bedingt durch die die U-Form erzeugende Symmetriebedingung erneut etwas voneinander ab.

Diese Analyse zeigt, daß eine differentielle, makroskopische Messung der Krümmung zwischen zwei geeigneten Punkten, wie in Abb. A.2 markiert, eine korrekte Bestimmung der Krümmung erlaubt, ohne Abweichungen von der freien Krümmung beachten zu müssen. Es kann im folgenden mit  $\kappa = 2$  gerechnet werden.



**Abb. A.3.:** Krümmung (Radius  $R$ ) eines Balkens der Dicke  $t$  bei Anlegen der Oberflächenspannungen  $\sigma_1^{(s)}$  und  $\sigma_2^{(s)}$ . Es existiert immer eine spannungsfreie Linie im Abstand  $b$ .

## A.2. Stoney's Formel

Abb. A.3 zeigt einen durch den Unterschied der Oberflächenspannungen  $\sigma_1^{(s)}$  und  $\sigma_2^{(s)}$  mit dem Radius  $R$  gekrümmten Balken der Dicke  $t$ . Vorausgesetzt der Balken hat ein isotropes elastisches Verhalten, so ist die Krümmung kreisbogenförmig und es existiert eine spannungsfreie Linie im Abstand  $b$ . Den Ausführungen von *Stoney* 1909, *Sorokin* und *Ibach* [1, 18, 9] folgend, läßt sich ein Zusammenhang zwischen dem Krümmungsradius  $R$  und der Oberflächenspannungsdifferenz herleiten.

Dazu bestimmen wir zuerst die Lage der spannungsfreien Linie mittels Flächenerhaltung des Querschnitts:

$$\int_0^t dr (b-r)r = 0 \quad \leadsto \quad b = \frac{2}{3}t \quad (\text{A.4})$$

Integration der inneren (bulk) Spannung  $\sigma^{(b)}(r)$ , die aus dem Produkt der lokalen Verzerrung  $\epsilon$  und dem  $E$ -Modul folgt, über den Balkenquerschnitt liefert die Differenz der Oberflächenspannungen  $\Delta\sigma^{(s)}$  ohne Rücksicht auf das *Poissonratio*<sup>3</sup>:

$$\int_0^t dr \sigma^{(b)}(r) = \underbrace{(\sigma_2^{(s)} - \sigma_1^{(s)})}_{\Delta\sigma^{(s)}} (1-\nu)[1 + (2-\kappa)\nu] \quad \text{mit} \quad \sigma^{(b)}(r) = E \underbrace{\frac{b-r}{R}}_{\epsilon}. \quad (\text{A.5})$$

Der das *Poissonratio*  $\nu$  und die Dimensionalität<sup>4</sup>  $\kappa$  der Krümmung enthaltende Korrekturterm  $(1-\nu)[1 + (2-\kappa)\nu]$  wurden zur ursprünglichen Variante von *Stoney* hinzugefügt, siehe *Dahmen* [121] (verallgemeinerte Stoney-Gleichung).

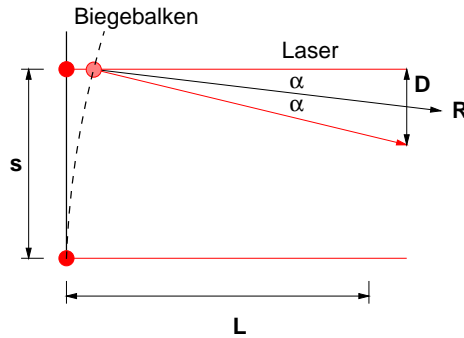
Einsetzen von  $b$  aus Gl. A.4 in der Ausdruck für die Spannung in Gl. A.5 und anschließende Integration liefert den Krümmungsradius für den zweidimensionalen Fall ( $\kappa = 2$ ):

$$R = \frac{Et^2}{6(1-\nu)\Delta\sigma^{(s)}}, \quad \Delta\sigma^{(s)} = \sigma_1^{(s)} - \sigma_2^{(s)}. \quad (\text{A.6})$$

Dabei sind  $t$  Probendicke,  $E$  das *Young'sche Modul*,  $\nu$  das *Poissonratio* [4, 122],  $\sigma_1^{(s)}$  and  $\sigma_2^{(s)}$  die Spannungen auf Probenvorder- und Rückseite.  $\Delta\sigma^{(s)}$  ist die Spannungsänderung auf der Oberfläche im Falle, daß die Rückseite unverändert bleibt.

<sup>3</sup>Als *Poissonratio* ( $\nu$ ) wird das Verhältnis von Quer- zu Längskontraktion bezeichnet.

<sup>4</sup>Gültige Werte für  $\kappa$  liegen im Bereich von 1...2.



**Abb. A.4.:** Vereinfachte Biegebalken Geometrie:  $D$  ist die Verschiebung eines Meßstrahls im Abstand  $L$  von der Probe bei einer Ablenkung von  $2\alpha$ , entsprechend des Radius  $R$ .

### A.3. Messung der Krümmung mittels Zweistrahl-SSIOD Geometrie

Aus der Geometrie der verwendeten Meßanordnung kann direkt der Krümmungsradius zwischen den beiden Meßpunkten bestimmt werden.

Für kleine Ablenkwinkel, entsprechend großen Krümmungsradien ( $R > 50 \text{ m}$ ), kann folgende Beziehung verwendet werden (Abb. A.4):

$$\frac{s}{R} = \alpha, \quad \frac{D}{2L} = \alpha \quad \leadsto \quad R = \frac{2Ls}{D} \quad (\text{A.7})$$

Diese Beziehung kann verallgemeinert werden, für den Fall, daß zwei Meßstrahlen im Abstand  $s_1$  und  $s_2$  Verwendung finden:

$$R = 2L \frac{s_1 - s_2}{D_1 - D_2}, \quad \Delta s = s_1 - s_2, \quad \Delta D = D_1 - D_2 \quad (\text{A.8})$$

Die Meßgröße ist also  $\Delta D$ , entsprechend der relativen Verschiebung der beiden Laser-Meßflecken im Abstand  $L$  von der Probe auf dem Detektor.  $\Delta s$  ist der Abstand der Meßpunkte auf der Probe.

Dies hat zwei wesentliche Vorteile: Einerseits fallen geringe Verkippungen (Drift oder mechanisches Verrutschen) aus dem Differenzsignal heraus und andererseits können, wie in [Kap. A.1] gezeigt, Randeffekte an der Probenklemmung mittels Wahl eines Meßbereiches in genügendem Abstand von der Klemmung und dem U-Ende ausgeblendet werden.

Für die direkte Bestimmung der Änderung der Oberflächenspannung kann folgender Zusammenhang ausgenutzt werden (unter Verwendung von Gl. A.6):

$$\Delta\sigma^{(s)} = \frac{E}{(1-\nu)} \frac{t^2}{12Ls} D. \quad (\text{A.9})$$

Da die Annahme einer freien und zweidimensionalen Krümmung für die verwendete Geometrie gut zutrifft (vgl. [Kap. A.1]), ist die Bestimmung der Oberflächenspannung auf diese einfache und makroskopische-mittelnde Art gerechtfertigt.

## A.4. Alternative Meßmethoden zur Krümmungsbestimmung

Zu der Bestimmung des Krümmungsradius bzw. der Oberflächenspannung einer Probe sind folgende alternative Methoden zur hier verwendeten differentiellen SSIOD Variante bekannt:

- Einfacher Biegebalken (Cantilever-Methode, nicht differentiell):  
*D. Sander* [123] verwendet ebenfalls eine SSIOD Variante, jedoch mit nur einem Meßstrahl. Damit ist eine Driftkorrektur nicht möglich. Es kann nur die mittlere Krümmung zwischen Klemmung und Meßpunkt bestimmt werden.
- Kondensatormethode:  
*R. Koch* [22], *M. Weber* [21] und *H. Ibach* [9] verwenden ebenfalls einen Biegebalken, jedoch wird die Auslenkung des Streifens am freien Ende über die Kapazitätsänderung eines Kondensators, bestehend aus dem Biegestreifen selbst und einer Referenzelektrode, gemessen. Zur Kapazitätsmessung wird ein Lock-In Verstärker verwendet. Auch diese Methode ermöglicht keine Driftkorrektur.
- Mehrfachstrahlensystem mit CCD Detektor, auch zweidimensionale Mehrpunktmessungen sind möglich (MOSS: “multi beam optical stress sensor” [124, 125, 126]):  
Diese Methode ist besonders für große Proben geeignet und erlaubt die Krümmung zwischen Punkten auf einem bestimmten Raster zu vermessen. Eine Drift-/Offsetkompensation ist automatisch enthalten, denn die Messung der Strahlverschiebungen erfolgt über die Positionsbestimmung der Meßstrahlen auf auf einem flächigen CCD. Dabei ist eine Bestimmung der Krümmung in beiden Richtungen möglich. Diese erheblich aufwändigere Methode (im Vergleich zur hier vorgestellten Zweistrahl/Punkt-Messung) hat den Vorteil beide Richtungen zu erfassen.
- Absolute Spannungsmessung, Gravitationsmethode *R. Kern* [127]:  
Ein vollkommen anderer Ansatz wird bei dieser Methode gewählt, um die absolute Spannung einer Oberfläche zu bestimmen. Aus der Krümmungsform einer frei und waagrecht im Gravitationsfeld hängenden Kristallscheibe (am Rand aufliegend) kann die Oberflächenspannung abgeleitet werden. Die Durchbiegung einer Kristallscheibe wird entsprechend der Oberflächenspannungen vermindert (Versteifung). Dazu ist die präzise Bestimmung der Oberflächendurchbiegung – z.B. Interferrometrisch – nötig.

## B. Meßprogramme

Die gesamte Meßsoftware wurde komplett neu entwickelt. Im folgenden Abschnitt wird eine Auflistung der für die Messungen verwendeten Programme mit Kurzbeschreibung geben. Mehr Details sind in dem Gxsm-Manual [128] zu finden. Die Software läuft unter Linux/Unix und wurde mit der modernen Gnome/Gtk+ Library entwickelt. Das universelle Meßsystem “Gxsm” ist frei erhältlich<sup>1</sup> und steht unter der GNU General Public License<sup>2</sup>.

Zur Steuerung des SPA-LEED’s und des SSIOD-Instrumentes wird eine Meßkarte (PC31) mit Fließkomma-Signalprozessor (TMS320) verwendet. Dies ermöglicht ein präzises Timing für die Datenaufnahme. Die einfache Implementierung der Pulsheizung und der damit synchronisierten Gatezeit für die Aufnahme der Counts aus dem Channeltron konnte rein softwareseitig erfolgen.

Für die bequeme Bedienung wurde eine neue Benutzeroberfläche entwickelt.

