

Optimierung eines
Rastertunnelmikroskops
für die Durchführung
spinpolarisierter
Rastertunnelspektroskopie



Diplomarbeit
vorgelegt am
Institut für Angewandte Physik
der Universität Hamburg

von

André Kubetzka

Januar 1999

Einleitung

Die Erfindung des Rastertunnelmikroskops im Jahre 1982 durch G. Binnig und H. Rohrer [1] und die daraus hervorgegangenen weiteren Rastersondenverfahren haben die der Oberflächenphysik zur Verfügung stehenden experimentellen Methoden enorm erweitert. Das Rastertunnelmikroskop (*scanning tunneling microscope*, STM) selbst ist in seinem Auflösungsvermögen bisher unübertroffen und bietet zudem die Möglichkeit zu lokalen spektroskopischen Untersuchungen. Es erlaubt die Abbildung, Manipulation und Spektroskopie einzelner Adsorbatatome, ebenso wie es die atomare Struktur selbst dichtgepackter Metalloberflächen sichtbar machen kann.

Dabei ist das zugrundeliegende Funktionsprinzip erstaunlich einfach: In einem STM wird an die zu untersuchende (leitende) Oberfläche eine Spannung U von einigen Zehntel Volt angelegt und eine metallische Spitze angenähert, bis kurz vor dem mechanischen Kontakt ein Tunnelstrom I von wenigen pA bis einigen nA zu fließen beginnt. Die Spitze ist an einem piezoelektrischen Stellelement befestigt, das die präzise Bewegung der Spitze in allen drei Raumrichtungen erlaubt. Im üblichen topographischen Betriebsmodus wird der Tunnelstrom über die Regelung der z -Position der Spitze konstant gehalten, während die Spitze zeilenweise über die Probe geführt wird. Die so aufgezeichnete Fläche $z(x, y)$ ist dann eine Fläche konstanten Tunnelstroms und entspricht in erster Näherung der atomaren Kontur der Oberfläche.

Neben der Untersuchung der atomaren und elektronischen Struktur von Festkörperoberflächen hat die Erforschung ihrer *magnetischen* Eigenschaften zunehmend an Bedeutung gewonnen. Von besonderem Interesse ist hierbei neben möglichen Anwendungen in Hinblick auf Speichermedien hoher Datendichte ein verbessertes Verständnis magnetischer Wechselwirkungen auf mikroskopischer Skala. Hierzu ist die Korrelation struktureller, elektronischer und magnetischer Eigenschaften der Materie im Nanometerbereich, möglichst bis hinab auf atomare Skala erforderlich, wodurch hohe Anforderungen an die anzuwendenden Techniken gestellt werden.

Ein vielversprechendes Instrument für die Untersuchung magnetischer Strukturen auf dieser Größenskala ist das Rastertunnelmikroskop. Und in der Tat ist seine Fähigkeit zur Differenzierung zwischen verschiedenen magnetischen Ionen in Magnetit [2] sowie zur Lokalisierung einzelner präzedierender Spins in einem äußeren Magnetfeld [3] bereits demonstriert worden. Ein STM ist jedoch nicht von vornherein ein magnetisch abbildendes Instrument, sondern muß hierzu für den Spin der tunnelnden Elektronen empfindlich gemacht werden.

Die Aufgabe dieser Diplomarbeit bestand im Umbau eines Rastertunnelmikroskops für die Durchführung spinpolarisierter Rastertunnelmikroskopie und -spektroskopie. Dazu wurde ein Spitzenwechselmechanismus entwickelt und in das Mikroskop integriert. Das Mikroskop wurde zusammen mit einem Kryostaten in einer neuen Vakuumkammer installiert und diese an ein bestehendes UHV-System angeschlossen.

Ich möchte im folgenden zunächst eine Einführung in die theoretischen Grundlagen der Rastertunnelmikroskopie und -spektroskopie geben. Darauf aufbauend sollen in Kapitel 2 die Grundprinzipien spinpolarisierten Tunnelns anhand bisheriger experimenteller Ergebnisse erläutert werden. Kapitel 3 beschreibt die zur Verfügung stehende Vakuum-Anlage und geht jeweils an geeigneter Stelle auf die von mir vorgenommenen Modifikationen und

Aufbauarbeiten ein. In Kapitel 4 stelle ich erste topographische Aufnahmen vor, die der Charakterisierung des Mikroskops dienen und als Voruntersuchungen in Hinblick auf spinpolarisierte Messungen zu verstehen sind. Schließlich folgt eine Zusammenfassung und ein kurzer Ausblick.

Inhaltsverzeichnis

Einleitung	i
1 Rastertunnelmikroskopie und -spektroskopie	1
1.1 Der Tunneleffekt	1
1.2 Der störungstheoretische Ansatz	2
1.3 Spektroskopie der lokalen Zustandsdichte	4
2 Magnetisch abbildende Techniken	7
2.1 Konventionelle Methoden	7
2.2 Spinpolarisiertes Tunneln	9
2.2.1 Spin-Ventil-Effekt	10
2.2.2 Planare Geometrie	11
2.2.3 SP-STM	12
2.2.4 SP-STTS	13
3 Experimenteller Aufbau	16
3.1 UHV-Kammersystem	16
3.1.1 Probentransport	18
3.1.2 Substratwahl und -präparation	19
3.1.3 Elektronenstrahlverdampfer	20
3.2 Kryostat	21
3.3 Magnet	22
3.4 Mikroskop	22
3.4.1 Scanner	22
3.4.2 Design	25
3.4.3 Kühllinkopplung	27
3.4.4 Spitzenpräparation	28
3.5 Spitzenwechsel und Transport	29
4 Erste Messungen	34
4.1 Au(111)	34
4.2 HOPG	36
4.3 W(110)	38
Zusammenfassung und Ausblick	42

Kapitel 1

Rastertunnelmikroskopie und -spektroskopie

Ein Rastertunnelmikroskop besitzt grundsätzlich zwei verschiedene Einsatzbereiche, die Mikroskopie und die Spektroskopie. Betreibt man ein STM im Topographiemodus, so erzeugt man ein direktes Bild der Oberfläche im Realraum. Der Spektroskopiemodus ermöglicht dagegen die Untersuchung der lokalen elektronischen Struktur einer Oberfläche. Insbesondere kann man Informationen über die lokale elektronische Zustandsdichte in der Nähe des Fermi-Niveaus gewinnen.

1.1 Der Tunneleffekt

Das Funktionsprinzip des STM beruht auf dem aus der Quantenmechanik bekannten Tunneleffekt. Einen einfachen Zugang zu seinem Verständnis liefert die Betrachtung einer eindimensionalen Potentialbarriere der Höhe V_0 und Breite s entsprechend Abb. 1.1. Während ein klassisches (makroskopisches) Teilchen der Gesamtenergie $E < V_0$ an der Potentialbarriere reflektiert wird, ist es quantenmechanisch durch seine Wahrscheinlichkeitsamplitude $\psi(z)$ zu beschreiben. Der Ansatz

$$\psi(z) = A \cdot \exp(ikz) + B \cdot \exp(-ikz) \quad (1.1)$$

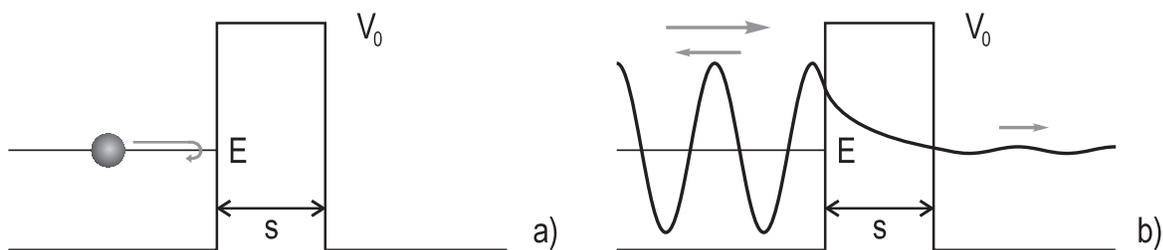


Abbildung 1.1: Schematische Darstellung des Tunneleffekts. **a)** Ein Teilchen mit der Gesamtenergie $E < V_0$ wird im Rahmen der klassischen Physik an der Potentialbarriere reflektiert. **b)** Quantenmechanisch wird es durch eine Wahrscheinlichkeitsamplitude ψ beschrieben und besitzt immer eine endliche Wahrscheinlichkeit, die Barriere zu durchdringen.

$$\text{mit } k^2 = \frac{2mE}{\hbar^2}, \quad \kappa^2 = \frac{2m(V_0 - E)}{\hbar^2}$$

eingesetzt in die zeitunabhängige Schrödingergleichung

$$-\frac{\hbar^2}{2m} \cdot \frac{d^2\psi(z)}{dz^2} = (E - V(z)) \cdot \psi(z), \quad (1.2)$$

ergibt mit der Nebenbedingung der Stetigkeit und stetigen Differenzierbarkeit der Funktion an den Unstetigkeitsstellen des Potentials (*wave matching method*) folgenden Ausdruck für die Transmissionswahrscheinlichkeit des Teilchens:

$$T = \frac{1}{1 + (k^2 + \kappa^2)^2 / (4k^2\kappa^2) \cdot \sinh^2(\kappa s)} \quad (1.3)$$

Mit der Näherung $\kappa s \gg 1$ — eine für übliche Tunnelparameter richtige Annahme — läßt sich dieser Ausdruck weiter vereinfachen:

$$T = \frac{16k^2\kappa^2}{(k^2 + \kappa^2)^2} \cdot \exp(-2\kappa s) \quad (1.4)$$

Quantenmechanische Teilchen wie Elektronen besitzen also eine endliche Transmissionswahrscheinlichkeit durch den klassisch (energetisch) verbotenen Bereich innerhalb der Barriere. Diese *Tunnel*wahrscheinlichkeit nimmt exponentiell mit wachsender Barrierenbreite ab. Für typische Tunnelparameter ($\phi = V_0 - E = 4 \text{ eV}$, $s = 5 \text{ \AA}$) bewirkt eine Verbreiterung der Tunnelbarriere um 1 \AA eine Verringerung des Tunnelstromes um etwa eine Größenordnung. Die exponentielle Abhängigkeit ist Voraussetzung für die hohe vertikale und laterale Auflösung, die mit einem Rastertunnelmikroskop erzielt werden kann.

1.2 Der störungstheoretische Ansatz

Ein realer Tunnelprozeß zwischen einer Oberfläche (*sample*) und einer Spitze (*tip*) findet in drei Dimensionen statt, wobei in der Regel eine Vielzahl elektronischer Zustände zum Tunnelstrom beitragen. Bardeen [4] hat vorgeschlagen, von zwei schwach wechselwirkenden Systemen auszugehen, und den Tunnelstrom aufgrund des Überlapps von Wellenfunktionen mit Hilfe zeitabhängiger Störungstheorie erster Ordnung zu berechnen. Entsprechend *Fermis Goldener Regel* ergibt sich dabei für den Tunnelstrom [5]:

$$I = \frac{2\pi e}{\hbar} \cdot \sum_{\mu,\nu} f(E_\mu [1 - f(E_\nu + eU)]) \cdot |M_{\mu\nu}|^2 \cdot \delta(E_\mu - E_\nu) \quad (1.5)$$

Dabei ist $f(E)$ die Fermi-Funktion, U die angelegte Spannung, $M_{\mu\nu}$ das Matrixelement zwischen Zuständen ψ_ν der Oberfläche und ψ_μ der Spitze und E_μ die Energie des ungestörten Zustandes ψ_μ . Die Deltafunktion entspricht der Energieerhaltung (elastisches Tunneln). Für hohe Temperaturen ist in (1.5) ein Term für den Fluß von Elektronen entgegen der angelegten Spannung zu ergänzen. In diesem Fall ist die Fermi-Kante thermisch so weit verbreitert, daß Elektronen von der positiven Elektrode elastisch in freie Zustände der negativen Elektrode tunneln können. Im Grenzfall niedriger Temperaturen (\leq Raumtemperatur) kann man

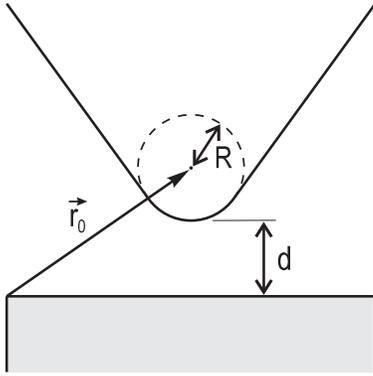


Abbildung 1.2: Schematisches Bild der Tunnelgeometrie. Die Tunnelspitze hat eine beliebige Form, ist jedoch in der Nähe der Oberfläche lokal sphärisch mit dem Krümmungsradius R . (Abb. nach [5])

die Fermi-Funktion durch eine Stufenfunktion nähern, und (1.5) vereinfacht sich unter der zusätzlichen Annahme geringer Spannungen (~ 10 meV bei Metallen) zu

$$I = \frac{2\pi}{\hbar} e^2 U \cdot \sum_{\mu, \nu} |M_{\mu\nu}|^2 \cdot \delta(E_\nu - E_F) \cdot \delta(E_\mu - E_F). \quad (1.6)$$

Die Schwierigkeit besteht nun in der Berechnung des Matrixelementes, dessen Betragsquadrat ein Maß für die in (1.3) eingeführte Tunnelwahrscheinlichkeit ist. Nimmt man eine beliebige Lokalisierung der Spitzenzustände, d.h. eine punktförmige Spitze am Ort \vec{r}_0 an, vereinfacht sich (1.6) zu

$$I \propto \sum_{\nu} |\psi_{\nu}(\vec{r}_0)|^2 \cdot \delta(E_{\nu} - E_F) = \rho_S(\vec{r}_0, E_F). \quad (1.7)$$

Der Tunnelstrom ist also proportional zur lokalen Zustandsdichte der Oberfläche (*sample*) am Fermi-Niveau am Ort der Spitze \vec{r}_0 . Nun ist eine punktförmige Spitze kein sehr realistisches Modell. Es zeigt sich jedoch, daß man mit einer weiteren einschränkenden Bedingung auch für ausgedehnte Spitzen zu dem gleichen Ergebnis kommt. Nach Bardeen [4] ist das Tunnel-Matrixelement

$$M_{\mu\nu} = \frac{\hbar^2}{2m} \cdot \int d\vec{S} \cdot (\psi_{\mu}^* \vec{\nabla} \psi_{\nu} - \psi_{\nu} \vec{\nabla} \psi_{\mu}^*), \quad (1.8)$$

wobei sich die Integration über eine beliebige Fläche innerhalb der Vakuumbarriere erstreckt. Unter der Annahme einer asymptotisch kugelförmigen Spitze entsprechend Abb. 1.2 mit s -artigen elektronischen Zuständen ($l = 0$) sowie gleicher Austrittsarbeit ϕ von Spitze und Oberfläche haben Tersoff und Hamann [5] daraus folgenden Ausdruck für den Tunnelstrom entwickelt:

$$I = 32\pi^3 \hbar^{-1} e^2 U \phi^2 \rho_T(E_F) R^2 \kappa^{-4} e^{2\kappa R} \cdot \sum_{\nu} |\psi_{\nu}(\vec{r}_0)|^2 \cdot \delta(E_{\nu} - E_F) \quad (1.9)$$

Dabei ist ϕ die Austrittsarbeit, ρ_T die Zustandsdichte der Spitze pro Einheitsvolumen, R der effektive Spitzenradius, $\kappa = \hbar^{-1} \sqrt{2m\phi}$ die minimale inverse Abklingrate und \vec{r}_0 der Mittelpunkt des Kurvenradius. Die exponentielle Abhängigkeit des Stromes vom Abstand d zwischen Oberfläche und Spitze entsprechend (1.4) ist im Abklingen der Zustandsdichte ins Vakuum verborgen:

$$|\psi_{\nu}(\vec{r}_0)|^2 \propto e^{-2\kappa(R+d)} \quad (1.10)$$

Aus (1.9) folgt hiermit

$$I \propto U \cdot e^{-2\kappa d}. \quad (1.11)$$

Topographie

Im Konstant-Strom-Betrieb eines STMs (*constant current mode*) wird die Spitze zeilenweise über die Oberfläche geführt, wobei der Tunnelstrom über die Regelung der z -Position der Spitze konstant gehalten wird. Die so aufgezeichnete Fläche $z(x, y)$ ist dann eine Fläche konstanten Tunnelstroms. Im Rahmen der gemachten Näherungen

- geringe Wechselwirkung Spitze-Probe
- s -artige Spitzenzustände
- kleine Spannungen U
- $T = 0$
- elastisches Tunneln
- Vernachlässigung des Elektronenspins \vec{s}
- gleiche Austrittsarbeiten ϕ_S, ϕ_T

ergibt sich folgende Interpretation *topographischer* STM-Daten: Flächen konstanten Tunnelstroms sind entsprechend (1.9) Flächen konstanter Zustandsdichte der Oberfläche am Fermi-Niveau E_F .

Mit dem Modell von Tersoff und Hamann lassen sich die gemessenen Korrugationen¹ auf rekonstruierten Metalloberflächen quantitativ deuten [5]. Die Erzielung atomarer Auflösung auf dichtgepackten Metalloberflächen mit interatomaren Abständen von 2.5–3 Å und Korrugationen von wenigen Zehntel Ångström, kann im Rahmen dieses Modell jedoch nicht erklärt werden. Hierzu ist statt einer strukturlosen Spitze die Annahme d_{z^2} -artiger Spitzenzustände notwendig [6].

1.3 Spektroskopie der lokalen Zustandsdichte

Im Grenzfall kleiner Spannungen zeigt der Tunnelstrom entsprechend (1.11) ein ohmsches Verhalten ($I \propto U$), während er bei höheren Spannungen in charakteristischer Weise mit der angelegten Spannung variiert. Eine genaue Untersuchung dieser Abhängigkeit erlaubt Aussagen über die lokale Zustandsdichte der Oberfläche in der Nähe des Fermi-Niveaus. Im Vergleich zu anderen spektroskopischen Methoden wie Photoelektronenspektroskopie (*PES*) und inverser Photoelektronenspektroskopie (*IPES*), die über einen Bereich von einigen mm^2 mitteln, besitzt die Rastertunnelspektroskopie (*STS*) ein hohes laterales Auflösungsvermögen, letztlich bis hinab auf atomare Skala.

Es sei hierzu ein eindimensionales System bestehend aus Spitze (*tip*) und Probe (*sample*) entsprechend Abb. 1.3 betrachtet, mit unterschiedlichen Austrittsarbeiten ϕ_T und ϕ_S . Im wechselwirkungsfreien Zustand a) haben Spitze und Probe die gleichen Vakuum-Niveaus (gestrichelte Linie). Angedeutet ist hier die Zustandsdichte der Probe sowie der exponentielle Abfall zweier Spitzenzustände ins Vakuum. Im Tunnelkontakt b) befinden sich Spitze und Probe im thermischen Gleichgewicht, die Fermi-Niveaus sind angeglichen. Das Anlegen einer Bias-Spannung U hat im wesentlichen eine Verschiebung der Niveaus um den Betrag $|eU|$ zur Folge. Elektronen tunneln dann elastisch von besetzten Zuständen der einen in freie

¹Als Korrugation Δz bezeichnet man die Differenz zwischen Minimum und Maximum einer Konturlinie.

