

3. Experimenteller Aufbau und Probenpräparation

3.1 Übersicht: Vom Evakuieren bis zum Start der PAC-Messung

Für Messungen von Hyperfeinfeldern auf einkristallinen ferromagnetischen Oberflächen müssen in einem ersten Schritt die Kristalloberflächen in hoher Reinheit und wohlgeordneter Struktur präpariert werden. Grundvoraussetzung ist die Durchführung aller experimentellen Schritte im UHV, was durch die UHV-Kammer ASPIC an der ISOLDE/CERN gewährleistet wird. Nach dem Einbringen der Kristalle in die Kammer wird als nächstes das Ultrahochvakuum erzeugt. Bei einem Basisdruck von $\sim 10^{-11}$ mbar wird mit der Probenpräparation begonnen. Die Oberflächen der für die Messung vorgesehenen Kristalle werden in mehreren Sputter- und Anlaßschritten so lange behandelt, bis eine zufriedenstellende Reinheit und Oberflächenstruktur erreicht wird. Alle Präparations- und Analyseschritte erfolgen in situ. Die Reinheit wird durch in-situ Auger-Elektronen-Spektroskopie, AES, kontrolliert, während LEED¹-Bilder Aufschluß über die Oberflächenstruktur vermitteln.

In einem zweiten Schritt müssen die radioaktiven Sonden auf die präparierte Kristalloberfläche gebracht werden. Die Verbindung der ASPIC-Kammer über ein UHV-Strahlrohr mit dem ISOLDE-Massenseparator gestattet einen direkten Ionentransport zur Kammer. Es gibt für das Aufbringen von Ionen auf eine Oberfläche im wesentlichen zwei Methoden. Entweder wird die Probe mit ihrer Oberfläche direkt in den Ionenstrahl positioniert. In diesem Fall muß das Ion durch eine Kombination von elektrischem und magnetischem Feld auf thermische Energie abgebremst werden, was eine Gegenspannung ähnlich der Beschleunigungsspannung der Ionenquelle bedeutet. Ein Magnetfeld bzw. elektrostatische Linsen fokussieren den Strahl. Dieses Verfahren heißt „soft landing“ und wird erfolgreich an der Universität Groningen angewandt [LVK97], [LRP99]. Die radioaktiven Sonden werden hier vor der Deposition auf eine kinetische Energie von 5 eV abgebremst. Um diese Energie bei der ISOLDE zu erreichen, müßte sie bei einer Extraktionsspannung von 20 kV arbeiten damit ein Magnetfeld von ~ 10 T den niederenergetischen Strahl bei angelegter Gegenspannung von ~ -20 kV fokussiert. Außerdem muß garantiert werden, daß die Reinheit der Probe während des Aufbringens der Sonden erhalten bleibt, weil nach erfolgtem Bedampfen keine weiteren Reinigungsschritte erfolgen können. Aufgrund apparativer Probleme, hat man sich an der ASPIC-Kammer für ein anderes Verfahren entschlossen. Die Ionen werden in einer Nebenkammer der ASPIC-Anlage in ein vorher gereinigtes Mo-Blech implantiert. Während der Implantation kann durch ein Ventil diese Nebenkammer von der Hauptkammer, in welcher die Probe vorher präpariert wurde und in der sie sich während der Implantation befindet, getrennt werden. Das garantiert das Beibehalten des Basisdruckes. Nach der Implantation werden die Sonden in einem ersten

¹ Low Energy Electron Diffraction

Schritt auf ein zweites ebenfalls vorher gereinigtes Transportblech gedampft. Das Dampfen wird durch ohmsches Heizen des Implantationsbleches bewirkt. Durch einen hohen Strom ($\sim 60\text{A}$) werden die implantierten Sonden zur Diffusion gebracht, wobei etwa 30 – 50 % an der Oberfläche austreten. Das Implantationsblech wird dabei dicht über dem Transportblech positioniert, wobei ein Teil der radioaktiven Sonden auf die Oberfläche des Transportblechs gelangt. Über einen Manipulator wird das Transportblech in die Hauptkammer gebracht. Die zur Messung bestimmte Probe sitzt auf dem Kopf des Hauptmanipulators und kann, mit der Kristalloberfläche zum Transportblech gewandt, sehr dicht ($\sim 1\text{mm}$) an das Blech gefahren werden. In einem zweiten Heizschritt werden die Sonden auf die Kristalloberfläche gebracht. Wegen der Verluste im ersten und zweiten Überdampfschritt, gelangen durchschnittlich nur 15 % der implantierten Isotope auf die Probenoberfläche. Nach dem Wegfahren des Transportmanipulators kann die zur Messung präparierte Probe in eine Glasnase der ASPIC-Kammer gefahren werden. Um diese Glasnase herum sind die vier PAC-Detektoren angebracht (siehe Abb.3.2, 3.24), und die Messung kann gestartet werden. Vom Anfang bis Ende des Experiments ist das Entscheidende ein guter Basisdruck, so daß seine Gewährleistung immer höchste Priorität besitzt. Wenn die Messung länger dauert (einige Tage) sollte man sich sowohl mit AES als auch mit LEED die Probenoberfläche anschauen, um zu überprüfen, ob die Spektren zu konstanten Bedingungen aufgenommen werden. Im folgenden wird auf die einzelnen Vorstufen des Experiments eingegangen.

3.2 Der Massenseparator ISOLDE/CERN

Die UHV-Kammer ASPIC befindet sich seit 1994 am Massenseparator ISOLDE IV des CERN in Genf/Schweiz. Sie ist über ein Strahlrohrsystem mit den beiden Separatoren der ISOLDE, dem GPS und HRS², verbunden. Die direkte Verbindung einer UHV-Kammer für Oberflächenuntersuchungen mit einer Quelle radioaktiver Isotope eröffnet weltweit eine einmalige Chance, mit Hilfe der PAC auch relativ kurzlebige Sonden wie beispielsweise $^{79}\text{Rb}/^{79}\text{Kr}$ mit einer Halbwertszeit des Mutterisotops von 20 min zur Untersuchung elektronischer Strukturen an Grenzflächen insbesondere Oberflächen zu benutzen.

Weitere Vorteile eines Massenseparators gegenüber anderen, beispielsweise chemischen Trennverfahren zur Gewinnung von radioaktiven Sonden liegen im breiten Spektrum zur Verfügung stehender Isotope (mehr als 600 Isotope von über 60 Elementen), die durch Kernreaktionen erzeugt werden und der hohen Reinheit der separierten Isotope. Neben der ASPIC-Kammer als dem einzigen Online –Versuchsaufbau für Festkörperphysik an ISOLDE, gibt es online an der ISOLDE zahlreiche Experimente für Kernspektroskopie an radioaktiven Isotopen. Für Offline-Experimente stehen zwei niederenergetische ($E_{\text{impl}} = 60\text{keV}$) Implantationskammern und eine Hochenergieplattform ($E_{\text{impl}} = 250\text{keV}$) zur Verfügung. Die bereits erwähnten Eigenschaften des GPS erlauben einen parallelen Betrieb verschiedener Experimente, wenn zwei Bedingungen erfüllt sind. Beide Experimente nutzen verschieden Strahlrohrsys-

² High Resolution Separator

teme (z.B. 1. ASPIC – Central Beamline, 2. Implantation in GLM/GHM) und zweitens das Massenverhältnis von *zentraler Masse* zu *hoher* bzw. *niedriger Masse* muß im Bereich von $\pm 15\%$ liegen. Die Einbettung von ASPIC in die ISOLDE-Infrastruktur ist in Abbildung 3.1 dargestellt.

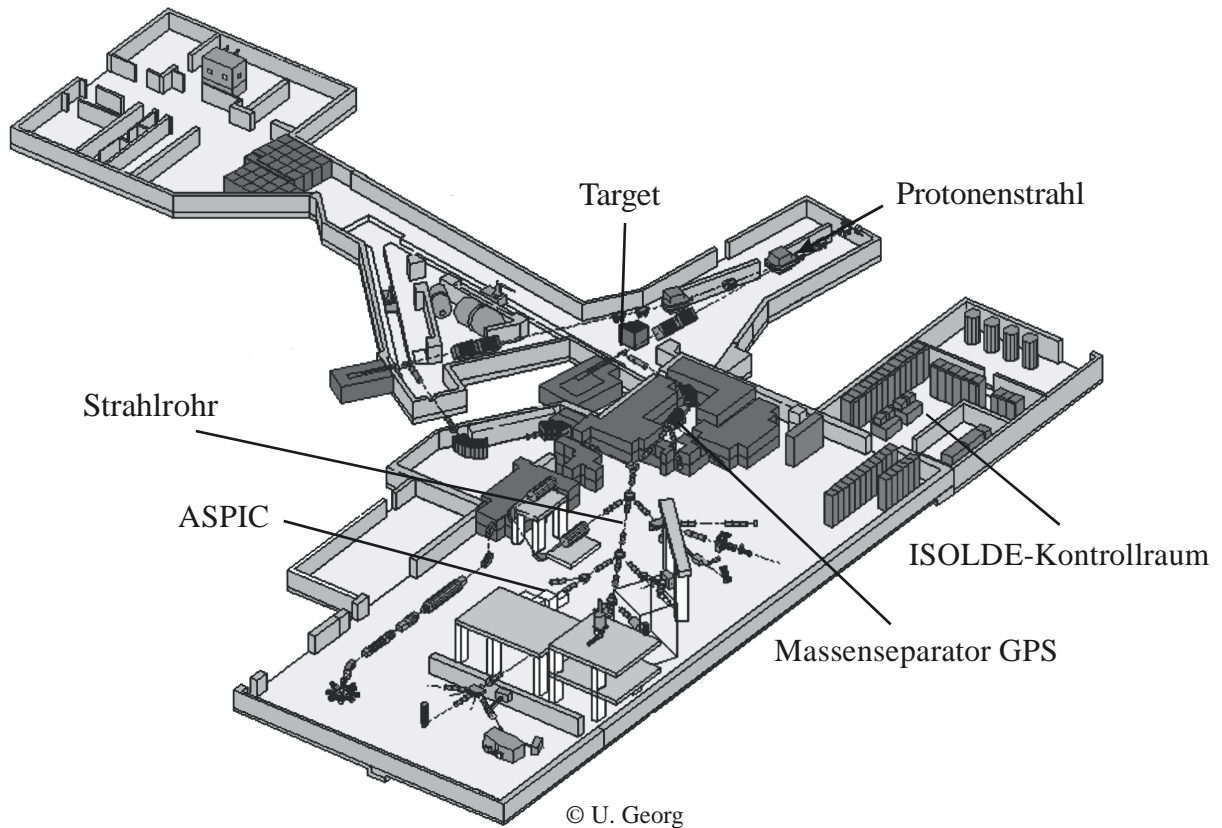


Abb. 3.1: ISOLDE IV mit ASPIC-Versuchsaufbau; Zu sehen sind neben ASPIC der Targetplatz, die Separatoren, das verzweigte Strahlrohrsystem für diverse Online-Nutzer und der ISOLDE-Kontrollraum (Graphik: Uwe Georg, ISOLDE).

3.3 Die UHV-Kammer ASPIC

Die ASPIC-Kammer besteht im Wesentlichen aus zwei Sektionen: der Vorkammer mit Verbindung zum Strahlrohr und der Hauptkammer zur Probenpräparation und PAC-Messung (siehe Abb. 3.2). Beide Sektionen können über ein UHV-Preßluftventil von einander getrennt werden.