### B.1. Neues SPA-LEED-Programm: “gxsm”

Gxsm ist ein universelles Softwarepaket zur Aufnahme von 2D Daten scannender Meßmethoden wie STM, AFM, SARLS, CCD und eben auch SPA-LEED. Konfiguration für SPA-LEED: siehe Gxsm-Manual!

Start: “gxsm”

Start ohne Hardware: “gxsm -h no”

Die Programmierung/Automatisierung von beliebig komplexen Meßabläufen ist über eine sogenannte Remote-Control möglich:

Ein Script, z.B. in Perl, erzeugt die benötigten Steuerbefehle und sendet diese an Gxsm. Auf diese Weise kann z.B. eine Serie von Bildern bei verschiedenen Energien aufgenommen werden. Ein etwas komplexeres Beispielscript demonstriert, wie Daten für eine G von S Analyse automatisch gewonnen werden können. Da eine automatische Offsetkorrektur verwendet wird um geringe Justagefehler zu kompensieren ist

---

<sup>1</sup>Gxsm Home Page: <http://www.fkp.uni-hannover.de/gxsm> or <http://gxsm.sourceforge.net>

<sup>2</sup>This program is free software; you can redistribute it and/or modify it under the terms of the GNU General Public License as published by the Free Software Foundation.



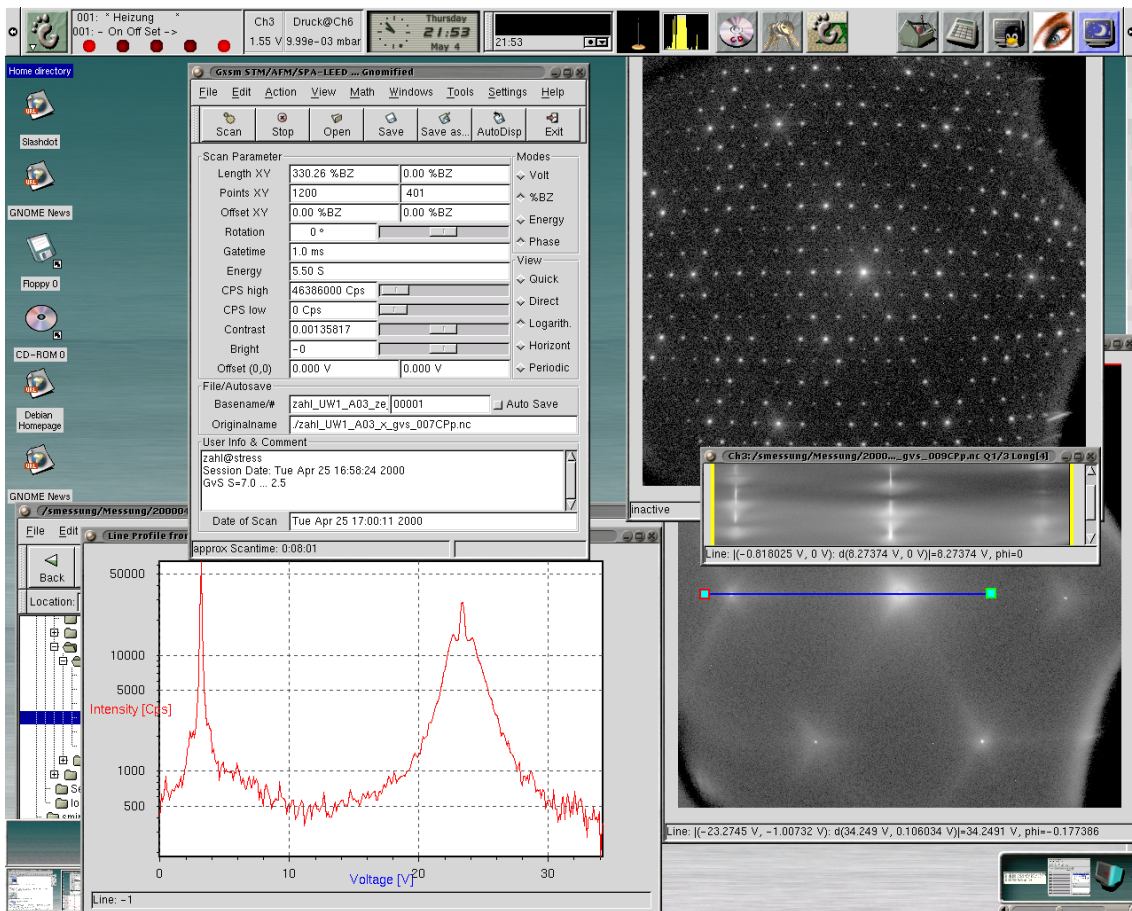


Abb. B.1.: X11-Arbeitsoberfläche mit laufendem Gxsm-Meßprogramm.

zuvor für einige Phasenbedingungen (z.B.  $S=7.5, 7.0, 6.5, \dots 3.5$ ) der exakte Offset für den (00)-Spot zu bestimmen (dazu das Focus-Tool verwenden!) und jeweils ein kubisches Ausgleichspolynom für X und Y-Offset zu berechnen (z.B. mit xmgrace). Dieses Polynom wird im Script zur Berechnung des jeweils einzustellenden Offsets verwendet.

## B. Meßprogramme

---

```
#!/usr/bin/perl
# Example Script "GvS" for
# programing Gxsm (C) PZ 1998-12

use Time::Local;
use IO::Handle;

# if you have no fifo, then
# create fifo before: "mkfifo remote"
$remotefifo = "remote";
$remotefifoecho = "remoteecho";

# now open the fifo
open(REMOTE, "> $remotefifo\0")
or die "sysopen $remotefifo: $!";
# use autoflush !!
REMOTE->autoflush(1);

open(REMOTECHO, "< $remotefifoecho\0")
or die "sysopen $remotefifoecho: $!";

# === Users program starts here ===
# --- setup mode
R("cmd chmodeA 0");
R("cmd log");
R("cmd unitS");
R("cmd unitbz");
$px=1200;
$phi=0.0;
Set("Rotation", $phi);
Set("PointsX", $px);

# --- define phase range
$sstart=7.5;
$send=3.0;
$slines=300;
$ds=($send-$sstart)/$slines;
Set("PointsY", $slines+1);

$bzx=100;
Set("LengthX", $bzx);
Set("LengthY", 0);

$Xoff=0;
$Yoff=0;
Set("OffsetX",0);
Set("Offset00X",$Xoff);
Set("Offset00Y",$Yoff);

$Gate=60;

Set("Gatetime",$Gate);

# --- initiate a new Scan
R("scan init");

# --- Loop over phase range
for( $l=0, $S=$sstart; $l<$slines;
      $S+=$ds, $l++ ){
  # --- Energy Mode is Phase
  Set("Energy", $S);
  # --- do Offsetcorrection by Polynomfit
  $xoff = -9.2328 + ( 4.9699 +
( - 0.92298 + 0.050352 * $S ) * $S ) * $S;
  $yoff = 1.7835 + ( -0.82248 +
( + 0.10997 - 0.008662 * $S ) * $S ) * $S;
  Set("Offset00X", $xoff);
  Set("Offset00Y", $yoff);
  # --- force recalculation of lenght
  Set("LengthX", $bzx);
  Set("LengthY", 0);
  # --- sync to realtime
  Echo();
  # --- wait a moment --
  # until voltages are stable
  sleep(2);
  Scan("line",$l); # scan line l
  # --- set Y-Lookuptable to Phase S
  ScanN("setylookup", $l,$S,0);
  Echo();
}

# --- finish Scan and save
R("scan stop");
R("file save");

# --- move beam away / go standby
Set("Energy", 5);
Set("Offset00X", 6);

# === Users program ends here ===
# say goodbye
R("cmd quit");
R("byebye");
# and close remote session
close(REMOTE);

# some usefull subroutines
# -----
# Send Remote Commands in some ways...
# Syntax Example: Set("energy",72,0);
```

```
# Syntax Example: R("set energy 72");
sub R {
    REMOTE->printf("$_[0]\n");
    printf("$_[0]\n");
}

# Syntax Example: Set("energy",72);
sub Set{
    REMOTE->printf("set $_[0] %f\n",$_[1]);
    printf("set $_[0] %f\n",$_[1]);
}

# Syntax Example: Scan("line",133);
sub Scan {
    REMOTE->printf("scan $_[0] $_[1]\n");
    printf("scan $_[0] $_[1]\n");
}

sub ScanN {
    REMOTE->printf("scan $_[0] $_[1] $_[2] $_[3]\n");
    printf("scan $_[0] $_[1] $_[2] $_[3]\n");
}

# Syntax Example: Rx("file","name.nc",0);
sub Rx {
    REMOTE->printf("$_\n");
    printf("$_\n");
}

# wait for echo
sub Echo {
    $dummy="";
    REMOTE->printf("cmd echo ready-echo\n");
    printf("ping send !\n");
    REMOTE-ECHO->read($dummy, 11);
    printf("got echo !\n");
}

# END of Demo Script "GvS"
```

## B.2. Hilfsprogramm für diverse Meßaufgaben: “goszi”

Goszi ist ein Hilfsprogramm für diverse Datenaufzeichnungsaktionen und Kalibrationsaufgaben:

- Datenlogger für SSIOD Messungen:  
“goszi -s spa -c dataaq”
- Oszilloskopmode zur Fehlersuche, Justage, FFT:  
“goszi -s spa -c oszi”
- Counter auslesen mit Quarzratentool:  
“goszi -s spa -c counter”
- SSIOD Kalibrationstool starten:  
“goszi -s spa -c ssiod”
- SPA-LEED Focussierungstool starten:  
“goszi -s spa -c focus”
- Hilfe:  
“goszi -help”

## B.3. DSP Programm Loader: “loadpci”

Der Hardwarezugriff erfolgt über ein Device (/dev/pcdsp), über welches mit einem Kernelmodul (pc31.o) mit der Signalprozessorkarte (PC31) kommuniziert werden kann. Damit alles funktioniert ist natürlich zuvor noch das SPA-LEED-Programm auf der DSP-Karte zu starten.

Hilfsprogramm zum *download* des DSP-Programms:

Zum Starten und Laden des DSP-Programms kann folgender Aufruf verwendet werden:

```
“loadpci -v spa.out” 3
```

“spa.out” ist das DSP-Programm für SPA-LEED- und SSIOD-Meßaufgaben.

---

<sup>3</sup>Der „DSP-Start“ ist nur ein einziges mal nach einem Reboot notwendig, und kann automatisch im Systemstartup erfolgen.