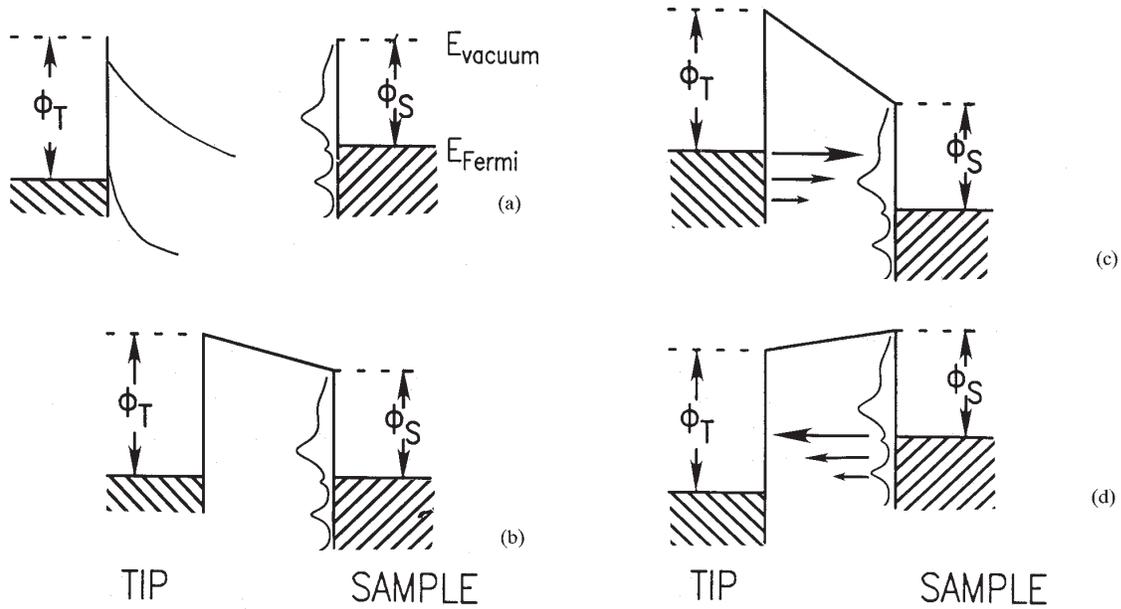


Abbildung 1.3: Energiediagramm des Tunnelübergangs. **a)** Probe und Spitze sind in großer Entfernung wechselwirkungsfrei. **b)** Bei der Annäherung fließt ein Tunnelstrom bis sich die Fermi-Niveaus angeglichen haben. **c)** Bei positiver Probenspannung tunneln Elektronen von der Spitze zur Probe. **d)** Bei negativer Probenspannung tunneln Elektronen von der Probe zur Spitze. (Abb. aus [7])

Zustände der anderen Seite [a), d)]. Der Gesamtstrom ergibt sich als Summe der einzelnen Tunnelprozesse, wobei die Stromrichtung von der Polarität der Spannung bestimmt wird:

$$I \propto \int_0^{eU} \rho_S(E_F - eU + \varepsilon) \cdot \rho_T(E_F + \varepsilon) T(\varepsilon, eU) d\varepsilon \quad (1.12)$$

Dabei sind ρ_T und ρ_S die Zustandsdichten von Spitze und Probe und T der spannungs- und energieabhängige Transmissionskoeffizient. Setzt man sowohl die Zustandsdichte der Spitze ρ_T als auch den Transmissionskoeffizienten T im relevanten Energiebereich zunächst als konstant voraus, ergibt sich aus (1.12) durch Differenzieren

$$\frac{dI}{dU} \propto \rho_S(E_F - eU). \quad (1.13)$$

Die differentielle Leitfähigkeit $dI/dU(U)$ aufgetragen über der Bias-Spannung U ist in dieser Näherung ein direktes Abbild der Zustandsdichte der Probe. Dies gilt unabhängig von der Besetzung der Zustände: Bei $U > 0$ tunneln Elektronen von der Spitze in unbesetzte Zustände der Probe c), bei $U < 0$ aus der Probe heraus in freie Zustände der Spitze d). In beiden Fällen gilt die Proportionalität aus (1.13).

Der Transmissionskoeffizient ist jedoch nicht konstant, sondern nimmt zu niedrigen Energien aufgrund der Zunahme der effektiven Barrierenhöhe rasch ab, in Abb. 1.3 angedeutet durch die Länge der Pfeile. Den Hauptbeitrag zum Tunnelstrom liefern daher die Elektronen am Fermi-Niveau der negativen Elektrode. Für Elektronen der negativen Elektrode nimmt außerdem die mittlere Barrierenhöhe mit zunehmender Spannung ab, so daß in einer

$dI/dU(U)$ -Kurve die Zustandsdichte der Probe einem strukturlosen Untergrund überlagert ist, der zu beiden Seiten der Fermi-Energie monoton ansteigt. Der spektroskopisch zugängliche Bereich ist dabei letztlich durch einsetzende Feldemission auf $\pm\phi$ eV begrenzt.

Da (1.12) in ρ_S und ρ_T symmetrisch ist und ρ_T nicht konstant, ist eine $dI/dU(U)$ -Kurve im allgemeinen Fall eine Faltung beider Zustandsdichten. Die beschriebene Energieabhängigkeit des Transmissionskoeffizienten bewirkt dabei, daß hauptsächlich die jeweils freien Zustände abgebildet werden. Der Einfluß von ρ_T auf die Abbildung der freien Probenzustände wird daher mit zunehmender Spannung vernachlässigbar, während die Untersuchung der besetzten Zustände der Probe durch die Empfindlichkeit auf unbesetzte Spitzenzustände erschwert wird.²

²Für eine ausführlichere Diskussion siehe [8].

Kapitel 2

Magnetisch abbildende Techniken

Bevor ich in Kap. 2.2 auf spinpolarisiertes Tunneln zu sprechen komme, möchte ich zunächst einige Grundbegriffe des Magnetismus erläutern und dann alternative Techniken vorstellen, mit denen man die magnetische Struktur von Festkörperoberflächen untersuchen kann.

Magnetismus äußert sich in einer langreichweitigen magnetostatischen Wechselwirkung sowie einer kurzreichweitigen, sogenannten Austausch-Wechselwirkung. Letztere ist quantenmechanischer Natur und bewirkt in Festkörpern unterhalb einer materialabhängigen kritischen Temperatur einen spontanen Ordnungszustand vorhandener permanenter magnetischer Momente. Diese Momente sind mit Spin und Bahndrehimpuls der Elektronen in nicht vollständig gefüllten Schalen bzw. Bändern verbunden.

In Ferromagneten sind die magnetischen Momente unterhalb der Curietemperatur T_C parallel ausgerichtet, woraus sich ein inneres magnetisches Feld ergibt. Die Summe der magnetischen Momente pro Volumeneinheit bezeichnet man als Magnetisierung. Diese ist temperaturabhängig und erreicht erst bei $T = 0$ K ihren Sättigungswert.

Ferromagnetische Festkörper sind in der Regel nicht in ihrem gesamten Volumen gleichförmig magnetisiert. Dies hätte ein großes äußeres Magnetfeld zur Folge, wofür Energie aufgebracht werden muß. Energetisch günstiger ist daher häufig die Bildung von Domänen unterschiedlicher Magnetisierungsrichtung, die das Magnetfeld ganz oder teilweise innerhalb des Materials belassen.

Der Zusammenhang zwischen der Magnetisierung und der Bandstruktur des Festkörpers läßt sich im Rahmen des Stoner-Modells durch einen zusätzlichen Beitrag zum Potential beschreiben, der von der Spinorientierung der Elektronen abhängt [9]. Die Zustandsdichte spaltet so entsprechend Abb. 2.1 in einen energetisch abgesenkten Majoritätsteil und einen energetisch angehobenen Minoritätsteil auf. Die Magnetisierung ergibt sich durch die Differenz der Besetzungszahlen beider Subbänder.

2.1 Konventionelle Methoden

Magnetisch abbildende Verfahren liefern entweder ein Bild der Magnetisierung innerhalb der Probe oder sind für das magnetische Streufeld außerhalb der Probe empfindlich. Ferner unterscheiden sie sich u.a. in ihrem lateralen Auflösungsvermögen, ihrer Oberflächensensitivität und ihrer Empfindlichkeit auf ein äußeres Magnetfeld.

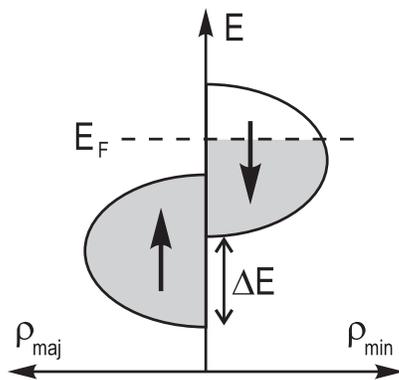


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der Austausch-Aufspaltung eines d-Bandes mit willkürlich eingezeichnetem Fermi-Niveau E_F .

Bittertechnik

Eine der ältesten magnetisch abbildenden Methoden ist die Bittertechnik [10]. Ihr Wirkungsprinzip beruht darauf, daß Dipole in einem inhomogenen Feld eine Kraft in Richtung zunehmender Feldstärke erfahren. Kleine magnetische Teilchen (beispielsweise Fe_3O_4 -Kristallite), in Lösung auf einer ferromagnetischen Oberfläche, markieren daher die Bereiche großer Feldgradienten und machen so die Domänenstruktur der Probe der weiteren Mikroskopierung zugänglich. Traditionell werden hierbei optische Mikroskope eingesetzt; mögliche Alternativen sind STM und Rasterelektronenmikroskopie (*scanning electron microscopy*, SEM) [11]. Die erzielbare Auflösung der Bittertechnik ist begrenzt von der Teilchengröße und der verwendeten Mikroskopietechnik. Der große Nachteil der Bittertechnik liegt in ihrem destruktiven Charakter. Es werden erhebliche Mengen Materials auf die Oberfläche gebracht, die anschließend wieder entfernt werden müssen.

Kerrotechnische Mikroskopie

Die Kerrotechnische Mikroskopie ist ein optisches Verfahren zur Abbildung der Magnetisierung innerhalb des Festkörpers. Der kontrasterzeugende Mechanismus ist der magneto-optische Kerreffekt (MOKE), benannt nach seinem Entdecker John Kerr [12]. Kerr konnte nachweisen, daß die Polarisierungsrichtung eines Lichtstrahls durch die Reflexion an einer ferromagnetischen Oberfläche gedreht wird, wobei der Drehwinkel der Magnetisierung der Probe proportional ist. Geometrisch unterscheidet man den longitudinalen, transversalen und polaren Kerreffekt, entsprechend verschiedener Ausrichtungen der Magnetisierung gegenüber der Reflexionsebene des Lichtstrahls. Durch die Wahl von Einfallswinkel und Polarisationsrichtung des einfallenden Lichtes sowie der Analysatorstellung im Gang des reflektierten Strahls, kann man bei der Mikroskopierung der Oberfläche einen Helligkeitskontrast erzeugen, der die Magnetisierungsrichtung der entsprechenden Bereiche der Probe widerspiegelt. Ein Vorteil der Kerrotechnischen Mikroskopie liegt in ihrem großen Bildbereich und ihrer Unempfindlichkeit gegenüber äußeren Magnetfelder.

Die laterale Auflösung ist dabei durch die Wellenlänge des verwendeten Lichtes begrenzt und liegt bei etwa 300 nm [13]. Durch die Verwendung eines nahfeld-optischen Mikroskops (*scanning near-field optical microscope*, SNOM) kann diese Begrenzung umgangen werden. Bei der Abbildung von Domänenwänden wurden bisher Auflösungen von etwa 50 nm erzielt [14].

SEMPA

Zu den technologisch aufwendigsten Methoden zur Abbildung magnetischer Strukturen zählt die Rasterelektronenmikroskopie mit Polarisationsanalyse (*scanning electron microscopy with polarization analysis*, SEMPA). Hierbei wird die zu untersuchende Probe mit einem fein fokussierten Elektronenstrahl mit Energien von 50 bis 2000 eV abgerastert, während die austretenden Sekundärelektronen auf ihre Spinpolarisation hin untersucht werden. Unter Vernachlässigung des Einflusses von Streufeldern oberhalb der Probe stimmt die detektierte Polarisierungsrichtung mit der Magnetisierungsrichtung des jeweiligen Probenbereiches überein. Für die Beträge von Polarisierung und Magnetisierung kann in erster Näherung von einem linearen Zusammenhang ausgegangen werden, so daß SEMPA ein direktes Bild der Magnetisierung der Oberfläche liefert. Aufgrund der Oberflächensensitivität dieser Methode sind UHV-Bedingungen erforderlich. Es werden laterale Auflösungen von etwa 40 nm erzielt [15], wobei die magnetische Information bei metallischen Ferromagneten aus einer Tiefe von 0.5–1.0 nm stammt.

MFM

Die Magnetkraftmikroskopie (*magnetic force microscopy*, MFM) ist eine Weiterentwicklung der Rasterkraftmikroskopie (*atomic force microscopy*, AFM) für die Untersuchung magnetischer Proben. Nicht-Kontakt MFM ist wie die Bittertechnik empfindlich für das magnetostatische Streufeld außerhalb der Probenoberfläche. Dazu wird eine an einem flexiblen Federbalken (*cantilever*) befestigte magnetische Spitze in einer Entfernung von 10–500 nm über die Oberfläche gerastert und die auf sie wirkende Kraft oder deren Kraftgradient gemessen. Informationen über die Magnetisierung in der Probe sind häufig nur über Simulationsrechnungen zu erhalten, die Annahmen über die magnetischen Eigenschaften der verwendeten Spitze erfordern. Die erreichbare Auflösung ist abhängig von den Eigenschaften von Spitze und Probe, sowie deren Abstand und liegt im Bereich von 20–50 nm.

Die Langreichweitigkeit der magnetostatischen Wechselwirkung begrenzt zwar das Auflösungsvermögen, bietet jedoch entscheidende Vorteile: MFM ist unempfindlich gegenüber Oberflächenverschmutzungen und nicht-magnetischen Schutzbeschichtungen und eignet sich daher zum Einsatz unter ambienten Bedingungen.

2.2 Spinpolarisiertes Tunneln

Die geschilderten Verfahren liegen in ihrem lateralen Auflösungsvermögen oberhalb einiger zehn Nanometer und werden bei weiteren technologischen Verbesserungen m. E. schnell an ihre theoretischen Grenzen stoßen. Mit einem STM kann dagegen im topographischen Modus atomare Auflösung erzielt werden. Ein naheliegender Gedanke ist daher der Einsatz eines Rastertunnelmikroskops für die Abbildung magnetischer Strukturen. Hierzu muß es für den Spin der tunnelnden Elektronen empfindlich gemacht werden. Bei der Durchführung spinpolarisierter Rastertunnelmikroskopie (*SP-STM*) sind in der Vergangenheit zwei unterschiedliche Konzepte verfolgt worden:

- Bei ferromagnetischen Spitzen ist der Tunnelstrom abhängig von der relativen Magnetisierungsrichtung in Spitze und Probe. Wie auf diese Weise ein magnetischer Kontrast

erzielt werden kann, möchte ich in den nächsten Abschnitten erläutern.

- In einem zweiten Konzept, das von Pierce [16] vorgeschlagen wurde, kommen Halbleiter-Spitzen (p-GaAs) zum Einsatz, die mit zirkularem Licht optisch gepumpt werden. Aufgrund einer Spin-Bahn-Aufspaltung sind die so ins Leitungsband gehobenen Elektronen spinpolarisiert, und besitzen daher eine von der Magnetisierung der Oberfläche abhängende Tunnelwahrscheinlichkeit.

Es wurde u.a. die Abhängigkeit der Spinpolarisierung der tunnelnden Elektronen von der Tunnelbarriere untersucht [17] und die Domänenstruktur dünner Kobaltfilme abgebildet [18]. Während man die Richtung der Spinpolarisierung durch Änderung der Helizität des Lichtes leicht schalten kann, muß aufgrund des geringen Wirkungsquerschnittes bei der Anregung der Elektronen Laserlicht hoher Intensität verwendet werden. Dies führt insbesondere im rasternden Betrieb zu Problemen thermischer Art.

2.2.1 Spin-Ventil-Effekt

Für einen Ferromagnet-Isolator-Ferromagnet-Tunnelübergang ist die Leitfähigkeit abhängig von der relativen Magnetisierungsrichtung θ in beiden Elektroden. Slonczewski [19] hat hierfür entsprechend Abb. 2.2a mit der Methode aus Kap. 1.1 (freie Elektronen) einen quantitativen Ausdruck entwickelt. Für identische Elektroden ergibt sich im Limit kleiner Spannungen

$$\sigma = \sigma_{\text{fbf}} \left(1 + P_{\text{fb}}^2 \cos(\theta) \right), \quad |P_{\text{fb}}| \leq 1, \quad (2.1)$$

wobei P_{fb} die effektive Polarisierung des Ferromagnet-Barriere-Überganges und σ_{fbf} eine mittlere Leitfähigkeit bezeichnet. P_{fb} ist nicht mit der Spinpolarisierung des Ferromagneten gleichzusetzen, sondern hängt im allgemeinen auch kritisch von Form und Höhe der Barriere ab [19, 20].

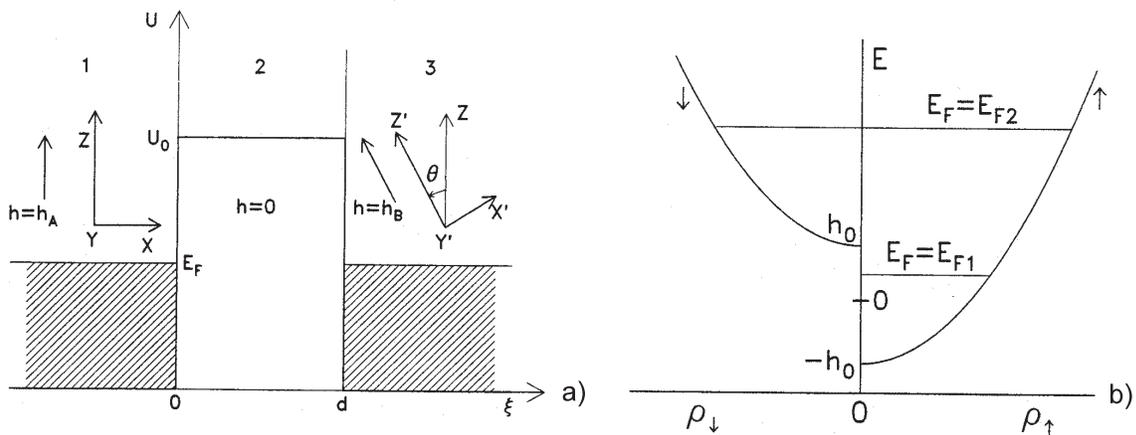


Abbildung 2.2: a) Zwei Ferromagnete, getrennt durch eine Tunnelbarriere. Die Magnetisierungsrichtungen unterscheiden sich um den Winkel θ . b) Zustandsdichten für Majoritäts- (ρ_{\uparrow}) und Minoritäts-Spin (ρ_{\downarrow}) im Modell für freie Elektronen. (Abb. aus [19])

Im Einband-Modell ($E_F = E_{F1}$ in Abb. 2.2b) ist $|P_{fb}| = 1$ und es ergibt sich ein *perfektes* magnetisches Ventil mit $\sigma = 0$ bei antiparalleler Stellung. In diesem Fall gibt es nur Majoritätsträger (\uparrow) in der Nähe des Fermi-Niveaus, die unter Voraussetzung der Spin-Erhaltung während des Tunnelprozesses keine freien Zustände in der anderen Elektrode vorfinden. Im Fall unterschiedlicher Ferromagneten kann man (2.1) verallgemeinern:

$$\sigma = \sigma_{fbf'} (1 + P_{fb}P_{f'b} \cos(\theta)) \quad (2.2)$$

Für parallele bzw. antiparallele Magnetfeldrichtungen ergibt sich speziell

$$\begin{aligned} \sigma_{\uparrow\uparrow} &= \sigma_{fbf'} (1 + P_{fb}P_{f'b}) \\ \sigma_{\uparrow\downarrow} &= \sigma_{fbf'} (1 - P_{fb}P_{f'b}), \end{aligned} \quad (2.3)$$

woraus sich eine effektive Polarisierung des Tunnelüberganges definieren läßt:

$$P_{fbf'} \equiv P_{fb}P_{f'b} = \frac{\sigma_{\uparrow\uparrow} - \sigma_{\uparrow\downarrow}}{\sigma_{\uparrow\uparrow} + \sigma_{\uparrow\downarrow}} \quad (2.4)$$

2.2.2 Planare Geometrie

Erste systematische Untersuchungen von Tunnelprozessen wurden Anfang der 60er Jahre an planaren Metall-Oxid-Metall-Übergängen durchgeführt. Die Oxidschicht dient dabei als mechanisch stabile, in ihrer Breite jedoch fixierte Potentialbarriere. Der Tunnelbereich hat eine typische Größe von 1 nm^2 bei einer Barrierenbreite um 30 \AA [21]. Vakuumtunneln ist wegen der erforderlichen mechanischen Stabilität am Tunnelübergang technisch erheblich aufwendiger und wurde erstmals 1971 von Young *et al.* [22] erfolgreich durchgeführt.

