

4 Experimentelle Ergebnisse

4.1 Analyse der verwendeten Substrate

4.1.1 Silizium(100)-Oberflächen

Die Substrate wurden anfangs sowohl mit den vorhandenen Beugungsmethoden, als auch mit dem STM untersucht. Später konzentrierten sich die Untersuchungen auf STM-Messungen, welche der Qualitätssicherung der verwendeten Oberflächen dienten. Vor ihrer ersten Verwendung und nach der thermischen Reinigung wurden alle Substrate im STM analysiert. Die dabei gefundenen Oberflächenrekonstruktionen waren mit einer hohen Zuverlässigkeit reproduzierbar. Im weiteren Verlauf der Arbeit wurden die Substrate nach erneuter thermischer Reinigung wieder verwendet und zuerst alle, später stichprobenartig, auf die Qualität der Oberfläche hin untersucht. Das gilt sowohl für die glatten als auch für die 4° fehlorientierten Si(100)-Substrate.

Für die thermische Reinigung gibt es grundsätzlich zwei mögliche Varianten: wie in Kapitel 3.4 erwähnt, kann man in der verwendeten UHV-Anlage die Substrate, bzw. Proben sowohl indirekt, als auch direkt (über den Widerstand der Probe) heizen. Das indirekte Heizen führte nicht zu den gewünschten Oberflächenqualitäten. Erst nach der Verwendung der resistiven Direktstromheizung wurden hinreichend glatte und saubere Siliziumoberflächen erreicht. Als erfolgreich etablierte sich, die Substrate nach dem erstmaligen Einbau in das UHV-System für ungefähr 30 min bei 250°C (indirekte Heizung) und weitere 30 min bei 1,5 A (Direktstromheizung ~650°C) auszugasen.

Es folgte ein Heizen der Probe mit Strömen zwischen 14,0 A und 14,9 A für 30 s, bei denen der Druck in der Analysenkammer $2 \cdot 10^{-9}$ mbar nicht überschritten werden sollte. Im Falle einer Drucküberschreitung wurde der Säuberungsprozess abgebrochen und nach einigen Minuten Wartezeit wieder mit dem Heizen bei 14,0 A bis 14,9 A begonnen. Hierbei wird das Siliziumsubstrat auf Temperaturen knapp unterhalb seines Schmelzpunktes ($T_s \sim 1414^\circ\text{C}$) erhitzt und leuchtet in hellem Orange. Bei diesen Temperaturen wird nicht nur das Oxid von der Probenoberfläche entfernt, sondern ebenfalls Kohlenstoff von der Substratoberfläche und auch aus tieferen Schichten desorbiert. Nach diesen 30 s wurde der Strom schnell (binnen weniger Sekunden) auf 2,0 A oder 1,9 A (in einigen wenigen Fällen) geregelt. Dadurch kühlt die Probe schnell auf Temperaturen unter 800°C ab. Dies verhindert, dass das Silizium für die im Restgas vorhandenen Kohlenstoffverbindungen als Katalysator wirkt und sich so wieder Kohlenstoff auf der Probenoberfläche ablagert. Die 2,0 A oder 1,9 A wurden für 12 min gehalten und dann der Strom mit einer Rate von 0,05 A/min gemindert,

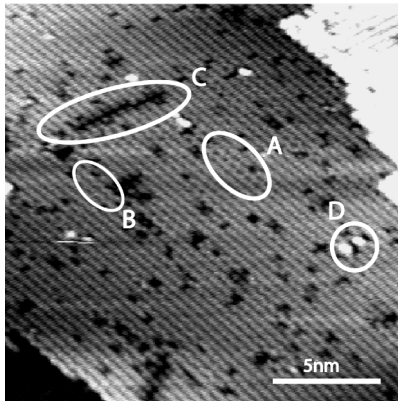


Abb. 4.1.1.1
STM-Bild einer zweidomänigen Si(100)-(2x)-Oberfläche. Die Markierungen zeigen typische Defekte der Oberfläche:
A $c(4 \times 2)$ Rekonstruktion, aufgrund von „buckled dimers“ (90° Phasenverschoben).
B $p(2 \times 2)$ Rekonstruktion, aufgrund von „buckled dimers“ (in Phase).
C fehlende Dimere.
D Adatome, entweder Verunreinigungen oder Atome der nächsten Ebene.