# C. Meßtechnik

## C.1. PSD und IVC Elektronik

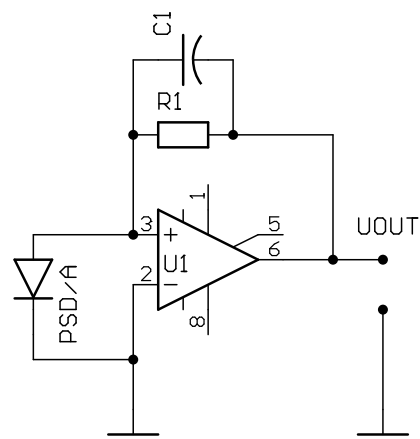
Der Positionempfindliche Detektor (PSD) zur Bestimmung der relativen Verschiebung der Laserspots gegeneinander besteht aus einer SMD-Vierquadrantendiode. Die vier Diodenströme werden bereits in der Detektoreinheit verstärkt und als Spannungssignal ausgegeben.

Dazu wurde die Strom-Spannungswandlerschaltung aus Abb. C.1 viermal in SMD Ausführung auf dem in Abb. C.2 gezeigten Layout realisiert. In der Mitte befindet sich der PSD<sup>1</sup>, der vier Photodioden mit gemeinsamer Kathode auf einem Siliziumchip enthält. Die aktive Diodenfläche des PSD's belegt  $5 \times 5 \text{ mm}^2$ , wobei jedes der vier Segmente genau einen Quadranten belegt. Die vier Quadranten sind mit einem Spalt von 0.05 mm separiert.

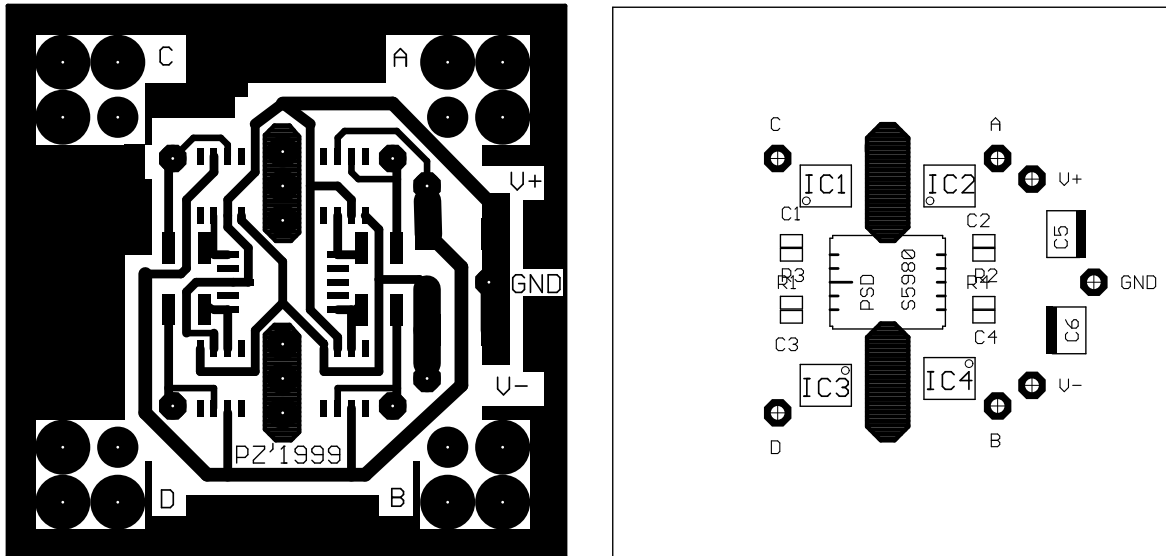
Für die Operationsverstärker IC1...IC4 sind Standard-OP's in SMD-Bauform (741-pinkompatibel), je nach geforderten Eigenschaften, einsetzbar.

Die Platine mit dem SMD-Layout hat zwei gegenüberliegende Öffnungen (die beiden länglichen und schwarzen Bereiche), durch die die beiden Laserstrahlen von „hinten“ zur Probe, und von dort reflektiert zurück auf den dazwischen liegenden PSD gelangen können, siehe Abb. C.5.

Die SMD-Detektoreinheit ist in einem innen mattschwarz lackierten Aluminiumgehäuse mit einer Miniaturanschlußbuchse und geeigneten Ausbrüchen unterge-



**Abb. C.1.:** Schaltplan eines der vier Strom-Spannungswandler zur Verstärkung des PSD-Photostromes.



**Abb. C.2.:** Layout und Bestückungsplan des vierfach SMD PSD-Stromspannungswandlers (PSD-IVC).

bracht. In Abb. C.4 ist das Detektorgehäuse von oben sichtbar.

## C.2. Summen- und Differenzverstärker

Für die Bildung der benötigten Differenz- und Summensignale wird die in Abb. C.3 gezeigte Analogelektronik verwendet. Die Schaltung ist universell verwendbar und wurde ursprünglich zur XY-Positionsbestimmung eines zentral auf dem PSD befindlichen Laserpunktes für AFM-Anwendungen entwickelt.

Für die Biegebalkenmethode wird folgende Funktion benötigt:

$$D \propto U_{(\text{PSD})} = (A - B) - \gamma \cdot (C - D), \quad \gamma : \text{gain} \simeq 1. \quad (\text{C.1})$$

Am Eingang gelangen die vier Spannungen vom PSD (PSD-A,-B,-C,-D) über ein  $10\text{k}\Omega$  Eingangswiderstandsnetzwerk und 10-Gang Potentiometer zur Offsetkorrektur auf die Differenzeingänge zweier Instrumentierungsverstärker (IC1,IC2: INA128): Die PSD-Segmente A und B liegen an den Differenzeingängen von IC1 und Segmente C und D an IC2. Die Dioden D1...D8 haben nur Sicherheitsfunktionen (können prinzipiell entfallen). Die Verstärkung der Instrumentierungsverstärker [129] wird über die Widerstände an an Pins 1 und 8 festgelegt. Dabei kann in einem Zweig die Verstärkung über einen zusätzlichen Widerstand (als Potentiometer herausgeführt) abgeglichen werden (Gain  $\gamma$ ).

Die beiden Differenzsignale  $X = A - B$  und  $Y = C - D$  können bei Bedarf mit einem wählbaren Faktor multipliziert werden (IC3,IC4: z.B. OPA227, Reedrelais zur

<sup>1</sup>PSD-Type: Hamamatsu S5980



Verstärkungswahl).

In einer letzten Stufe werden von  $X$  und  $Y$  einmal die Summe (hier nicht benötigt, nur für AFM) und die Differenz gebildet (IC5,IC6: z.B. OPA227). Die vier Signale  $X := A - B$ ,  $Y := C - D$ ,  $X + Y := (A - B) + (C - D)$  und  $X - Y := (A - B) - (C - D)$  stehen am Ausgang zur Verfügung. Die Ausgänge sind mit Leitungstreibern versehen.

Diese vier Ausgänge werden an die Meßkarte (PC31 mit DSP) angeschlossen und dort mit 16-bit digitalisiert, optional können die Signale Tiefpaßgefiltert werden.

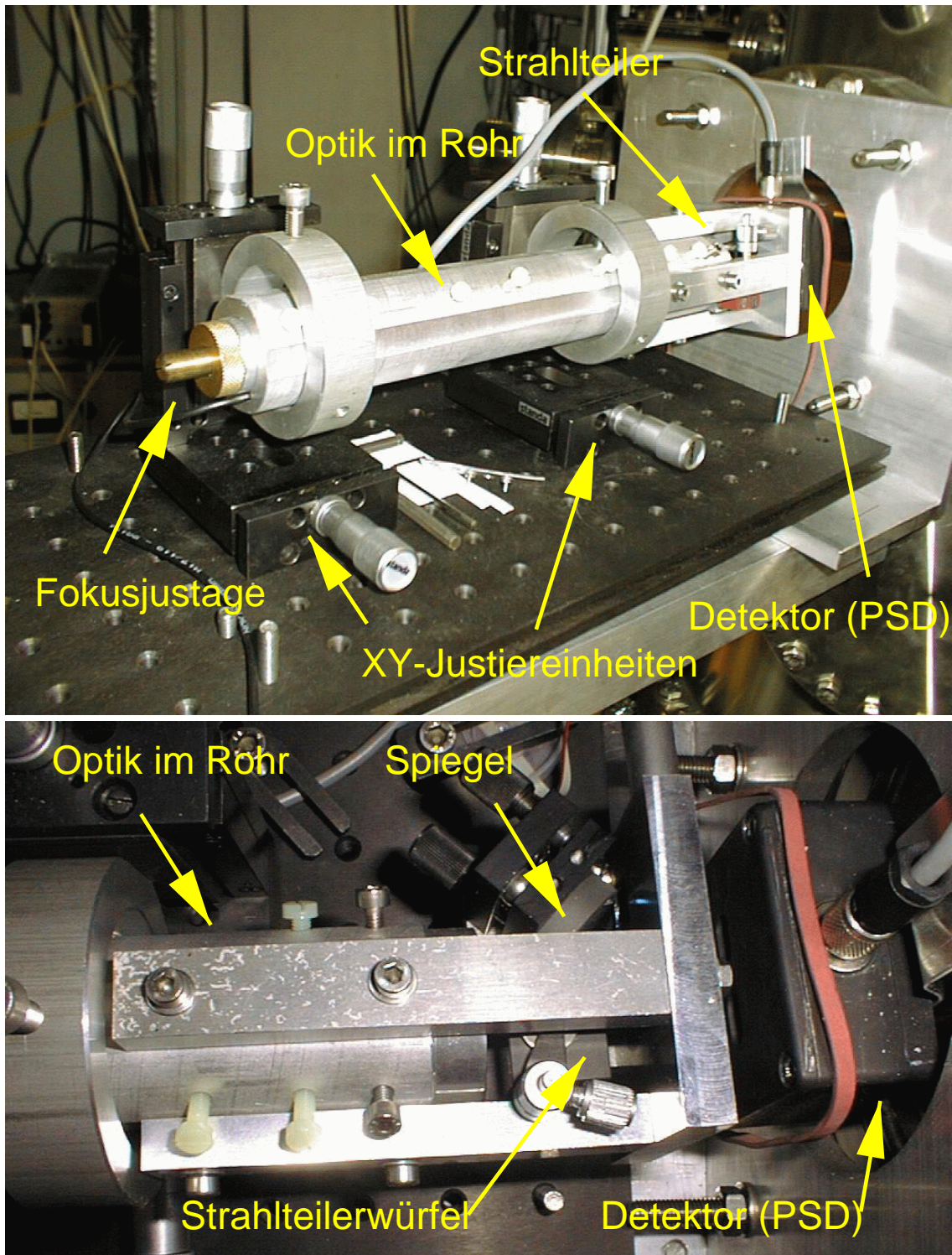
### C.3. Aufbau der SSIOD-Lasermeßgun

In Abb. C.4 sind zwei Photos der „Lasermeßgun“ gezeigt. Im oberen Photo ist das Alurohr, in dem sich die in Kapitel [Kap. 2.2.1] beschriebene Optik befindet, gezeigt. Der Reihe nach sind im Rohr folgende Komponenten enthalten:

