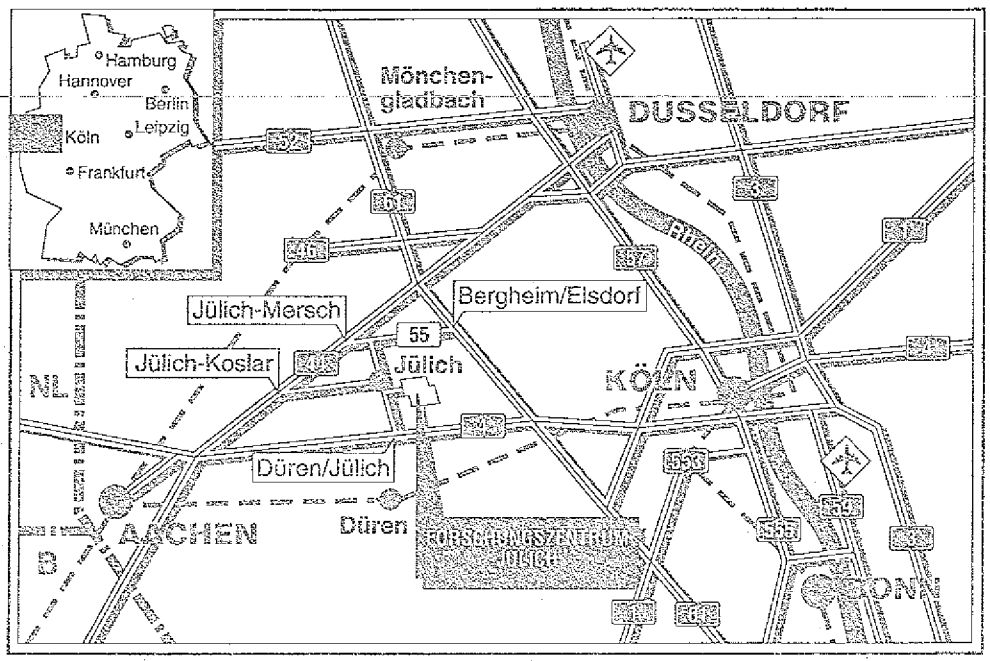
FORSCHUNGSZENTRUM JÜLICH GmbH KFA

Institut für Schicht- und Ionentechnik

Kalibrierung von Piezo-Stellgliedern für die Rastersondenmikroskopie

Norbert Kraus



Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 2483
ISSN 0366-0885
Institut für Schicht- und Ionentechnik Jül-2483

Zu beziehen durch: Forschungszentrum Jülich GmbH · Zentralbibliothek
Postfach 1913 · D-5170 Jülich · Bundesrepublik Deutschland
Telefon: 02461/61-6102 · Telefax: 02461/61-6103 · Telex: 833556-70 kfa d

Kalibrierung von Piezo-Stellgliedern für die Rastersondenmikroskopie

Norbert Kraus

Kurzfassung

Das 1982 von BINNIG und ROHRER erfundene Raster-Tunnel-Mikroskop (RTM), für das sie 1986 mit dem Physik-Nobelpreis ausgezeichnet wurden, hat eine Entwicklung verschiedener neuer Raster-Sonden-Mikroskope eingeleitet. Mit ihrer Hilfe ist es heutzutage möglich, bis auf atomare Bereiche hinab Strukturen abzubilden, spektroskopische Daten zu erhalten und Kräfte zu messen. Das Prinzip beim RTM ist es, eine feine Spitze so nahe an eine elektrisch leitende Probe zu bringen, daß ein messbarer Tunnelstrom fließt, und die Probe dann zeilenweise abzurastern. Zur Positionierung für die Spitze wird bei den meisten Raster-Sonden-Mikroskopen ein Piezo-Stellglied verwendet, welches laterale Auslenkungen im Sub-Angström-Bereich erlaubt. Diese Art von Stellgliedern besitzt aber einige nachteilige Effekte wie Hysterese-Erscheinungen und Kriechbewegungen, welche materialabhängig sind. Um genau positionieren zu können, müssen diese verschiedenen Abhängigkeiten bekannt sein.

Diese Arbeit beschäftigt sich mit der Kalibrierung eines Piezo-Stellgliedes, beispielhaft mit dem Piezo-Röhrchen EBL#2 der Firma EBL Company aus dem Material PZT-5A. Dazu werden erst einmal Betrachtungen zur Tunnel- und zur Ansteuer-Elektronik gemacht und dazu Kennlinien aufgenommen. Es zeigt sich, daß diese innerhalb gewisser Grenzen ein gewünschtes lineares Verhalten zeigen und kaum Randeffekte aufweisen. Die Kalibrierung des Stellgliedes selbst erfolgt anhand von Proben mit genau bekannten Gitterkonstanten. Dies sind im einzelnen: die Graphit-Probe HOPG (highly oriented pyrolytic graphite) mit einer lateralen Gitterkonstante von 2.456 Å , das biologische Protein HPI mit einer hexagonalen Gitterkonstante von 18 nm und die CD-Stempel-Matrix mit Pits einer Höhe von 130 nm.