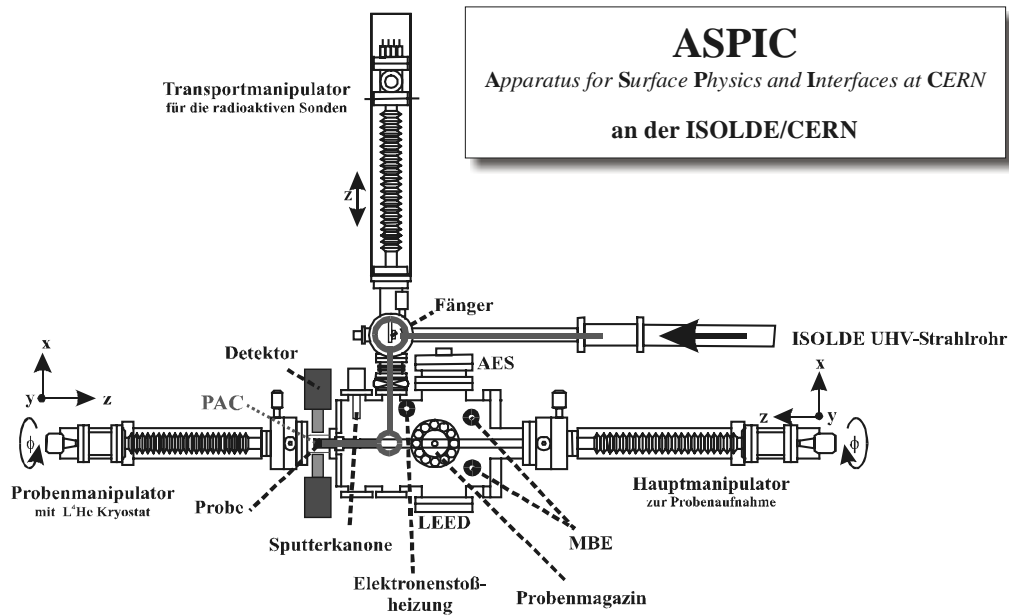


Abb. 3.2: Schematische Darstellung der ASPIC-Kammer mit ISOLDE UHV-Strahlrohr. Die einzelnen Elemente der Kammer sowie deren Funktion sind im Text erläutert. Zusätzlich dargestellt ist der „Pfad“ (dicke graue Striche) von der Implantation über beide Überdampfspositionen (graue Kreise) zur Meßposition der Probe.

3.3.1 Die Vorkammer (AS-Kammer)

In der Vorkammer werden die radioaktiven Isotope in den Fänger implantiert, und es können über eine Vakuumschleuse auch nach dem Erreichen des UHV weitere Kristalle von außen in die Kammer eingeschleust werden. An dieser Kammer sind eine Turbomolekularpumpe (TMP) mit Vorpumpe und der Transportmanipulator für den Transport der radioaktiven Sonden in die Hauptkammer angeschlossen. Neben dem Ventil zur Hauptkammer gibt es ein weiteres Ventil zur UHV-Beamline, welches nur für die Zeit der Implantation geöffnet wird, und ein drittes zur Schleuse für den Kristalltransfer von außen in die UHV-Kammer.

3.3.2 Die Hauptkammer (PIC-Kammer)

In der Hauptkammer werden die Probenpräparation, die Oberflächenanalyse, das Sondenaufbringen und die PAC-Messung durchgeführt. An der Hauptkammer sind über einen Ganzmetallschieber eine Ionengetterpumpe (IGP) sowie eine stickstoffgekühlte Titansuplimationspumpe (TSP) angeschlossen. Die gesamte Pumpsektion bildet den Standfuß der Hauptkammer. Alle Pumpen von Haupt- und Nebenkammer zusammen erreichen einen UHV-Basisdruck von etwa $2 \cdot 10^{-11}$ mbar in der Kammer. Die Hauptkammer hat die Gestalt eines liegenden Zylinders an dessen Enden zur einen Seite der Hauptmanipulator und zur gegenüberliegenden eine nach außen zeigende Glasnase angeflanscht sind. Diese Konfiguration erlaubt es, daß der Manipulator auf der Mittelachse der Kammer (z-Achse) einschließlich

Innenraum der Glasnase jeden für die Präparation und Messung wichtigen Punkt erreicht. Ein XY-Modul des Hauptmanipulators ermöglicht darüber hinaus eine Stellung des Manipulatorkopfes, die etwa 3 cm in radialer Richtung von der z-Achse abweicht. Des weiteren kann der Kopf über eine Drehdurchführung etwa 360° um die z-Achse gedreht werden, so daß sich insgesamt vier Freiheitsgrade für die Probenkopfbewegung ergeben (x, y, z, ϕ). Alle Freiheitsgrade werden über einen Computer angesteuert und können genau reproduziert werden ($\Delta x, \Delta y = \pm 2$ mm, $\Delta z = \pm 1$ mm, $\phi = \pm 0.5^\circ$). Auf dem Probenkopf des Hauptmanipulators gibt es zwei verschiedene Probenplätze. Beide sind mit einem BN_2 -Heizer ausgestattet. Der erste Probenkopf ist thermisch über einen Saphir an die LN_2 -Kühlung gekoppelt. Damit ist eine gute Ankopplung an die Kühlung gegeben, während aufgrund der schlechten Wärmeleitung des Saphirs bei $T > 300$ K die Wärmeabgabe vom Probenkopf über den Saphir zum Manipulator beim Heizen der Probe minimiert wird. Der zweite Probenkopf ist über einen schlechten Wärmeleiter mit dem ersten verbunden und erlaubt Präparation und Messung bei hohen Temperaturen (T bis ~ 800 K). Die Temperatur kann über jeweils ein NiCr/Ni-Thermoelement kontrolliert und geregelt werden. Da die vom Thermoelement gemessene Temperatur nicht direkt an bzw. auf der Probenoberfläche bestimmt werden kann, muß zur Bestimmung der echten Probenoberflächentemperatur eine Eichung der Messung vorgenommen werden. Dazu wurden für zwei Messungen der Probenoberflächentemperatur zum Vergleich NiCr/Ni-Thermoelemente auf der Probenoberfläche eines Ni(111)- und eines Pd(001)-Kristalls befestigt und mit Werten des Thermoelements am Probenkopf verglichen.

Eine LN_2 -Zuführung erlaubt das Kühlen der Probe der ersten Probenhalterung auf etwa 100 K. Somit ist ein relativ weiter Temperaturbereich für Präparation und Messung zugänglich. Die Proben auf dem Probenkopf des Manipulators werden über Federbleche fixiert, die den Probenhalter, auf dem die Probe vor dem Einbringen in die Kammer befestigt wird, fest in die für ihn vorgesehene Ausfräsung am Probenkopf drücken (siehe Abb. 3.3).

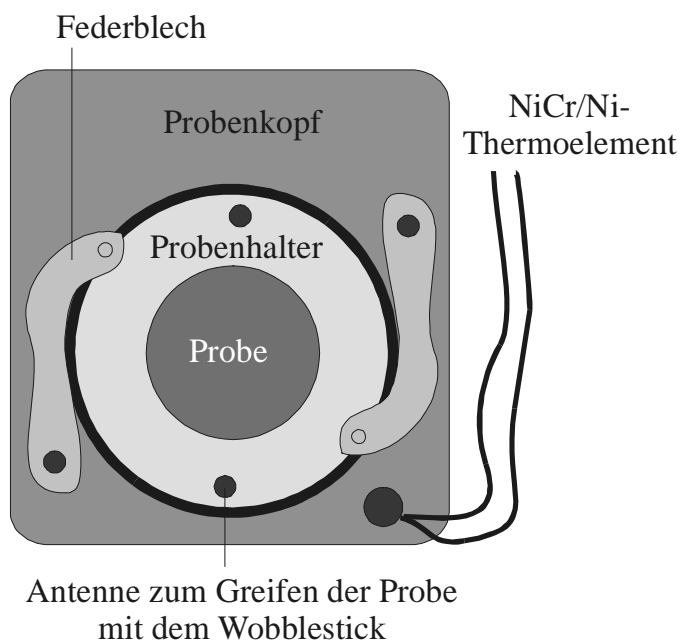


Abb. 3.3: Schematische Darstellung des Arretierens der Probe auf dem Probenkopf des Manipulators.

Ein drehbares Probenmagazin (siehe Abb. 3.2) bietet 11 Proben Platz. Die bereits erwähnte Schleuse an der Vorkammer ermöglicht darüber hinaus die Aufnahme weiterer Proben. Mit Hilfe eines in die Hauptkammer hineinragenden Wobblesticks können die Proben auf den Probenkopf des Manipulators gesetzt und von ihm wieder abgenommen werden.

Des Weiteren ist die Hauptkammer mit einer Argon-Sputterkanone zur Reinigung der Kristalloberflächen, zwei Elektronenstoßheizungen zum Anlassen der Kristalle, einem Augerspektrometer, einer 4-Gitter-LEED-Optik und zwei MBE-Verdampferquellen ausgerüstet (siehe Abb. 3.2). Zur Kontrolle des Restgases ist ein Quadrupol-Massenspektrometer installiert, das Partialdrücke im Bereich von 10^{-10} mbar sowohl reiner chemischer Elemente als auch von einigen einfachen Molekülen nachweist.

Für die PAC-Messung wird die Probe auf den Probenkopf eines der beiden Manipulatoren der Hauptkammer gesetzt und in die Glasnase gefahren. Die vier Detektoren sind auf Schlitten montiert, die auf einem an der Stirnseite der Kammer befestigten Kranz konzentrisch um die Glasnase angebracht sind. Die Detektoren zeigen zur Glasnase und haben zwei Freiheitsgrade für die Bewegung (r, ϕ). Der Abstand (r) des Detektors von der Glasnase kann verändert werden, wobei man durch die Maße der Glasnase auf einen minimalen Abstand von ~ 30 mm zur Probe beschränkt ist. Auf dem Kranz kann jeder Schlitten in eine beliebige Winkelposition (ϕ) um die Glasnase gefahren werden. Die Standardstellung ist in Abb. 2.1 links (Meßmethode PAC) dargestellt. Über den Drehwinkel des Manipulators kann zwischen der Aufnahme eines 45° - und eines 90° -Spektrums bestimmt werden. Prinzipiell ginge das auch durch die Änderung der Detektorposition auf dem Kranz bei unveränderter Probenposition.

Für die im Rahmen dieser Arbeit vorgesehenen Messungen bei Tiefsttemperaturen wurde zusätzlich ein Manipulator mit $L^4\text{He}$ gekühltem Probenkopf angeflanscht. Da er in Verlängerung der Glasnase dem Hauptmanipulator gegenüber sitzt, wurde zu diesem Zweck die einfache Glasnase durch einen Glaszylinder ausgetauscht. Auch dieser Manipulator hat vier Freiheitsgrade für die Bewegung des Probenkopfes (x', y', z', ϕ').

3.4 Das Ultrahochvakuum

Wie bereits erwähnt, ist das Ultrahochvakuum ($p \sim 10^{-11}$ mbar) Grundvoraussetzung für die Durchführung von Experimenten an reinen Oberflächen. Im Rahmen der kinetischen Gastheorie kann man leicht die Abhängigkeit der Zeit zur Ausbildung einer Monolage aus Restgasatomen auf einer Oberfläche vom Partialdruck zeigen. Die Adsorptionsgeschwindigkeit R_{ads} , d.h. die Zahl der pro Zeit- und Flächeneinheit adsorbierten Teilchen, ist:

$$R_{ads} = \frac{dN_{(s)}^{ad}}{dt} = S \cdot Z_{(s)} \quad 3-1$$

mit dem Haftkoeffizient S , definiert als das Verhältnis der Teilchenstöße, die zur Adsorption führen, zur Gesamtzahl der Stöße aus der Gasphase und $Z(s)$ dem Teilchenfluß auf die Oberfläche. Der Fluß kann wie folgt beschrieben werden:

$$Z_{(s)} = \frac{1}{4} N_{(v)} \bar{v} \quad \text{und mit } p = N_{(v)} kT \text{ ergibt sich } Z_{(s)} = \frac{1}{4} \frac{p}{kT} \bar{v} \Rightarrow R_{ads} \propto p \quad 3-2$$

mit $N_{(v)}$ der Teilchendichte im Volumen V , p dem Druck, T der Temperatur und v der mittleren Geschwindigkeit der Atome (Moleküle) aus der Gasphase.

Mit der Annahme von $S = 1$ ergeben sich für molekularen Stickstoff (N_2) bei einer Temperatur von 300 K folgende Zeiten zur Ausbildung einer Monolage t_{mono} (nach [HGö94]):

Druck p (N_2) [mbar]	t_{mono} [s]
10^{-7}	~50
10^{-8}	~500
10^{-9}	~5000
10^{-10}	~50000
10^{-11}	~500000 = 139 h !

Um UHV zu erreichen, bedarf es sowohl materieller, technischer als auch operativer Voraussetzungen. Materiell bedeutet, alle in der Kammer verwendeten Materialien müssen UHV tauglich sein, d.h., ihr Dampfdruck darf 10^{-11} mbar nicht übersteigen, und sie müssen ausheizbar sein. Deshalb wurde als Kammermaterial Edelstahl verwendet. Als technische Voraussetzung sind alle Pumpstufen aufzuführen. Als operative Voraussetzung sind das Ausheizen der Kammer nach dem Anpumpen sowie das Entgasen aller stromführenden Teile in der Kammer, um spätere Desorption während der Probenpräparation zu verhindern, gemeint.