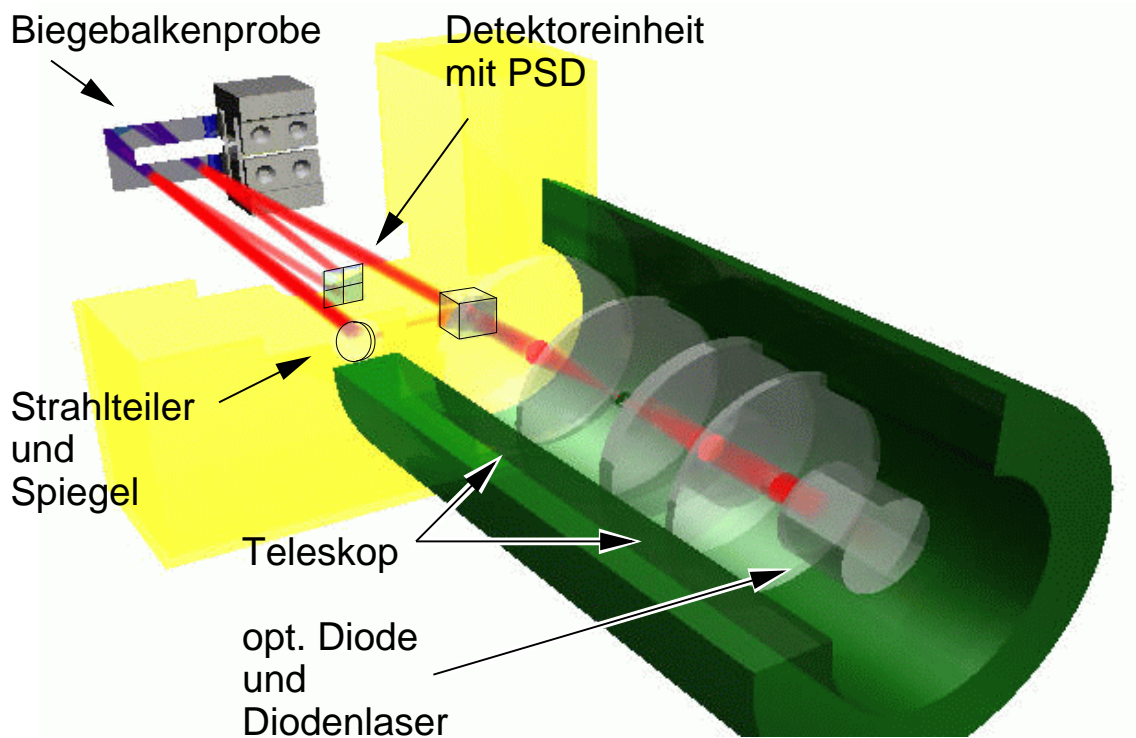
1. Verschiebeelement (Fokusjustageschraube)
2. Laserdiode (2 mW Diodenlaser)
3. Polfilter, linear
4.  $\lambda/4$ -Plättchen, (Glimmer)
5. Blende
6. Linse 1
7. Distanzstück
8. Blende
9. Distanzstück
10. Linse 2
11. Blende
12. Endstück mit Halter für Strahlteiler, Spiegel und Mikrometerantrieb für den Detektor (PSD).

Dieser Aufbau ist extrem stabil und schwingungsarm, da Detektor und Sender (Laserstrahlenerzeugung) in einer kompakten und symmetrischen Anordnung aufgebaut sind, kann nahezu keine Drift zwischen Sender und Detektor entstehen. Zusätzlich benötigt der in sich gefaltete Strahlengang nur einen minimalen freien Pfad zur Probe, d.h. es würde ein Fenster mit dem Abstand der äußeren Meßstrahlen von typisch  $\approx 15$  mm genügen – vorausgesetzt es ist an passender Position.





**Abb. C.4.:** Mechanischer Aufbau der „Lasermessung“. Oben: Gesamtansicht der Optik im Alurohr mit Justageeinheiten. Unten: Detailansicht des Strahlteilers.



**Abb. C.5.:** Schematische 3D-Darstellung des geometrischen Aufbaus der Lasermeßeinheit zur Krümmungsmessung: „Lasermessgun“

Das gesamte Optik-Rohr ist an zwei XY-Verschiebetischen kardanisch aufgehängt und kann so im Raum frei in allen Richtungen bewegt und verkippt werden, zusätzlich ist eine Rotation in den Halteringen möglich.

Im unteren Bild ist der Strahlteiler mit Detektor am Ende des Rohrs gezeigt.

In Abb. C.5 ist eine schematische 3D-Darstellung des geometrischen Aufbaus der Laserkrümmungseinheit dargestellt: Es ist das aufgeschnittene Aluminiumrohr mit den optischen Komponenten (Diodenlaser/opt. Diode, Linse 1 und und Linse 2) gezeigt. Danach folgen der Strahlteiler und Detektorgehäuse mit PSD.

# Literaturverzeichnis

- [1] STONEY, G. GERALD: *The Tension of Metallic Films deposited by Electrolysis*. In: *Proceedings of the Royal Society of London*, Band LXXXII, Seite 172. Royal Society of London, Harrison and Sons, St. Martin's Lane, September 1909. [0](#), [2.2](#), [A.2](#)
- [2] LANDAU, L.D. und E.M. LIFSHITZ: *Lehrbuch der Theoretischen Physik VII - Elastizitätstheorie*, Band VII. Nauka Verlag, 4 Auflage, 1975. [1.1](#), [1.5](#), [1.5.1](#)
- [3] KITTEL, CH.: *Einführung in die Festkörperphysik*. R. Oldenbourg Verlag, 1968. [1.1](#)
- [4] BRANTLEY, W. A.: *Calculated elastic constants for stress problems associated with semiconductor devices*. J. Appl. Phys., 44(1):534, 1973. [1.1](#), [1.2.2](#), [19](#)
- [5] LANDOLT und BÖRNSTEIN: *Landolt-Börnstein: Zahlenwerte und Funktionen aus Naturwissenschaften und Technik, Neue Serie, Gruppe III, Elastische, Piezoelektrische, Piezooptische und elektrooptische Konstanten von Kristallen*, Band 3. Springer-Verlag, Berlin · Heidelberg · New York, 1950-1990. [1.1](#), [8.1](#), [8.6](#)
- [6] LANDOLT und BÖRNSTEIN: *Landolt-Börnstein: Zahlenwerte und Funktionen aus Naturwissenschaften und Technik, Neue Serie, Gruppe III, Semiconductors, Subvolumen a, intrinsic Properties of Group IV Elements and II-V, II-VI and I-VII Compounds*, Band 22. Springer-Verlag, Berlin · Heidelberg · New York · London · Paris · Tokyo, 1950-1990. [1.1](#), [8.6](#)
- [7] DAHMEN, K.: *Liste von Elastizitätskonstanten diverser Materialien (Original Quelle: CRC-Handbook)*, 26. Juli 2000. private Mitteilung. [1.1](#), [8.1](#), [8.6](#)
- [8] *CRC handbook of chemistry and physics : a ready-reference book of chemical and physical data*. 1997 - 1998. - Boca Raton, Fla. [u.a.] : CRC Press, 1997. [1.1](#)
- [9] IBACH, HARALD: *The role of surface stress in reconstruction, epitaxial growth and stabilization of mesoscopic structures*. Surf. Sci. Rep., 29:193-263, 1997. Review Article. [1.3](#), [1.5.3](#), [16](#), [A.2](#), [A.4](#)



- [10] SHUTTLEWORTH, R. Proc. Phys. Soc. A, 63:445, 1950. [1.4](#)
- [11] VANDERBILT, D.: *Absence of large compressive stress on Si(111)*. Physical Review Letters, 59(13):1456–1459, 1987. [1.2](#), [1.4.1](#), [5.4](#)
- [12] KARL D. BROMMER, M. NEEDELS, B. LARSON und J. D. JOANNOPOULOS: *Ab initio theory of the Si(111)-(7×7) surface reconstruction: A challenge for massively parallel computation*. Physical Review Letters, 68:1355–1358, 1992. [1.4.1](#), [5](#)
- [13] STICH, I., M. C. PAYNE, R. D. KING-SMITH und J-S. LIN: *Ab initio total-energy calculations for extremely large systems: Application to the Takayanagi reconstruction of Si(111)*. Physical Review Letters, 68:1351–1354, 1992. [1.4.1](#)
- [14] INDENBOM, V.L. und J. LOTHE: *Elastic Strain Fields and Dislocation Mobility*, Band 31 der Reihe *Modern Problems in Condensed Matter Sciences*. North-Holland, 1992. [1.4.2](#), [1.5.1](#)
- [15] VAN DER MERWE, JAN H., D. L. TÖNSING und P. M. STOOP: *Role of misfit strain and proximity in epigrowth modes I. Strong epilayer-substrate interaction*. Surf. Sci., 312:387–398, 1994. [1.4.2](#)
- [16] ROCKETT, A. und C. J. KIELY: *Energetics of misfit- and threading-dislocation array in heteroepitaxial films*. Physical Review B (Condensed Matter), 44(3):1154, 1991. [1.4.2](#), [6.2](#)
- [17] SCHELL SOROKIN, A. J. und R. M. TROMP: *Measurement of surface stress during epitaxial growth of Ge on arsenic terminated Si(001)*. Surf. Sci., 319(1-2):110–18, 1994. [1.4.2](#)
- [18] SCHELL-SOROKIN, A. J. und R. M. TROMP: *Mechanical stresses in (sub)monolayer epitaxial films*. Physical Review Letters, 64(9):1039–1042, 1990. [1.4.2](#), [2.2](#), [2.2](#), [A.2](#)
- [19] NABARRO, F.R.N.: *Theory of Crystal Dislocations*. Dover Publications, 1987. [1.5](#), [1.5.1](#), [9](#)
- [20] CAMMARATA, R. C., K. SIERADZKI und F. SPAEPEN: *Simple model for interface stresses with application to misfit dislocation generation in epitaxial thin films*. Journal of Applied Physics, 87(3):1227–34, 2000. [1.5.3](#)
- [21] WEBER, M., R. KOCH und K. H. RIEDER: *UHV Cantilever Beam Technique for Quantitative Measurements of Magnetization, Magnetostriction, and Intrinsic Stress of Ultrathin Magnetic Films*. Physical Review Letters, 73(8):1166–1169, 22 August 1994. [1.5.3](#), [A.4](#)