um eine möglichst defektfreie Rekonstruktion der Substratoberfläche zu erreichen. Das hier beschriebene Vorgehen lehnt sich an das von Hata *et al.* [Hata2000] beschriebene Verfahren an. Eine so präparierte, zweidomänige Si(100)-(2×1) Oberfläche wird in Abb. 4.1.1.1 gezeigt. Die Oberfläche weist eine gerade noch akzeptable Anzahl von Defekten auf (~8%). Die verschiedenen aufgetretenen Defekte wurden hier exemplarisch markiert. Die mit A und B markierten Regionen zeigen eine andere als die erwartete (2×1) Rekonstruktion. Vergleicht man die beobachteten Formen mit der Literatur so findet man, dass die mit A markierte Rekonstruktion eine $c(4 \times 2)$ ist, die aufgrund sogenannter „buckled dimers“ (geknickte oder verschobene Dimere), die in zwei benachbarten Reihen mit einer 90° Phase laufen, entstehen. Die mit B markierte Stelle ist eine $p(2 \times 2)$

Rekonstruktion, die durch „buckled dimers“, die in Phase laufen, entsteht [Hammers1986]. Die Markierung C zeigt einen Bereich, in dem Atome in der obersten Lage fehlen. Solche Defekte werden in der Literatur als „missing dimers“ oder „vacancy-type defects“ bezeichnet. Diese treten auf allen untersuchten Substraten am häufigsten auf und scheinen die mit A und B bezeichneten Defekte zu stabilisieren [Hammers1986]. Ein zufälliges Auftreten dieser geknickten Reihen durch Störungen der Messungen konnte ausgeschlossen werden, da diese Strukturen bei aufeinanderfolgenden Messungen an identischen Positionen gefunden wurden. Die mit D gekennzeichnete Stelle zeigt Adatome, die entweder Verunreinigungen oder Siliziumatomen der nächsten Ebene zuzuordnen sind. Letzteres wurde verstärkt beobachtet, wenn die Probe bei zu hohen Maximaltemperaturen gereinigt wurde (siehe Abb.

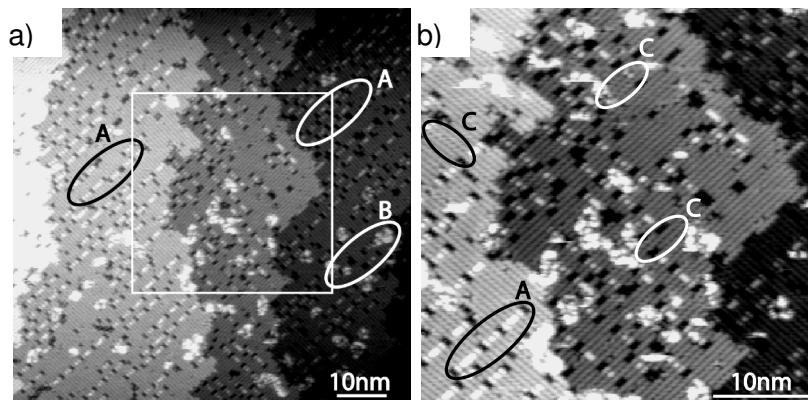


Abb. 4.1.1.2:

- STM-Bild einer thermisch gereinigten Si(100)-(2 x 1) Oberfläche, die klare, auf Homoepitaxie hinweisende Strukturen zeigt (A). Die mit B gekennzeichneten Verunreinigungen stammen von der STM-Spitze. Der weiße Kasten markiert den in b) gemessenen Bereich.
- Ausschnitt aus a), mit A den Adatomen der nächsten Terrasse und C-Bereichen mit einer $c(4 \times 2)$ Rekonstruktion.

4.1.1.2). Die dort mit A markierten Bereiche zeigen eindeutig Atome der nächsten Kristallebene. Das ist daran zu erkennen, dass die zusätzlichen Atome in Reihen angeordnet sind, die orthogonal zu den Dimerreihen auf der eigentlichen Terrasse laufen. Die mit B gekennzeichneten Regionen weisen Verunreinigungen auf, die im Laufe von mehreren Abtastervorgängen von der Spitze auf das Substrat abgelagert wurden. Die Zunahme der Verunreinigungen lässt sich beobachten, wenn man die aufeinanderfolgenden Messungen a) und b) in Abb. 4.1.1.2 miteinander vergleicht. Die in b) mit C markierten Bereiche zeigen wieder Defekte in der Rekonstruktion ($c(4 \times 2)$). Die Homoepitaxie wurde hier durch zu starkes Heizen der Probe hervorgerufen. Dabei schmolz das Substrat an den Randbereichen und Silizium wurde „verdampft“. Dieses schlug sich beim Abkühlen des Substrates wieder auf dasselbe nieder. Strukturen dieser Art fanden auch Esser *et al.* [Esser2004]. Eine weitere zu vermeidende Form von Defekten ist das Auftreten von starken