3.5 Anpumpen, Ausheizen und Entgasen

Nach dem Einbringen der Kristalle und dem Verschließen der Kammer wird die Kammer mit einer ölfreien TMP mit vorgeschalteter Membranpumpe angepumpt. Damit wird ein Druck in der Größenordnung von 10^{-7} mbar erreicht. Danach wird die IGP dazugeschaltet und die Kammer für mindestens 48 h ausgeheizt. Das Ausheizen bewirkt ein beschleunigtes Desorbieren von Wasser und Restgas sowie eine Verkohlung möglicher organischer Rückstände. Der Ausheizvorgang erfolgt in einer ASPIC einhüllenden Plattenkonstruktion. Im ersten Schritt wird die Temperatur über etwa 12 h von einem Startwert bei 50°C auf einen maximalen Wert von 250°C gefahren. Der Druck steigt bis zum Erreichen der maximalen Temperatur um fast 2 Größenordnungen. Diese Temperatur wird für 48 h gehalten, wobei sich mit der Zeit wegen sinkender Ausgasrate der Druck verringert und am Ende der Heizperiode einen Gleichgewichtszustand erreicht. In weiteren 10 h wird die Temperatur auf 100°C runtergefahren. Ein Thermoregler kontrolliert und steuert den Temperaturgang während des gesamten Ausheizprozesses. Ist die Temperatur von 100°C erreicht, sollte in der Kammer ein Druck von $\sim 10^{-9}$ mbar herrschen. Jetzt wird die TSP zugeschaltet, und es kann mit dem Entgasen der in der Kammer stromführenden Teile begonnen werden. Ein für längere Zeit fließender Strom bei höheren Werte als im späteren Betrieb beschleunigt das Desorbieren von Restgasen und

verringert die Ausgasrate im späteren Betrieb. Am Ende wird ein Basisdruck von $\sim 3 \cdot 10^{-11}$ mbar erreicht, der unter Einsatz der LN₂-Kühlung der TSP noch mal halbiert wird. Der Druck wird permanent kontrolliert und protokolliert. Jetzt ist der Betriebszustand für die Präparation und PAC-Messung erreicht.

3.6 Kristallpräparation

3.6.1 Reinigung nach Kristallzucht

Alle verwendeten Proben waren Einkristalle, die vom Hersteller nach der Züchtung grob gereinigt wurden. Die metallischen Kristalle sind $\sim (1-2)$ mm dicke Scheiben, die von einem einkristallinen Stab mit entsprechender Orientierung und etwa 10 – 12 mm Durchmesser gesägt wurden. Die Kristalloberfläche wurde mit Schleifpapier und einem Gleitmittel aus Ethanol und Ammoniak mikroskopisch glattpoliert. Im letzten und feinsten Schleifprozess wird eine Samtscheibe ($1\mu\text{m}$) und Al_2O_3 als Gleitmittel verwendet. Im Anschluss daran werden die Kristalle bei einem Vakuum von etwa 10 - 1 mbar in einer Wasserstoffatmosphäre einige Stunden geheizt. Jetzt ist die Kristalloberfläche glatt und orientiert.

Außer den metallischen Einkristallen wurde ein Fe-Film auf (001)GaAs mit MBE-Technik hergestellt. Das GaAs bekommt man vom Hersteller in scheibenförmigen polierten Wafern mit einem Durchmesser von (50.5 ± 0.5) mm und einer Dicke von (350 ± 25) μm . Die Abweichung von der (001)-Orientierung wird mit $\pm 0.1^\circ$ angegeben. Für die spätere Nutzung als Wachstumssubstrat der Fe-Filme läßt sich der Wafer mit einem Skalpell sehr leicht in hochsymmetrischen Richtungen wie [011], [110] etc. spalten, um Proben in der Größe von etwa (10×10) mm^2 Fläche zu erhalten.

3.6.2 Probenreinigung in der ASPIC-Kammer – Sputtern und Anlassen

Die Probenpräparation besteht aus mehreren Sputter- und Anlaßzyklen. Dabei wird die Reinheit bei wohlgeordneter Struktur an der Kristalloberfläche sukzessive erhöht. Der Erfolg des jeweiligen Vorganges wird durch das dafür spezifische Analyseverfahren kontrolliert.

Beim Sputtern trifft ein hochreiner Argon-Ionenstrahl unter etwa 30° zur Probennormalen auf die Kristalloberfläche. Er befreit die Oberfläche von Fremdatomen. Die Energie kann zwischen 0.5 und 5.0 keV variiert werden. Der Strom kann zwischen 1 und 200 μA eingestellt werden, wobei sich in der Regel ein Strom von (7 ± 2) μA auf die verwendeten Proben als optimal zeigte. Die Energie betrug zwischen 0.5 und 0.95 keV.

Ein hoher Reinheitsgrad des Argongases verringert die Wahrscheinlichkeit an Implantation von Fremdatomen durch den Beschuss der Oberfläche. Während des Sputterns steigt der Partialdruck von Argon in der Kammer auf 10^{-6} mbar an. Um die IGP vor Argon zu schützen, wird während des Sputterns die IGP vom Rest der UHV-Kammer durch ein Ganzmetallventil getrennt. Nach dem Sputtern ist die Kristalloberfläche chemisch zwar wesentlich reiner, aber die Oberfläche ist durch den Beschuss auf atomarer Skala stark zerstört. Um eine wohlgeordnete Struktur zu erhalten, wird der Kristall nach dem Sputtern angelassen. Die Kristalle können in einem Bereich bis 800 K auf dem Probenkopf des Hauptmanipulators geheizt werden. Da für ein Ausheilen der Sputterschäden bei Ionenenergien von etwa 0.8 keV auf Pd- und Ni-Oberflächen Temperaturen von etwa 1000 – 1200 K erforderlich sind, werden zum Ausheilen Elektronenstoßheizungen eingesetzt. Zwischen Probe und Heizung wird eine Hochspannung

angelegt. Elektronen werden aus einem Filament emittiert und im Feld beschleunigt. Die kinetische Energie der Elektronen wird beim Aufprall auf den Probenhalter zum großen Teil in Wärme umgewandelt, was den Kristall gleichmäßig erwärmt. Über Hochspannung und Filamentstrom wird die Temperatur verändert und von außen durch ein Pyrometer kontrolliert. Neben der Glättung der Oberfläche ist die Segregation von Fremdatomen aus dem Volumen an die Oberfläche ein unerwünschter Effekt des Temperns. Das Segregieren erfolgt für verschiedene Elemente bei verschiedenen Temperaturen. Schwefel diffundiert ab etwa 750 K, Phosphor ab ~ 700 K und Kohlenstoff ab ~ 400 K zur Oberfläche [Voi90]. Die damit verbundene Verunreinigung der Oberfläche muß durch weiteres Sputtern wieder entfernt werden. So ergeben sich mehrere Sputter- und Temperzyklen, wobei sowohl Energie und Strom der Argonionen als auch Temperatur beim Tempern mit der Zahl der Zyklen variiert werden, um eine Verarmungsschicht von Fremdatomen in Oberflächennähe bei gleichzeitig wohlgeordneter Struktur zu erreichen. Der Erfolg des Sputterns wurde durch AES kontrolliert, das Tempern mit Hilfe der LEED-Aufnahmen.

3.6.3 Auger-Elektronen-Spektroskopie AES

Zur Kontrolle der chemischen Reinheit der Probenoberfläche wird die Probe auf dem Manipulatorkopf vor das AES positioniert. Durch den Beschuss der Probenoberfläche mit Elektronen der Energie 3 keV werden tiefliegende stark gebundene Elektronen der Atome des Festkörpers angeregt. Bei Abregung des Zustandes werden neben Röntgenstrahlung auch elementspezifische Auger-Elektronen emittiert. Typische Energien von Auger-Elektronen liegen im Bereich zwischen 50 und 1500 eV. Die mittlere freie Weglänge dieser Elektronen liegt im Bereich von 5 bis 50 Å. Ursache dafür, daß die AES ein oberflächenempfindliches Verfahren ist, liegt an der stark inelastischen Streuung, die Elektronen in diesem Energiebereich erfahren, so daß nur Auger-Elektronen aus den äußersten Atomlagen eines Festkörpers die Chance haben, aus dem Festkörper emittiert und im Spektrum gemessen zu werden. Mit der AES lassen sich elementspezifische Konzentrationen von etwa 2-3 % einer Monolage bestimmen.

Das Prinzip der Abregung des durch Primärelektronen erzeugten angeregten Zustandes ist in Abb. 3.4 dargestellt.

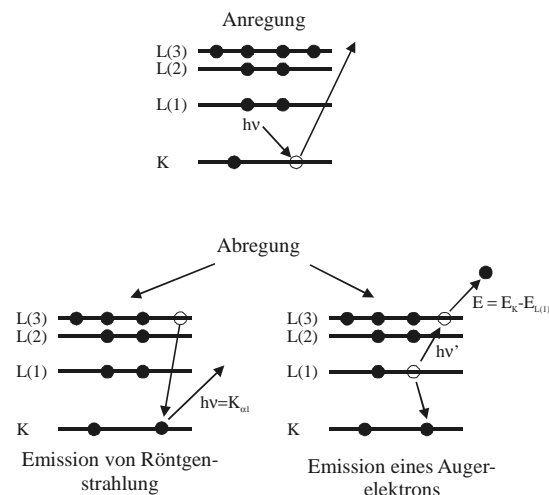


Abb. 3.4: Prinzip der Röntgen- und Auger-Elektronen-Emission nach Erzeugung eines Lochs in der K-Schale

Das durch Primärelektronen erzeugte Loch in der K-Schale kann zur Emission einer Röntgenlinie führen (Abb. 3.4 links), wobei die Energie des Quants der Differenz der Energieniveaus des vorher emittierten Elektrons und des zur Abregung beitragenden Elektrons entspricht. Bei leichten Elementen gibt es neben den Röntgenquanten eine hohe Wahrscheinlichkeit strahlungsloser Übergänge. Dieser Effekt wird auch als innerer Photoeffekt bezeichnet. Hierbei emittiert zwar ein nachrutschendes Außenelektron ein Röntgenquant, es wird aber sofort vom gleichen Atom wieder absorbiert und ein weiteres Elektron wird emittiert. Das abgespaltene Elektron erhält die Differenz der beteiligten Übergangsenergien als kinetische Energie bei und kann als Auger-Elektron elementspezifisch detektiert werden. Die Energieanalyse erfolgt typischerweise in einem zylinderförmigen Analysator der ein radiales elektrostatisches Feld erzeugt (CMA).

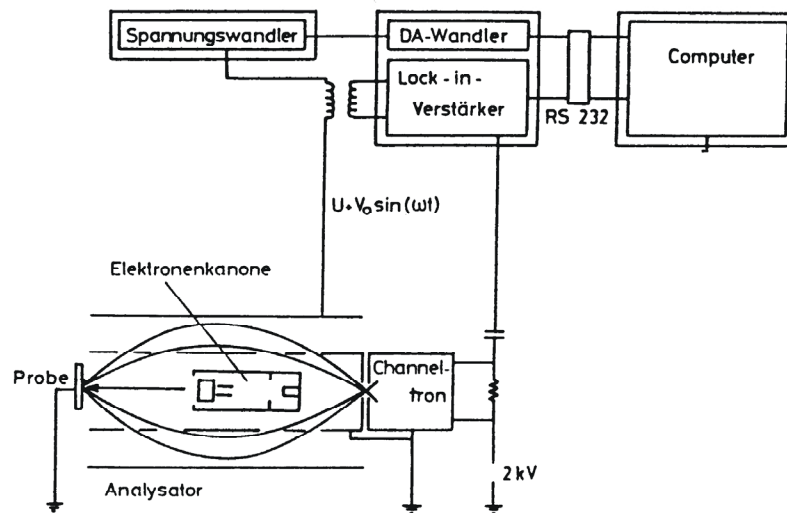


Abb. 3.5: Lock-In-Schaltbild für die Aufnahme der AES-Spektren

In der Mitte des CMA befindet sich die Kanone für die Primärelektronen. Sie schießt die Elektronen auf die Probenoberfläche, welche gleichzeitig alle Auger-Elektronen erzeugen, die analysiert werden. Die in Gegenrichtung emittierten Auger-Elektronen werden bei Eintritt in das radiale Feld nach Energien selektiert und in einem Punkt fokussiert. Der Fokus befindet sich auf einem Sekundär-Elektronen-Vervielfältiger (Channeltron). Der am Channeltron erzeugte Strom ist proportional zur Zahl der bei entsprechender Energie registrierten Elektronen. Da nur etwa 0.01% der an der Probe gestreuten Elektronen Auger-Elektronen sind, wird das relativ kleine Ausgangssignal auf einen Lock-In-Verstärker gegeben (siehe Abb. 3.5). Die Analysatorspannung U , die die Energien der Sekundärelektronen selektiert, wird mit einer kleinen sinusförmigen Wechselspannung überlagert, die phasengleich zum Ausgangssignal des Channeltrons ist. In dieser Konfiguration wird am Ausgang des Lock-In-Verstärkers ein Spektrum der Ableitung der Elektronenzahl nach der Energie als Funktion der Energie aufgenommen.