- 
- [22] KOCH, R.: *The intrinsic stress of polycrystalline and epitaxial thin metal film*. J. Phys.: Condens. Matter, 6:9519–9550, 1994. Review Article. [1.5.3](#), [A.4](#)
- [23] DONG, LIANG, J. SCHNITKER, R. W. SMITH und D. J. SROLOVITZ: *Stress relaxation and misfit dislocation nucleation in the growth of misfitting films*. Journal of Applied Physics, 83(1):217–27, 1998. [1.5.3](#)
- [24] SCHEITHAUER, U., G. MEYER und M. HENZLER: *A new LEED instrument for quantitative spot profile analysis*. Surface Science, 178(1-3):441–51, 1986. [2.4](#), [2.4.2](#)
- [25] SCHMIDT, T.: *Entwicklung einer verbesserten Elektronenbeugungsapparatur*. Diplomarbeit, Institut für Festkörperphysik, Uni Hannover, 1990. [2.4](#)
- [26] HORN-VON HOEGEN, M.: *Growth of semiconductor layers studied by spot profile analysing low energy electron diffraction-Pt. I*. Zeitschrift für Kristallographie, 214(10):591–629, 1999. [2.4](#), [2.4.2](#)
- [27] HORN-VON HOEGEN, M.: *Growth of semiconductor layers studied by spot profile analysing low energy electron diffraction. Pt. II*. Zeitschrift für Kristallographie, 214(11):684–721, 1999. [2.4](#), [2.4.2](#)
- [28] BAUER, ERNST: *Zum gegenwärtigen Stand der Augerelektronenspektroskopie (AES) und der Beugung langsamer Elektronen (LEED)*. Sonderdruck aus „Zeitschrift für Metallkunde“, 63(8):437–447, 1972. [2.4.2](#)
- [29] GRONWALD, K. D. und M. HENZLER: *Epitaxy of Si(111) as studied with a new high resolving LEED system*. Surface Science, 117(1-3):180–187, 1982. [2.4.2](#)
- [30] MEIER, A.: *SPA-LEED Untersuchungen epitaktischen Wachstum von CaF<sub>2</sub> auf Si(111)*. Diplomarbeit, Inst. für Festkörperphysik, Uni-Hannover, 1994. [2.4.2](#)
- [31] MÜLLER, B. H.: *Heteroepitaxie mit Gitterfehlpassung: Germanium und Silizium*. Doktorarbeit, Institut für Festkörperphysik, Uni Hannover, 1995. [2.4.2](#), [9.3](#)
- [32] AL-FALOU, A. A.: *Surfactantmodifizierte Epitaxie von Ge auf Si(001)*. Diplomarbeit, Institut für Festkörperphysik, Uni Hannover, 1992. [2.4.2](#)
- [33] MOMMA, C., STEFAN NOLTE und FRANK KORTE: *LZH-Ansprechpartner/Info*, 1996/1997. Laser Zentrum Hannover, fs Laser ablation, Titan Saphir, frq. doubled, 2 mJ puls energy, 150 fs puls duration, 1 kHz rep. rate at 780 nm. [2.5.1](#)

- [34] MOMMA, C., B. N. CHICHKOV, S. NOLTE, F. VON ALVENSLEBEN, A. TÜNNERMANN, H. WELLING und B. WELLEGEHAUSEN: *Short-Pulse Laser Ablation of Solid Targets*. Opt. Commun., 129(134), 1996. 2.5.1
- [35] MOMMA, C., S. NOLTE, B. N. CHICHKOV, F. VON ALVENSLEBEN und A. TÜNNERMANN: *Precise Laser Ablation with Ultrashort Pulses*. Appl. Surf. Sci., 109(15), 1997. 2.5.1
- [36] MOMMA, C., S. NOLTE, B. N. CHICHKOV, F. VON ALVENSLEBEN und A. TÜNNERMANN: *Präzise Mikro-Bearbeitung mit Femtosekunden-Laserpulsen*. Laser und Optoelektronik, 29 (3)(82), 1997. 2.5.1
- [37] NOLTE, S., C. MOMMA, H. JACOBS, A. TÜNNERMANN, B. N. CHICHKOV, B. WELLEGEHAUSEN und H. WELLING: *Ablation of Metals by Ultrashort Laser Pulses*. J. Opt. Soc. Amer. B, 14(27), 1997. 2.5.1
- [38] ISHIZAKA, A. und Y. SHIRAKI: *Low temperature surface cleaning of silicon and its application to silicon MBE*. J.Electrochem.Soc., 133(4):666–71, 1986. 2.5.3
- [39] KURY, P.: *Untersuchung zu Verspannung und Morphologie bei der Epitaxie von Ge, Sb und Si auf Si(111)*. Diplomarbeit, Institut für Festkörperphysik, UNI Hannover, Oktober 1999. 2.5.4, 8, 4.2, 4.4, 4.5
- [40] TIPLER, P. A.: *Physik*. Spektrum akademischer Verlag, 1995. 2.6.1
- [41] GERFEN, B.: *Messungen mit einem Pyrometer an verschiedenen Strahlungsquellen*. Examensarbeit, 1999. 8
- [42] HOMANN, F. und P. ZAHL: *Projekt: Simulation der elektronen-optischen Abbildungseigenschaften des SPA-LEED-Instruments*. Institut für Festkörperphysik, Juni 1998. 3
- [43] SCHWARZ, H. R.: *Numerische Mathematik*. Kap. 10. 3.2
- [44] LAX, E.: *Taschenbuch für Chemiker und Physiker*, Band 1,2. Springer-Verlag, 3 Auflage, 1964. 9
- [45] SCHRÖTER, W., K.-H. LAUTENSCHLÄGER, H. BIBRACK und A. SCHNABEL: *Chemie, Nachschlagebücher für Grundlagenfächer*. Fachbuchverlag Leipzig, 1990. ISBN 3-343-00596-7. 9
- [46] ANDRIEU, S.: *Sb adsorption on Si(111) analyzed by ellipsometry and reflection high-energy electron diffraction*. J. of Appl. Phys., 69(3):1366–70, 1991. 4.1, 4.1

- 
- [47] ELSWIJK, H. B., D. DIJKKAMP und E. J. VAN LOENEN: *Geometric and electronic structure of Sb on Si(111) by scanning tunneling microscopy*. Physical Review B (Condensed Matter), 44(8):3802–9, 1991. [4.1](#)
- [48] PARK, K. H., J. S. HA, W. S. YUN, E. H. LEE, J. Y. YI und S. J. PARK: *Scanning tunnelling microscope study of Sb/Si(111)  $-(5\sqrt{3} \times 5\sqrt{3})$  structure*. Journal of Vacuum Science & Technology A (Vacuum Surfaces and Films), 15(3):1572–1575, 1997. [4.1](#)
- [49] PARK, K. H., J. S. HA, W. S. YUN, E. H. LEE, J. Y. YI und S. J. PARK: *Atomic structure and formation kinetics of the Sb/Si(111)  $-(5\sqrt{3} \times 5\sqrt{3})$  surface*. Physical Review B (Condensed Matter), 55(15):9267–70, 1997. [4.1](#)
- [50] PARK, K. H., J. S. HA, W. S. YUN, E. H. LEE, J. Y. YI und S. J. PARK: *Atomic structure of Sb/Si(111)  $(5\sqrt{3} \times 5\sqrt{3})$  surface*. Journal of the Korean Physical Society., 31(July1997), 1997. [4.1](#)
- [51] PARK, C. Y., T. ABUKAWA, T. KINOSHITA, Y. ENTA und S. KONO: *Low energy electron diffraction and X-ray photoelectron spectroscopy studies of the formation of submonolayer interfaces of Sb/Si(111)*. Japanese Journal of Applied Physics, Part 1 (Regular Papers, Short Notes & Review Papers), 27(1):147–8, 1988. [4.1](#)
- [52] HORN-VON HOEGEN, M., J. FALTA, M. COPEL und R.M. TROMP: *Surfactants in Si(111) homoepitaxy*. Applied Physics Letters, 66(4):487–488, 23 January 1995. [4.1](#)
- [53] THEUERKAUF, N.: *Rastersondenmikroskopische und -spektroskopische Untersuchungen an strukturierten Ge/Si(111)-Oberflächen*. Doktorarbeit, Inst. f. Grenzflächenforschung und Vakuumphysik, Forschungszentrum Jülich GmbH, Zentralbibliothek D-52425 Jülich, November 1999. ISSN 0944-2952. [4.1](#), [6.1](#), [11](#)
- [54] TAKEUCHI, NOBORU: *First principles calculations of the different structures of a monolayer of Sb on Si(111)*. Journal of Vacuum Science & Technology A, 16(3):1790–1793, May/June 1998. [4.1](#)
- [55] BAUMGÄRTEL, H., E.U. FRANCK und W. GRÜNBEIN: *Introduction to Surface Physical Chemistry*. Steinkopf-Verlag Darmstadt, 1991. [4.2](#)
- [56] SCHNEIDER, U.: *Untersuchung zum Einfluß des Wasserstoff bei der Disilanz-CVD*. Diplomarbeit, Institut für Festkörperphysik, Uni Hannover, 1994. [4.2](#)
- [57] MÜLLER, P., A. RANGUIS, M. LADEVÈZE, F. ARNAUD D’AVITAYA und G. TRGLIA: *Thermodesorption mass spectrometry study of the adsorption of Sb on misoriented Si(111)*. Surface Science, 417:107–120, 1998. [4.3.2](#), [4.3.2](#)

- [58] GOLLA, A.: *Der Einfluß von atomarem Wasserstoff auf die Si-MBE*. Diplomarbeit, Institut für Festkörperphysik, Uni Hannover, 1994. 5
- [59] HUSZAR, M.: *SPA-LEED-Rauhigkeitsanalyse der unter Wasserstoffeinfluß facettierten Si(111)-Fläche*. Diplomarbeit, Institut für Festkörperphysik, Uni Hannover, 1996. 5
- [60] PIETSCH, H.: *Homoepitaxie auf Si(111) mit Adsorbaten*. Diplomarbeit, Institut für Festkörperphysik, Uni Hannover, 1993. 5
- [61] HORN-VON HOEGEN, M.: *Wachstum und Keimbildung bei der Molekularstrahlepitaxie von Silizium auf der (111)-Fläche*. Doktorarbeit, Institut für Festkörperphysik, Uni Hannover, 1988. 5
- [62] HORN-VON HOEGEN, M. und M. HENZLER: *LEED studies of Si molecular beam epitaxy onto Si(111)*. Journal of Crystal Growth, 81(1-4):428–33, 1987. 5
- [63] ALTSINGER, R., H. BUSCH und M. HORN-VON HOEGEN ANF M. HENZLER: *Nucleation and growth during molecular beam epitaxy (MBE) of Si on Si(111)*. Surface Science, 200(2-3):235–46, 1988. 5
- [64] TAKAYANAGI, K., Y. TANISHIRO, S. TAKAHASHI und M. TAKAHASHI: *Structure Analysis of Si(111)-(7 × 7)-reconstructed surface by transmission electron diffraction*. Surface Science, 164:367–392, 1985. 5
- [65] PEHLKE, E.: *Spannungsenergie von H auf Si(111) (1×1): -7... - 12 meV/Å<sup>2</sup>*, 2000. private Mitteilung. 5.1, 5.3, 5.3.2
- [66] CHRISTMANN, K.: *Interaction of hydrogen with solid surfaces*. Surface Science Reports, 9(1), 1988. 5.1
- [67] BETHGE, H.: *Wasserstoffätzen und Erzeugung von Silberquantendrähten auf Silizium*. Doktorarbeit, Institut für Festkörperphysik, Uni Hannover, 1998. Fortschritt-Berichte VDI, Reihe 9, Nr.287, ISBN 3-18-328709-9. 5.1
- [68] HILF, M. F. und W. BRENIG: *Hydrogen adsorption and desorption on silicon revisited*. The Journal of Chemical Physics, 112(7):3113–3116, February 15 2000. 5.2, 5.3
- [69] M. HORN-VON HOEGEN und A. GOLLA: *Adsorption induced change of equilibrium surface during crystal growth*. Phys. Rev. Lett., 76:2953–2956, 1996. 5.2