Der erste experimentelle Nachweis spinpolarisierten Tunnels gelang Tedrow und Meservey 1971 an einem planaren Supraleiter-Oxid-Ferromagnet-Übergang [23]. Dazu wurde die

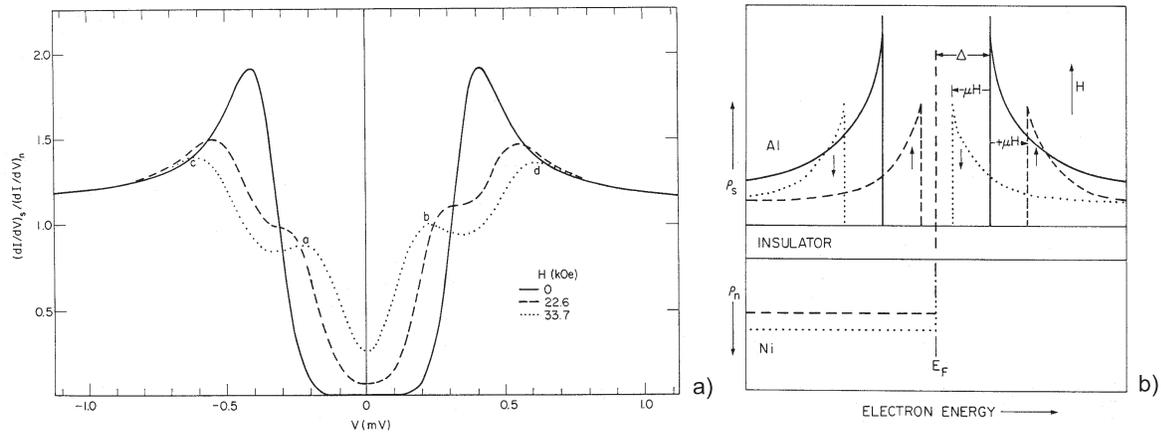


Abbildung 2.3: a) Normalisierte differentielle Leitfähigkeit eines Al-Al₂O₃-Ni-Überganges bei drei verschiedenen Magnetfeldstärken und $T=0,4 \text{ K}$. Die Asymmetrie der Maxima *a, b* und *c, d* ist auf die Spinpolarisierung der Nickelelektrode zurückzuführen. b) Zustandsdichten der beiden Elektroden Aluminium und Nickel. In Aluminium sind beide Maxima Zeemann-aufgespalten um $\pm \mu H$. Für Nickel wurde eine konstante Zustandsdichte und konstante Spinpolarisierung am Fermi-Niveau E_F angenommen. (Abb. aus [23])

differentielle Leitfähigkeit eines Al-Al₂O₃-Ni-Überganges bei 0.4 K in einem starken parallelen Magnetfeld in Abhängigkeit der Bias-Spannung gemessen. Aluminium ist unterhalb 2.5 K supraleitend und besitzt dann eine charakteristische Energielücke in der Quasiteilchen-Zustandsdichte an der Fermi-Energie (Abb. 2.3a). Im Magnetfeld sind die beiden Maxima Zeemann-aufgespalten um $\pm\mu H$, in einen Anteil mit zum Magnetfeld parallelem und antiparallelem Spin (Abb. 2.3b). Unter der Annahme einer konstanten Zustandsdichte und konstanter Spinpolarisierung in Nickel im relevanten Energiebereich ist für die differentielle Leitfähigkeit eine Asymmetrie zu erwarten, die experimentell auch beobachtet wurde. Mit $\sigma_{a(b)}$ als Höhe der entsprechenden Maxima a , b in Abb. 2.3a läßt sich mit

$$P = \frac{\sigma_b - \sigma_a}{\sigma_b + \sigma_a} \quad (2.5)$$

die effektive Spinpolarisierung der Nickelelektrode mit 7.5% bestimmen. Hierbei wird angenommen, daß die äußeren Maxima c , d nicht in die inneren hineinragen, die Maxima a und b also reinen Zuständen lediglich einer Spin-Orientierung entsprechen. Ferner werden Spin-Umkehrprozesse vernachlässigt. Unter Berücksichtigung der thermischen Verbreiterung der Maxima erhält man [24]:

$$P = \frac{(\sigma_d - \sigma_a) - (\sigma_c - \sigma_b)}{(\sigma_d - \sigma_a) + (\sigma_c - \sigma_b)} \quad (2.6)$$

Experimentell wurden so folgende Werte für die maximale effektive Spinpolarisierung ermittelt: Fe: 44%, Co: 34%, Ni: 11%, Gd: 4.3%.

Der erste Nachweis spinpolarisierten Tunnelns zwischen zwei ferromagnetischen Elektroden gelang Julliere 1975 an einem Fe-Ge-Co-Übergang [25]. Die beiden ferromagnetischen Filme wurden mit ihren einfachen Magnetisierungsachsen (*easy axes*) parallel zueinander präpariert und besitzen zudem eine unterschiedliche Koerzitivfeldstärke. Die relative Magnetisierungsrichtung konnte so durch ein äußeres Feld zwischen paralleler ($\uparrow\uparrow$) und antiparalleler ($\uparrow\downarrow$) Stellung geschaltet werden. Julliere ermittelte bei 4.2 K im Limit kleiner Spannungen entsprechend (2.4) eine maximale Polarisierung des Tunnelüberganges von 14%.

2.2.3 SP-STM

Die für planare Tunnelübergänge nachgewiesene Beziehung (2.2) kann in einem Rastertunnelmikroskop für die laterale Auflösung der magnetischen Struktur einer Oberfläche genutzt werden. Topographische STM-Daten, die mit einer ferromagnetischen Spitze aufgenommen werden, enthalten einen kleinen zusätzlichen Beitrag, der von der relativen Magnetisierungsrichtung in Spitze und Probe abhängt. Ist eine Oberfläche in ihren strukturellen und elektronischen Eigenschaften durch Voruntersuchungen bekannt, so kann dieser Beitrag extrahiert werden.

Ein Beispiel für dieses Vorgehen ist der Nachweis des theoretisch vorhergesagten topologischen Antiferromagnetismus von Chrom(001) [26] durch Wiesendanger *et al.* [27]. Die Chrom(001)-Oberfläche besteht aus monoatomar gestuften ferromagnetischen Terrassen, welche alternierend antiferromagnetisch koppeln. Es wurde eine CrO₂-Spitze verwendet, die bei 2 eV eine hohe Spinpolarisierung (nahe 100%) aufweist, und deren Magnetisierung aufgrund der Form-Anisotropie als axial angenommen wurde. In Abb. 2.4 ist nur die hierzu parallele Magnetisierungskomponente der Oberfläche eingezeichnet.

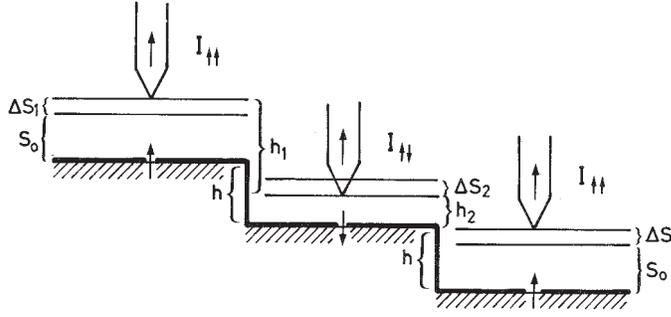


Abbildung 2.4: Topologischer Antiferromagnetismus der Cr(001)-Oberfläche. Schematische Darstellung einer ferromagnetischen Spitze, rasternd über antiferromagnetisch koppelnden Terrassen. Aufgrund des Spin-Ventil-Effekts alterniert die gemessene Stufenhöhe zwischen $h_1 = h + \Delta s_1 + \Delta s_2$ und $h_2 = h - \Delta s_1 - \Delta s_2$. (Abb. aus [27])

Während mit einer Wolframspitze eine Stufenhöhe von $h = 1.44 \text{ \AA}$ festgestellt wurde, alterniert die mit einer CrO_2 -Spitze gemessene Höhe bei aufeinanderfolgenden Stufen entsprechend Abb. 2.4 um $0.4 \text{ \AA} = 2(\Delta s_1 + \Delta s_2)$. Dieses Verhalten ist auf spinpolarisiertes Tunneln zurückzuführen: Bei gleichem Abstand zwischen Spitze und Oberfläche sowie gleicher Spannung U würde man über entgegengesetzt magnetisierten Terrassen entsprechend (2.4) einen unterschiedlichen Strom detektieren. Da bei einer topographischen Aufnahme der Strom konstant gehalten wird, bewirkt die Spinabhängigkeit eine Abstandsänderung um Δs_i . Über die Beziehung

$$P = \frac{\exp(A\sqrt{\phi}\Delta s) - 1}{\exp(A\sqrt{\phi}\Delta s) + 1}, \quad (2.7)$$

mit ϕ als lokale Barrierenhöhe, $\Delta s = \Delta s_1 + \Delta s_2$ und $A \approx 1 \text{ eV}^{-1/2} \text{ \AA}^{-1}$ läßt sich die effektive Polarisierung des Tunnelüberganges zu $(20 \pm 10)\%$ bestimmen.

2.2.4 SP-STTS

Ein Hauptproblem bei der Interpretation spin-aufgelöster topographischer Daten (SP-STM), ist die Trennung der magnetischen Information von den strukturellen und elektronischen Beiträgen. Eine Methode, die eine zweifelsfreie Trennung erlaubt, wurde von Bode *et al.* [28] vorgeschlagen und erfolgreich bei der Abbildung magnetischer Domänen auf Gd(0001) angewandt, mit einer lateralen Auflösung unterhalb 20 nm.

Abb. 2.5 zeigt das Funktionsprinzip spinpolarisierter Rastertunnelspektroskopie (SP-STTS). Voraussetzung ist eine Probe mit einem austausch-aufgespaltenen Oberflächenzustand, deren beide Spinkomponenten innerhalb des für Spektroskopie zugänglichen Energiebereiches liegen. Für den Gd(0001)-Oberflächenzustand ist diese Bedingung erfüllt: Die Majoritäts- bzw. Minoritätskomponente hat bei 20 K eine Bindungsenergie von -220 meV bzw. 500 meV . Ferner wird ein Spitzenmaterial benötigt, das innerhalb des interessierenden Energiebereiches ($\pm 0.5 \text{ eV}$) nicht das Vorzeichen der Spinpolarisierung wechselt. Verwendet wurde eine mit 10 ML Eisen beschichtete Wolframspitze. Der Einfachheit halber wurde die Spinpolarisierung als konstant angenommen (vgl. Abb. 2.5a).

In einem vereinfachten Bild gibt es relativ zur Magnetisierungsrichtung der Spitze für die

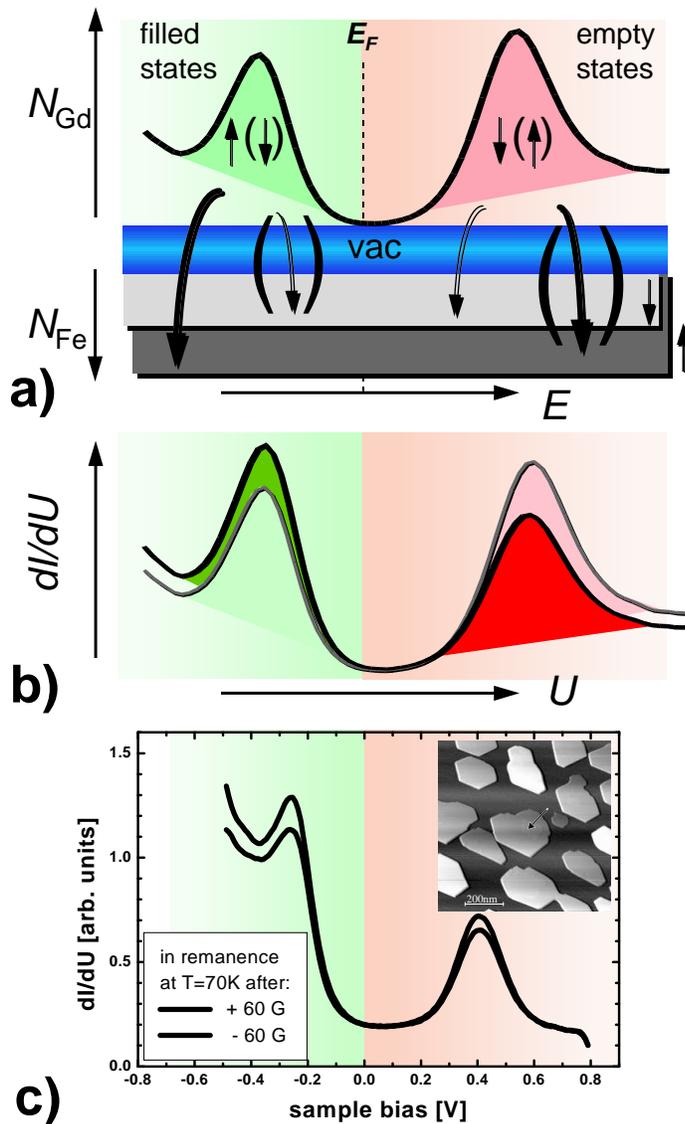


Abbildung 2.5: Das Funktionsprinzip von SP-STs. **a)** Schematische Darstellung der Zustandsdichte von Gd und Fe. Der Oberflächenzustand von Gd ist austauschbar aufgespalten, die Spinpolarisierung in Fe wird als konstant angenommen. Der Tunnelstrom der zur Magnetisierung in Fe parallelen Komponente ist gegenüber der antiparallelen verstärkt. **b)** Ein Ummagnetisieren der Probe [Klammern in a)] sollte daher eine Kontrastumkehr in der differentiellen Leitfähigkeit der beiden Komponenten bewirken. **c)** Genau dieses Verhalten wurde bei Spektren beobachtet, die oberhalb einer Gd-Insel aufgenommen wurden (Pfeil). (Abb. aus [28])

Spins der beiden Komponenten des Oberflächenzustandes nur zwei Einstellmöglichkeiten: parallel und antiparallel; die Spins der Komponenten relativ zueinander sind immer antiparallel eingestellt. Aufgrund des Spin-Ventil-Effekts ist entsprechend (2.4) die differentielle Leitfähigkeit der einen Komponente auf Kosten der anderen verstärkt. Eine Ummagnetisierung der Probe hat eine Spin-Umkehr in beiden Komponenten zur Folge (Abb. 2.5a, Klammern) und sollte daher eine Intensitätsumkehr entsprechend Abb. 2.5b bewirken.

Tunnelspektren, die oberhalb einer isolierten Gd(0001) Insel aufgenommen wurden, zeigen die erwartete Kontrastumkehr beim Ummagnetisieren in einem äußeren Feld von 60 G (Abb. 2.5c). Kontrollspektren, die mit einer Wolframspitze aufgenommen wurden, zeigten kein solches Verhalten, jedoch eine leichte gleichförmige Variation in der Höhe der beiden Maxima. Dies macht die Notwendigkeit deutlich, beide Komponenten im gleichen Spektrum abzubilden: Die absolute Höhe der Maxima hat wegen der Streuung verschiedener Spektren

und der Winzigkeit des magnetischen Beitrages nur begrenzte Aussagekraft. In Analogie zu den Ergebnissen von Tedrow und Meservey ist die magnetische Information in der beobachteten Asymmetrie enthalten. Mit $I_{\min(\text{maj})}$ als Intensität der Minoritäts- bzw. Majoritätskomponente im dI/dU -Signal kann man einen Asymmetrie-Parameter definieren:

$$A \equiv \frac{I_{\text{maj}} - I_{\text{min}}}{I_{\text{maj}} + I_{\text{min}}} \quad (2.8)$$

Die orts aufgelöste Bestimmung dieses Parameters liefert ein Bild der Magnetisierung der Oberfläche relativ zur Magnetisierung der Spitze. Auf diese Weise wurde die Domänenstruktur auf Gd(0001) abgebildet mit einer an Domänengrenzen erzielten Auflösung von besser als 20 nm.

Kapitel 3

Experimenteller Aufbau

Zu Beginn meiner Diplomarbeit waren bereits umfangreiche Vorarbeiten geleistet. Eine neue Vakuumkammer (Kryo-Kammer) war für den Einbau eines Kryostaten konstruiert und gebaut worden und ein dafür vorgesehenes tieftemperatur-taugliches Rastertunnelmikroskop bereits fertiggestellt. Der Bau eines Helium-Badkryostat mit integriertem Magneten war in Auftrag gegeben worden.

Das Mikroskop wurde im Rahmen dieser Diplomarbeit für die Durchführung spinaufgelöster Messungen umgebaut, unter ambienten Bedingungen getestet und schließlich in den Kryostaten eingebaut. Kryostat und Magnet wurden in der Kryo-Kammer installiert und deren Funktionsfähigkeit zunächst ohne Mikroskop getestet. Anschließend wurde das Mikroskop eingebaut und bei tiefen Temperaturen einem ersten Test unterzogen. In einem letzten Schritt wurde die Kryo-Kammer an das bestehende Vierkammer-System angeschlossen und die Anbindung an das vorhandene Transfersystem für Spitzen und Proben vorgenommen. Das für SP-STIS-Untersuchungen vorgesehene Substrat wurde präpariert und bei etwa 10 K mikroskopiert.

Ich möchte im folgenden einen Überblick über die zur Verfügung stehenden Anlagen und Techniken sowie über die von mir vorgenommenen Auf- und Umbauarbeiten geben.

3.1 UHV-Kammersystem

Unter gewöhnlichen Umgebungsbedingungen sind Oberflächen der Wechselwirkung mit den Molekülen der Luft ausgesetzt. Abgesehen von wenigen inerten Materialien, bilden die meisten Metalle eine Oxidschicht aus und sind zudem von einem dünnen Wasserfilm bedeckt. Um saubere und damit wohldefinierte Oberflächen präparieren und über längere Zeit untersuchen zu können, benötigt man daher Ultrahochvakuum (UHV). Eine gaskinetische Abschätzung zeigt, daß bei $T = 300$ K und $p = 1 \times 10^{-6}$ mbar eine Oberfläche in wenigen Sekunden mit einer atomaren Monolage der Atmosphäregase bedeckt ist [29]. Da für Untersuchungen mit einem Rastertunnelmikroskop einige Stunden benötigt werden, sollte das UHV-Kammersystem einen Basisdruck von etwa 1×10^{-10} mbar haben.

Zum groben Abpumpen der Kryo-Kammer dient eine Turbomolekularpumpe, der eine zweistufige Drehschieberpumpe vorgeschaltet ist. Für einen guten Enddruck bei vibrationsfreiem Betrieb sorgen eine Getterpumpe und eine Titansublimationspumpe. Um das Wasser aus der Kammer zu entfernen, wird sie bei 140°C ausgeheizt, wobei der Magnet durch Ge-



Abbildung 3.1: Ansicht des KammerSystems mit der neuen Vakuumkammer im Vordergrund. Der obere Zylinder beherbergt die Reservoirs für Helium und Stickstoff. Unterhalb der UHV-Kammer sind die elektrischen Zuführungen und der I/U -Wandler zu sehen.

genkühlen mit flüssigem Stickstoff (LN_2) 48 Stunden bei 115°C gehalten wird. Diese Maßnahme ist notwendig, da der Magnet nur bis 120°C spezifiziert ist. Nach dem Abkühlen der Kammer wird ein Druck von $< 1 \times 10^{-10}$ mbar erreicht.

Das gesamte Vakuum-System besteht aus mittlerweile fünf Kammern: Präparationskammer, Analyse-kammer, MBE-Kammer, Kryo-Kammer und Verteilerkammer. Diese beherbergen neben dem erwähnten neuen Mikroskop ein kommerzielles Rastertunnelmikroskop (Omicron VT-STM), das mittels eines Heliumdurchfluß-Kryostaten bei variablen Temperaturen (20–380 K) arbeitet, sowie einen weiteren STM-Eigenbau, der speziell für zeitaufgelöste Wachstumsstudien [30, 31] entwickelt wurde. Ferner stehen insgesamt folgende Präparations- und Analyseverfahren zur Verfügung:

Präparation:

- Elektronenstoßheizung
- Widerstandsheizung
- Ionen-Kanone
- Molekularstrahl-Epitaxie (MBE)

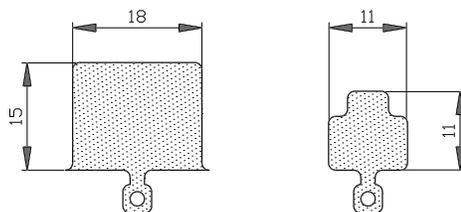


Abbildung 3.2: Omicron- und Mikroskop-Probenträger im Vergleich (Abb. aus [34])

Analyse:

- Beugung niederenergetischer Elektronen (LEED)
- Auger-Elektronenspektroskopie (AES)
- Elektronenenergieverlustspektroskopie (EELS)
- Ultraviolett-Photoelektronenspektroskopie (UPS)
- Spin-Detektor
- Röntgen-Photoelektronenemissionsspektroskopie (XPS)

3.1.1 Probentransport

Die beschriebenen Vakuumkammern sowie eine Schleuse (*fast entry lock*) sind um eine zentrale Transfer-Einheit (Omicron R2P2) gruppiert, über die der Transport von Omicron-Probenträgern *in vacuo* zwischen den einzelnen Kammern stattfindet. Dies geschieht mittels eines Transferstabes, der horizontal drehbar und in die Kammern hinein verschiebbar ist. Innerhalb der älteren Kammern erfolgt der weitere Transport durch *xyz*-Manipulatoren und Manipulatorstäbe (*wobble sticks*).