In Abbildung 3.6 ist das aufgenommene AES-Spektrum eines Pd-Einkristalls dargestellt.

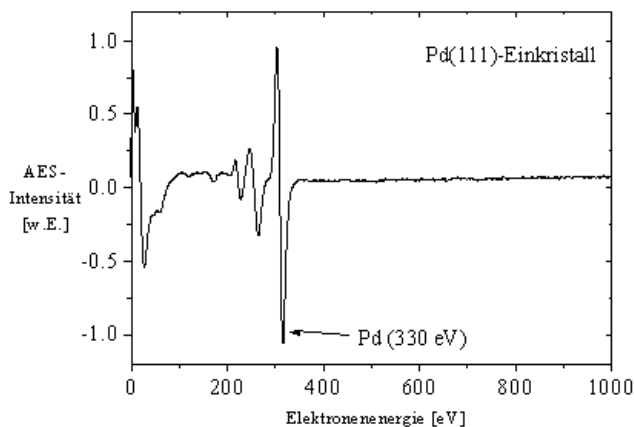


Abb. 3.6: AES-Spektrum eines Pd(111)-Einkristalls nach erfolgter Reinigung.

3.6.4 Strukturbestimmung durch LEED-Analyse

Die LEED-Analysetechnik ist ein sehr sensitives Verfahren zur Strukturuntersuchung von Oberflächen. Da es sich hier um ein Beugungsverfahren handelt, können nur gitterperiodische Strukturen untersucht werden. Dies ist zwar ein gewisser Nachteil gegenüber Abbildungsverfahren wie STM oder RTM, das Ergebnis der Untersuchung ist dafür sofort mit Einschalten des Elektronenstrahls da, während die oben erwähnten direkten Abbildungsverfahren einen sehr großen experimentellen Aufwand, der in Großexperimentierhallen wie der ISOLDE unrealistisch ist, sowie zeitlichen Aufwand abverlangen. Beugungsverfahren wie LEED, RHEED und MEED sind immer Darstellungen der Oberflächenstruktur im Impuls- oder auch Reziproken Raum. Ein Elektronenstrahl wird auf eine Probe beschleunigt, wo es zur Streuung am Atom kommt. Dabei wird das einfallende Elektron als ebene Welle mit dem Wellenvektor k_0 angesehen und das Atom als punktförmigen Streuer. Die elastische Streuung kann als vom Atomplatz R_{ij} ausgesandte Kugelwelle beschrieben werden. Die Bedingungen für konstruktive Interferenz aller von einer Atomebene ausgesandten Kugelwellen (Laue-Bedingungen) kann graphisch als Schnittpunkt der k -Vektoren, die senkrecht auf den Gitterpunkten des 2D reziproken Gitters stehen, mit der Ewald-Kugel des einfallenden Elektrons dargestellt werden. Der Radius dieser Kugel beträgt k_0 , und nur die k -Vektoren, die diese Kugel schneiden, können im LEED sichtbar gemacht werden. Zwei wesentliche Informationen können LEED-Bilder erteilen: Zum einen geben sie Auskunft über die Oberflächenstruktur/-orientierung, zum anderen geben sie über die Schärfe der Beugungsreflexe Auskunft zur Güte der Oberflächenkonstruktion. Der Einfluß der Oberfläche auf die Schärfe der Spots kommt vor allem von der langreichweitigen Periodizität des Atomgitters und spiegelt unter anderem den Erfolg des Temperns wieder. Kommt es zu Unterbrechungen der perfekten Periodizität an der Oberfläche durch Fremdatome, Versetzungen oder Terrassen beispielsweise, müssen die Laue-Bedingungen nicht mehr streng erfüllt sein, und die Reflexe weiten sich auf bzw. diffuser

Hintergrund nimmt zu. Verfügt man über ein SPA-LEED¹, kann die innere Struktur von Reflexen untersucht werden, was Aufschlüsse über mittlere Terrassenbreiten liefert.

Über ein Diffuse-LEED kann man den strukturierten Hintergrund untersuchen und Informationen zu nichtperiodischen Anordnung von Adsorbaten erhalten.

In der ASPIC-Kammer wird die zu untersuchende Probe mit dem Manipulator vor eine „Two-Grids-Reverse-View-LEED Optic“ gefahren (siehe Abb. 3.7).

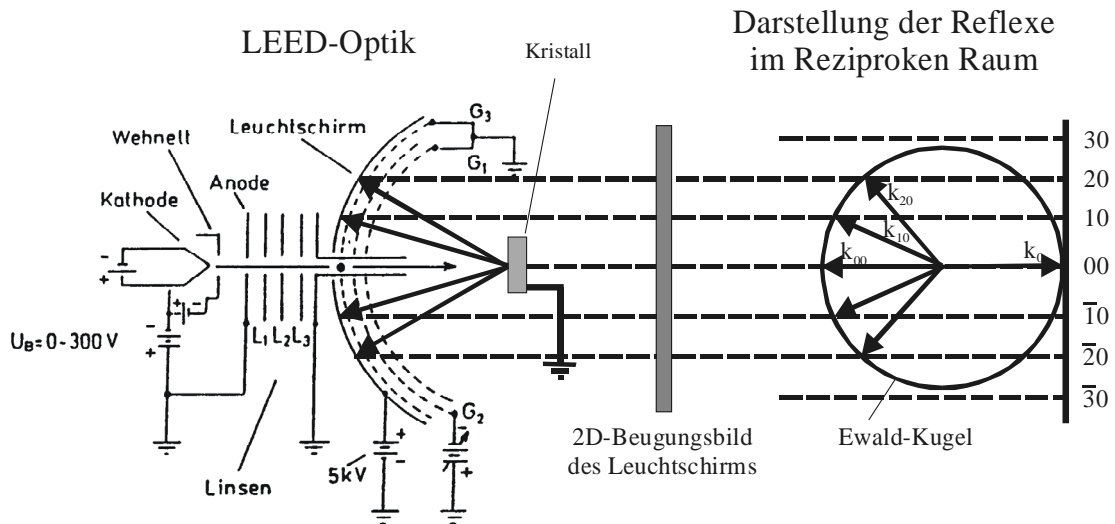


Abb. 3.7: „Two-Grids-Revers-View-LEED-Optics“ links und Darstellung der Reflexe im k -Raum rechts

Ein Elektronenstrahl mit einer variablen Energie zwischen 20 und ~ 700 eV wird auf die Probe beschleunigt, wo es zur Beugungserscheinung am Kristallgitter kommt. Die gebeugten Elektronen laufen im feldfreien Raum zurück, bis sie auf das Gitter G_1 treffen. Die inelastischen Sekundärelektronen werden beim Durchlaufen einer Gegenspannung zwischen G_1 und dem Gitter G_2 herausgefiltert. Die verbleibenden Elektronen werden hinter G_2 über eine Spannung von 8 kV auf einen Fluoreszenzschirm beschleunigt, wo das von außerhalb der Kammer zu beobachtende Beugungsbild entsteht. Das Bild kann für eine spätere Auswertung mit einer CCD-Kamera aufgenommen und auf einem PC gespeichert und bearbeitet werden.

Wenn die Verunreinigung der Kristalloberfläche unter 5 % liegt und die LEED-Spots scharf sind, kann mit der weiteren Präparation vorangeschritten werden. Für die Messung der Hyperfeinwechselwirkungen von Adatomen würde jetzt die Kristalloberfläche nach erfolgter Implantation der radioaktiven Sonden in der Nebenkammer mit den Sonden bedampft werden und die Messung gestartet.

¹ Spot Profile Analysis - LEED

3.6.5 Präparation dünner Filme - Wachstum von Fe auf (001)GaAs

Bei der Präparation eines Fe-Einkristalls stellte sich die Reinigungsprozedur als besonders schwierig heraus. Hauptursache dafür war eine starke Kohlenstoff- und Stickstoffkontamination des Kristalls. Auch nach 3 Tagen intensiver Sputter- und Annealzyklen betrug der Anteil an Verunreinigung im AES noch ~15% [ASPVII]. Um die Qualität des Spektrums zu erhöhen, wurde im Rahmen dieser Arbeit eine einkristalline Eisenoberfläche mit (001)-Orientierung durch Aufdampfen eines dünnen Eisenfilms mittels einer in-situ MBE-Anlage auf einem (001)-orientierten GaAs-Kristall präpariert. Neben GaAs werden Substrate wie W, Pd, Si und andere benutzt. GaAs verspricht sich als gutes Substrat, weil die Gitterkonstante von GaAs fast genau das Doppelte der Gitterkonstante von bcc Eisen beträgt ($2a_{\text{Fe}}/a_{\text{GaAs}} = 1.013$ [PKr81], 1.3 % Gitterfehlpassung). Ein ganzzahliges Verhältnis der Gitterkonstanten stellt eine gute Ausgangssituation für epitaktisches Wachstum ohne Gitterfehlpassung dar. In zahlreichen Arbeiten wurde dieses System bereits hinsichtlich Wachstum, magnetischer und elektronischer Eigenschaften untersucht [KJT97], [MHU99], [XKF98], [GDH96], [AHN96], [FSc97], [FSG96], [CXC86], [TKJ96]. Einer der Beweggründe ist die mögliche Anwendung von magnetischen Dünnschichtsystemen auf Halbleitern in spinsensitiven Heterostrukturen, sowie die Untersuchung des *Giant-Magneto-Resistance* (GMR) dünner magnetischer Filme auf isolierenden Materialien.

Die magnetischen Eigenschaften eines dünnen Eisenfilms sind sowohl von der Substratbehandlung als auch von den Wachstumsbedingungen abhängig. Ein Problem bei der Herstellung des Eisenfilms ist das Diffundieren von Ga und As in den Eisenfilm und das Segregieren von As an die Eisenoberfläche. So wurde bei einem 100-Å-Fe-Film ein Verhältnis von As/Fe = 0.08 an dessen Oberfläche gemessen [KJP87]. Die in [KJP87] beobachtete Reduzierung um 40 % von $4\pi M$ mit M der Magnetisierung eines 200 Å Fe-Films auf (001)GaAs im Vergleich zum Volumen wird auf die Diffusion von As aus dem Substrat in die Grenzschicht und die Formierung einer mikrokristallinen antiferromagnetischen Fe_2As -Phase zurückgeführt.

In späteren Experimenten an einer GaAs(001)-Oberfläche, die vor dem Wachstum thermisch behandelt wurde, um Oxide zu desorbieren, wird beim Aufdampfen von Fe die Ausbildung einer $\text{Fe}_3\text{Ga}_{2-x}\text{As}_x$ pseudohexagonalen Phase an der Grenzfläche zwischen Substrat und Film gegenüber der Fe_2As -Phase favorisiert, mit der halben Magnetisierung vom bcc Fe-Volumen [FSG96]. Magnetometrie-Messungen zeigen, daß diese Schicht bei einer Wachstumstemperatur von 50 °C 10 Monolagen (ML) dick ist, während sie bei 200 °C bereits 70 ML beträgt. Dazu wurde eine Flächenmagnetisierungskurve (magnetisches Moment/cm² m_s) in Abhängigkeit von der Filmdicke bei gegebener Temperatur aufgenommen.