- 
- [70] SHILKROT, L. E. und D. J. SROLOVITZ: *Elastic field of a surface step: Atomistic simulations and anisotropic elastic theory*. Physical Review B (Condensed Matter), 53(16):11 120–11 127, 1996-II. 5.2
- [71] SROLOVITZ, D. J.: *On the stability of surfaces of stressed solids*. Acta metall, 37(2):621–625, 1989. 5.2
- [72] REIDER, G. A., U. HÖFER und T. F. HEINZ: *Desorption kinetics of hydrogen from the Si(111)-(7×7) surface*. The Journal of Chemical Physics, 94(5):4080–4083, March 1 1991. 5.3, 5.3.1, 5.3.2, 5.4
- [73] WISE, M. L., B. G. KOEHLER, P. GUPTA, P. A. COON und S. M. GEORGE: *Comparison of H<sub>2</sub> desorption kinetics from Si(111) 7×7 and Si(100) 2×1*. In: *Chemical Perspectives of Microelectronic Materials II Symposium. Mater. Res. Soc, Pittsburgh, PA, USA*, Seiten 319–25, 1991. 5.3
- [74] WISE, M. L., B. G. KOEHLER, P. GUPTA, P. A. COON und S. M. GEORGE: *Comparison of hydrogen desorption kinetics from Si(111)-(7×7) and Si(100)-(2×1)*. Surface-Science., 258(1-3):166–76, 1991. 5.3
- [75] MORITA, Y., K. MIKI und H. TOKUMOTO: *Kinetics of hydrogen desorption on a Si(111) surface*. Surface-Science., 325(1-2):21–32, 1995. 5.3
- [76] CHO, KYEONGJAE, EFTHIMIOS KAXIRAS und J. D. JOANNOPOULOS: *Theory of Adsorption and Desorption of H<sub>2</sub> Molecules on the Si(111)-(7×7) surface*. Physical Review Letters, 79(25):5078–5081, December 22 1997. 5.3
- [77] SCHULZE, G. und M. HENZLER: *Adsorption of atomic hydrogen on clean cleaved silicon (111)*. Surface-Science., 124(2-3):336–50, 1983. 5.3
- [78] FLOWERS, MICHAEL C., NEVILLE B. H. JONATHAN, ALAN MORRIS und STEVEN WRIGHT: *The desorption of molecular hydrogen from Si(100)-(2×1) and Si(111)-(7×7) surfaces at low coverages*. The Journal of Chemical Physics, 108(8):3342–3352, February 22 1998. 5.3
- [79] BEHAMMER, D., D. KNOLL, J.N. ALBERS, G. FISCHER, D. TEMMLER und B.G. BOSCH: *Low temperature ultra-scaled fully self-aligned transistor technology (LOTUS) for SiGe-HBTs*. IEEE Proceedings, 582:142–51, 1995. 6
- [80] REINKING, D., M. KAMMLER, N. HOFFMANN, M. HORN-VON HOEGEN und K. R. HOFMANN: *Fabrication of high-mobility Ge p-channel MOSFETs on Si substrates*. Electronic Letters, 35(6):503–4, 1999. 6
- [81] COPEL, M., M. C. REUTER, E. KAXIRAS und R. M. TROMP: *Surfactants in epitaxial growth*. Phys. Rev. Lett., 63:632–635, 1989. 6

- [82] ICHIKAWA, T. und S. INO: *RHEED study on the Ge/Si(111) and Si/Ge(111) systems*. Surface Science, 136(2-3):267–84, 1984. 11
- [83] HASEGAWA, SHIGEHICO, HIROSHI IWASAKI, SUNG-TE LI und SHOGO NAKAMURA: *Si(111)-(7×7)/(5×5)-Ge surfaces studied by angle-resolved electron-energy-loss spectroscopy*. Physical Review B (Condensed Matter), 32(10):6949–51, 1985. 11
- [84] M. HORN-VON HOEGEN, M. COPEL, J. TSANG, M. C. REUTER und R. M. TROMP: *Surfactant mediated growth of Ge in Si(111)*. Phys. Rev. B, 50:10811–22, 1994. 6.2
- [85] VOIGTLÄNDER, B. und A. ZINNER: *Surfactand-mediated epitaxy of Ge on Si(111): The role of kinetics and characterisation of the Ge layers*. J. Vac. Sci. Technol. A, 12:1932–1937, 1994. 6.2, 6.3.2
- [86] M. HORN-VON HOEGEN: *Surfactants: Perfect heteroepitaxy of Ge on Si(111)*. Appl. Phys. A, 59:503–515, 1994. 6.2
- [87] REINKING, D., M. KAMMLER, M. HORN-VON HOEGEN und K. HOFMANN: *Enhanced Sb segregation in surfactant-mediated-heteroepitaxy: High mobility, low-doped Ge on Si*. Appl. Phys. Lett., 71:924–926, 1997. 6.2
- [88] REINKING, D., M. KAMMLER, M. HORN-VON HOEGEN und K. HOFMANN: *High electron mobilities in surfactant-grown Germanium on Silicon substrates*. Jap. J. Appl. Phys. Lett., 36:L1082–84, 1997. 6.2
- [89] HORN-VON HOEGEN, M., A. AL FALOU, H. PIETSCH, B. H. MÜLLER und M. HENZLER: *Formation of interfacial dislocation network in surfactant mediated growth of Ge on Si(111) investigated by SPA-LEED*. Surface Science, 298:29–42, 1993. 6.5, 6.2.1
- [90] HORN-VON HOEGEN, M., M. POOK, A. AL FALOU, B. H. MÜLLER und M. HENZLER: *The interplay of surface morphology and strain relief in surfactant mediated growth of Ge on Si(111)*. Surface Science, 284(1-2):53–66, 1993. 6.5, 6.2.1
- [91] HORN-VON HOEGEN, M., A. AL FALOU, H. PIETSCH, B. H. MÜLLER und M. HENZLER: *Formation of interfacial dislocation network in surfactant mediated growth of Ge on Si(111) investigated by SPA-LEED. I*. Surface Science, 298(1):29–42, 1993. 6.2.1
- [92] ZAHL, P., P. KURY und M. HORN-VON HOEGEN: *Interplay of surface morphology, strain relief, and surface stress during surfactant mediated epitaxy of Ge on Si*. Applied Physics A (Materials Science Processing), A69(5):481–8, 1999. 6.2.2

- 
- [93] HORN-VON HOEGEN, M., F. K. LEGOUES, M. COPEL, M. C. REUTER und R. M. TROMP: *Defect self-annihilation in surfactant-mediated epitaxial growth*. Phys. Rev. Lett., 67(9):1130–3, 1991. [6.3.2](#)
- [94] KATAYAMA, M., T. NAKAYAMA, M. AONO und C. F. MCCONVILLE: *Influence of surfactant coverage on epitaxial growth of Ge on Si(001)*. Phys. Rev. B, 54(12):8600–4, 1996. [6.3.2](#)
- [95] MEYER, G., B. VOIGTLÄNDER und N. M. AMER: *Scanning tunneling microscopy of surfactant-mediated epitaxy of Ge on Si(111): Strain relief mechanisms and growth kinetics*. Surf. Sci. Lett., 274:L541–L545, 1992. [6.3.2](#)
- [96] STALDER, R., H. SIRRINGHAUS, N. ONDA und H. VON KÄNEL: *Observation of misfit dislocations in epitaxial CoSi<sub>2</sub>/Si(111) layers by scanning tunneling microscopy*. Appl. Phys. Lett., 59(16):1960–2, 1991. [6.3.2](#)
- [97] LEGOUES, F. K., M. COPEL und R. M. TROMP: *Microstructure and strain relief of Ge films grown layer by layer on Si(001)*. Phys. Rev. B, 42(18):11690, 1990. [6.3.2](#)
- [98] COPEL, M., M. C. REUTER, M. HORN-VON HOEGEN und R. M. TROMP: *Influence of surfactants in Ge and Si epitaxy on Si(001)*. Phys. Rev. B, 42(18):11682, 1990. [6.3.2](#)
- [99] THORNTON, J. M. C., A. A. WILLIAMS, J. E. MACDONALD, R. G. VAN SILFHOUT, J. F. VAN DER VEEN, M. FINNEY und C. NORRIS: *The influence of Sb as a surfactant on the strain relaxation of Ge/Si(001)*. J. Vac. Sci. Technol. B, 9(4):2146–9, 1991. [6.3.2](#)
- [100] LEGOUES, F. K., M. HORN-VON HOEGEN, M. COPEL und R. M. TROMP: *Strain-relief mechanism in surfactant-grown epitaxial germanium films on Si(111)*. Phys. Rev. B, 44(23):12894, 1991. [6.3.2](#)
- [101] KAMMLER, M.: *Auswertung XRD-Daten, Simulation, Resultate zum Netzwerk.*, 2000. private Mitteilung. [6.3.2](#), [7.1](#), [7.3](#)
- [102] ROBINSON, I.K. und D.J. TWEET: *Surface x-ray diffraction*. Rep. Prog. Phys., 55:599–651, 1992. [7.1](#)
- [103] FEIDENHANS'L, R.: *Surface structure determination by X-ray diffraction*. Surf. Sci. Rep., 10:105–188, 1989. [7.1](#)
- [104] ZABEL, H. und I.K. ROBINSON: *Surface X-ray and Neutron Scattering*. Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 1991. ISBN 3-540-54896-3. [7.1](#)