Da das neue STM für kleinere Probenträger konzipiert ist (vgl. Abb. 3.2), wurde ein *Shuttle* entwickelt, das den Transport von Proben von der Kryo-Kammer zu den vorhandenen Analyse- und Präparationseinheiten sicherstellt.

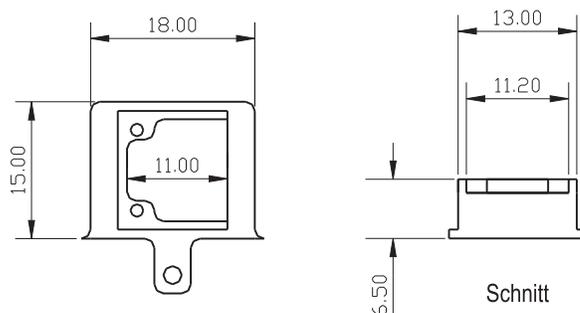


Abbildung 3.3: Grundkörper des Shuttles für den Probenträger

Der Shuttle (Abb. 3.3) hat die Grundmaße eines Omicron-Probenträgers und kann den kleineren Probenträger von der Seite her aufnehmen. Für den Andruck sorgt ein aufgeschraubter Molybdändraht. Da der Shuttle lediglich zum Tempern der Probe je nach Anwendung auf maximal 600°C geheizt werden muß, wurde er in einer ersten Version aus VA-Stahl¹ angefertigt. In der Kryo-Kammer kann die Probe mit einem Manipulatorstab (*mechanical hand*) dem Shuttle entnommen und in das Mikroskop eingesetzt werden.

3.1.2 Substratwahl und -präparation

Als Substrat zum Aufwachsen magnetischer Schichten wurde ein Wolfram-Einkristall der kristallographischen Orientierung (110) ausgewählt. Wolfram ist ein hochschmelzendes Metall, das mit den zum Aufwachsen vorgesehenen Materialien (Gd, Tb, Fe, ..) keine Legierungen oder Durchmischungen zeigt. Vom Submonolagen-Bereich bis hin zu mehreren hundert Monolagen lassen sich so Filme präparieren und untersuchen und anschließend wieder thermisch, durch einige Sekunden langes Hochheizen, rückstandslos entfernen. Dies ermöglicht eine einfache Präparation und einen schnellen Wechsel zwischen unterschiedlichen Systemen.

Die (110)-Oberfläche von Wolfram (bcc) ist näherungsweise hexagonal, und eignet sich zum epitaktischen Aufwachsen (0001)-orientierter Seltener Erden, die für den Fall von Gd und Tb aufgrund ihrer austausch-aufgespaltenen Oberflächenzustände für SP-STs-Untersuchungen geeignet sind. Die W(110) Oberfläche ist als Substrat für unterschiedlichste Systeme und in ihrer Wechselwirkung mit Adsorbaten aus der Literatur wohlbekannt.

Der verwendete Kristall hat die Größe $3 \times 7 \times 1 \text{ mm}^3$ und wurde mit Wolframdraht auf einen Wolfram-Probenträger gespannt. Zur **Präparation** wurde er wiederholt etwa eine Stunde in einer Sauerstoffatmosphäre von 5×10^{-7} mbar bei 1700 K geheizt und anschließend für wenige Sekunden auf 2400 K gebracht (*geflasht*). Beim Heizen segregiert der im Volumen enthaltene Kohlenstoff an die Oberfläche und würde dort Wolframcarbid bilden, das sich thermisch nicht entfernen ließe. Da ihm aber Sauerstoff angeboten wird, bildet sich Kohlenmonoxid und -dioxid, das von der Oberfläche desorbiert. Die sich gleichzeitig bildende Wolframoxidschicht läßt sich durch anschließendes Flashen entfernen. Da der oxidierte Wolframkristall inert ist, macht man diesen letzten Schritt erst direkt vor der weiteren Präparation [32].

Zum Heizen der Probe kann die vorhandene **Elektronenstoßheizung** in der Präparationskammer genutzt werden. Diese besteht im wesentlichen aus einer aus zwei Wolframdrähten geformten Halterung für einen Probenträger, und einem dicht darunter angebrachten Glühfaden. Durch Anlegen einer Hochspannung werden die vom Glühfaden thermisch emittierten Elektronen abgesogen und auf die Probenträgerunterseite hin beschleunigt. Dort geben sie ihre kinetische Energie zum größten Teil in Form von Wärme wieder ab. Es stellt sich dabei ein Gleichgewicht aus zugeführter Energie und Abstrahlung an die Umgebung ein. Die Heiztemperatur wird über den Kathodenstrom geregelt und mit einem optischen Pyrometer überprüft. Hierbei ist der Grauwert der Oberfläche zu berücksichtigen.

3.1.3 Elektronenstrahlverdampfer

Zum Aufwachsen von Material wurde ein Elektronenstrahlverdampfer aufgebaut. Dabei handelt es sich um den Nachbau eines kommerziell erhältlichen Gerätes (EFM3 von Focus). Das zu verdampfende Material ist in einem Wolfram-Tiegel gegenüber einer ringförmigen Glühkathode aus Wolframdraht angeordnet (Abb. 3.4). Durch Anlegen einer Hochspannung von 400–1000 V werden die von der Kathode thermisch emittierten Elektronen auf den Tiegel hin beschleunigt und geben dort ihre Energie in Form von Wärme ab. Dabei steigt der Dampfdruck des Materials soweit an, daß Teilchen von der Oberfläche ins Vakuum emittiert werden. Materialien, deren Dampfdruck bereits unterhalb ihrer Schmelztemperatur ausreichend hoch ist, können in Form eines Drahtes eingesetzt werden. Aufgrund des Feldlinienverlaufes werden die Elektronen vorzugsweise auf das Drahtende hin beschleunigt, welches stark erhitzt wird und Material emittiert. Draht bzw. Tiegel sind auf einen Molybdänstab geschweißt, der im Fall des Drahtes mit einem z -Manipulator nachgeführt werden kann. Aufgrund der größeren Oberfläche kann mit einem Tiegelverdampfer ein deutlich höherer Teilchenstrom erreicht werden.

Als Halterung und Abschirmung dient ein mit Wasser kühlbarer Kupferzylinder, vor dessen Austrittsöffnung ein zylindrisches Gehäuse geschraubt ist. Dieses beherbergt eine Blende, die als Flußmonitor dient. Über eine Drehdurchführung läßt sich vor die Ausgangsöffnung eine Tantalfolie schwenken, die nach dem Stabilisieren des Teilchenstromes ein definiertes Ein- und Abschalten erlaubt.

Da auch die verdampfte Materie dem Beschuß der Elektronen ausgesetzt ist, wird ein geringer Bruchteil ionisiert. Über die Blende wird ein Teil dieser Ionen eingefangen und deren Zahl pro Zeiteinheit als Stromsignal detektiert. Unter der Annahme, daß der Anteil der Ionen im Teilchenstrahl bei unterschiedlichen Verdampferleistungen konstant bleibt, ist der gemessene elektrische Strom ein Maß für den Teilchenstrom. Nach einer Kalibrierung des Flußmonitors lassen sich so Aufdampfpraten sehr genau einstellen. Beim Aufwachsen von Schichten definierter Dicke ist der Einfluß eines möglicherweise temperaturabhängigen Haftkoeffizienten zu berücksichtigen.

¹Sollte sich der Dampfdruck von Stahl hier als kritisch erweisen ist ein Ausweichen auf Molybdän vorgesehen.

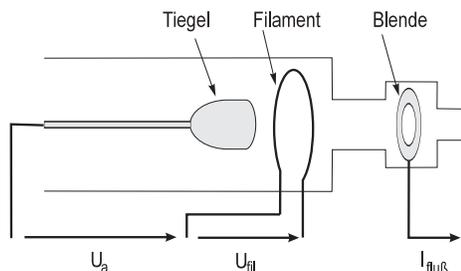


Abbildung 3.4: Prinzipskizze des Elektronenstrahlverdampfers

3.2 Kryostat

Bei Selten-Erd-Metallen findet der Übergang zu magnetischer Ordnung weit unterhalb der Raumtemperatur (RT \approx 293 K) statt. Ausnahme ist allein Gadolinium mit einer Curietemperatur von $T_C = 293$ K. Für die Untersuchung der magnetischen Eigenschaften Seltener Erden war daher die Anschaffung eines Kryostaten zur Erzeugung tiefer Temperaturen eine notwendige Voraussetzung. Tiefe Temperaturen haben jedoch weitere entscheidende Vorteile.

Zum einen ist die **thermische Drift** am Tunnelübergang, d.h. die relative Bewegung der Tunnelspitze gegenüber der Probenoberfläche herabgesetzt. Schon bei Raumtemperatur kann durch die Wahl geeigneter Materialien mit aufeinander abgestimmten Längenausdehnungskoeffizienten thermische Drift aufgrund von Temperaturschwankungen stark unterdrückt werden. Zudem haben die meisten Materialien die Eigenschaft, daß ihr Längenausdehnungskoeffizient bei Temperaturen zwischen 50 K und 4 K gegen Null geht [33]. Temperaturschwankungen verlieren so fast vollständig ihren Einfluß auf die Drift am Tunnelübergang.

Ein zweiter Vorteil ist eine deutliche **Verbesserung des Vakuums** am Probenort und eine damit verbundene Verlängerung der zur Verfügung stehenden Meßzeit. Die heliumgekühlten Flächen wirken als Kryopumpen, auf denen mit Ausnahme von Helium sämtliche Bestandteile des Restgases haften bleiben.

Weitere Vorteile sind eine **verbesserte spektroskopische Auflösung** aufgrund der geringeren thermischen Verbreiterung (0.4 meV bei 4.2 K gegenüber \approx 25 meV bei RT), die **herabgesetzte Diffusion** und die damit verbundene Abbildbarkeit von Adsorbaten auf der Substratoberfläche sowie eine **erhöhte mechanische Stabilität** aufgrund schärferer Schwingungsresonanzen.

Der Kryostat ist ein Helium-Badkryostat der Firma Oxford Instruments [35]. Der heliumkalte Bereich ist gegenüber der Wärmestrahlung der Umgebung vollständig durch ein durch flüssigen Stickstoff gekühltes Kupferschild abgeschirmt (vgl. Abb. 3.5). Letzteres be-

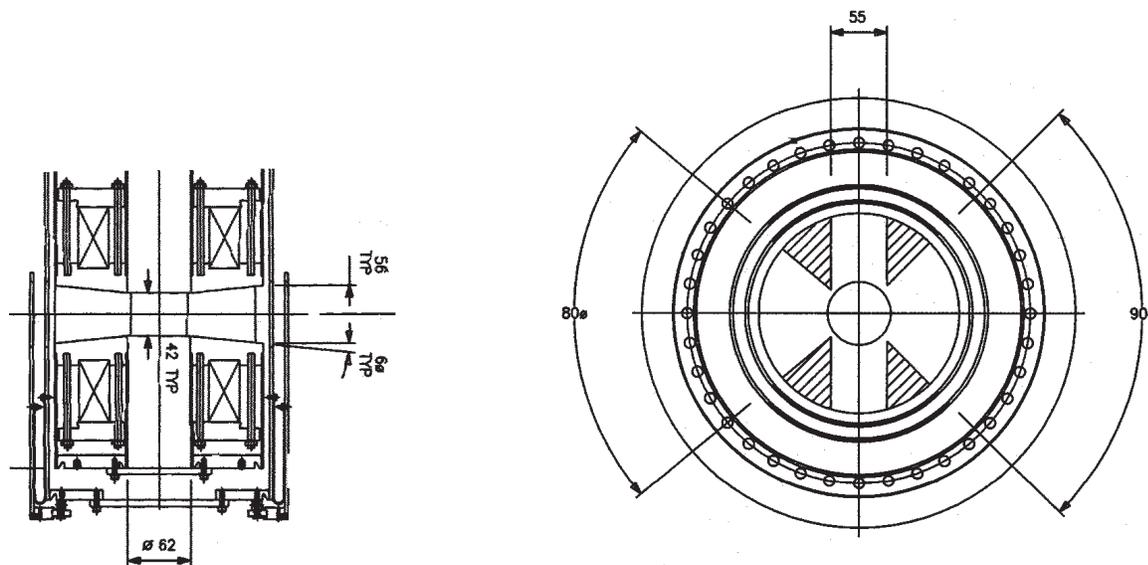


Abbildung 3.5: Längs- und Querschnitt durch den Magnet-Kryostaten. (Abb. aus [34])

sitzt im unteren Bereich ein drehbares Element, das im Bedarfsfall den Weg zum Probenort durch zwei gegenüberliegende Zugangsöffnungen freigibt. Das ermöglicht von der einen Seite mittels eines Manipulatorstabes das schnelle Wechseln von Proben und Spitzen, während die andere Öffnung für Kerreffekt-Messungen und das Aufwachsen von Material vorgesehen ist. Der Einbau des Mikroskops in den zentralen Kryostatzylinder erfolgt von der Unterseite her an eine heliumgekühlte Bodenplatte, über die auch die thermische Ankopplung stattfindet.

3.3 Magnet

Der Nutzen eines äußeren Magnetfeldes bei der Untersuchung der magnetischen Eigenschaften einer Probe liegt auf der Hand. Die Durchführung von SP-STS mit einer ferromagnetischen Spitze entsprechend Kap. 2.2.4 erfordert die Möglichkeit zur Magnetisierung von Probe und Spitze. Naheliegende Anwendungen sind ferner die Untersuchung des dynamischen Verhaltens der Domänenstruktur einer Oberfläche beim Durchfahren eines äußeren Magnetfeldes, sowie die Aufnahme von Hystereseschleifen, sei es mit dem STM an einer mikroskopischen Stelle der Probe oder mit magnetooptischen Kerreffekt-Messungen gemittelt über größere Oberflächenbereiche.

Die zwei supraleitenden Spulen des Magneten (*split pair*) sind — für den Experimentator unzugänglich — in den Kryostaten eingebaut und stehen in direktem Kontakt mit dem flüssigen Helium. Das Helium hat hier zusätzlich die Funktion, den Magneten auf einer Temperatur zu halten, in dem das Spulenmaterial supraleitend ist. Das Magnetfeld am Probenort ist beschränkt auf die z -Richtung (vertikal) und erreicht bei 60 A eine maximale Flußdichte von 2.5 Tesla. Die maximale *Sweep*geschwindigkeit beträgt 2.5 T/min. Das supraleitende Material ist in seiner Kristallstruktur nur begrenzt temperaturstabil. Beim Ausheizen des Kryostaten und der Vakuumkammer wird der Magnet daher auf einer Temperatur von 115°C gehalten.

Ein Nachteil des Magnet-Kryostaten besteht in seiner großen Masse und der damit verbundenen Wärmekapazität. Ergibt sich im eingekühlten Zustand die Notwendigkeit, die UHV-Kammer zu öffnen, so muß zunächst der Kryostat auf Raumtemperatur gebracht werden, um die Kondensation von N_2 , O_2 und H_2O im Innenraum der UHV-Kammer zu vermeiden. Zusammen mit dem einer Öffnung folgenden Evakuieren und dem Ausheizen, Abkühlen und Wiedereinkühlen des Kryostaten werden etwa 8–10 Tage benötigt.

3.4 Mikroskop

Das zur Verfügung stehende Rastertunnelmikroskop ist im Rahmen einer Diplomarbeit konzipiert und gebaut worden, und wurde dort ausführlich beschrieben und charakterisiert [34]. Um die in Abschnitt 3.5 erläuterten Arbeiten verständlich zu machen, ist es jedoch notwendig, einige grundlegende Prinzipien sowie eine Kurzbeschreibung des Mikroskops voranzustellen.

3.4.1 Scanner

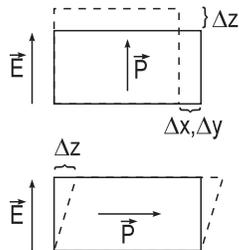
Das Herzstück eines Rastertunnelmikroskops ist ein piezoelektrisches Stellelement, der sogenannte *Scanner*, der über das Anlegen von Hochspannungen eine präzise Steuerung der

Position der Spitze ermöglicht.

Der piezoelektrische Effekt wurde 1880 von Pierre und Jacques Curie entdeckt. Ein langer dünner Quarz-Einkristall zeigte unter Dehnungszug eine elektrische Spannung an den zwei mit Zinnfolie beschichteten Seitenflächen. Zwei Jahre später konnten sie auch den inversen piezoelektrischen Effekt nachweisen: In gleicher Geometrie verursachte das Anlegen einer elektrischen Spannung an die Elektroden in Abhängigkeit der Polung eine Dehnung bzw. Stauchung des Kristalls.

Bei vielen technischen Anwendungen des piezoelektrischen Effekts haben sich ferroelektrische Keramiken auf der Basis von Bleizirkonattitanat ($\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x}\text{O}_3)$) durchgesetzt. Diese besitzen hohe piezoelektrische Koeffizienten und lassen über das Mischungsverhältnis von Titan zu Zirkon sowie durch Beifügen weiterer Substanzen eine Optimierung ihrer Eigenschaften für bestimmte Anwendungen zu. Das Material wird pulverisiert in die gewünschte Form gepreßt und gesintert, anschließend feinmechanisch bearbeitet und mit Elektrodenmaterial beschichtet. In diesem Zustand ist die Keramik makroskopisch isotrop und besteht mikroskopisch aus einzelnen Kristalliten, deren Polarisierung regellos verteilt ist. Durch einen Polungsprozeß erreicht man die Ausrichtung der elektrischen Domänen und eine remanente Polarisierung. Dazu wird für längere Zeit eine Hochspannung² an die Elektroden angelegt und zur Beschleunigung des Prozesses ggf. die Temperatur auf 200°C erhöht [37].

Ausgehend von einem Quader piezoelektrischen Materials mit den Seitenlängen L_x , L_y , L_z , der in z -Richtung polarisiert ist, unterscheidet man drei piezoelektrische Koeffizienten (d_{33} , d_{31} , d_{15}) entsprechend drei unterschiedlichen Effekten [38]:



$$\text{Längs-Effekt:} \quad \Delta z = d_{33} E_z L_z \quad (3.1)$$

$$\text{Quer-Effekt:} \quad \Delta x = d_{31} E_z L_x \quad (3.2)$$

$$\Delta y = d_{31} E_z L_y$$

$$\text{Scher-Effekt:} \quad \Delta z = d_{15} E_x L_x \quad (3.3)$$

Der Scher-Effekt beschreibt die relative Verschiebung der beiden Elektrodenseitenflächen längs der Polarisierungsachse. Scherpiezos werden in Schrittmotoren [39] für die grobe Annäherung von Probe und Spitze eingesetzt (vgl. Kap. 3.4.2).

Scanner nutzen üblicherweise den Quereffekt. Das erste Rastertunnelmikroskop [1] war mit einem Dreibeinscanner ausgestattet, mit je einem quaderförmigen Piezoelement für jede der drei Raumrichtungen. Aufgrund ihrer kompakteren Bauweise, höherer Sensitivität und höherer Resonanzfrequenzen sind heute Röhrenscanner (*single tube scanner*) weit verbreitet. Sie sind radial polarisiert und innen wie außen mit Elektrodenmaterial beschichtet. Die Außenelektrode ist in Längsrichtung in vier Quadranten unterteilt. Das eine Ende des Röhrchens ist fixiert, während über dem anderen zentrisch die Tunnelspitze montiert wird. Durch das Anlegen antisymmetrischer Spannungen an gegenüberliegende Elektroden (x_+ , x_-) entsprechend Abb. 3.6 erreicht man durch eine Stauchung bzw. Dehnung in Querrichtung eine Verbiegung des Röhrchens. Diese ist in guter Näherung unabhängig von den anderen Elektroden. Durch analoges Ansteuern der beiden anderen Elektroden (y_+ , y_-) kann so ein kleiner

²Eine Stunde bei 60 kV/cm [36].