Der Anstieg:

$$\frac{\partial m_s [10^{-3} \text{ emu} / \text{cm}^2]}{\partial x} = M_0 \quad 3-3$$

beträgt für einen bei 50 °C gewachsenen Filme $M_0 = 0.167 \times 10^4 \text{ emu/cm}^3$ schon nach etwa 10 ML und ist in hervorragender Übereinstimmung mit bcc Eisen ($M_{Fe} = 0.17 \times 10^4 \text{ emu/cm}^3$) (siehe Abb. 3.8).

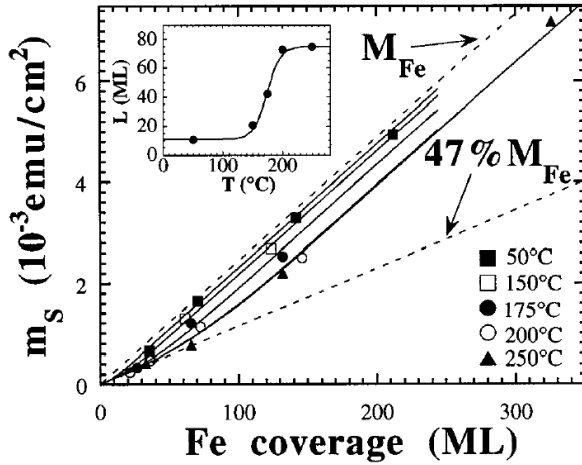


Abb. 3.8: Magnetisches Moment pro cm^2 über Fe-Bedeckung in ML für Substrattemperaturen während des Wachstums von 50°C bis 250°C. Fast alle Kurven zeigen einen Anstieg wie bcc Eisen. Der Wert L ist der Schnittpunkt der Kurven mit der x -Achse und gibt die Dicke des $\text{Fe}_3\text{Ga}_{2-x}\text{As}_x$ -Films an, der nur die halbe Magnetisierung von bcc Eisen hat.

So konnten Filipe et al. ebenfalls eine analytische Funktion für die Magnetisierung des Eisenfilms in Abhängigkeit von der Monolagenzahl angeben:

$$M(n) = M_{Fe} \left[1 - (1 - 0.47) e^{-\frac{\pi n^2}{4L^2}} \right] \quad 3-4$$

mit $M(n)$ der Magnetisierung der n -ten Monolage, und L der Zahl an Fe-Atomen in der halb-magnetisierten Phase bezogen auf eine bcc Fe-Monolage. Durch Integration von $n = 0$ bis $n = N$ (Gesamtzahl der Fe-Monolagen) erhält man $m_s(N)$. Für ein hinreichend großes N ergibt sich:

$$\frac{m_s}{0.1433} \approx 0.47 M_{Fe} L + M_{Fe} (N - L) \quad 3-5$$

Diese Beziehung kann als Fit für die in Abb. 3.8 dargestellten Messungen benutzt werden, und man kann L extrahieren.

Es zeigt sich, daß Sputtern und Tempern Schäden durch das Wegglühen der Oxide ausheilen. Dabei darf nur niederenergetisch gesputtert werden, weil nach dem Tempern im Gegensatz zu Metallen die ursprüngliche Qualität der Oberflächenstruktur nicht wieder erreicht werden kann [MHU99]. STM-Studien zeigen, daß Sputtern bei 500 eV Ar^+ und späteres Tempern zu einer guten Oberflächenqualität mit Terrassen in der Größenordnung von 50 nm [ZBK97] führt. Monchesky et al. konnten über RHEED-Aufnahmen während des Wachstums für die ersten 2 ML Volmer-Weber-Wachstum feststellen. Ab der 5. ML wird Quasi-Schichtwachstum beobachtet, bei dem Fe-Inseln zusammenwachsen und eine geschlossene Bedeckung bilden [MHU99]. Sowohl RHEED- als auch STM-Aufnahmen zeigen bei 20 ML Fe-

Bedeckung auf (4x6)GaAs Inseln in der Größe von 40 Å in [110]- und [1-10]-Richtung. STM-Studien eines 35 ML Fe-Films zeigen auf (2x4)GaAs Inseln in der Größe von 50x80 Å verlängert in [1-10]-Richtung. In allen Arbeiten wird von Diffusion des Ga und Segregation des As an die Fe-Oberfläche berichtet. Mochesky et al. haben einen 20 ML-Film im Anschluss nach dem Dampfen bei 500 eV Ar⁺ gesputtert und mit XPS am 2p_{3/2}-As- und 2p_{3/2}-Ga-Signal den Erfolg beobachtet. Sputtern wurde nach dem Verschwinden des As-Signals gestoppt, wobei gleichzeitig 2.2 ML Fe abgetragen wurden. Der Ga-Peak wuchs während dessen an. Je nach Annahme ob Ga linear oder homogen in den ersten 10 ML verteilt ist, ergibt sich eine Oberflächenkonzentration von 0.2 bzw. 0.3 ML. Die Probe konnte anschließend bis 200°C getempert werden, um Sputterschäden auszuheilen ohne gleichzeitiges Diffundieren von Ga oder As. Ex-situ-Magnetometriemessungen zeigen ferromagnetisches Verhalten bereits in der ersten Monolage bei Fe-Filmen, die bei RT auf durch Sputtern und Tempern vorbehandeltes c(4x6)-GaAs gedampft wurden. Ein magnetisches Moment von 2.1μ_B pro Atom (2.2 μ_B bcc Fe) an der Fe/GaAs-Grenzschicht wurde bei einer Bedeckung ab 7 ML festgestellt [ZBK97]. Obwohl das magnetische Verhalten von der Probenpräparation abhängt, berichten alle oben zitierten Arbeiten einheitlich von uniaxialer Anisotropie in der Fe-Filmebene mit Easy-Axis in [110]- und [1-10]-Richtung an Stelle der [001]-Richtung für bcc Fe. Es gibt noch keinen Beweis für die Herkunft der Anisotropie [MHU99]. Geht man von der nichtrekonstruierten GaAs-Oberfläche aus, hat jedes Oberflächenatom zwei ungesättigte tetragonale Bindungen, die je nach Atom (As oder Ga) in [110]- bzw. [1-10]-Richtung weisen und verantwortlich für die Anisotropie sein könnten.

Bei der Herstellung des Films wurde auf die Erfahrungen der oben zitierten Arbeiten aufgebaut. Im folgenden Absatz werden die verwendeten Proben charakterisiert und die Präparationsergebnisse vorgestellt.

3.6.6 Probencharakterisierung

3.6.6.1 Der Co(0001)-Einkristall

Kobalt kristallisiert sowohl in der hexagonal dichtgepackten hcp-Struktur (siehe Abb. 3.9) als auch in der dichtgepackten fcc-Struktur (Abb. 3.16). Bei der idealen hcp-Struktur ist das Achsverhältnis $c/a = 1.633$, was nur vom kristallinen Helium erfüllt wird. Übereinkommend werden mit *hcp* auch Strukturen bezeichnet, bei denen das c/a -Verhältnis leicht abweicht. Im Fall von Kobalt ist $c/a = 1.623$.

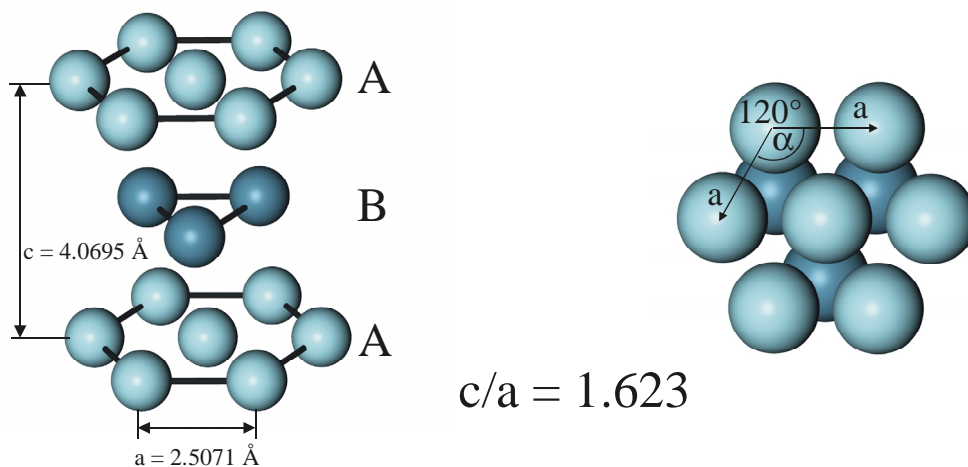


Abb. 3.9: Darstellung der hcp-Struktur aus schräger Sicht und in der (0001)-Orientierung.

Die hcp- und fcc-Struktur sind beide dichtest gepackte Strukturen und lassen sich wie folgt unterscheiden. In einer Schicht A berührt jedes Co-Atom sechs andere. Das gleiche gilt auch für die (111)-orientierte Schicht eines fcc-Kristalls. Eine zweite gleichartige Schicht B liegt so auf A, daß jedes Atom von B drei Atome von A berührt. Der Unterschied zwischen der hcp- und fcc-Struktur kommt in der dritten Schicht C zum Tragen. In der fcc-Struktur werden die Atome aus C über den Löchern von A, die nicht durch B abgedeckt wurden, angeordnet, somit ist die Schichtfolge ABCABC... In der hcp-Struktur wiederholt sich in C die Schichtfolge A. Somit ergibt die Schichtfolge ABABAB... Der Anteil des durch die Atome ausgefüllten Raumes beträgt 0.74 sowohl für hcp als auch für fcc. Die Zahl der nächsten Nachbarn beträgt 12. Wenn die Bindungsenergie oder freie Energie nur von der Zahl der Bindungen zwischen den nächsten Nachbar abhängt, gäbe es keinen Energieunterschied zwischen der hcp- und der fcc-Struktur [Kit93].

Bei der Präparation von Kobalt muß darauf geachtet werden, daß es bei einer Temperatur von 723 K zu einem Phasenübergang von der hcp- in die fcc-Struktur kommt. Zwar sagt die Theorie voraus, daß dieser Phasenübergang reversibel sei, er führt aber in der Regel beim Unterschreiten der Phasenübergangstemperatur zum Zerfall der einkristallinen fcc-Struktur in viele hcp-Kristallite [Mey37]. Der Kobalt-Einkristall im vorliegenden Experiment wurde in mehreren Schritten gesputtert und getempert. Die besondere Schwierigkeit beim Reinigen der Ober-

fläche ergibt sich durch die Temperaturbegrenzung beim Tempern, wobei 673 K nicht überschritten wurden. Durch die Temperaturbegrenzung war man in der Energie der Ar^+ -Ionen begrenzt, um Sputterschäden gering zu halten. Die Probe hatte während der PAC-Messung eine Restverunreinigung von 4% Stickstoff, Phosphor und Kohlenstoff. Das entsprechende AES-Spektrum aufgenommen unmittelbar vor der Messung ist in Abb. 3.10 rechts dargestellt. Im letzten Tempersschritt wurde die Probe für 2h bei 660 K getempert. Eine LEED-Aufnahme ist in Abb. 3.10 links dargestellt.