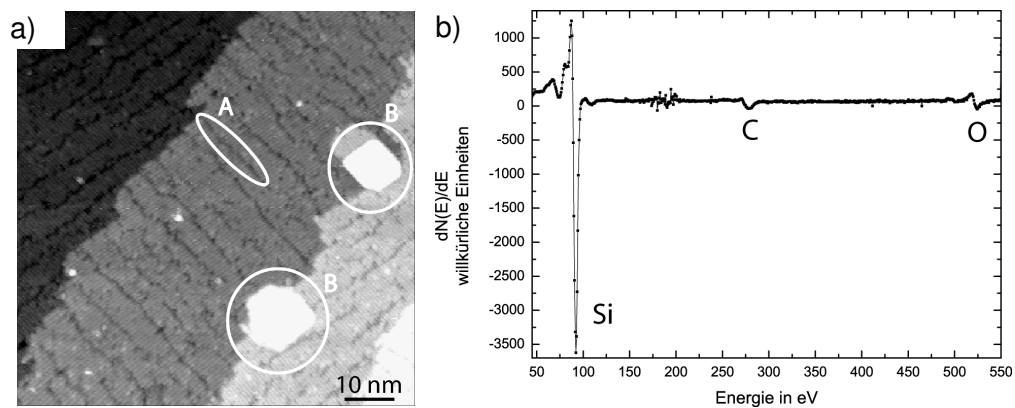


Abb. 4.1.1.3

- a) Das STM-Bild zeigt eine Si(100)-(2 x 1) Oberfläche mit sogenannten „missing dimer rows“ (A) und einer Kohlenstoffkontamination (B).
 b) AES der Probe, mit den markierten Silizium-, Sauerstoff- und Kohlenstoffsignalen.

Aufrauungen der Oberfläche durch eine große Anzahl fehlender Dimerreihen „missing dimer rows“. Diese entstehen, folgt man der Literatur [Hata2000], durch nicht ausreichendes thermisches Reinigen der Probe. In Abb. 4.1.1.3 a) ist eine solche Oberfläche zu sehen. Sie entstand durch starke Kontamination der Oberfläche, die größtenteils durch das thermische Reinigen entfernt wurde. Reste der Verunreinigungen sind noch an den zwei Clustern zu erkennen, die vermutlich aus Kohlenstoff oder Kohlenmonoxid bestehen. Diese Vermutung liegt nahe, da ein Auger-Spektrum (Abb. 4.1.1. 3b)) dieser Probe ein Kohlenstoff- und Sauerstoffsignal zeigt. Ein erneutes thermisches Reinigen des Substrates führte zu einer akzeptablen Oberflächenqualität (Abb. 4.1.1.4). Die verminderte Bildqualität ließ sich auf eine instabile oder verunreinigte STM-

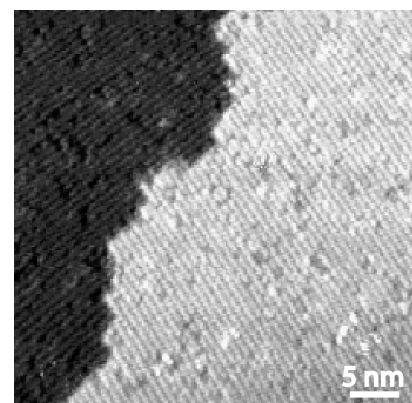


Abb. 4.1.1.4
 STM-Bild des Substrates aus Abb. 4.1.2.3 nach erneuter thermischer Reinigung (Mischung aus z und Strombild, 30:70).