- [105] SCHOWALTER, LEO J. und ROBERT W. FATHAUER: *Growth and Characterization of single crystal insulators on silicon*. CRC Critical Reviews in Solid State and Materials Science, 15(4):367, 1989. [12](#)
- [106] OLMSTEAD, M. A.: *Thin Films: Heteroepitaxial Systems*, Kapitel Heteroepitaxy of Strongly Disparate Materials: From Chemisorption to Epitaxy in  $\text{CaF}_2/\text{Si}(111)$ , Seiten 211–266. World Scientific Publishing, Singapore, 1999. [12](#), [12](#), [12](#)
- [107] OHMI, S., K. TSUTSUI und S. FURUKAWA: *Study of epitaxial growth of rotational-twin-free  $\text{CaF}_2$  films on  $\text{Si}(111)$* . Jpn. J. Appl. Phys., 33:1121, 1994. [12](#)
- [108] WOLLSCHLÄGER, JOACHIM, ANDREAS KLUST und HOLGER PIETSCH: *Inhomogeneous growth of  $\text{CaF}_2$  adlayers on  $\text{Si}(111)$  at intermediate temperatures*. Applied Surface Science, 123/124:496–500, 1998. [12](#)
- [109] BIERNACKI, S. und M. SCHEFFLER: *Negative thermal expansion of diamond and zinc-blende semiconductors*. Physical Review Letters, 63(3):290–3, 1989. [8.1](#)
- [110] FLESZAR, A. und X. GONZE: *First-principles thermodynamical properties of semiconductors*. Physical Review Letters, 64(24):2961, 1990. [8.1](#)
- [111] ISHIDA, I.: *Negative thermal expansion coefficient of diamond structure crystal*. Journal of the Physical Society of Japan, 39(5):1282–91, 1975. [8.1](#)
- [112] XU, C. H., C. Z. WANG, C. T. CHAN und K. M. HO: *Theory of the thermal expansion of  $\text{Si}$  and diamond*. Physical Review B (Condensed Matter), 43(6):5024–7, 1991. [8.1](#)
- [113] J. WOLLSCHLÄGER UND MITARBEITER: *Diskussionen bzgl. XRD, XSW,  $\text{CaF}_2$* . private Mitteilung. [8.1.1](#), [8.3](#), [8.2](#)
- [114] MIURA, KOUJI, KAZUHIKO SUGIURA und HIROSHI SUGIURA:  *$\text{F}^+$ -Desorption Mechanism from a  $\text{CaF}_2(111)$  Surface by Low-Energy Electron Irridiation*. Surf. Sci. Lett., 253:L407, 1991. [8.1.2](#)
- [115] BENNEWITZ, R., D. SMITH und M. REICHLING: *Bulk and surface processes in low-energy-electron-induced decomposition of  $\text{CaF}_2$* . Phys. Rev. B, 59(12):8237, 1999. [8.1.2](#)
- [116] WOLLSCHLÄGER, J., T. HILDEBRANDT, R. KAYSER, J. VIERNOW, A. KLUST, J. BÄTJER, A. HILLE, T. SCHMIDT und J. FALTA: *Effects of electron irradiation on the structure and morphology of  $\text{CaF}_2/\text{Si}(111)$* . Applied Surface Science, 162/163:309, 2000. [8.1.2](#)

- 
- [117] SUMIYA, T.: *Initial growth stages of CaF<sub>2</sub> on Si(111) investigated by Scanning Tunneling Microscopy*. Appl. Surf. Sci., 156:85, 2000. [8.2.1](#)
- [118] HUANG, K. G., J. ZEGENHAGEN, J. M. PHILLIPS und J. R. PATEL: *Interface and overlayer structure of epitaxial CaF<sub>2</sub> films on Si(111): An x-ray scattering study*. Physica B, 221:192, 1996. [15](#), [8.2](#)
- [119] ZAHL, P.: *Kinetik der Vielfachstufenbildung von Si(001) durch Ag Adsorption*. Diplomarbeit, Institut für Festkörperphysik, Uni Hannover, 1996. [9.3](#)
- [120] MEYER-ZU HERINGDORF, F.: *Goldinduzierte Nanostrukturierung vicinaler Si(001) Oberflächen*. Doktorarbeit, Institut für Festkörperphysik, UNI Hannover, 1999. [9.3](#)
- [121] DAHMEN, K., S. LEHWALD und H. IBACH: *Bending of crystalline plates under the influence of surface stress – a finite element analysis*. Surf. Sci., 446:161–173, 2000. [16](#), [19](#)
- [122] OVER, H.-H., O. KNOTEK und E. LUGSCHEIDER: *Elastic properties of silicon single crystals in dependence on temperature and dislocation density*. Z. Metallk., 73(9):552–7, 1982. [19](#)
- [123] SANDER, D. und H. IBACH: *Experimental determination of adsorbate-induced surface stress*. Physical Review B (Condensed Matter), 43(5):4263–7, 1991. [A.4](#)
- [124] DAHMEN, K. und H. IBACH: *MOSS: multi beam optical stress sensor*. Besichtigung und Diskussion, Institusbesuch, FZ Jülich. [A.4](#)
- [125] CHASON, ERIC, L.B. FREUND und R. BERESFORD: *MOSS: multi beam optical stress sensor*. Brown University. [A.4](#)
- [126] FLORO, J.A. und M.B. SINCLAIR: *MOSS: multi beam optical stress sensor*. Sandia National Laboratory. [A.4](#)
- [127] MÜLLER, P. und R. KERN: *About the measurement of absolute isotropic surface stress of crystals*. Surf. Sci., 301:386–398, 1994. [A.4](#)
- [128] ZAHL, P. und A. KLUST: *Gxsm Software und Manual*. Institut für Festkörperphysik, April 2000. Gxsm Software, Hardware and Hackerguide, <http://www.fkp.uni-hannover.de/gxsm> and <http://gxsm.sourceforge.net>. [B](#)
- [129] BURR-BROWN: *Linear Products, Burr-Brown IC Data Book*. Burr-Brown Corporation, printed in USA LI-480, 1996/1997. <http://www.burr-brown.com>. [C.2](#)



# Index

- Adsorbat, 68
- Adsorption, 59
- Antimon, 57
  - Desorptionsenergie, 64
  - Spannung, 64
  - Strukturen, 57
- Arrhenius, 74
- Biegebalken, 26, *siehe* SSIOD
- CaF<sub>2</sub>, *siehe* Kalziumfluorid
- Cantilever, 121
- Chemisorption, 68
- Dämpfung, *siehe* Luftdämpfung
- Desorption, 59, 73
  - Ordnung, 73
- Desorptionsenergie
  - Antimon, 64
  - Wasserstoff, 73
- Diodenlaser, 27
- Dotierung, 57
- Drahtsäge, 43
- DSP, 126
- Effusionsrohr, 36
- Elastizitätsmodul, 8
  - Kubische Symmetrie, 10
- Elektrostatische Linse, *siehe* Kristall-Linse
- Emissivität, 49
- Energie
  - Freie, 7
  - Oberfläche, 12
  - Innere, 7
  - Kristall
    - Freie, 9
    - Versetzung, *siehe* Versetzung, Energie
- Flashzyklus, 46
- Frank- van der Merwe, 14
- Germanium, 57, 79
- Gitter, 91
- Gitterfehlpassung, 79
- Gleichgewichtsbedeckung, 59
- Goszi, 126
- Gxsm, 122
- H, *siehe* Wasserstoff
- HEMT, 79
- Heteroepitaxie, 14, 79
- HF-Dip, 44
- Kalziumfluorid, 99
  - AFM, 101
  - H3, 109
  - STM, 101
  - T4, 109
  - Typ A, 99
  - Typ B, 99
  - Verdampfer, 36
- Kompression, 7
- Kondensatormethode, 121
- Krümmung
  - Dimensionalität, 115
  - Finite-Elemente, 115
  - Platte, 115
- Kristall-Linse, 37
- $\lambda/4$ -Plättchen, *siehe* Optische Diode
- Laser, *siehe* Diodenlaser

- Lasermessung, 27, 130
- LDA, 13
- LDLRSEM, *siehe* SPA-LEED, LDLR-SEM
- Linux, 122
- loadpci, 126
- Luftdämpfung, 25
  
- Manipulator, 24
- Mikropyramiden, 86
- Misfit, 15
- Misfitversetzung, 15
- MODFET, 79
- MOSFET, 79
- MOSS, 121
  
- $\nu$ , *siehe* Poisson'sche Zahl
  
- Oberflächenspannung, 11
  - Absolute, 121
- Optische Diode, 28
- Oxidschicht, 46
  
- PC31, 126
- Phasenübergang, 46
- Photolack, 44
- Poisson'sche Zahl, 9
- Polanyi-Wigner-Gleichung, 59
- Polfilter, *siehe* Optische Diode
- Probe
  - Einbau, 45
  - Flashen, 46
  - Heizung, 47
  - Laserschneiden, 42
  - Reinigung, 44
  - Sägen, 43
  - Silizium, 42
  - Temperaturmessung, 49
  - U-Form, 42
- Probengeometrie, 44
- Probenhalter, 25
- PSD, 29, 127
  - Detektor, 127
  - IVC, 127
  - Kalibration, 29
- pseudomorph, 14
- Pulsheizung, 47
- Pyrometer, *siehe* Probe, Temperaturmessung
  
- Röntgenbeugung, *siehe* XRD
- Realraumscan, *siehe* SPA-LEED, LDLR-SEM
- Restverspannung, 86, 93
  
- Sb, *siehe* Antimon
- SC1, 44
- Schermodul, 17
- Scherung, 7
- Shiraki, *siehe* Probe, Reinigung
- Silizium
  - Homoepitaxie, 68
- SiO<sub>2</sub>, *siehe* Oxidschicht
- SME, 82, 89
- SPA-LEED, 37
  - Externe-Geometrie, 38
  - Interne-Geometrie, 38
  - Kristall-Linse, 51
  - LDLRSEM, 39
  - Oktopol, 51
  - Simulation, 51
- SPA-LEED
  - Software, 122
- Spannungstensor
  - Kontinuum, 5
  - Kristall, 9
  - Oberfläche, 12
- SSIOD, 26, 121
  - Auflösung, 30
  - Dämpfung, 30
  - Datenaufnahme, 34
  - Design
    - alt, 27
    - neu, 27, 130
  - Drift, 33



- 
- Empfindlichkeit, 30
  - Geometrie, 120
  - Justage, 28
  - Kalibration, 29
  - Krümmungsmessung, 120
  - Optik, 27
  - Störungen, 30
  - Stefan-Boltzmann, 48
  - Stoney, 119
  - Stranski Krastanov, 14
  - Sublimation, 57
  - Surfactant, 57, 79
  
  - Tunneldiode, 99
  
  - Vakuum
    - Puffer, 24
    - Schleuse, 21
    - Transfer, 21
    - UHV-Kammer, 21
    - Vorvakuumssystem, 21
  - Verdampfer, 35
  - Versetzung
    - Energie, 17
    - Gitterfehlpassung, 15
    - Kern, 14, 57
    - Lineare, 14
    - Netzwerk, 15
    - Verzerrungsfeld, 15
  - Versetzungsnetzwerk, 79, 86, 93
  - Verspannung
    - Energie, 17
    - pseudomorph, 14
  - Verzerrungstensor, 3
  - Vierquadrantenphotodiode, *siehe* PSD
  - Volmer Weber, 14
  
  - Wärmekapazität, 48
  - Wärmestrahlung, 48
  - Wasserstoff, 73
    - Adsorption, 73
    - atomar, 36
    - Desorption, 73
  
  - Desorptionsenergie, 73
  - XRD, 89
    - InPlane, 89, 96
    - Rod, 89, 93
    - Rodmodulation, 91
    - Satellit, 89
  
  - Young'sche Zahl, *siehe* Elastizitätsmodul



## Lebenslauf

Name: Dipl. Phys. Percy Zahl  
Geschlecht: männlich  
Familienstand: ledig  
Geburtsdatum: 3. April 1971  
Geburtsort: Hannover  
Staatsangehörigkeit: Deutsch

## Schulbildung

1977 – 1981 Grundschule Brelingen  
1981 – 1983 Orientierungsstufe Mellendorf  
1983 – 1990 Gymnasium Mellendorf, Schulabschluß: Abitur

## Wehrdienst

1.7.1990 – 30.6.1991 Grundwehrdienst im 2./PZBTL 334 in Celle.