Die Auslenkungskonstanten der drei Raumrichtungen, die das Verhältnis von Verstellweg des Piezos zu angelegter Spannung darstellen, betragen hier nach erfolgter Kalibrierung im einzelnen

für atomare Bereiche:	$C_x = (5.21 \pm 0.18)$ nm/V ; $C_y = (7.12 \pm 0.70)$ nm/V
für Strukturen > 10nm:	$C_x = (6.17 \pm 0.34)$ nm/V ; $C_y = (8.07 \pm 0.61)$ nm/V
für beide Bereiche:	$C_z = (3.86 \pm 0.34)$ nm/V .

Mit Hilfe dieser Konstanten ist es jetzt möglich, Aussagen über die Größenordnungen neuer Proben zu treffen. Die Länge der Spitze geht bei der Berechnung der lateralen Auslenkungskonstanten ein. Berücksichtigt man dies, so erhält man theoretische Werte, deren Größe vergleichbar mit den experimentell ermittelten Werten ist.

Inhaltsverzeichnis

1. Das Raster-Tunnel-Mikroskop

Die Entwicklung in der Technik geht im Zuge der Miniaturisierung zu immer kleineren Strukturen. Dies macht hochauflösende Untersuchungsmethoden nötig, die bis auf atomare Bereiche hinab gute Ergebnisse bringen können. Dazu entwickelten BINNIG und ROHRER [1.1] 1982 das Raster-Tunnel-Mikroskop (RTM), und sie erreichten damit im Ultrahochvakuum bei Verwendung von sauberen Spitzen atomare Auf- lösung auf elektrisch leitenden Proben. Später erkannte man, daß die Messungen auch an Luft und in Flüssigkeiten durchgeführt werden können [1.2]. Bei Untersuchungen von Graphit-Proben an Luft wurden Strukturüberhöhungen entdeckt [1.3, 1.4], die man als Wechselwirkungen zwischen Spitze und Probe interpretierte. Dies inspirierte BINNIG dazu, 1986 das erste Raster-Kraft-Mikroskop (RKM) [1.5, 1.6] zu entwickeln, mit dem diese Kräfte wie auch magnetische oder elektrostatische, gemessen werden können. Mit den verschiedenen Raster-Sonden-Mikroskopen [1.7] ist es jetzt möglich, eine Vielzahl von bisher nicht oder nur schwierig untersuchbaren Objekten abzubilden, wie z.B. biologische Strukturen [1.8] (z.B. DNS) oder Proben mit atomaren Abmessungen.

1.1 Aufbau und prinzipielle Funktionsweise

Das zugrunde liegende Prinzip bei den Messungen mit Raster-Sonden-Mikroskopen ist folgendes:

Zwischen einer speziell präparierten Spitze (siehe Kap. 1.3) und der zu untersuchenden Probe (atomare Struktur bis Struktur im μm-Bereich), welche elektrisch leitend sein muß, wird eine Spannung, die sogenannte Tunnelspannung, angelegt, welche 1 mV bis 2 V betragen kann [1.9]. Normalerweise ist der Abstand zwischen Spitze und Untersuchungsobjekt so groß, daß bei diesen Spannungen kein Strom fließt. Nähert man die Spitze bis auf wenige Atomdurchmesser ($d \leq 1$ nm) an [1.4], so kommt es zum Tunneleffekt [1.4, 1.9, 1.10, 1.11]: Aufgrund ihres Wellencharakters können die Elektronen den Potentialwall der Austrittsarbeit überwinden, wodurch ein meßbarer Tunnelstrom (Größenordnung einige 100 pA bis nA) fließt. Dieser folgt der Abhängigkeit

$$I \sim e^{-2\kappa d} .$$

Dabei ist I der Tunnelstrom, d der Abstand zwischen Spitze und Probe und κ die Abklingkonstante der Wellenfunktion in der Barriere [1.9]. Man erkennt den exponentiellen Zusammenhang zwischen Strom und Abstand: Typischerweise ändert sich der Strom um drei Größenordnungen [1.4], wenn der Abstand um nur einen Atomdurchmesser variiert wird. Daher trägt praktisch nur das vorderste Atom der Tunnelspitze den Tunnelstrom, weswegen man die Tunnelmikroskopie zu den Nahfeldmethoden zählt. Die experimentell erreichbare, laterale Auflösungsgrenze liegt dabei im Sub-Angströmbereich, die vertikale Grenze etwa zwei Größenordnungen niedriger als die laterale.

Genau genommen mißt man bei der Raster-Tunnel-Mikroskopie nicht die topografischen Eigenschaften einer Struktur, sondern, folgernd aus der Tatsache, daß diese Tunnelprozesse zwischen gebundenen elektronischen Zuständen gleicher Energien in Oberfläche und Spitze stattfinden, deren elektronische Eigenschaften [1.4]. Diesen Mechanismus nutzt man zu spektroskopischen Untersuchungen von Probeneigenschaften. Dabei werden lokal Strom-Spannungs-Kennlinien aufgenommen.