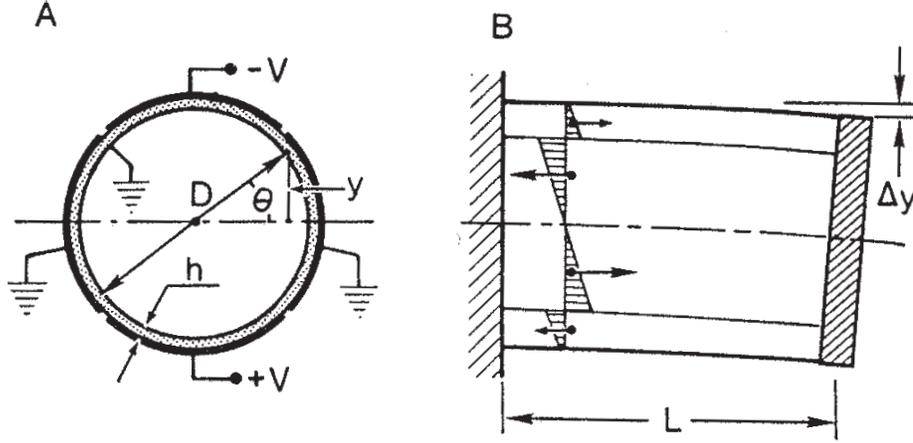


Abbildung 3.6: Prinzipskizze eines Röhrenscanners. Das Material ist radial polarisiert. Das Anlegen gleicher Spannungen entgegengesetzter Polarität an gegenüberliegende Elektroden bewirkt eine Verbiegung des Röhrchens. (Abb. aus [36])

Bereich einer Oberfläche zeilenweise abgerastert werden. Dabei sind die angelegten Spannungen in erster Näherung ein direktes Maß für die Position des Scannerendes [36]:

$$\Delta x(\Delta y) = \frac{2\sqrt{2}d_{31}L^2}{\pi Dh}U_{x(y)} \quad (3.4)$$

D bezeichnet den Innendurchmesser, h die Wandstärke und L die Länge des Röhrchens. Um das Herausragen des Spitzenendes über das Elektrodenende zu berücksichtigen, ist folgende Korrektur notwendig [38]:

$$\Delta x(\Delta y) = \frac{2\sqrt{2}d_{31}}{\pi Dh}(L_e^2 + 2L_eL_s)U_{x(y)} \quad (3.5)$$

Dabei ist L_e die effektive Elektrodenlänge und L_s die Länge der Spitze. Eine Längenänderung des Scanners wird durch eine Spannung U_z an der Innenelektrode bewirkt:

$$\Delta z = d_{31}\frac{L}{h}U_z \quad (3.6)$$

Resonanzfrequenz

Um mit einem Tunnelmikroskop eine möglichst hohe Auflösung zu erzielen, ist die mechanische Schleife zwischen Tunnelspitze und Probenoberfläche vor dem Einkoppeln von Schwingungen zu schützen. Dies erreicht man durch zwei Maßnahmen: Durch ein äußeres Dämpfungssystem, das mit seiner niedrigen Resonanzfrequenz als Tiefpaß dient, und einer hohen Steifigkeit des Mikroskops als Schutz gegenüber den verbleibenden niederfrequenten Schwingungen. Äußeres Dämpfungssystem und Mikroskop sind hierbei als zwei gekoppelte Resonatoren sehr hoher und sehr niedriger Resonanzfrequenz zu verstehen. Die Transmission von Schwingungen ergibt sich als das Produkt der einzelnen Transferfunktionen und ist daher entsprechend gering. Für den Scanner bedeutet dies, daß seine kleinste Resonanzfrequenz möglichst hoch sein sollte.

Die unterste Resonanzfrequenz eines mit einer Masse beschwerten einseitig eingespannten Rohres ist eine seitliche Biegeschwingung und berechnet sich nach [40] zu:

$$f_t = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{\frac{3\pi}{4} E (r_o^4 - r_i^4)}{L^3 (M + 0.23m)}}$$

Die unterste Resonanzfrequenz in z -Richtung liegt im allgemeinen deutlich höher. Für sie gilt näherungsweise:

$$f_l \approx \frac{1}{4L} \sqrt{\frac{LEA}{2.5M + m}}$$

Für beide Gleichungen ist E das Elastizitätsmodul, L die Länge des Rohres, M die zusätzliche Masse am Ende des Rohres, m die Masse des Rohres, r_o der Außendurchmesser, r_i der Innendurchmesser und A die Querschnittsfläche.

Eine hohe Resonanzfrequenz hat den weiteren Vorteil, daß sich auch rauhe Oberflächen mit hoher Geschwindigkeit abbilden lassen, ohne daß der Scanner zu schwingen anfängt und so die Bildqualität beeinträchtigt wird.

Bei der Interpretation topographischer STM-Daten sind nicht-lineare Effekte wie *Hysteresis* und *Creep* zu berücksichtigen. Ferner sind die piezoelektrischen Koeffizienten d_{ij} temperaturabhängig, woraus sich ein bei tiefen Temperaturen verringerter Scanbereich und eine verringerte Sensitivität ergibt. Um einer Depolarisierung des Materials vorzubeugen sind hohe Feldstärken sowie hohe Temperaturen zu vermeiden. Bei einer Curie-Temperatur von 300°C (EBL #4) sollten 150°C nicht überschritten werden.

3.4.2 Design

Das zur Verfügung stehende STM ist bereits in Hinblick auf spinpolarisierte Messungen gebaut worden. Die maßgeblichen Kriterien bei der Konzeption und der Materialauswahl waren:

- Stabilität
- UHV-Tauglichkeit
- Tieftemperaturtauglichkeit
- Magnetfeldtauglichkeit

Scanner

Als Scanner war ein $\frac{1}{8}$ "-Röhrenpiezo mit einer Elektrodenlänge von 9 mm gewählt worden. Als Spitzenaufnahme diente ein Platin-Iridium-Röhrchen, das zum Einklemmen leicht geknickter Spitzen aus 0.25 mm starkem Pt-Ir-Draht vorgesehen war. Diese konnten mit einer Pinzette leicht gewechselt werden. Der maximale Scanbereich betrug bei Raumtemperatur etwa $3 \times 3 \mu\text{m}^2$.

Linearmotor

Zur Annäherung an die Probe (*coarse approach*) war der Scanner an einem Saphirprisma befestigt. Dieses ist von allen drei Seiten von je zwei Stapeln Scherpiezos gehalten.

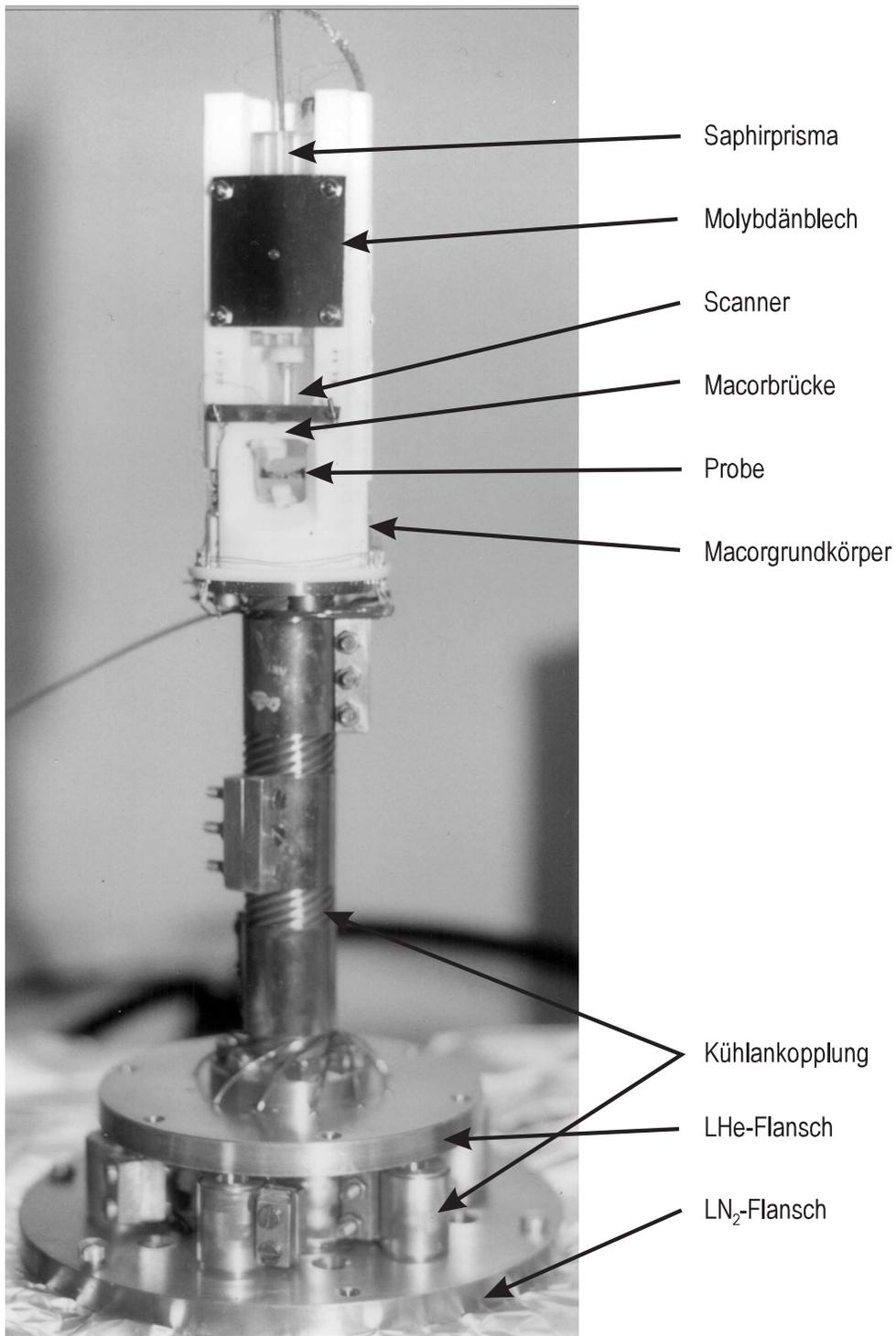


Abbildung 3.7: Das Mikroskop auf seinem Kupfersockel. Die Kühlankopplung der Zuleitungen erfolgt in zwei Stufen. Die beiden Flansche sind nur im ausgebauten Zustand verschraubt und liegen nach dem Einbau des Mikroskops auf LHe- bzw. LN₂-Temperatur. Bei dem Scanner handelt es sich um den damaligen $\frac{1}{8}$ "-Röhrenpiezo.

Für den nötigen Anpressdruck sorgt ein Molybdänblech an der Vorderseite des Mikroskops (vgl. Abb. 3.7). Durch Ansprechen der Scher-Piezos mit einer sägezahnähnlichen Hochspannung (*slip stick modus*) kann das Prisma in z -Richtung bewegt werden. Für einen Hub von 15 mm benötigt es unter ambienten Bedingungen bei $U = 110$ V und $f = 1$ kHz abwärts 27 s und aufwärts 75 s. Das entspricht einer effektiven Einzelschrittweite von 555 bzw. 200 nm.

Rotationsmotor

Unterhalb der Spitze befindet sich eine Saphirwalze für die Aufnahme von 11×11 mm²-Probenträgern. Sie ist an beiden Enden kegelförmig zugeschnitten und ruht dort auf je drei 4er-Stapeln von Scher-Piezos. Der Andruck erfolgt über eine Brücke aus Macor und einen dünnen Molybdänblechstreifen (vgl. Abb. 3.7). Gehalten wird der Probenträger seitlich von zwei Cu-Be-Federn, die ihn von oben auf die Saphirfläche drücken. Die beschriebene Einheit erlaubt nach dem gleichen Prinzip wie beim Linearmotor eine Drehung der Probe um bis zu 270°. Dabei ist es möglich, den mikroskopischen Ort der Probe wiederzufinden.³ Hieraus ergeben sich erhebliche experimentelle Vorteile:

- Die Probe ist zugänglich für das Aufwachsen von Material *in situ*. Dabei kann das Wachstum an einer mikroskopischen Stelle der Probe beobachtet werden.
- Die Probe ist für einen Laserstrahl und damit für MOKE-Messungen zugänglich.
- Trotz der Fixierung des Magnetfeldes in z -Richtung ist die Probe *in plane* magnetisierbar. Zudem können Spitze und Probe unabhängig voneinander magnetisiert werden, da deren relative Stellung variabel ist.

3.4.3 Kühllankopplung

Die thermische Ankopplung des Mikroskops erfolgt über einen Sockel und ein Flansch aus OFHC-Kupfer, das mit der LHe-kalten Bodenplatte des Kryostaten verschraubt wird (vgl. Abb. 3.5 und 3.7). Der untere Flansch wird an der Bodenplatte des Kühlschildes befestigt und ist dann über die Seitenwände des Schildes mit dem LN₂-Reservoir verbunden.

Um den Wärmeintrag der elektrischen Zuleitungen möglichst niedrig zu halten wurden an Stelle von Kupferkabeln VA-Kabel geringen Querschnitts verwendet.⁴ Je zwei Fasern verlaufen in einer Schirmung, als Isolierung dient jeweils Kapton. Die thermische Ankopplung der Zuleitungen vollzieht sich in zwei Stufen: Die Kühlung von Raum- auf LN₂-Temperatur erfolgt über Kupferzylinder, die am unteren Flansch befestigt sind. Die Leitungen verlaufen dort in einem Gewinde und werden von Kupferschellen angedrückt. Die Kühlung auf LHe-Temperatur erfolgt am Kupfersockel auf die gleiche Weise.

³Der Rotationsmotor wurde unter ambienten Bedingungen auf seine Präzision hin überprüft. Dabei ergab sich bei acht Zyklen, bestehend aus der Aufnahme eines Bildes [Au(111)], Zurückziehen der Spitze um 15 mm, Drehung der Probe um 90°, Zurückdrehen der Probe und Wiederannäherung der Spitze, ein maximaler lateraler Versatz von 165 nm zwischen zwei aufeinanderfolgenden Bildern. Dies sind etwa 5% des damaligen Scanbereiches von 3×3 μm².

⁴Stahl hat eine Wärmeleitfähigkeit von 0.2 W/(mK), die von OFHC-Kupfer beträgt 500 W/(mK)

3.4.4 Spitzenpräparation

Die Anforderungen an eine Spitze hängen von der Korrugation der abzubildenden Oberfläche sowie dem Betriebsmodus des Mikroskops ab. Für topographische Aufnahmen rauher Oberflächen sind schlanke Spitzen mit kleinen Öffnungswinkeln notwendig. Bei der Abbildung atomar flacher Schichtmaterialien ist dies dagegen nicht erforderlich. Während atomare Auflösung auf dichtgepackten Metalloberflächen d_{z2} -artige Spitzenzustände und eine entsprechende Kristallstruktur der Spitze erfordert, ist für spektroskopische Untersuchungen eine verrundete Spitze mit einer strukturlosen Zustandsdichte am Fermi-Niveau besser geeignet (vgl. [36]).

Es wurden zwei verschiedene Spitzenmaterialien eingesetzt, eine Platin-Iridium-Legierung und Wolfram. Die Zustandsdichte beider Materialien besitzt am Fermi-Niveau einen hohen Anteil von d -Elektronen.

Die Pt-Ir-Spitzen wurden aus 0.25 mm dickem Platin-Iridium-Draht (90:10) durch schräges Taillieren und anschließendes Reißen mit einem Seitenschneider hergestellt. Dabei kommt es kurz vor dem Abreißen zu einem Fließen des Materials, wodurch sich häufig eine unter einem optischen Mikroskop scharf erscheinende Spitze ausbildet. Die tatsächliche Qualität zeigt sich jedoch erst beim Einsatz im STM. Pt-Ir-Spitzen eignen sich aufgrund ihrer Inertheit besonders für Anwendungen unter ambienten Bedingungen.

Eine reproduzierbarere Methode zur Spitzenpräparation ist das Ätzen. Hierzu wurde das Ende eines 0.75 mm starken Wolframdrahtes mit einer 7 mm langen Isolierung überzogen. Das Drahtende wird dann so in eine gesättigte NaOH-Lösung (8g/100ml) getaucht, das ein kleiner Bereich nicht-isolierten Drahtes mit Flüssigkeit benetzt ist. Mit einem Kohlestab als Gegenelektrode wird eine Wechselspannung von 4–8 V angelegt. Durch den elektrolytischen Ätzprozeß verjüngt sich der Draht, bis das isolierte Ende schließlich herunterfällt. Dabei entstehen feine Mikrospitzen deren Radien mit 10–30 nm kleiner sind als die makroskopisch sichtbare Spitze [11]. Das herabgefallene Ende wird in Wasser gereinigt und kann dann als Spitze eingesetzt werden.

Für die Anwendung an Luft sind Wolframspitzen aufgrund der insbesondere während des Ätzprozesses entstehenden Oxidschicht kaum zu gebrauchen. Im Vakuum besteht dagegen die Möglichkeit zur weiteren Präparation: Zum einen kann durch kurzzeitigen Betrieb des Mikroskops im Feldemissionsbereich, sogenanntes *Pulsen*, ein Materialtransfer von der Spitze auf die Probe verursacht werden. Dies erhöht häufig die Abbildungsqualität der Spitze, was für beide Spitzentypen gleichermaßen gilt. Zum anderen kann die Oxidschicht durch Heizen auf der Elektronenstoßheizung entfernt werden. Dadurch verrundet die Spitze zwar, kann durch Pulsen jedoch erneut geschärft werden.

Für die Präparation magnetischer Spitzen ist die Bedampfung von Wolframspitzen mit Eisen vorgesehen. Um eine gute Haftung des Materials zu gewährleisten, muß die Wolframspitze zunächst durch Heizen gereinigt werden. Anschließend wird mit einem Elektronenstrahlverdampfer eine Fe-Schicht von 5–10 ML aufgebracht. Um die magnetostatische Wechselwirkung möglichst gering zu halten, sind deutlich dickere Beschichtungen zu vermeiden.

3.5 Spitzenwechsel und Transport

Die Durchführung spinpolarisierten Tunnels erfordert aus zwei Gründen das Implementieren eines Spitzenwechselmechanismus. Zum einen sollte das zu untersuchende magnetische System in seinen strukturellen und elektronischen Eigenschaften bekannt sein. Hierzu sind charakterisierende Voruntersuchungen mit nicht-magnetischen Spitzen erforderlich. Zum anderen sind die magnetischen Eigenschaften von Eisen sehr empfindlich auf Kontamination, insbesondere durch Sauerstoff. Die oben geschilderte Präparation einer magnetischen Spitze kann daher nur unter UHV-Bedingungen stattfinden, und auch der Transfer und das Einsetzen der Spitze in das Mikroskop muß *in vacuo* stattfinden.