## Job

Jul. - Sep. 1991 Elektronik Arbeiten bei Hamprecht & Weber  
in Bissendorf, Wedemark

## Hochschulausbildung

Wintersemester 1991/92 Immatrikulation: Studiengang Physik/Diplom,  
Universität Hannover  
10.12.1993 Vordiplom  
11.6.1995 – 11.5.1996 Diplomarbeit: „Kinetik der Vielfachstufenbildung von  
Si(001) durch Ag Adsorption“ am Institut für  
Festkörperphysik der Universität Hannover.  
Betreuer:  
Prof. Dr. M. Henzler, Prof. Dr. M. Horn-von Hoegen  
19.12.1996 Diplom, Note: sehr gut

## Promotion/wissenschaftliche Arbeit

ab 15.1.1997 Wissenschaftlicher Mitarbeiter und Promotionsstudent  
am Institut für Festkörperphysik der Universität  
Hannover.

# Veröffentlichungen

- [1] MEIER, A., P. ZAHL und M. HORN-VON HOEGEN: *nm-Regelung mit DSP-Karte* . Elektronik Information, 9:84–85, 1996.
- [2] MEIER, A., P. ZAHL und M. HORN-VON HOEGEN: *DSP regelt im nm-Bereich*. Design & Elektronik, 1:54–55, 1997.
- [3] MEIER, A., P. ZAHL, R. VOCKENROTH und M. HORN-VON HOEGEN: *Step arrangement control of vicinal Si(001) by Ag adsorption*. Appl. Surf. Sci., 123-124:694–8, 1998.
- [4] ZAHL, P., P. KURY und M. HORN-VON HOEGEN: *Interplay of surface morphology, strain relief, and surface stress during surfactant mediated epitaxy of Ge on Si*. Appl. Phys. A (Mat. Sci. Proc.), A69(5):481–8, 1999.
- [5] HORN-VON HOEGEN, M., F.-J. MEYER ZU HERINGSORF, R. HILD, P. ZAHL, T. SCHMIDT und E. BAUER: *Au-induced giant faceting of vicinal Si(001)*. Surf. Sci., 433-435:475–80, 1999.

# Präsentationen

- [1] KAMMLER, M., P. ZAHL und M. HORN VON HOEGEN: *Epitaxie von Bi-Filmen auf Ge(111), Si(111) und Si(100)*. (O 39.22) DPG Frühjahrstagung Regensburg, 1996.
- [2] MEIER, A., R. VOCKENROTH, P. ZAHL, D. KÄHLER und M. HORN VON HOEGEN: *Kinetic der Ag induzierten Vielfachstufenbildung von Si(100)* . (O 6.36) DPG Frühjahrstagung Münster, 1997.
- [3] ZAHL, P., A. MEIER und M. HORN VON HOEGEN: *Analyse von Stufen-Stufen-Korrelationen Ag induzierter Vielfachstufen auf fehlgeneigtem Si(100)* . (O 6.37) DPG Frühjahrstagung Münster, 1997.
- [4] ZAHL, P., A. MEIER und M. HORN VON HOEGEN: *Untersuchung der Selbstorganisation Ag induzierter Vielfachstufen auf fehlgeneigtem Si(100)* . (O 38.6) DPG Frühjahrstagung Münster, 1997.
- [5] ZAHL, P. und M. HORN VON HOEGEN: *Surface Stress Induced Optical Deflection (SSIOD): In-situ Messung von Oberflächenspannung beim epitaktischen Wachstum* . (O 11.6) DPG Frühjahrstagung Regensburg, 1998.
- [6] ZAHL, P., F. HOMANN und M. HORN VON HOEGEN: *Neues SPA-LEED Design mit maximaler Probenzugänglichkeit*. (O 34.76) DPG Frühjahrstagung Regensburg, 1998.
- [7] ZAHL, P., F.-J. MEYER ZU HERINGDORF, R. HILD, M. HORN VON HOEGEN, TH. SCHMIDT, S. HEUN, B. RESSEL, K. C. PRINCE und E. BAUER: *XPEEM and LEEM study of the Au induced giant faceting of vicinal Si(001) - Au coverage spacially resolved* . Sincrotrone Trieste/ELETTRA and Sixth Users' Meeting, Nov./Dec 1998.
- [8] HERINGDORF, F. J. MEYER ZU, P. ZAHL, R. HILD, TH. SCHMIDT, B. RESSEL, S. HEUN, E. BAUER und M. HORN VON HOEGEN: *Analyse der Au induzierten Facetierung von Si(001) mit ortsaufgelöster Photoemission (LEEM und XPEEM)* . (O 4.4) DPG Frühjahrstagung Münster, 1999.

- [9] HILD, R., P. ZAHL, F. J. MEYER ZU HERINGSDORF und M. HORN VON HOEGEN: *Atomare Struktur der Au induzierten „5×3.2“ Rekonstruktion auf Si(001)* . (O 4.5) DPG Frühjahrstagung Münster, 1999.
- [10] ZAHL, P., P. KURY und M. HORN VON HOEGEN: *Messung von Oberflächenspannung mittels SSIOD* . (O 36.13) DPG Frühjahrstagung Münster, 1999.
- [11] HOEGEN, M. HORN VON und P. ZAHL: *Oberflächenmorphologie und Spannungsabbau beim Surfactant modifizierten Wachstum von Ge auf Si* . (O 55.1) DPG Frühjahrstagung Münster, 1999.
- [12] ZAHL, P., M. KAMMLER, T. SCHMIDT, P. KURY, J. FALTA und M. HORN VON HOEGEN: *3-dim. reciprocal space mapping of a quasi periodic misfit dislocation array* . HASYLAB/DESY User Meeting, 2000.
- [13] ZAHL, P., M. KAMMLER, P. KURY, T. SCHMIDT, J. FALTA und M. HORN-VON HOEGEN: *XRD Reciprocal Space Mapping von periodischen Versetzungsnetzwerken*. (O 8.5) DPG Frühjahrstagung Regensburg, 2000.
- [14] KURY, P., P. ZAHL und M. HORN-VON HOEGEN: *Verspannung und Morphologie bei der Adsorption und Desorption von Sb auf Si(111)*. (O 9.9) DPG Frühjahrstagung Regensburg, 2000.
- [15] ZAHL, P.: *Spannungsauf- und Abbau bei der Surfactant gestützten Heteroepitaxie von Ge/Sb auf Si(111)*. von B. Voigtländer eingeladener Vortrag am FZ Jülich, 2000.

## Danksagung

Nach knapp vier Jahren Promotion und insgesamt 5 Jahren am Institut für Festkörperphysik in Hannover ist es hoffnungslos, abschließend und lückenlos alle aufzählen zu wollen, bei denen ich rückblickend das Bedürfnis verspüre, mich zu bedanken.

Herr Prof. Dr. M. Horn-von Hoegen hat die Themenstellung zu dieser Arbeit vergeben und durch viel „Rückenwind“, Motivation und Diskussion zum Gelingen beigetragen.

Herrn Prof. Dr. M. Henzler verdanke ich die Möglichkeit, die Arbeit in der Abteilung Oberflächen durchführen zu dürfen, sowie viele wertvolle Tips und Hinweise. Mein ganz besonderer Lob gilt der jährlich wiederkehrenden Seminarwoche des Instituts auf der Alm – auf das noch viele wertvolle Almen folgen werden. . .

Meinem Diplomanden P. Kury danke ich für einige der Antimonmessungen und für die intensiven Bemühungen mit Pumpratenmessungen unser anfängliches Vakuumproblem zu lösen: Dankes einer Firma X, übten wir für einige Zeit „Apparatur zerlegen- und zusammenflanschen“ . . .

Ohne die intensive Betreuung von Dr. Th. Schmidt wären die XRD Meßzeiten am DESY/BW1 sicherlich nicht so erfolgreich gewesen. Die „Leidensgenossen“ der XRD Nachtschichten waren Dr. Th. Schmidt, P. Kury, M. Kammler.

Meinem langjährigen Begleiter durch den letzten Abschnitt des Studiums, F.-J. Meyer zu Heringdorf verdanke ich viele Debatten über alles möglicher aus der Physik, Frickellösungen, und insbesondere über WinDos, OS/2 und Linux. . .

H. Goldbach für die regelmäßige, feste Freitagabenddeadline um 17:30 und die folgenden sportlichen Aktivitäten im PSV.

Es ist schon fast vergessen, so lange liegt es zurück, daß sich drei Z's in einer der ersten Analysis Übungen aufgrund gemeinsamer Interessen zusammenfanden und gemeinsam das Studium durchliefen. So möchte ich an dieser Stelle M. Zinner und C. Ziolk für die immerwährende Freundschaft danken.

R. Hild, A. Klust, M. Bierkandt danke ich für die Ausdauer bei der dauernden STM/AFM Software Betatesterei ständig neuer Features. . .

Für die *Finite-Elemente* Rechnung meiner speziellen U-Geometrie danke ich K. Damen vom FZ Jülich.

Herrn Dr. C. Momma vom Laserzentrum Hannover danke ich für die Unterstützung beim Herstellen der ersten U-Probenserie.

Allen anderen Institutsmitgliedern und meinen Bürokollegen M. Bierkandt und O. Pfennigstorf sei an dieser Stelle für das nette Arbeitsklima gedankt.

Meinen Eltern danke ich, daß sie mir auch in dieser Zeit jede mögliche Unterstützung haben zukommen lassen.

Die undankbare Aufgabe des Korrekturlesens verschiedener Abschnitte dieser Arbeit übernahmen M. Bierkandt (Theorie), P. Kury (Experiment) und A. Klust (CaF<sub>2</sub>).  
Meiner Mutter danke ich für die Prüfung der Rechtschreibung.

Abschließend gilt mein Dank der Deutschen Forschungsgemeinschaft, mit deren finanzieller Unterstützung es überhaupt erst möglich war, diese Arbeit durchzuführen.