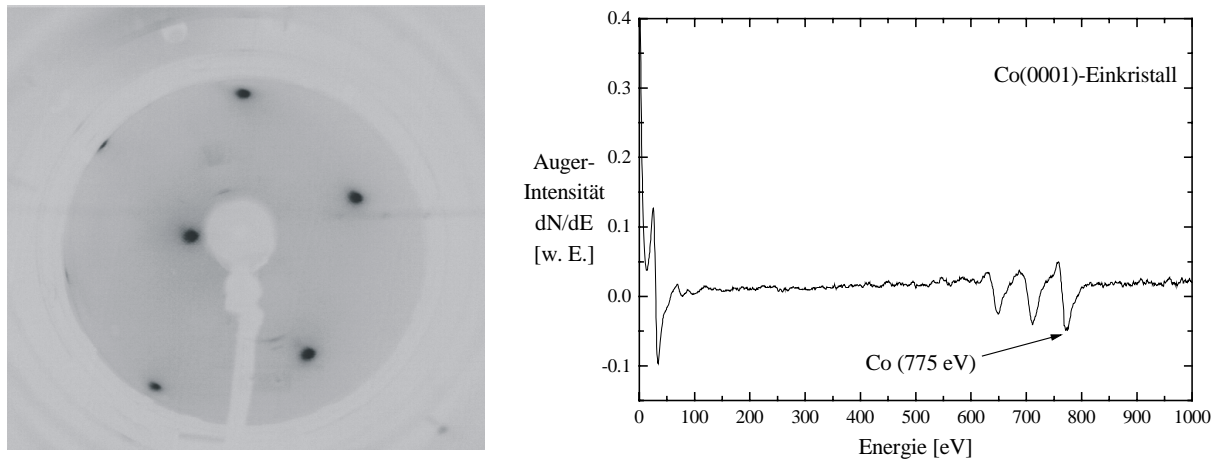


Abb. 3.10: links: *Negativdarstellung einer LEED-Aufnahme der Co(0001)-Einkristalloberfläche nach dem Tempern. Die Aufnahme wurde bei einer Elektronenenergie von 118 eV gemacht. Deutlich zu erkennen ist die dichtgepackte Oberflächenorientierung;* rechts: *AES-Spektrum des Co(0001)-Einkristalls.*

3.6.6.2 Der (001)-GaAs-Einkristall

Wie erwähnt, wurde bei der Probenpräparation des Fe-Films auf einem (001)GaAs-Einkristall auf das Wissen anderer Forscherteams zurückgegriffen. Die Besonderheit der GaAs-Oberfläche ist seine Rekonstruktion, die von der Konzentration von Ga zu As und der zuletzt gewählten Temperatur zum Tempern abhängen. So konnten die reine (1x1)- [AHN96] sowie die rekonstruierten (2x4)- [KJT97], c(4x4)- [KJT97], c(2x8)- [CXC86] oder (4x6)- [XKF98] GaAs-Oberfläche präpariert werden.

In Abb. 3.11 links ist die atomare Ordnung der As- und Ga-Atome auf der (001)GaAs-Oberfläche für die c(2x4)-Rekonstruktion dargestellt.

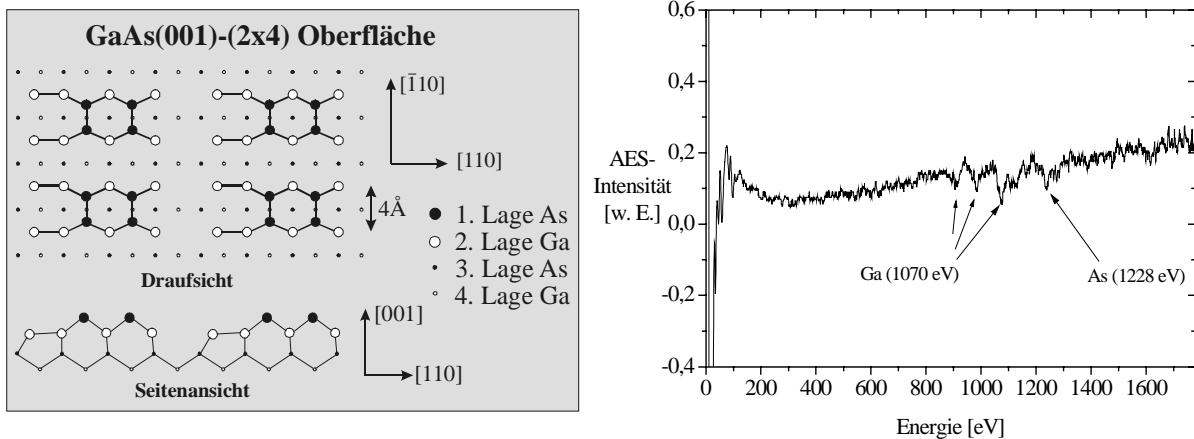


Abb. 3.11: Links: graphische Darstellung einer GaAs(001)-(2x4)-Rekonstruktion, rechts: AES-Spektrum der GaAs(001)-Oberfläche unmittelbar vor dem Dampfen des Fe-Films.

Die oberste Lage ist durch Dimerbildung von 0.5 ML As charakterisiert. Die Dimerbindung liegt entlang der [-110] Richtung als Ergebnis der Orientierung der „dangling bonds“.

Der Kristall wurde zuerst für etwa 1 h bei einer Temperatur von 800 K getempert um Kohlenstoff zu desorbieren. Anschließend wurde in mehreren Zyklen bei einer Ar^+ -Energie von 500 eV für jeweils eine Stunde gesputtert gefolgt von einer Stunde Tempern bei etwa 800 K. So konnte eine saubere, rekonstruierte GaAs-Oberfläche präpariert werden. Die Restkontamination betrug jedoch vor dem Dampfen des Films noch 8% Kohlenstoff, Stickstoff und Schwefel. Da Schwefel zur Passivierung der GaAs-Oberfläche benutzt wird, um das Ausdifundieren von As zu unterbinden, bleiben etwa 6% Kohlenstoff und Stickstoff neben segregiertem As, die die Oberfläche des Eisenfilms beeinträchtigen können. Ein AES-Spektrum ist in Abb. 3.11 rechts, entsprechende LEED-Aufnahmen in Abb. 3.12 zu sehen.

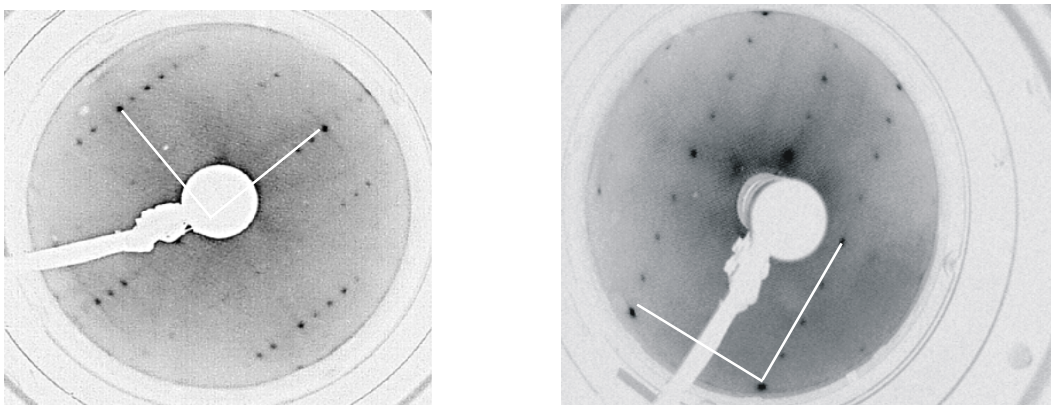


Abb. 3.12: links LEED-Aufnahme einer $c(2 \times 8)$ -GaAs-Oberfläche bei einer Elektronenenergie von 179 eV, rechts LEED-Aufnahme einer $c(2 \times 4)$ -GaAs-Oberfläche bei einer Energie von 160 eV. Das Aufdampfen des Eisenfilms erfolgte auf der $c(2 \times 4)$ rekonstruierten Oberfläche. Die weißen Linien markieren die Einheitszelle der Überstruktur.

3.6.6.3 Der Fe(001)-Film

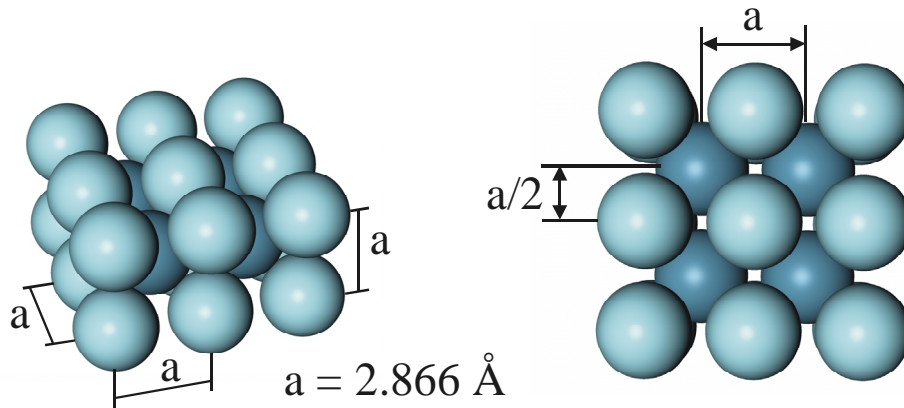


Abb. 3.13: links: Darstellung der bcc-Struktur mit der Gitterkonstante a für Eisen, rechts: Darstellung der (001)-Oberfläche.

Der Fe-Film wurde mit MBE-Technik unmittelbar nach der Präparation des GaAs-Kristalls aufgedampft. Die Temperatur während des Dampfens betrug am Probenhalter 373 K, da bei Substrattemperaturen zwischen 373 K und 450 K Filme mit den besten magnetischen Eigenschaften hergestellt werden. Es wurde die untere Grenze von 373 K gewählt, um das temperaturabhängige Segregieren von As so weit wie möglich einzuschränken. MEED-Messungen während des Wachstums des Eisenfilms zur Schichtzahlbestimmung sind in einem vorangegangenen Testdampfen fehlgeschlagen, da der für eine solche Messung benutzte spkuläre Reflex der an der Probenoberfläche reflektierten Elektronen auf dem LEED-Schirm nicht zu finden war. Es wurde daher auf eine MEED-Eichung zurückgegriffen [Dampfen von Pd auf Pd(001)], die in einem Experiment unmittelbar davor gemacht wurde. So konnten bei unveränderter Anordnung aller für den Dampfprozeß nötigen Kammer Elemente wie Hauptmanipulator und MBE-Verdampferzelle die gleichen Werte für die Probenposition genommen werden. Da aus der MEED-Eichung die Zeit $t_{\text{Pd,Pd}(001)}$ für das Ausbilden einer Monolage Pd auf Pd(001) bei gegebener Position der Probe, Position der MBE-Zelle und gegebenem Fluß des verdampften Materials ermittelt wurde, kann unter Annahme eines ähnlichen Haftkoeffizienten von Fe auf GaAs und einer entsprechenden Wichtung der Flächendichte von Fe-Atomen auf GaAs im Vergleich zu Pd-Atomen auf Pd(001) in etwa die Zeit zur Ausbildung einer ML Fe auf GaAs $t_{\text{FeGaAs}(001)}$ bestimmt werden. Die Zeit $t_{\text{Pd,Pd}(001)}$ betrug im MEED-Experiment ~ 60 s. Bei einer Gitterkonstante $a_{\text{Pd}} = 2.75 \text{ \AA}$ auf Pd(001) im Vergleich zu $a_{\text{Fe}} = 2.85 \text{ \AA}$ auf GaAs [GCJ00] ergibt sich somit für $t_{\text{FeGaAs}(001)} \sim 55$ s. Letztendlich wurde ein Film von 40 ML ($\sim 60 \text{ \AA}$) Eisen gedampft. STM-Bilder eines 35 ML starken Fe-Films ($\sim 50 \text{ \AA}$) gewachsen bei ähnlichen Bedingungen ($T = 448 \text{ K}$ auf GaAs(001)-2x4) hat eine Höhenvariation von nur 2 ML ($\sim 3 \text{ \AA}$). Die Inseln $50 \times 80 \text{ \AA}^2$ sind in $[-110]$ verlängert (siehe Abb. 3.14).

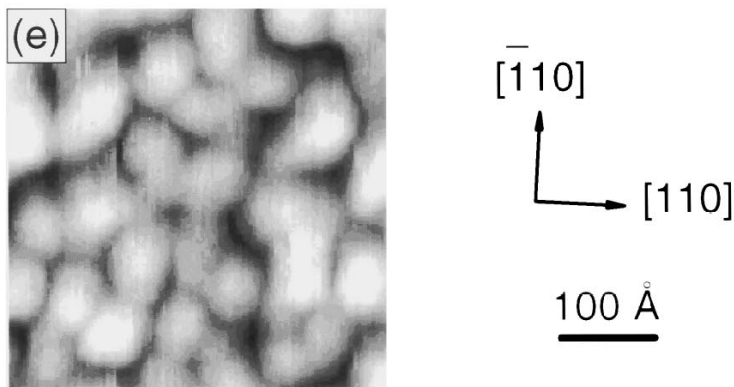


Abb. 3.14: $400 \times 400 \text{ \AA}^2$ STM-Bild eines 35 ML Fe-Films gewachsen bei 448 K auf (001)GaAs-2x4, unterschiedliche Graustufen deuten $\sim 50 \times 80 \text{ \AA}^2$ Inseln mit einem Höhenunterschied von 3 \AA (2 ML) an (aus [TKJ96]).