Bei der Konzeption des Wechselmechanismus war eine Hauptschwierigkeit die Einhaltung verschiedenster Randbedingungen, hervorgerufen durch Design und Abmessungen des Mikroskops, der Kryo-Kammer und des Gesamt-Kammersystems. Insgesamt ergab sich folgendes

Anforderungsprofil:

- schneller und sicherer Wechsel der Tunnelspitze (Wolfram)
- Aufbringen ferromagnetischer Beschichtungen (Fe) in der MBE-Kammer
- Präparation der Spitzen auf der Elektronenstoß-Heizung der Präparationskammer
- möglichst großer Scanbereich in Hinblick auf die Abbildung magnetischer Domänen
- Resonanzfrequenz des Scanners oberhalb 2 kHz
- Betrieb des Mikroskops im Magnetfeld
- Wechsel der Spitzen bei Heliumtemperatur

Der Transfer der Spitzen sollte wie der der Proben durch einen Shuttle stattfinden. Für den eigentlichen Wechselmechanismus kamen **verschiedene Alternativen** in Betracht, die jedoch — bis auf eine — nicht allen Anforderungen entsprachen:

- Bei der einfachsten Variante wechselt man die Wolframspitze direkt, indem man sie mit den Klauen des Manipulatorstabes aus dem Pt-Ir-Röhrchen herauszieht. Zur Erleichterung des Wiedereinsetzens erweitert man das Ende des Röhrchens in einen kleinen Trichter. Diese Variante hat den Vorteil, daß die Spitze ohne einen zusätzlichen Spitzenhalter auskommt, der beim Flashen aufgrund eines hohen Dampfdruckes die Spitze verunreinigen kann. Neben den erheblichen Schwierigkeiten, einen blanken Spitzendraht ohne zusätzlichen Halter zu transferieren und zu präparieren, ist insbesondere die Forderung nach einem schnellen und sicheren Wechsel nicht zu erfüllen, da in der Kryo-Kammer über eine Entfernung von etwa 40 cm operiert werden muß.
- Das Omicron VT-STM ist standardmäßig mit einem Spitzenwechselmechanismus und einem Shuttle für den Transport von Spitzen ausgerüstet. Dabei klemmt die Spitze in einem Halter aus magnetischem Stahl, der am Ende des Scanners von einem Permanentmagneten gehalten wird. Für den Betrieb in hohen Magnetfeldern ist ein solcher Haltemechanismus kaum geeignet: Es ist mit Streufeldern und einer Bewegung des Scanners beim Durchfahren des Magnetfeldes zu rechnen.

- Ein weiterer gebräuchlicher Wechselmechanismus basiert auf einer mechanischen Klemmverbindung. Dabei ist die Spitze senkrecht auf einer Art Probenträger befestigt, der konisch zugeschnitten ist und in eine entsprechende Aufnahme am Scannerende geklemmt wird. Neben der verhältnismäßig großen Masse dieser Konstruktion und der damit einhergehenden Verringerung der Resonanzfrequenz, wirken beim Wechsel der Spitze kaum kontrollierbare Scherkräfte auf das Scannerröhrchen. Scherkräfte sind insbesondere in Hinblick auf einen großen Scanbereich und die damit verbundene Länge des Scannerröhrchens zu vermeiden. Überdies ist bei einer solchen Klemmverbindung der Einfluß von thermisch bedingten Längenänderungen zu berücksichtigen.

Das letztlich realisierte Design geht auf ein Konzept von D. Haude zurück. Die Leitidee ist ein kontrollierter Wechsel der Spitze unter Zuhilfenahme des Linearmotors: Die Aufnahme erfolgt durch das Absenken des Scannerkopfes auf eine in einer kleinen Transporteinheit paßgenau bereitgestellten Spitze.

Die **Spitzenaufnahme** (vgl. Abb. 3.8) am Ende des Scannerröhrchens ist aus einem Zylinder ($d = 3.6$ mm) aus sauerstofffreiem Kupfer gefertigt, in den eine V-Nut (90°) gefräst ist. Auf das abgeflachte Ende ist eine Cu-Be-Feder punktgeschweißt, die in der Mitte der V-Nut für den nötigen Haltedruck sorgt.⁵ Eine solche Konstruktion läßt sich nicht beliebig miniaturisieren und ist für den bisher verwendeten Scanner (Außendurchmesser $OD = \frac{1}{8}$ " = 3.2 mm) bereits zu groß.

Die Wahl fiel daher auf einen $\frac{1}{4}$ "-Scanner ($OD = 6.35$ mm, EBL #4), in den die Spitzenaufnahme versenkt werden kann. Dies ermöglicht eine kompakte Bauweise, mit der man bei gleicher Resonanzfrequenz an Scanbereich gewinnt. Als Scannerlänge wurden 31 mm gewählt, bei einer Elektrodenlänge von 27.5 mm. Daraus ergibt sich rechnerisch bei einer Steuerspannung von 280 V bei Raumtemperatur ein Scanbereich von $10.5 \times 10.5 \mu\text{m}^2$, sowie ein Scannerhub von etwa $1.4 \mu\text{m}$, und mit einem Gewicht der Spitzenaufnahme von etwa 0.8 g eine kleinste Resonanzfrequenz von $f = 2.5$ kHz.⁶ Für LHe-Temperatur ist bei dem verwendeten Scannermaterial von einer Halbierung von Scanbereich und z -Hub auszugehen.

Zur elektrischen Isolation gegenüber der z -Elektrode ist die Aufnahme in eine **Isolierbuchse** aus Macor eingeklebt. Die Buchse wurde auf der Außenseite mit einer metallhaltigen Lösung [41] bestrichen und eine Stunde bei 800°C geheizt. Dadurch entsteht ein metallischer Film, der geerdet wird, und so die Spitzenaufnahme gegenüber kapazitiven Einkopplungen der Hochspannungen an den Scannerelektroden abschirmt. Vor dem Einkleben der Buchse in den Scanner wurde zur elektrischen Isolation die Elektrodenbeschichtung innen und außen auf einer Länge von 1.5 mm entfernt und das Schirmungskabel (z_0) am Boden des Topfes aufgelötet.

Aufgrund der Lage der Piezo-Stapel des Linearmotors im Mikroskop und der für eine Rotation der Probe nötigen Hubbewegung war ein Abstand von 19 mm zwischen der Unterkante des Prismas und dem Ende der Tunnelspitze einzuhalten. Der nun längere Scanner mußte daher im **Prisma** versenkt werden und konnte nicht, wie in der ersten Version, außen aufgeklebt werden. Die dazu erforderliche Bohrung ($d = 7$ mm) wurde für das vorhandene Prisma (15 mm Seitenlänge) als zu groß eingeschätzt, da lediglich eine Wandstärke von

⁵Um eine thermische Relaxation der Haltefeder zu vermeiden, wird die Spitze für die Zeit des Ausheizens der UHV-Kammer aus der Spitzenaufnahme entfernt.

⁶Experimentell wurden $f=2.2$ kHz, sowie ein Scanbereich von $10.3 \times 10.3 \mu\text{m}^2$ festgestellt. Letztere Angabe bezieht sich auf eine Kalibrierung an atomaren Strukturen (HOPG).

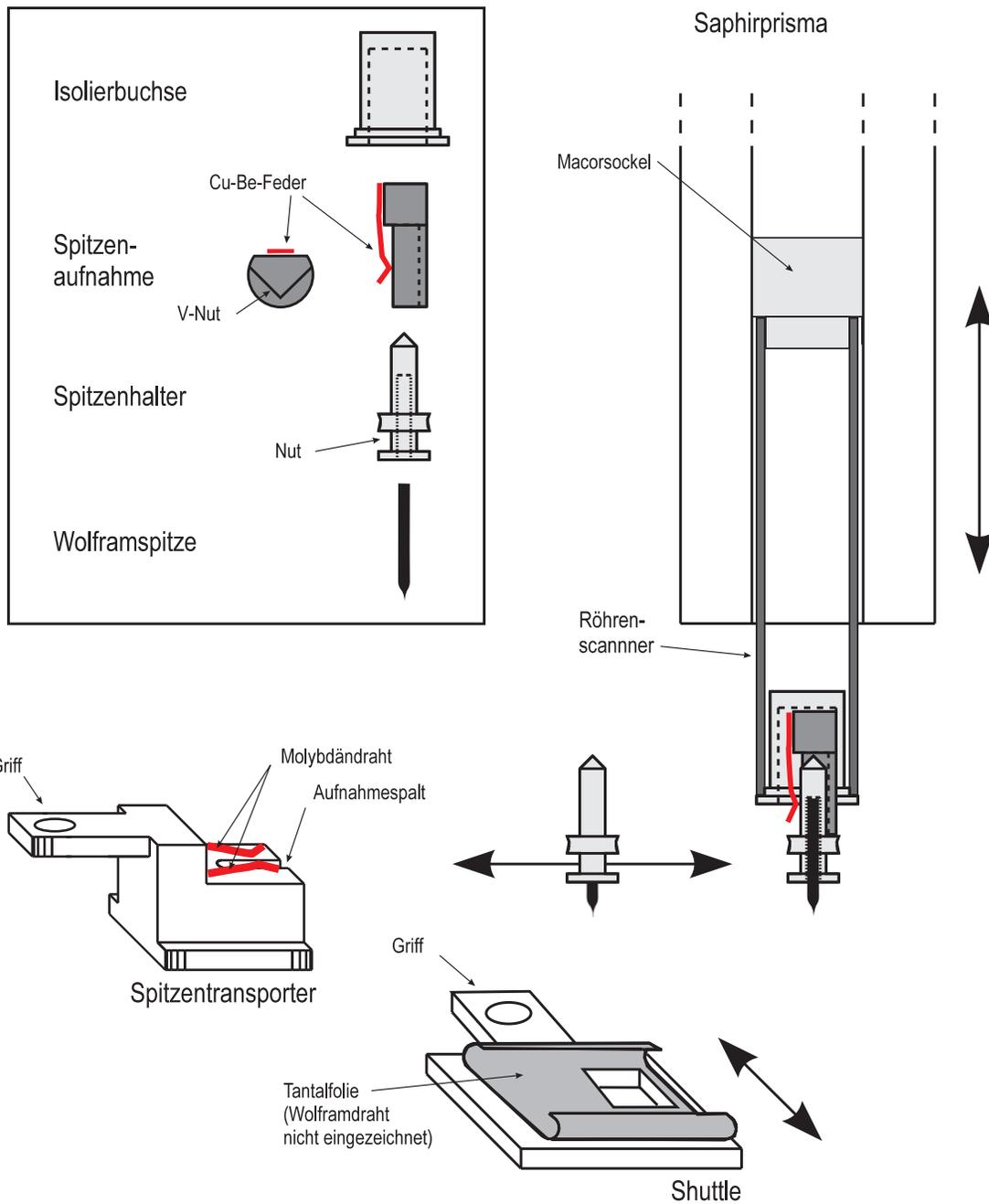


Abbildung 3.8: Der Spitzenwechselmechanismus. Die Wolframspitze klemmt in einem Spitzenhalter aus Molybdän und kann dem Mikroskop mit einem Spitzentransporter entnommen werden. Der Transporter wird wiederum von einem Shuttle aufgenommen, der für den Transport durch die zentrale Transfereinheit des Kammer-systems und für die Aufnahme durch die xyz -Manipulatoren der anderen Kammern angepaßt ist.

0.83 mm verblieben wäre. Das neue Prisma ist bei einer Seitenlänge von 16 mm mit einer zentrischen 7 mm-Bohrung versehen und hat eine minimale Wandstärke von 1.12 mm. Die Verschiebung der Prismaachse aufgrund der größeren Seitenlänge wird von der Asymmetrie der Spitzenaufnahme weitgehend kompensiert, so daß die Tunnelspitze tolerierbare 0.35 mm gegenüber der Achse des Rotationsmotors nach vorne verschoben ist.

Als Verbindung zwischen Scanner und Prisma dient ein **Macorsockel** mit einer Bohrung für elektrische Durchführungen. Vor dem Aufkleben des Sockels auf das Scannerröhrchen wurden 2 mm des Elektrodenmaterials entfernt und die innenliegende Elektrode (z) durch Aufkleben eines Kupferdrahtes in Sockelnähe kontaktiert. Zur exakten zentrischen Fixierung des Scanners während des Einklebeprozesses im Prisma diente eine eigens angefertigte Messinghülse.

Um die Tunnelspitze innerhalb der Vakuumkammer besser handhaben zu können, klemmt sie in einem **Spitzenhalter** aus Molybdän, auf den einerseits die Spitzenaufnahme angepaßt ist, und der andererseits von einem Spitzentransporter aufgenommen werden kann. Der Halter besitzt eine 5 mm lange Bohrung ($d = 0.8$ mm) für die Aufnahme von Wolframdraht der Stärke 0.75 mm. Aufgrund der Härte des Materials war die Anfertigung einer Bohrung für die nächstkleinere erhältliche Drahtstärke (0.5 mm) nicht möglich. Dies ist der begrenzende Faktor für eine weitere Miniaturisierung.

Mit seiner umlaufenden Nut paßt der Halter in den Aufnahmespalt des **Spitzentransporters**. Ein Herausrutschen verhindern zwei Molybdändrähte ($d = 0.3$ mm), die in eine Vertiefung oberhalb der Nut fassen. Diese erzeugen lediglich beim Herein- und Herausschieben des Spitzenhalters einen leichten Druck. Sobald der Spitzenhalter in seiner Position im Transporter sitzt, ist der Federdraht vollständig entlastet. Dadurch wird gewährleistet, daß die Federwirkung beim Heizen nicht verlorenght. Unterhalb des Aufnahmespalt verbleibt eine Höhe von 3 mm, so daß die Tunnelspitze bei einem Sicherheitsabstand von 0.5 mm nicht weiter als 2 mm aus dem Spitzenhalter herausragen sollte. Der Transporter paßt mit seiner Standfläche genau in die Probenaufnahme des Mikroskops und wird dort wie ein Probenhalter von den beiden Cu-Be-Federn gehalten, wobei der Spitzenhalter exakt unterhalb der V-Nut der Spitzenaufnahme positioniert wird. Dabei ist die Gesamthöhe des Transporters inkl. Spitzenhalter durch die Unterkante der Macorbrücke begrenzt (vgl. Abb. 3.7). Um den Spitzenhalter möglichst lang machen zu können, wurde daher der Aufnahmebereich des Transporters abgesenkt. Der Griff muß dagegen eine Mindesthöhe einhalten, da er zum einen für die Klauen des Manipulatorstabes erreichbar sein muß, und zum anderen Gefahr lief, beim Transfer in die xyz -Manipulatoren der anderen Kammern einen bestimmten Stromkontakt zu touchieren.

Als **Shuttle** für den Spitzentransporter dient ein umgearbeiteter Omicron-Probenträger aus Wolfram, in den eine an den Transporter angepaßte Öffnung geschliffen ist. Dadurch wird die Spitze für den direkten Elektronenbeschuß auf der Elektronenstoßheizung ebenso erreichbar wie für den Teilchenstrahl des Verdampfers in der MBE-Kammer. Als Führungsschiene und Haltemechanismus dient eine an den Seiten umgebogene Tantalfolie der Stärke 0.2 mm, die mit Wolframdraht auf den Probenträger gebunden ist. Wolfram- und Molybdänfolie erwiesen sich für diesen Zweck als zu spröde und zu wenig elastisch.

Zum **Heizen der Spitze** wird sie samt Transporter und Shuttle auf der Elektronenstoßheizung positioniert und ist dort dem direkten Elektronenbeschuß ausgesetzt. Aufgrund der Geometrie der Konstruktion und des Feldlinienverlaufs an Spitzen ist anzunehmen, daß

die Spitze dabei deutlich heißer wird als die Elemente aus Molybdän und Tantal. Deren Dampfdrücke sollten daher auch beim Flashen auf 2400 K keine Verunreinigung der Spitze verursachen. Angestrebt war ursprünglich eine Version durchgehend aus Wolfram, was sich jedoch wegen der Sprödigkeit des Materials als unmöglich erwies.

Für das **Einsetzen einer Spitze** von außerhalb der Vakuumkammer ist das Mikroskop über eine Schleuse (*fast entry lock*) erreichbar. Der Transferstab der Verteilerkammer kann den Shuttle dort nach dem Abpumpen der Schleuse und dem Öffnen des Schiebeventils übernehmen und bis direkt vor den Manipulatorstab in der Kryo-Kammer transferieren. Dazu muß aus Platzgründen zuvor das Strahlungsschild des Kryostaten geöffnet werden. Der Transporter wird dann aus dem Shuttle gezogen und nach dem Zurückziehen des Transferstabes in die Probenaufnahme des Mikroskops gesetzt. Durch Absenken des Scanners mit dem Linearmotor gleitet die Spitzenaufnahme über den Spitzenhalter, der beim anschließenden Zurückziehen des Transporters zwischen V-Nut und Cu-Be-Feder festgehalten wird. Der Scanner kann nun zurückgefahren und eine zu untersuchende Probe eingesetzt werden. Da der Spitzenwechsel nicht bei eingesetzter Probe möglich ist, wurden für eine Zwischenlagerung von Probenträgern außen am Kühlschild drei Ablagen montiert, die auch für die Aufnahme von Spitzentransportern geeignet sind.

Das **Herausnehmen einer Spitze** verläuft analog: Die Probe wird entfernt und der Scannerkopf abgesenkt, wobei es auf eine genaue Höhenpositionierung ankommt. Dazu wird über eine Markierung am Sichtfenster die Oberkante der Nut am Spitzenhalter angepeilt und durch Gebrauch des Linearmotor mit einer markanten Stelle des Macorgrundkörpers zur Deckung gebracht. Dieses Verfahren hat sich als erstaunlich zuverlässig erwiesen. Der Transporter wird dann halb in die Aufnahme gesetzt und vorsichtig bis zum Anschlag nachgeschoben. Beim Zurückziehen des Scanners bleibt die Spitze im Transporter zurück. Nun kann der Spitzentransporter mitsamt Spitze aus dem Mikroskop gezogen und an den Shuttle übergeben werden.

Im Prinzip können auch bei der hier vorgestellten Konstruktion **Scherkräfte auf das Piezoröhrchen** auftreten, und zwar durch die Bewegung des Transporters in der Nut des Spitzenhalters bei aufgenommener Spitze. Diese sind jedoch nicht kritisch: Beim Einsetzen des Transporters wird die Nut sehr sicher getroffen. Es besteht ausreichend *Spiel*, und zudem läßt sich der Manipulatorstab sehr dosiert handhaben. Für das Herausziehen des Transporters hat sich gezeigt, daß das Glühen der Spitze in Verbindung mit einer Rauigkeit von Nut und Aufnahmespalt zu einer gewissen Schwergängigkeit führt. Dabei bewährte sich die Sichtbarkeit der Haltefeder, deren Bewegung zugleich als Puffer und Indikator für auftretende Kräfte diente. Die Schwergängigkeit konnte durch eine Vergrößerung des Spiels und Polierung der Oberfläche beseitigt werden.

Die Klauen des **Manipulatorstabes** wurden abgeflacht, um den freien Zugang zum Mikroskop zu ermöglichen (Macorbrücke) und den Griff des Transporters auf dem Shuttle erreichbar zu machen. Zur Sicherung des Transports dient ein Haltedorn, der in die dafür vorgesehenen Bohrungen am Ende der Haltegriffe von Transporter und Probenträger greift.

Kapitel 4

Erste Messungen

Da das Kernstück des Mikroskops inklusive der elektrischen Zuleitungen neu aufgebaut worden war, wurden vor dem Einbau des Mikroskops in die Vakuumkammer einige charakterisierende Test-Messungen unter Umgebungsbedingungen durchgeführt. Dabei war das Mikroskop bereits auf dem beschriebenen Kupfersockel befestigt, der für die Kühllankopplung der elektrischen Zuleitungen sorgt. Von besonderem Interesse war die Frage, ob sich bei der gewählten Länge des Scanners und dem Einsatz des Spitzenwechselmechanismus atomare Auflösung erzielen ließe.

4.1 Au(111)

Als erstes Testsystem diente eine auf einem Glimmer-Substrat aufgewachsene Goldschicht. Glimmer hat monokline Kristallstruktur, ist jedoch in der leicht spaltbaren (100)-Ebene annähernd hexagonal und eignet sich daher zum epitaktischen Aufwachsen von Au(111)-Schichten. Diese bilden eine charakteristische Inselstruktur aus, wobei die Oberflächenrauigkeit mit zunehmender Substrattemperatur aufgrund der erhöhten Beweglichkeit der Au-Teilchen während des Aufdampfprozesses abnimmt [42]. Zu Untersuchungen an Luft ist Gold besonders geeignet, da es chemisch inert ist.

Ein etwa $5 \times 7 \text{ mm}^2$ großes Stück wurde mit einem Skalpell aus einer größeren Probe herausgetrennt und mit leitfähigem Kleber [43] auf einem Probenträger befestigt. Als Spitze wurde eine gerissene Pt-Ir-Spitze eingesetzt. Während der ersten Messungen (Abb. 4.1) befand sich das Mikroskop auf einem Holzpodest, das gegenüber dem Labortisch mit Schaumstoff gedämpft war. Für weitere Aufnahmen (Abb. 4.2) wurde das Mikroskop auf einer Granitplatte aufgebaut, die zur Dämpfung gegenüber Gebäudeschwingungen an vier elastischen Seilen hing. Als Abschirmung gegenüber elektrischen Einkopplungen und Vibrationen aus der Luft diente jeweils ein Aluminiumzylinder, der über das Mikroskop gesetzt und geerdet wurde.