Spitze zurückführen. Um die Bildqualität zu erhöhen und die atomaren Strukturen hervorzuheben, wurde das z-Signal mit dem Stromsignal im Verhältnis 30:70 gemischt. Abweichungen von der oben beschriebenen Reinigungsprozedur, z.B. schnelleres Abkühlen oder Veränderungen in der Ausheiltemperatur (normalerweise 1,9 A – 2,0 A, bei Abb. 4.1.1.5 b) 4,0 A), führten zu nicht akzeptablen Substratoberflächen wie sie in Abb. 4.1.1.5 zu sehen sind. Während Abb. 4.1.1.5 a) eine weitgehend defektfreie Oberfläche zeigt (aufgenommen mit einer Tunnelspannung von 2,67 V und einem „Rückkoppelstrom“ von 0,43 nA), sind in b) viele Fehlstellen zu erkennen (Tunnelspannung: 2,22 V, „Rückkoppelstrom“: 0,10 nA). Die größere Defektdichte in Abb. 4.1.1.5.b) impliziert, dass das langsame Abkühlen des Substrates wichtiger ist als eine höhere Ausheiltemperatur nach dem thermischen Reinigen um 1400°C. Mit anderen Worten, um eine hinreichend hohe Oberflächenqualität der Substrate zu erreichen, ist es nicht praktikabel, die Ausheiltemperatur zu Gunsten einer kürzeren Ausheilzeit zu erhöhen.

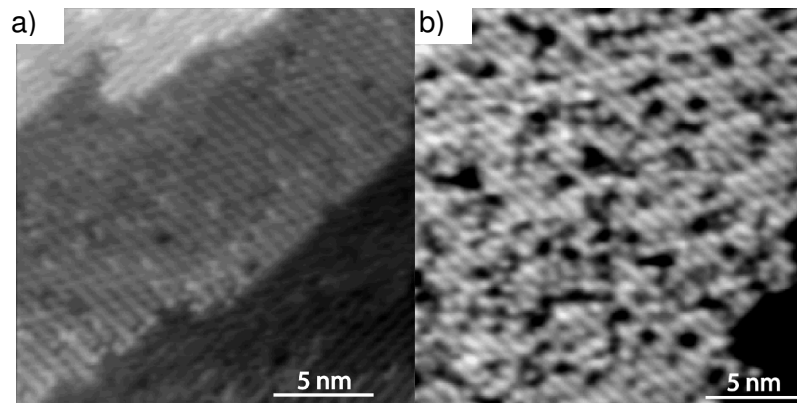


Abb. 4.1.1.5

STM-Bilder zweier nach unterschiedlichen Schemata thermisch gereinigter Si(100)-(2x1) Oberflächen.

- a) Für 30 s mit 14,9 A geheizt, schell auf 2,0 A herunter geregelt, nach 12 min mit 0,05 A/min abgekühlt.
- b) 2 min bei 14,9 A, bei 4 A 10 min gehalten und dann binnen weniger Minuten auf 0 A geregelt.

Ähnliches fanden auch Ukraintsev *et al.* [Ukraintsev1996], allerdings im Zusammenhang mit Nickelverunreinigungen. Sie korrelierten das Auftreten von Nickel und das Vorhandensein von Fehlstellen auf der Si(100)-Oberfläche. Ein solcher Zusammenhang wurde bei im Rahmen dieser Arbeit angefertigten Auger-Spektren nicht gefunden (Nickel zeigt bei 61 eV und 848 eV charakteristische Signale, Messbereich war 0 eV bis 1000 eV), wobei eine Nickelkontamination im Bereich von weniger als ein Prozent, bezogen auf die Atomanzahl, nicht ausgeschlossen werden konnte.

Dimerreihenabstände und Terrassenhöhen wurden in den weiteren Messungen, sofern sichtbar, zur Kalibrierung des Rasterpiezos verwendet. Exemplarisch wird in Abb. 4.1.1.6 eine solche Kalibrierung gezeigt. Die Abstände der Dimerreihen sind für die Si(100)-(2x1) rekonstruierte Oberfläche gut bekannt, sie betragen 0,768 nm. Durch das Auftreten der zwei Domänen, die auf benachbarten Stufen orthogonal verlaufen, ist es möglich, den Rasterpiezo in x- und y-Richtung zu kalibrieren. Für die z-Richtung dienen die auftretenden

atomaren Stufen, mit einer Höhe von 0,136 nm. Aus der Messung in (Abb. 4.1.1.6 b)) erhält man einen Dimerreihenabstand von 0,70(2) nm und daraus einen Korrekturfaktor von 1,09(2). Für Abb. 4.1.1.6 d) ergibt sich ein Dimerreihenabstand von 0,70(2) nm und somit ein Faktor von 1,09(2). Die aus dem Histogramm (Abb. 4.1.1.6 c)) bestimmte Stufenhöhe beträgt 0,16(4) nm. Der sich daraus ergebene Korrekturfaktor ist 0,82(3). Mit diesen Korrekturen konnte der Rasterpiezo hinreichend genau kalibriert und gegebenenfalls Strukturen gut vermessen werden. Die atomare Struktur des Substrates lieferte also eine intrinsische Kalibrierungsmöglichkeit.