Die LEED-Aufnahme und ein AES-Spektrum sind in Abb. 3.15 zu sehen.

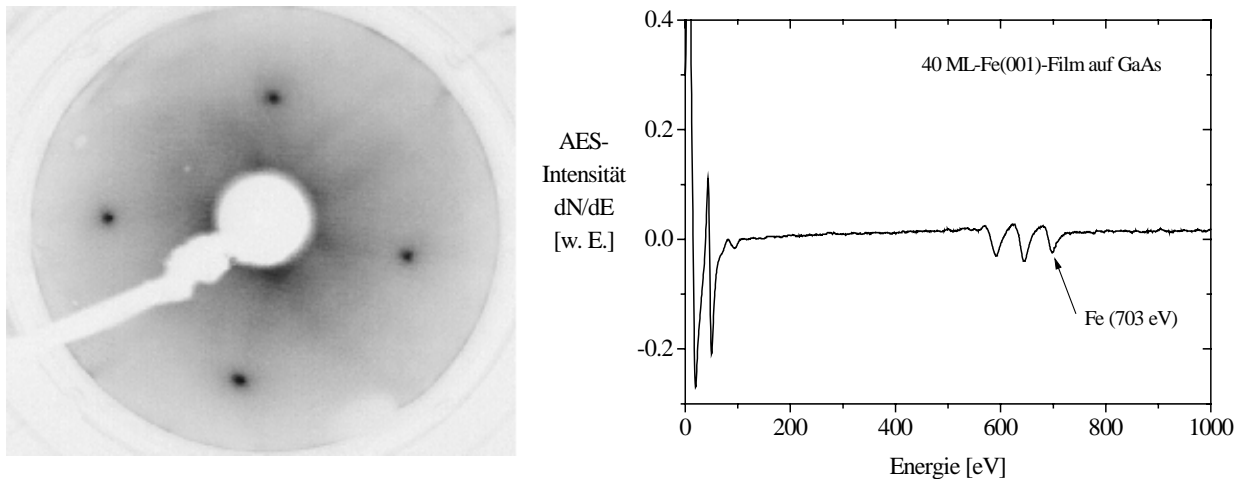


Abb. 3.15: links: LEED-Aufnahme eines 40 ML starken Fe-Films gedampft auf (001)GaAs-(2x4). Zu erkennen sind Fe-Reflexe der (001)-Orientierung. Die Energie der Elektronen betrug 127 eV. rechts: AES-Spektrum des 40 ML-Fe-Films unmittelbar vor dem Aufdampfen der Sonden.

Im AES-Spektrum wurde eine Restkontamination von 4% As, 4% Ga und 2% N festgestellt. Aus oben angegebenen Gründen kann das Ga als über 10 ML homogen verteilt angesehen werden [MHU99], so daß sich nur etwa 0.4% Ga auf der Oberfläche befanden.

3.6.6.4 Der Pd(111)-Einkristall

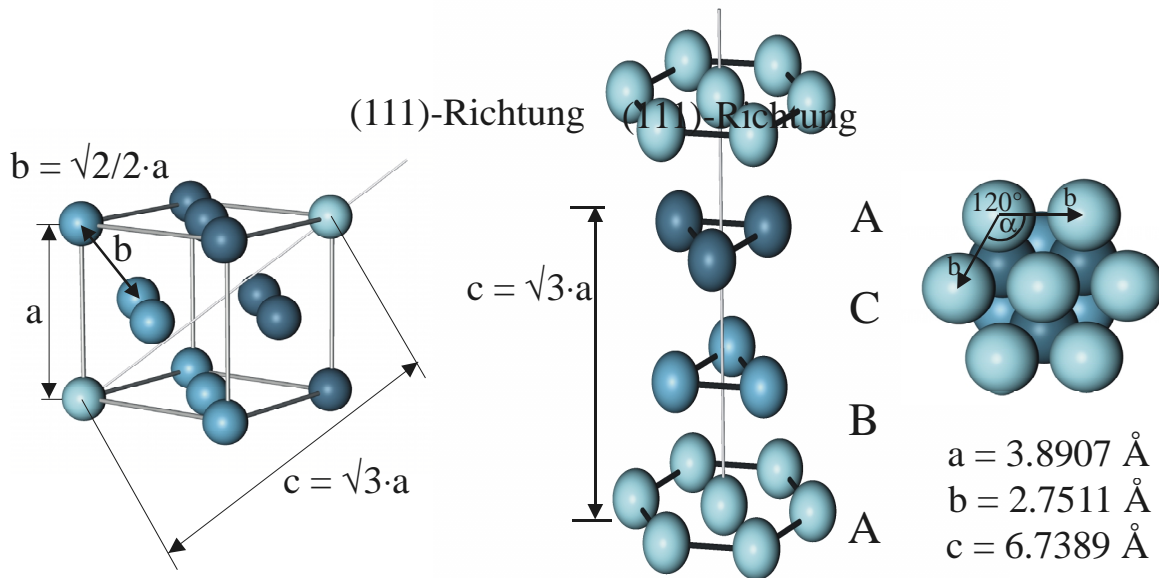


Abb. 3.16: Schematische Darstellung der fcc-Struktur. Alle Maße beziehen sich auf Palladium.

Neben den Untersuchungen zum magnetischen Hyperfeinfeld von Adatomen auf ferromagnetischen Substraten wurden auch Messungen zum systematischen Verhalten des Elektrischen Feldgradienten in Abhängigkeit von der Temperatur an Oberflächen verschiedener Orientierung durchgeführt. In den meisten beobachteten Fällen sinkt der Betrag des EFG bei steigender Temperatur. Dies trifft für fast alle metallischen Systeme [Via87] zu und kann in den meisten Fällen durch ein $T^{3/2}$ -Verhalten ausgedrückt werden. Für einige einfache metallische Systeme [SKF76], Halbmetalle [Wit85], metallische Legierungen [WWM96], [JCM00] metallische Schichtsysteme [TBo76] sowie komplexe Halbleitersysteme [BSU00] wurde eine Reihe anderer Verhaltensweisen gefunden wie linearer Abfall mit der Temperatur und sogar ein steigender EFG. Ein steigender EFG wurde ebenfalls von Granzer [Gra96] für $^{77}\text{Br}/^{77}\text{Se}$ auf einer Ni(111)-Oberfläche gefunden, während er auf Ni(001) mit der Temperatur linear fällt. Um einen möglichen Trend für steigende und fallende EFG's an metallischen einkristallinen Oberflächen in Abhängigkeit von deren Orientierung zu bestätigen, wurde im Rahmen dieser Arbeit temperaturabhängig der EFG von $^{77}\text{Br}/^{77}\text{Se}$ auf einer Pd(111)-Oberfläche gemessen. Die Anleitung zur Präparation des Pd-Einkristalls findet man bei [Gra96]. Der Kristall wurde in mehreren Zyklen gesputtert und getempert wobei die Ar^+ -Energie sukzessive von 900 eV auf 700 eV reduziert wurde und die Temperatur entsprechend von 1200 K auf 900 K. Die Restkontamination von S, N und O betrug insgesamt $\sim 4\%$. LEED-Aufnahmen und AES-Spektrum sind in den Abb. 3.17 zu sehen.

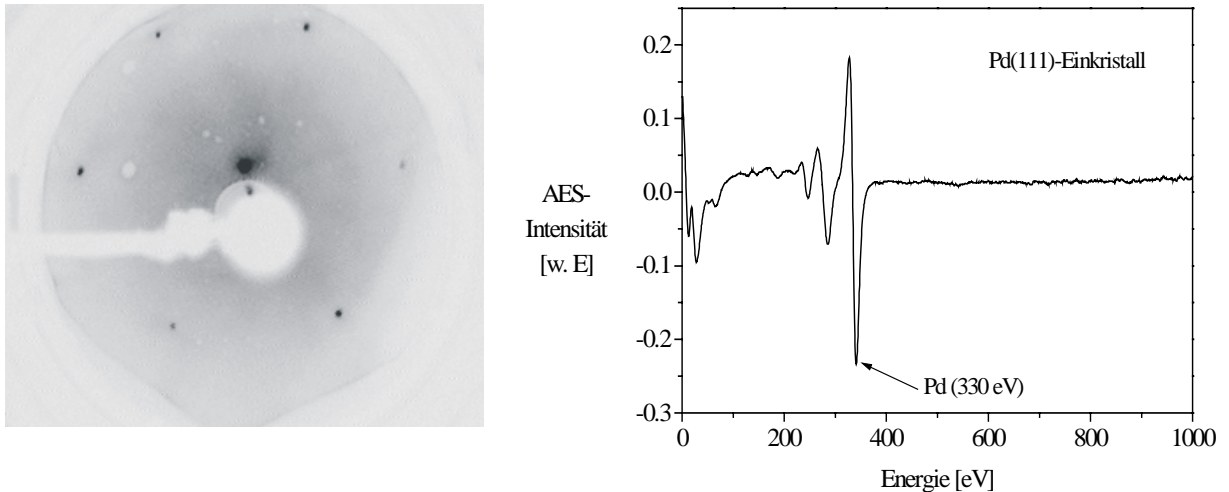
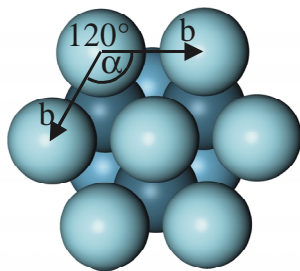


Abb. 3.17: Links: LEED-Aufnahme der Pd(111)-Oberfläche bei einer Elektronenenergie von 106 eV; rechts: das AES-Spektrum unmittelbar vor dem Aufbringen der Sonden.

3.6.6.5 Der Ni(111)-Einkristall

Nickel kristallisiert wie Palladium in der fcc-Struktur. Die (111)-Oberfläche ist schematisch in Abb. 3.18 dargestellt. Für a, b und c gelten die selben Definitionen wie für das Palladium (siehe Abb.3.16)



$$a = 3.524 \text{ \AA}$$

$$b = 2.492 \text{ \AA}$$

$$c = 6.104 \text{ \AA}$$

Abb. 3.18: (111)-Oberfläche des fcc-Ni, a ist die Gitterkonstante, b der atomare Abstand in der (111)-Ebene und c die Länge der Raumdiagonale der fcc-Einheitszelle.

Nach mehreren Sputter- und Annealzyklen, ähnlich wie bei Pd(111), zeigten sich im LEED scharfe Spots ohne Hintergrund. Die Restkontamination der Kristalloberfläche betrug etwa 4 %. Eine LEED-Aufnahme sowie ein AES-Spektrum nach erfolgter Reinigung des Kristalls sind in der Abb. 3.19 zu sehen.

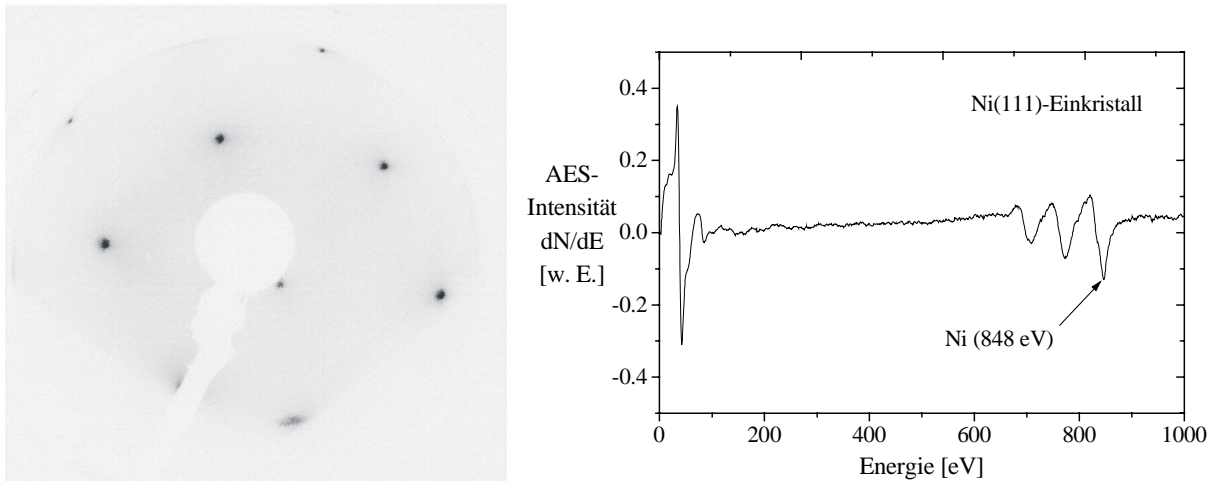


Abb. 3.19: Links: das LEED-Bild vom Ni(111) bei einer Elektronenenergie von 236 eV; rechts: das AES-Spektrums des Ni(111)-Einkristalls.