In Abb. 4.1a wurde mit $9 \times 9 \mu\text{m}^2$ nahezu über den maximal möglichen Bereich gescannt. Die Aufnahme ist nachträglich leicht differenziert worden, wodurch eine Art Schatteneffekt entsteht, der Stufenkanten, die in y -Richtung verlaufen, hervorhebt (vgl. Abb. 4.2). Von Interesse bei dieser Aufnahme war die Abbildungsqualität des Mikroskops bei großem Scanbereich und längerer Aufnahmezeit (22 min). Am unteren Bildrand ist das Bild auf-

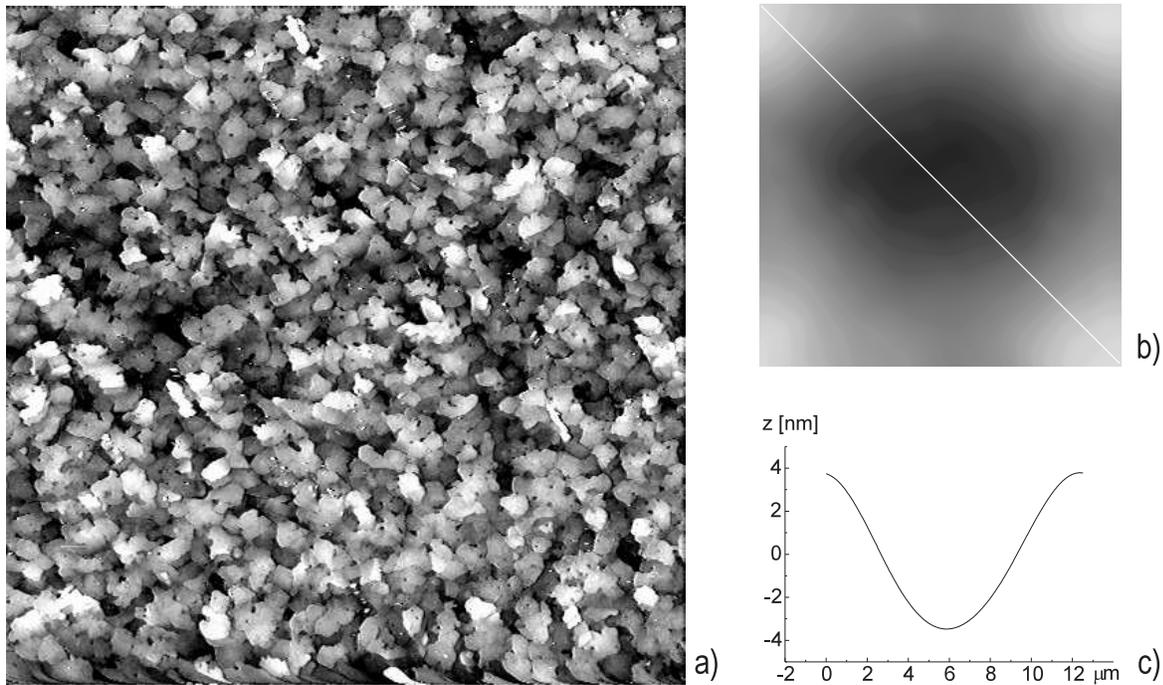


Abbildung 4.1: a) Aufnahme von Au(111), $9 \times 9 \mu\text{m}^2$, $I=295 \text{ pA}$, $U=-745 \text{ mV}$. Das Bild wurde parabolisch gefittet und leicht differenziert. Die Korugation über den gesamten Bildausschnitt beträgt 10 nm (FWHM), bei einer typischen Inselgröße von etwa 500 nm. Am unteren Rand ist das Bild aufgrund des Scannercreeps verzerrt. b) Fourier-gefilterte Rohdaten des gleichen Bildes (extremer Tiefpaßfilter). Der geometrische Effekt des Entferns der Spitze bei einer Verbiegung des Piezoröhrchens wird durch das nicht-lineare Verhalten des Scanners überkompensiert. c) Die Bildfeldwölbung beträgt über die volle Diagonale ($12.7 \mu\text{m}$) etwa 7 nm.

grund des Scannercreeps verzerrt.¹ Die Rohdaten zeigen eine Bildfeldwölbung entsprechend Abb. 4.1b,c. Die aufgrund geometrischer Überlegungen zu erwartende scheinbare Absenkung der Randbereiche wird durch die Nicht-Linearität des Scanner überkompensiert. Der Effekt ist mit 7 nm bei einem Scanbereich von $9 \times 9 \mu\text{m}^2$ vergleichsweise gering.²

Abb. 4.2 zeigt einen etwa $50 \times 50 \text{ nm}^2$ großen Ausschnitt einer anderen Probe Au(111). Deutlich zu erkennen sind in der oberen rechten Ecke mono-atomare Stufenkanten, die sich unter einem Winkel von jeweils 60° schneiden (vgl. Bildausschnitt). Dies ist ein deutlicher Hinweis darauf, daß die abgebildete Oberfläche tatsächlich eine (111)-Orientierung aufweist, da ein fcc-Kristall wie Gold nur in dieser Ebene eine solche sechszählige Symmetrie besitzt. Die Höhe der Stufenkanten (2.35 \AA) ist aus der Literatur bekannt und diente der z -Kalibrierung des Scanners.

¹Bei der verwendeten Software wartet der Scanner vor der Aufnahme eines Bildes in der unteren linken Ecke des Scanbereiches. Startet man aus dieser Position heraus direkt ein Bild, ist die mittlere Position des Scanners in x -Richtung plötzlich in die Bildmitte verschoben, mit dem Effekt, daß der Scanner nach rechts nachkriecht. Die Probe wandert daher scheinbar nach links. Eine solche Verzerrung läßt sich leicht vermeiden, indem man vor Beginn der Aufnahme einige Male die erste Zeile scannt.

²In [38] werden 3 nm für einen $1 \mu\text{m}$ -Scanner angegeben.

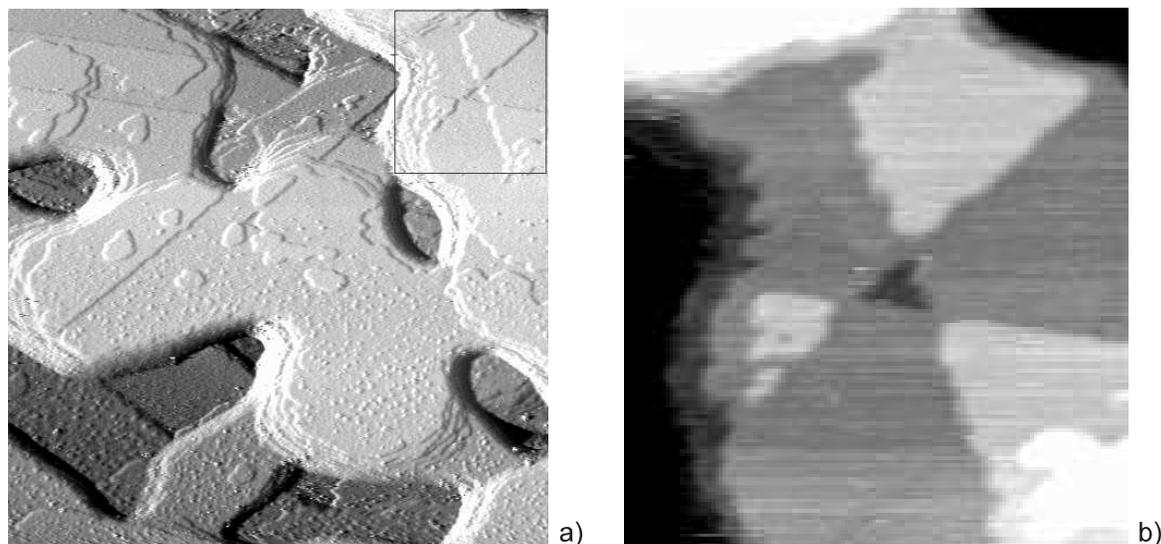


Abbildung 4.2: a) Aufnahme einer anderen Probe Au(111), $\approx 50 \times 50 \text{ nm}^2$, $I=156 \text{ pA}$, $U=500 \text{ mV}$. b) Der Bildausschnitt ($15 \times 15 \text{ nm}^2$) zeigt mono-atomare Stufenkanten, die sich unter einem Winkel von 60° schneiden.

4.2 HOPG

Weitere Testmessungen wurden auf hochorientiertem pyrolytischen Graphit (HOPG) durchgeführt. Hierbei sollte möglichst atomare Auflösung erzielt und die laterale Kalibrierung des Scanners durchgeführt werden.

In seiner stabilsten Form kondensiert reiner Kohlenstoff in hexagonaler Kristallstruktur als Graphit. Es bilden sich dann Schichten kovalent gebundener Kohlenstoffatome, die aufgrund ihrer sp^2 -Hybridisierung eine charakteristische Wabenstruktur ausbilden (Abb. 4.3b). Einzelne Schichten sind entsprechend einer Stapelfolge ABAB... gegeneinander verschoben und durch die schwache Van-der-Waals-Wechselwirkung aneinander gebunden. Aufgrund dieser Stapelung sind benachbarte Kohlenstoffatome innerhalb einer Schicht nicht äquivalent: Während das eine (A) einen Nachbarn direkt unterhalb in der nächsten Schicht besitzt, ist das andere (B) über der Mitte eines Kohlenstoffringes der unteren Schicht positioniert. Es ist daher zu erwarten, daß sich auch die lokale elektronische Zustandsdichte (LDOS) der beiden Plätze unterscheidet. Aus Bandstrukturrechnungen für die LDOS von Graphit nahe der Fermi-Energie ergibt sich für Platz B ein Maximum und für Platz A ein Sattelpunkt, während die LDOS in der Mitte des Kohlenstoffringes ein Minimum besitzt [11]. Statt eines Wabenmusters ergibt sich daher eine hexagonale Struktur, die in der Tat bei STM-Aufnahmen beobachtet wird.

Dazu verwendet man in der Regel nicht natürlich vorkommendes Graphit, sondern das synthetisch hergestellte HOPG. Dieses zeichnet sich durch die Größe seiner Kristallite ($3\text{--}10 \mu\text{m}$) und eine gute c -Achsenorientierung aus. HOPG ist mittels eines Klebestreifens in der Ebene leicht spaltbar und wegen des Fehlens offener Bindungen chemisch kaum reaktiv. Sein Gitter (Periodizität in der Schicht: 2.456 \AA) wird daher häufig als atomarer Eichstandard für STMs und AFMs eingesetzt, die unter Umgebungsbedingungen arbeiten.

Abb. 4.3a zeigt eine solche Aufnahme von HOPG. Als Schwingungsisolierung diente wie-

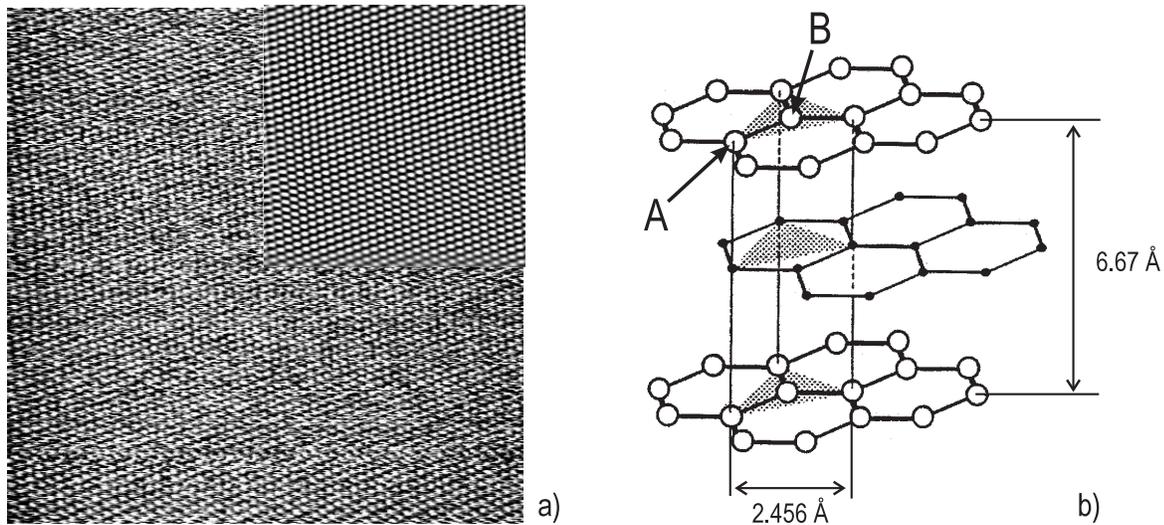


Abbildung 4.3: a) Aufnahme von HOPG, $14 \times 14 \text{ nm}^2$, $I=1.3 \text{ nA}$, $U=-42 \text{ mV}$. Die hellen Maxima entsprechen den B-Plätzen aus dem Strukturmodell. Das Bild wurde im oberen rechten Quadranten Fourier-gefiltert, um die hexagonale Struktur deutlicher hervorzuheben. b) Kristallstruktur hexagonalen Graphits. Die Gitterplätze A und B sind nicht äquivalent. (Abb. 4.3b aus [11])

derum eine elastisch aufgehängte Granitplatte. Deutlich sind die hexagonal angeordneten Maxima zu erkennen, die den B-Plätzen der Kohlenstoffatome entsprechen. Um diese Struktur hervorzuheben, wurde der obere rechte Quadrant so Fourier-gefiltert, daß nur die sechs Spots des Spektrums zum Bild beitragen, die der Kristallperiodizität entsprechen. Es ist eine leichte Verzerrung in diagonaler Richtung festzustellen. In Abb. 4.4a wurde ein kleinerer Bereich von $18 \times 18 \text{ \AA}^2$ aufgenommen und gemittelt über den markierten Bereich eine Korrugation von etwa 2 \AA festgestellt (Abb. 4.4b). Eine solch hohe Korrugation ist ein Hinweis darauf, daß der Abbildungsmechanismus auf Graphit komplizierter ist als oben geschildert. Eine mögliche Erklärung ist eine Korrugationsverstärkung aufgrund von Kraft-

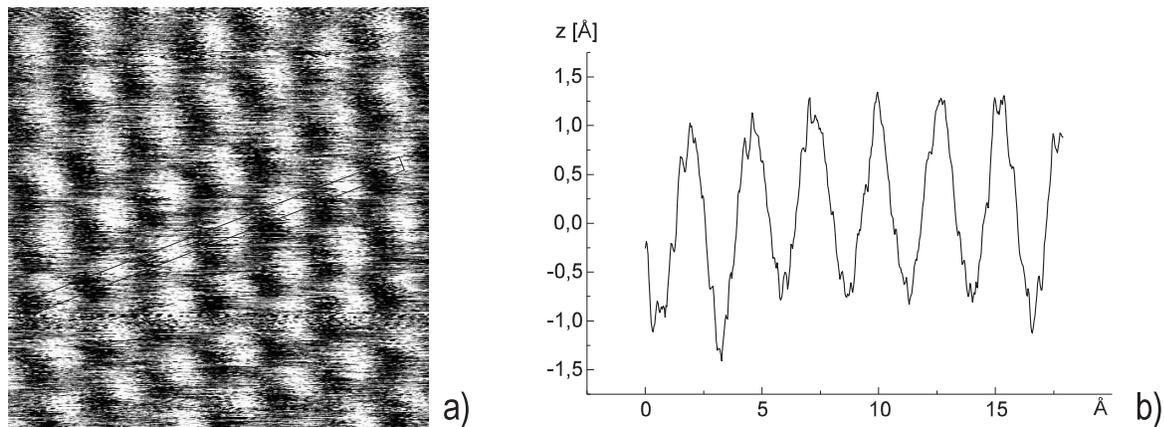


Abbildung 4.4: a) Aufnahme von HOPG, $18 \times 18 \text{ \AA}^2$, $I=1.3 \text{ nA}$, $U=-42 \text{ mV}$, (Rohdaten). b) Gemittelt über den in a) markierten Bereich wurde eine Korrugation von etwa 2 \AA festgestellt.

effekten zwischen Probe und Spitze. Dabei nimmt man an, daß das sehr weiche Graphit bei der Annäherung der Spitze nachgibt, so daß der tatsächliche Abstand geringer ist, als der über die z -Position der Spitze gemessene. Die Deformation der Oberfläche wird dabei möglicherweise über eine Kontaminationsschicht vermittelt [36].

Für die Abbildung von HOPG mit einem *AFM* gibt es bereits Simulationsrechnungen, die die auch hier statt einem Wabenmuster beobachtete hexagonale Struktur auf ein Springen der Spitze zwischen den Vertiefungen in der Mitte der Kohlenstoffringe zurückführen [44].

4.3 W(110)

Erste Messungen bei tiefen Temperaturen wurden an dem als Substrat vorgesehenen Wolfram(110)-Kristall vorgenommen. Dazu wurde das Mikroskop in den Kryostaten eingebaut und die Kryo-Kammer zugeflanscht. Vor dem Abpumpen wurden die elektrischen Zuleitungen überprüft, die Trägheitsmotoren getestet und eine Testmessung auf Au(111) vorgenommen. Aus Zeitgründen wurde auf ein Ausheizen der Kammer verzichtet. Nach dem Einkühlen erreichte die Kryo-Kammer einen nominalen Druck von $p = 2.5 \times 10^{-10}$ mbar. Für den Druck am Probenort ist jedoch aufgrund der umgebenden LHe-kalten Flächen von einem deutlich besseren Wert auszugehen. Für die Temperatur der Probe ist ein Wert um 10 K zu erwarten. Vor den topographischen Aufnahmen in Abb. 4.5 wurde der Kristall wiederholt etwa eine Stunde in einer Sauerstoffatmosphäre von 5×10^{-7} mbar bei 1700 K geheizt und anschließend für wenige Sekunden auf 2500 K gebracht. Das LEED-Beugungsbild entsprach einer

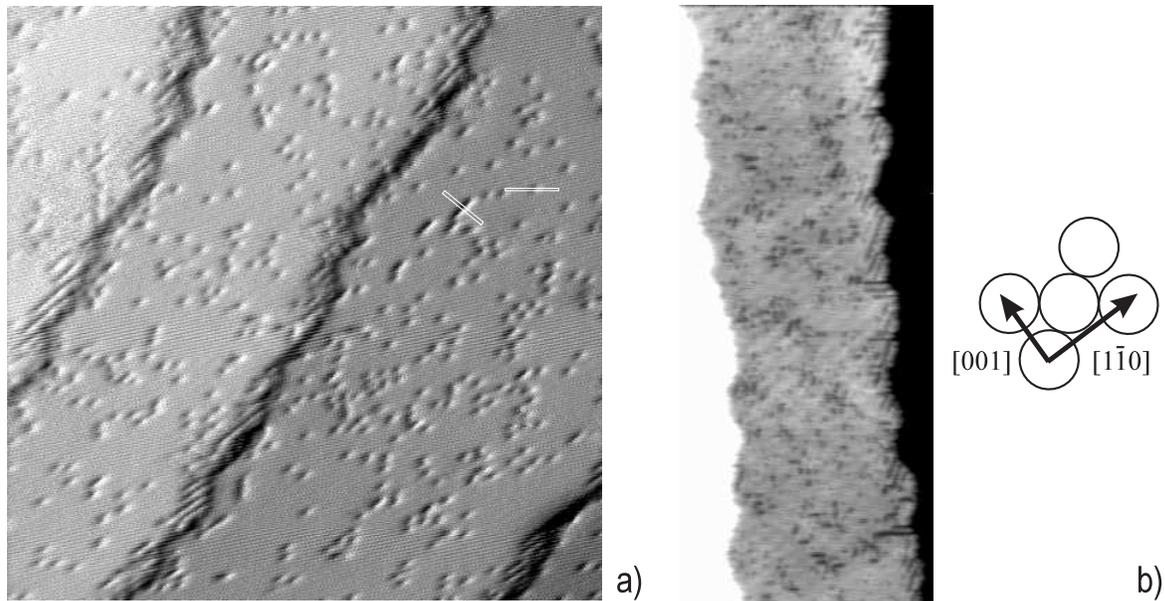


Abbildung 4.5: **a)** Wolfram(110), $30 \times 30 \text{ nm}^2$, $I=747 \text{ pA}$, $U=-373 \text{ mV}$, mit Sauerstoff (2×1) -Rekonstruktionen an den Stufenkanten. Auf den Terrassen sind einzelne O-Atome sowie O-Reihen als Vertiefungen sichtbar. **b)** Wolfram(110)-Terrasse, $19 \times 45 \text{ nm}^2$, $I=100 \text{ pA}$, $U=316 \text{ mV}$. Aufgrund des Winkels zwischen unterschiedlichen Domänen von (2×1) -Rekonstruktionen läßt sich die Orientierung der Wolfram-Oberflächeneinheitszelle bestimmen (rechts). Zum Strukturmodell siehe auch Abb. 4.6a.

nicht-rekonstruierten $\text{bcc}(110)$ -Oberfläche.