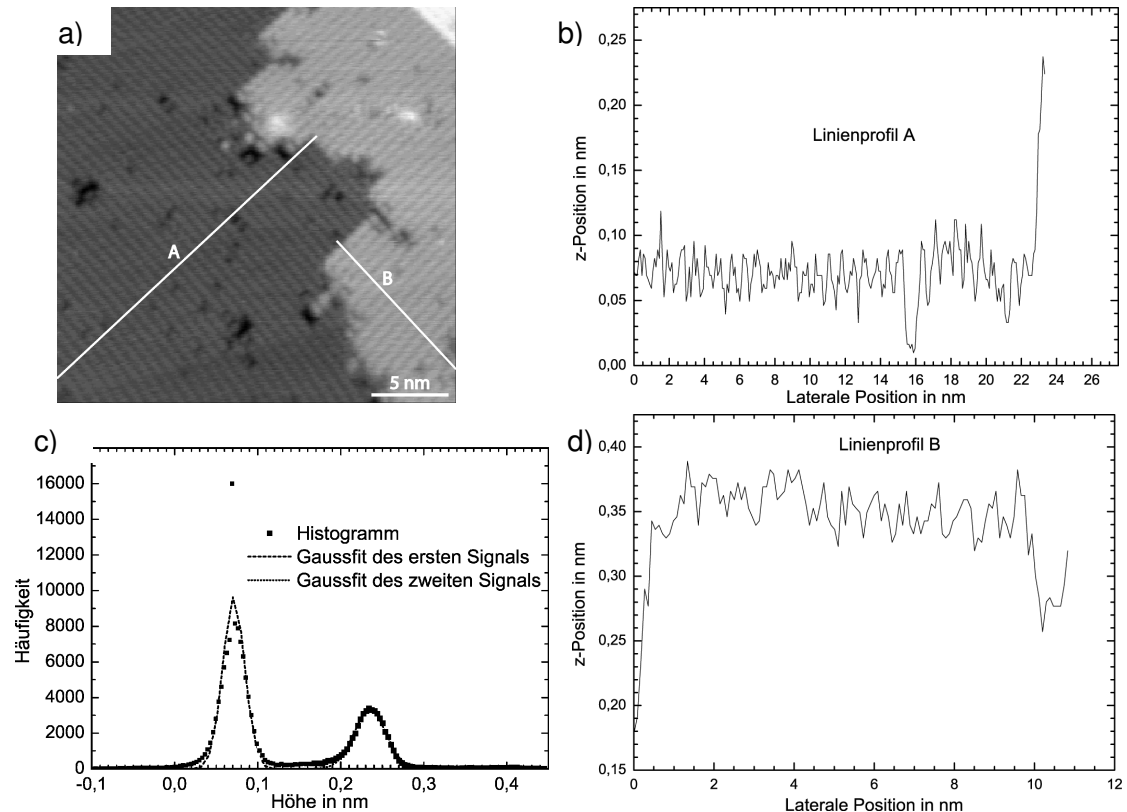


Abb. 4.1.1.6

- STM-Bild einer sauberen Si(100)-(2x1) Oberfläche, mit A und B den in b) und d) aufgetragenem Linienprofil.
- Linienprofil A.
- Histogramm von a) mit zwei gefitteten Gausskurven.
- Linienprofil B.

Es wurden auf den Substraten Terrassenbreiten zwischen 10 nm und 30 nm gefunden. Abschließend ist zu erwähnen, dass die hier vorgestellte Präparationsmethode auf der Methode von Hata *et al.* [Hata2000] aufbaut. Sie wurde an die Möglichkeiten und Voraussetzungen des verwendeten UHV-Systems und den Anforderungen an die zu verwendenden Substrate angepasst. Die Reinigungsprozedur wurde so deutlich verkürzt, ohne dabei zu hohe Defektdichten hinnehmen zu müssen.