Im folgenden Abschnitt wird das Implantieren und Aufdampfen der radioaktiven Sonden auf die Probenoberfläche erläutert.

3.6.7 Aufdampfen der radioaktiven Sonden

Zum Verdeutlichen des Überdampfprozesses der radioaktiven Sonden auf die Probenoberfläche werden die für den Vorgang wesentlichen Elemente der ASPIC-Kammer (siehe Abb. 3.2, Abb. 3.20) sowie Einzelschritte in diesem Abschnitt besprochen.

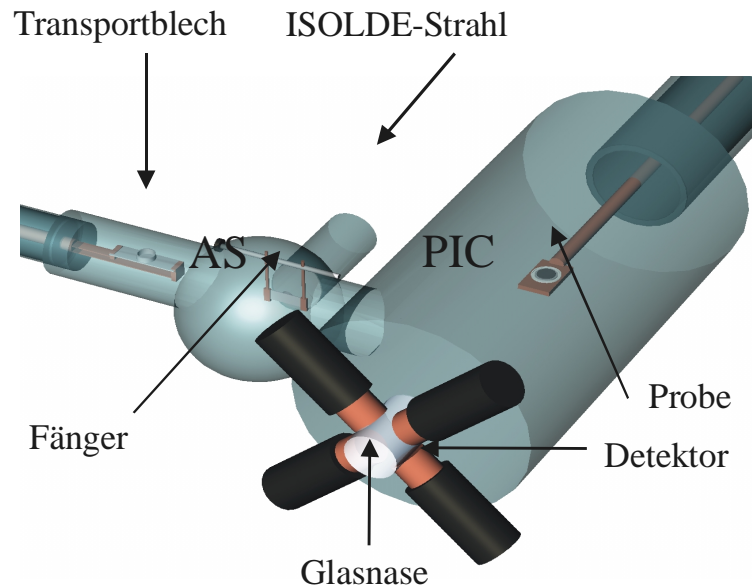


Abb. 3.20: Schematische Darstellung der ASPIC-Kammer während der Implantation. Der Fänger ist in den Strahl geklappt (siehe auch Abb. 3.21).

Die radioaktiven Ionen werden mit einer Spannung von 60 kV aus der ISOLDE-Quelle extrahiert und nach Durchlaufen des Massenseparators in hochreine Isotopenstrahlen getrennt. Über das UHV-Strahlrohr wird der ISOLDE-Strahl zur Nebenkammer von ASPIC (AS-Kammer) geleitet und dort in den Fänger implantiert.

In Abb. 3.21 ist der Fänger in den Strahlengang der Beamline geklappt. In dieser Stellung erfolgt die Implantation. Der Fänger besteht aus einem 0.05 mm dicken Mo-Blech mit einer aufgetragenen Schornsteinkonstruktion.

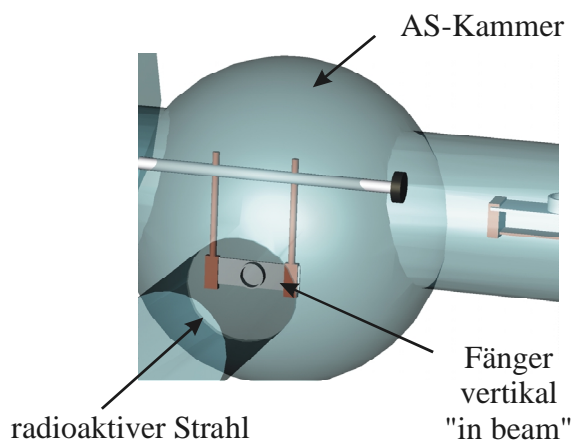


Abb. 3.21: Der Fänger ist in der sogenannten „in-beam-Position“.

Diese dient, wie in der Abb. 3.22 zu erkennen ist, als Kollimator während des Überdampfens der radioaktiven Sonden auf das Transportblech. Das Transportblech ist eine ähnliche Konstruktion wie der Fänger mit einem im Durchmesser größeren Schornstein. Der Fänger ist auf einer Drehdurchführung befestigt, die bei entsprechender Position des Transportblechs in den Schornstein des Transportblechs geklappt wird. Durch ohmsches Heizen wird der Fänger zur Weißglut gebracht, wobei ein Teil der radioaktiven Isotope (~ 30-40 %) aus dem Fänger diffundieren und auf die Oberfläche des Transportblechs gelangen. Man erkennt den Vorteil des *Überdampfens in zwei Schritten*.

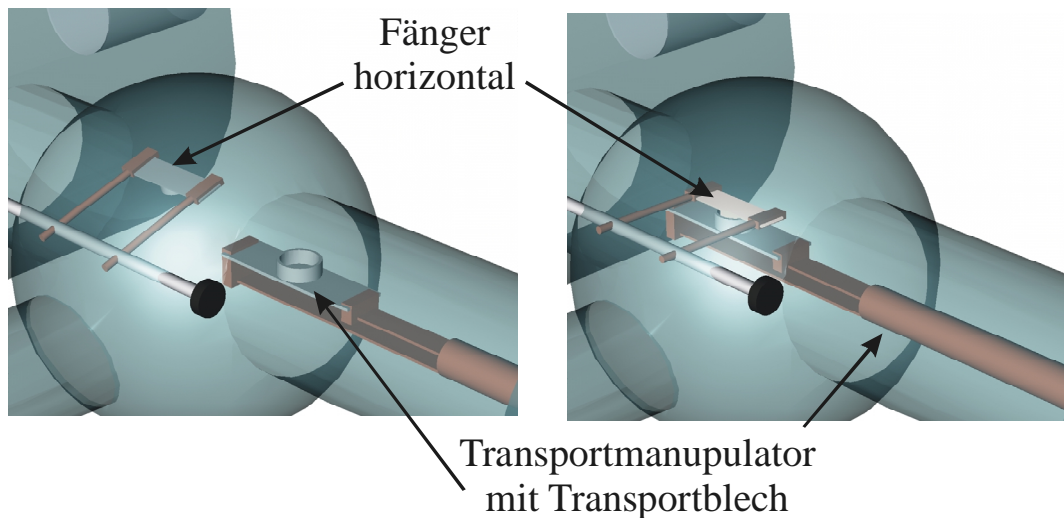


Abb. 3.22: links: Das Transportblech wird in Position gebracht. rechts: Der Fänger wird in den Schornstein des Transportblechs geklappt, und die Isotope werden herausgeheizt.

Da sich die Isotope jetzt auf der Oberfläche eines Bleches befinden, benötigt man für den zweiten Überdampfschritt auf die Probenoberfläche einen wesentlich geringeren Strom zum Überdampfen, was die Kontamination der Probenoberfläche mit unerwünschten Atomen minimiert. Die radioaktiven Isotope auf dem Transportblech werden in die Hauptkammer (PIC-Kammer) gefahren und in einem zweiten Überdampfschritt vom Transportblech auf die Probenoberfläche gedampft. Die Probe befindet sich bereits auf der Probenaufnahme des Hauptmanipulators.

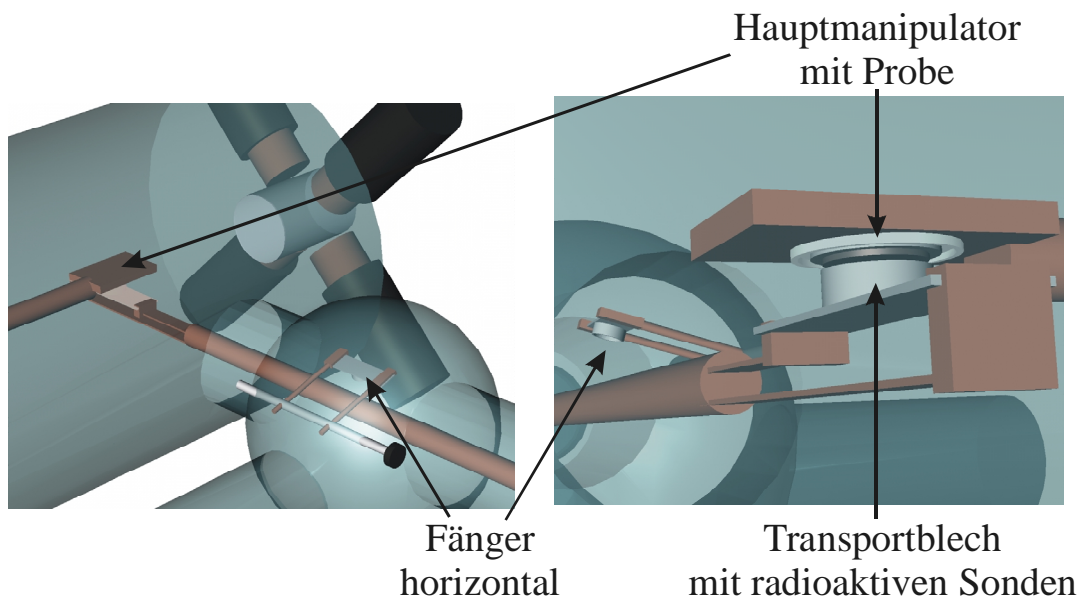


Abb. 3.23: links: Das Transportblech wird in die Hauptkammer gefahren und unter der Probe positioniert. Der Fänger ist nach oben geklappt. rechts: Ansicht des Überdampfens der Sonden auf die Probe von der dem Transportmanipulator gegenüberliegenden Seite. Zu sehen sind die nach unten gedrehte Probe und der direkt unter der Oberfläche positionierte Schornstein des Transportblechs. Hier ist die zweite Funktion des Schornsteins zu erkennen, er verhindert beim Überdampfen die Kontamination des Probenhalters, was später zum Hintergrund des Spektrums beitragen würde.

Nach erfolgter Bedampfung der Probe wird das Transportblech zurückgefahren, und die aktivierte Probe kann zwischen die Detektoren in die Glasnase gefahren und die PAC-Messung gestartet werden.

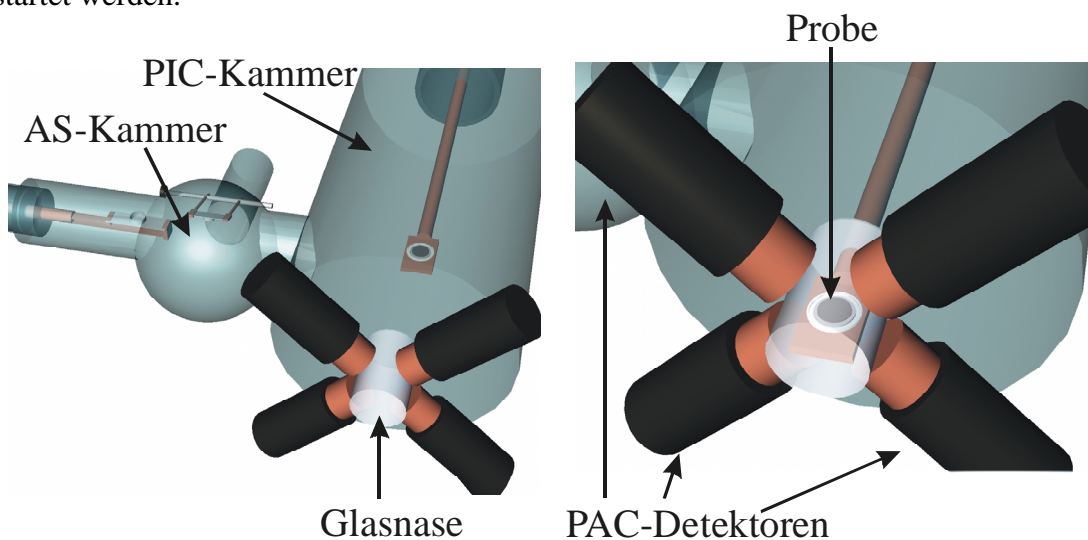


Abb. 3.24: links: Der Transportmanipulator wird zurückgefahren. rechts: Die Probe kann über den Hauptmanipulator in die Glasnase zwischen die Detektoren gefahren werden.