Abb. 4.5a zeigt einen $30 \times 30 \text{ nm}^2$ großen Ausschnitt der mono-atomar gestuften Wolfram-Oberfläche. Die aus der Literatur bekannte Höhe der Stufenkanten (2.23 \AA) diente der z -Kalibrierung des Scanners für tiefe Temperaturen. Es zeigte sich wie erwartet eine Verringerung der Sensitivität auf etwa 54%. Das Bild ist in x -Richtung stark differenziert. An den Kanten der Terrassen sind Bereiche zu erkennen, die zueinander parallel verlaufende Vertiefungen aufweisen. Die auf den Terrassen sichtbaren Vertiefungen sind größtenteils punktförmig. Abb. 4.5b zeigt topographische Rohdaten eines $19 \times 45 \text{ nm}^2$ großen Ausschnitts der gleichen Probe. Die gestreiften Bereiche an den Stufenkanten besitzen hier unterschiedliche Orientierungen. Die Rinnen verlaufen entweder entlang der schnellen Scanrichtung (x) oder liegen um $70(\pm 2)^\circ$ verdreht.

Bei den geschilderten Strukturen handelt es sich mit großer Sicherheit um chemisorbierten Sauerstoff. Sauerstoff auf Wolfram(110) ist ein durch LEED-Untersuchungen seit langem bekanntes System und ein Lehrbuchbeispiel für die auf Oberflächen stattfindenden Diffusionsprozesse [45]. Bei Bedeckungen unterhalb einer Monolage verhält sich Sauerstoff wie ein zweidimensionales Gas. In Abhängigkeit von Temperatur T und Bedeckung θ kommt es zur Ausbildung unterschiedlicher Phasen. Hierzu gibt es sowohl LEED-Untersuchungen als auch theoretische Rechnungen.³ Für $\theta < 0.25$ und $T < 400 \text{ K}$ ist die Koexistenz einer gasförmigen Phase mit einer kondensierten (2×1) -Phase zu erwarten. In der (2×1) -Phase sind die O-Atome entsprechend Abb. 4.6a entlang der dichten Reihen des Wolfram-Substrats angeordnet. Dabei nehmen sie die dreifach-koordinierten *hollow sites* ein. Der Winkel zwischen den beiden möglichen Ausrichtungen beträgt 70.5° , in guter Übereinstimmung mit dem gemessenen Wert. Hierdurch ist die Orientierung der Wolfram-Oberflächeneinheit zelle festgelegt (Abb. 4.5b, rechts). Aus STM-Untersuchungen ist bekannt, daß die Kondensation der (2×1) -Phase an den Stufenkanten beginnt [47]. Dies ist genau die in Abb. 4.5 abgebildete Situation.

Eine Schwierigkeit bei der Interpretation der Aufnahmen bestand darin, daß keine atomare Auflösung erzielt wurde, und daher kein Eichmaßstab für die laterale Richtung zur

³Entsprechende Phasendiagramme findet man in [45] oder [46].

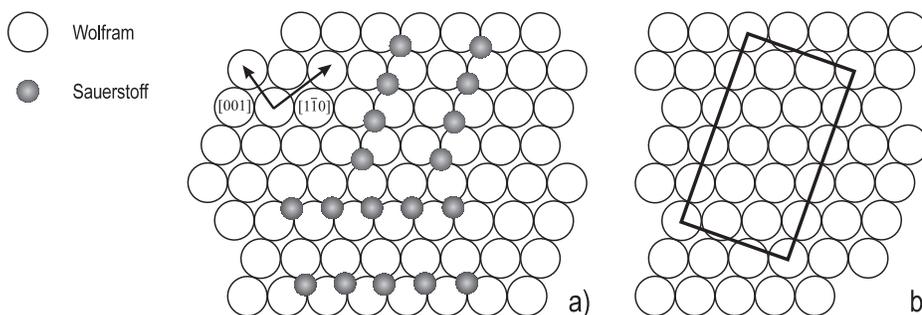


Abbildung 4.6: a) Strukturmodell für $W(110) p(2 \times 1)$ -O. Die Sauerstoffatome nehmen die dreifach koordinierten Plätze (*hollow sites*) ein, und sind entlang der *dichten* Reihen des Substrats orientiert. Der Winkel zwischen unterschiedlich orientierten Domänen beträgt 70.5° , der Abstand zwischen einzelnen O-Reihen 5.16 \AA . b) Zum Vergleich die Einheitszelle der kleinsten Kohlenstoff-Rekonstruktion $R(15 \times 3)$

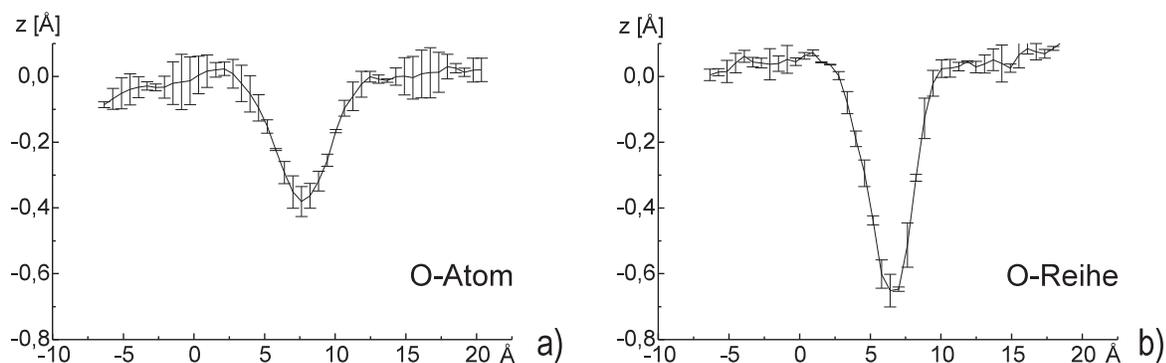


Abbildung 4.7: Linienprofile entsprechend der in Abb. 4.5 markierten Bereiche; gemittelt wurde über wenige Scanlinien. **a)** Profil eines isolierten Adsorbat-Atoms. Höhe und Breite sind in guter Übereinstimmung mit STM-Daten von O auf Pd(111). **b)** Die Korrugation einer O-Reihe ist signifikant höher.

Verfügung stand. Genaue Abstandsmessungen konnten daher zunächst nicht durchgeführt werden. Die Temperaturabhängigkeit der Scannersensitivität ist jedoch auf die des piezoelektrischen Koeffizienten d_{31} zurückzuführen, und diese geht entsprechend Kap. 3.4.1 sowohl linear in $\Delta x(y)$ als auch in Δz ein. Es wurde daher angenommen, daß sich die laterale Sensitivität im gleichen Maße wie die vertikale ändert.⁴ Dies führt zur Übereinstimmung mit [48] (Reduktion auf 56% des Scanbereiches) und liefert im Rahmen der Meßgenauigkeit den richtigen Wert für den Abstand benachbarter O-Reihen. Kohlenstoff ist als Ursache der beobachteten Rekonstruktion auszuschließen. Die kleinste bekannte Kohlenstoffrekonstruktion auf W(110) (Abb. 4.6b) hat eine deutlich zu große Einheitszelle und überdies ein anderes Erscheinungsbild [49]. Der Sauerstoff ist vermutlich beim *Flashen* des Kristalls nicht vollständig entfernt worden. Zur Präparation der reinen Wolframoberfläche sollte der Kristall daher entweder länger oder bei höherer Temperatur geheizt werden. Daß sich unter den Adsorbat-Atomen der Gasphase auch andere Substanzen aus dem Restgas befinden, ist nicht mit Sicherheit auszuschließen.

Obwohl sich die Sauerstoffatome *auf* der Oberfläche befinden und somit geometrisch und in ihrer energie-integrierten Ladungsdichte eine Erhebung darstellen, werden sie als Vertiefung abgebildet. Dies ist ein Effekt, der im allgemeinen für kleine elektronegative Adsorbat-Atome auf Metalloberflächen erwartet wird, und auf eine lokale Verringerung der Zustandsdichte am Fermi-Niveau zurückzuführen ist [50]. Die gemessene Korrugation und Breite isolierter O-Atome (Abb. 4.7a) befindet sich in guter Übereinstimmung mit theoretischen Rechnungen sowie STM-Daten von Sauerstoff auf Pd(111) [51]. Die Streuung der Werte ist allerdings aufgrund der Größe des Gesamt-Bildbereiches relativ groß. Linienprofile von O-Reihen zeigen eine signifikant höhere Korrugation (Abb. 4.7b).

Zur Zeit der Aufnahmen war das Auflösungsvermögen des Mikroskops aus zwei Gründen begrenzt. Zum einen deutete eine Überprüfung der Kapazitäten der Scannerelektroden direkt nach den Aufnahmen, jedoch noch im eingekühlten Zustand des Mikroskops, auf eine Unterbrechung in der z_0 -Zuführung hin. Dies konnte nach dem Öffnen der UHV-Kammer

⁴Insgesamt ergeben sich so folgende Werte für die Sensitivitäten, angegeben in nm/V *pro Elektrode*: 300 K: 18.42 (x, y), 4.40 (z); 10 K: 10.03 (x, y), 2.40 (z).

bestätigt werden. Die Tunnelspitze war also vermutlich schon während der Aufnahmen nicht gegenüber den Hochspannungen an den Scannerelektroden abgeschirmt. Zum anderen zeigten sich im Tunnelstrom Oszillationen von $f = 180$ Hz, die in Abb. 4.5a als diagonal verlaufende Streifen zu sehen sind (maximale Korrugation $\Delta z = 0.2 \text{ \AA}$). Die Oszillationen verschwanden bei einem Trockenfallen des Stickstoffreservoirs, sind also auf das Sieden des Stickstoffes zurückzuführen. Die Behebung dieser Einschränkungen läßt für zukünftige Messungen eine deutlich verbesserte Abbildungsqualität sowie ein höheres Auflösungsvermögen erwarten.

Zusammenfassung und Ausblick

Während meiner Diplomarbeit habe ich einen Spitzenwechselmechanismus entwickelt und in ein bestehendes Mikroskop integriert. Dabei wurde der Scanbereich des Mikroskops auf etwa $5.5 \times 5.5 \mu\text{m}^2$ bei tiefen Temperaturen erweitert. Die Charakterisierung des Mikroskops erfolgte zunächst unter ambienten Bedingungen an Goldfilmen und an HOPG. Auf HOPG konnte dabei atomare Auflösung erzielt werden. Es folgte die Installation eines Helium-Badkryostaten in eine neue UHV-Kammer, der Einbau des Mikroskops in den Kryostaten, sowie die Anbindung der Kammer an das bestehende Vakuumsystem. Für den Transport von Proben und Spitzen zwischen den einzelnen Kammern wurde jeweils ein Shuttle entwickelt. Der als Substrat vorgesehene Wolfram(110)-Kristall wurde präpariert und bei 10 K mikroskopiert. Vorhandene Adsorbat-Atome konnten als Sauerstoff identifiziert werden. Ferner wurde ein Elektronenstrahlverdampfer aufgebaut, der für das Aufwachsen von Filmen auf das Substrat oder zum Beschichten von Tunnelspitzen mit ferromagnetischem Material eingesetzt werden kann. Zusammenfassend wurden alle Vorbereitungen für die Durchführung spinpolarisierter Rastertunnelmikroskopie und -spektroskopie mit magnetischen Spitzen getroffen.

Nach einer Verbesserung des Auflösungsvermögens durch die Beseitigung des Stickstoffsiedens⁵, sollte zunächst das Verhalten des Mikroskops bei einem Betrieb im Magnetfeld untersucht werden. Anschließend können die ersten spinaufgelösten Messungen folgen. Hierbei gibt es eine Reihe interessanter Fragestellungen und Systeme. Analog zu den in Kap. 2.2.4 vorgestellten SP-STs-Untersuchungen von Gadolinium auf W(110) sind zunächst spinpolarisierte Messungen von Terbium auf W(110) vorgesehen. Hierzu existieren innerhalb der Arbeitsgruppe bereits Voruntersuchungen. Ein bekanntes Testsystem für spinpolarisierte Messungen stellt ferner die Chrom(001) Oberfläche dar (vgl. Kap. 2.2.3). Diese bietet sich zudem als Substrat für die Untersuchung magnetischer Schichtsysteme (Cr-Fe-Cr) an, und ist ein möglicher Kandidat für die Abbildung von Spinwellen.

⁵Hierzu ist vorgesehen, das Stickstoffreservoir bis zur Kondensation des Stickstoffs bei 126 mbar (63.15 K) zu evakuieren.

Literaturverzeichnis

- [1] G. Binnig und H. Rohrer; *Helv. Phys. Acta* **55**, 726 (1982).
- [2] R. Wiesendanger, I. V. Shvets, D. Bürgler, G. Tarrach, H.-J. Güntherodt, J. M. D. Coey; *Z. Phys. B* **86**, 1 (1992).
- [3] Y. Manassen, R. J. Hamers, J. E. Demuth, A. J. Castellano, Jr.; *Phys. Rev. Lett.* **62**, 2531 (1989).
- [4] J. Bardeen; *Phys. Rev. Lett.* **6**, 57 (1961).
- [5] J. Tersoff und D. R. Hamann; *Phys. Rev. Lett.* **50**, 1998 (1983).
- [6] C. J. Chen; *Phys. Rev. Lett.* **65**, 448 (1990).
- [7] R. J. Hamers; *Annu. Rev. Phys. Chem.* **40**, 531 (1989).
- [8] V. A. Ukraintsev; *Phys. Rev. B* **53**, 11176 (1996).
- [9] R. Zeller; *Bandmagnetismus I*, 24. IFF-Ferienkurs (1993).
- [10] F. Bitter; *Phys. Rev.* **38**, 1903 (1931).
- [11] R. Wiesendanger; *Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy, Methods and Applications*; Cambridge, New York, Cambridge University Press (1994).
- [12] J. Kerr; *Phil. Mag. and J. of Sci. S. 5.* **3**, No. 19 (1877).
- [13] A. Hubert; *Kerroskopische Mikroskopie*, 24. IFF-Ferienkurs (1993).
- [14] U. Hartmann; *J. Mag. Mag. Mat.* **157**, 545 (1996).
- [15] J. Kirschner in A. Howie, U. Valdré; *Surface and Interface Characterization by Electron Optical Methods*; New York, London, Plenum Press, New York (1988).
- [16] D. T. Pierce; *Phys. Scripta* **38**, 291 (1988).
- [17] S. F. Alvarado; *Phys. Rev. Lett.* **75**, 513 (1995).
- [18] Y. Suzuki, W. Nabhan, K. Tanaka; *Appl. Phys. Lett.* **71**, 3153 (1997).
- [19] J. C. Slonczewski; *Phys. Rev. B* **39**, 6995 (1989).
- [20] H. J. Reittu; *J. Phys. Condens. Matter* **6**, 1847 (1994).

- [21] I. Giaever, K. Megerle; Phys. Rev. **122**, 1101 (1961).
- [22] R. Young, J. Ward, F. Scire; Phys. Rev. Lett. **27**, 922 (1971).
- [23] P. M. Tedrow, R. Meservey; Phys. Rev. Lett. **26**, 192 (1971).
- [24] P. M. Tedrow, R. Meservey; Phys. Rev. B **7**, 318 (1973).
- [25] M. Julliere; Phys. Lett. A **54**, 225 (1975).
- [26] S. Blügel, D. Pescia, P. H. Dederichs; Phys. Rev. B **39**, 1392 (1989).
- [27] R. Wiesendanger, H.-J. Güntheroth, G. Güntheroth, R. J. Gambino, R. Ruf; Phys. Rev. Lett. **65**, 247 (1990).
- [28] M. Bode, M. Getzlaff, R. Wiesendanger; Phys. Rev. Lett. **81**, 4256 (1998).
- [29] M. Henzler, W. Göpel; *Oberflächenphysik des Festkörpers*; Stuttgart, B. G. Teubner Stuttgart (1991).
- [30] C. Witt; Diplomarbeit, Universität Hamburg (1996).
- [31] C. Witt; U. Mick, M. Bode, R. Wiesendanger; Rev. Sci. Instr. **68**, 1455 (1997).
- [32] M. Bode; Dissertation, Universität Hamburg (1996).
- [33] H. Frey, R. A. Haefler; *Tieftemperaturtechnologie*; Düsseldorf, VDI-Verlag (1981).
- [34] O. Pietzsch; Diplomarbeit, Universität Hamburg (1997).
- [35] Oxford Instruments, D-65205 Wiesbaden.
- [36] C. J. Chen; *Introduction to Scanning Tunneling Microscopy*; New York, Oxford, Oxford University Press (1993).
- [37] <http://www.park.com>.
- [38] C. Oldorf; Diplomarbeit, Universität Hamburg (1994).
- [39] S. Pan; International Patent Application Number PCT/GB93/00539.
- [40] M. Rost; Diplomarbeit, Universität Bonn (1996).
- [41] Thick Film Conductor Composition, Du Pont.
- [42] M. E. Bernasconi; Doktorarbeit, Universität Basel (1994).
- [43] EPO-TEK 417, Polytec GmbH, D-76337 Waldbronn.
- [44] H. Hölscher, U. D. Schwarz, O. Zwörner, R. Wiesendanger; Phys. Rev. B **57**, 2477 (1998).
- [45] A. Zangwill; *Physics at Surfaces*; Cambridge, New York, Cambridge University Press (1988).

- [46] P. K. Wu, M. C. Tringides, M. G. Lagally; *Phys. Rev. B* **39**, 7595 (1989).
- [47] K. E. Johnson, R. J. Wilson, S. Chiang; *Phys. Rev. Lett.* **71**, 1055 (1993).
- [48] C. Wittneven; Doktorarbeit, Universität Hamburg (1998).
- [49] M. Bode, R. Pascal, R. Wiesendanger; *Surf. Sci.* **344**, 185 (1995).
- [50] N. D. Lang; *Comments Cond. Mat. Phys.* **14**, 253 (1989).
- [51] I. S. Tilinin, M. K. Rose, J. C. Dunphy, M. Salmeron, M. A. Van Hove; *Surf. Sci.* **418**, 511 (1998).

Danksagung

Ich möchte an dieser Stelle die Gelegenheit nutzen und all jenen meinen Dank aussprechen, die mich während des vergangenen Jahres unterstützt und so zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Professor R. Wiesendanger hat mich mit einer Diplomarbeit über ein sehr spannendes Thema betraut. Die apparativen und logistischen Voraussetzungen hätten nicht besser sein können.

Matthias Bode und Oswald Pietzsch waren und sind ein erstklassiges Betreuerenteam. Von verwaltungstechnischen Dingen über das Fräsen und Drehen bis zu speziellen Tricks der Rastertunnelmikroskopie und UHV-Technik haben sie mich mit allem notwendigen Handwerkszeug versehen.

Auch Mathias Getzlaff, René (Don) Pascal und Christoph Zarnitz waren für mich stete Quellen der Weisheit. Die gute Atmosphäre in der Gruppe war zudem häufig der einzige Grund für die mittäglichen Besuche der Postkantine.

Den übrigen Mitgliedern der Arbeitsgruppe, insbesondere Daniel Haude, Markus Morgenstern, Michael Dreyer und Hendrik Hölscher, sei gedankt für die vielen Informationen und Hinweise durch Gespräche auf dem Flur, an den Alphas oder im Labor.

Prof. L. C. Silva dos Santos danke ich für erhellende Diskussionen über Wolfram *Einhundertzehn*.

Zu guter letzt möchte ich meinen Eltern Rainer und Regine danken, für ihr Vertrauen und für ihre Großzügigkeit.

Erklärung

Hiermit versichere ich, daß ich diese Arbeit selbständig und unter ausschließlicher Verwendung der angegebenen Quellen angefertigt habe.

Hamburg, den 25. Januar 1999

André Kubetzka