Zu tunnelmikroskopischen Messungen wird die Spitze mit Hilfe eines geeigneten Stellgliedes zeilenweise über einen rechteckigen Probenausschnitt geführt. Besonders gut eignen sich dazu piezoelektrische Stellglieder (siehe Kap. 1.2) [1.12], mit denen die erforderlichen Auslenkungen realisiert werden können. Die Koordinaten werden dabei wie folgt festgelegt: x und y als laterale Auslenkungen entlang der Probenoberfläche und z als darauf senkrecht stehende Koordinatenachse. Man unterscheidet zwei Meßmethoden [1.7]:

a) Konstant-Flughöhen-Modus: (Abb. 1.1a) Hierbei wird die vertikale Auslenkung z konstant gehalten, und man mißt den sich ändernden Tunnelstrom. Diese Methode ist sehr schnell und eignet sich für Echtzeit-Aufnahmen [1.9], hat aber folgende Nachteile: Bei großen Höhenunterschieden in der Struktur oder bei Neigungen der Probe kann es zu einem Kontakt zwischen Spitze und Probe kommen. Außerdem werden, ausgehend von einer Bezugshöhe, Tiefen anders dargestellt als Höhen: Wegen des exponentiellen Strom-Abstand-Zusammenhangs werden Erhebungen stark überhöht dargestellt, was zu den schmalen Peaks im Bereich der Atomrümpfe in Abb. 1.1a führt. In höher liegenden Schichten fallen die Überhöhungen stärker aus [1.7].

b) Konstant-Tunnelstrom-Modus: (Abb. 1.1b) Im Gegensatz zu obiger Methode wird hier durch eine Tunnelelektronik, welche zur Hauptsache aus einem PI-Regler besteht (siehe Kap. 2.1), der Strom konstant gehalten. Man stellt einen bestimmten

Arbeitspunkt der Strom-Abstand-Kennlinie ein, wodurch gewährleistet wird, daß der Abstand zwischen Probe und Spitze konstant bleibt. Dies hat den Vorteil, daß große Höhendifferenzen (je nach Stellglied und Elektronik mehrere 10 nm) bewältigt werden können, falls der Regler schnell genug arbeitet. Ein entscheidender Nachteil ist aber, daß durch das Hinzukommen der Regelung die Scangeschwindigkeit des RTM's herabgesetzt wird: die Zeit für eine Aufnahme liegt im Minutenbereich statt bei vorheriger Methode im Sekundenbereich. Dies ist aber in vielen Anwendungsfällen von untergeordneter Bedeutung, da meist stationäre Vorgänge beobachtet werden sollen. Die Untersuchungen in dieser Arbeit sind wegen oben genannter Vorteile ausschließlich im Konstant-Tunnelstrom-Modus erfolgt.

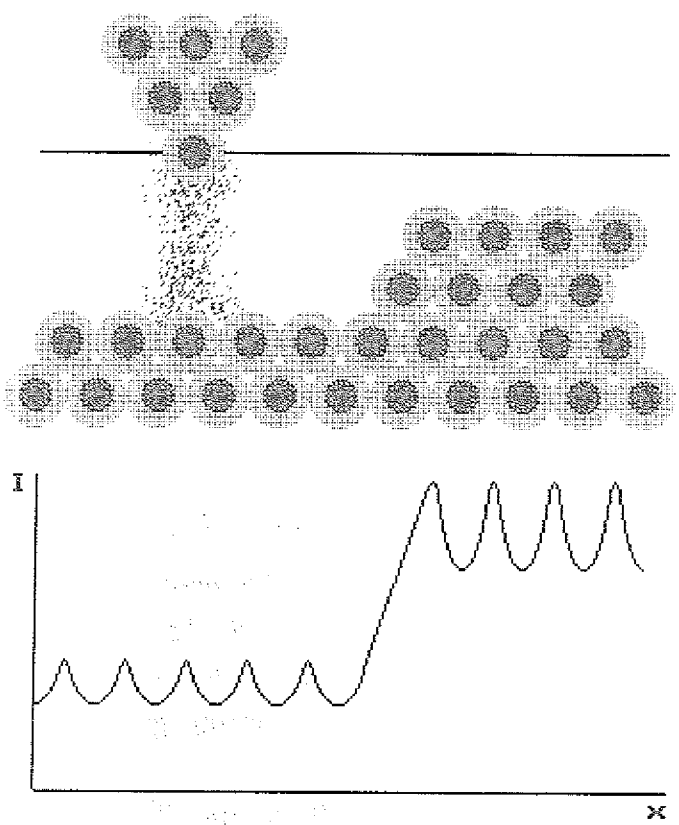


Abb. 1.1a) Schematische Darstellung des Konstant-Flughöhen-Modus. Oben ist der Weg der Tunnelspitze und unten die aufgenommene Meßkurve zu erkennen.

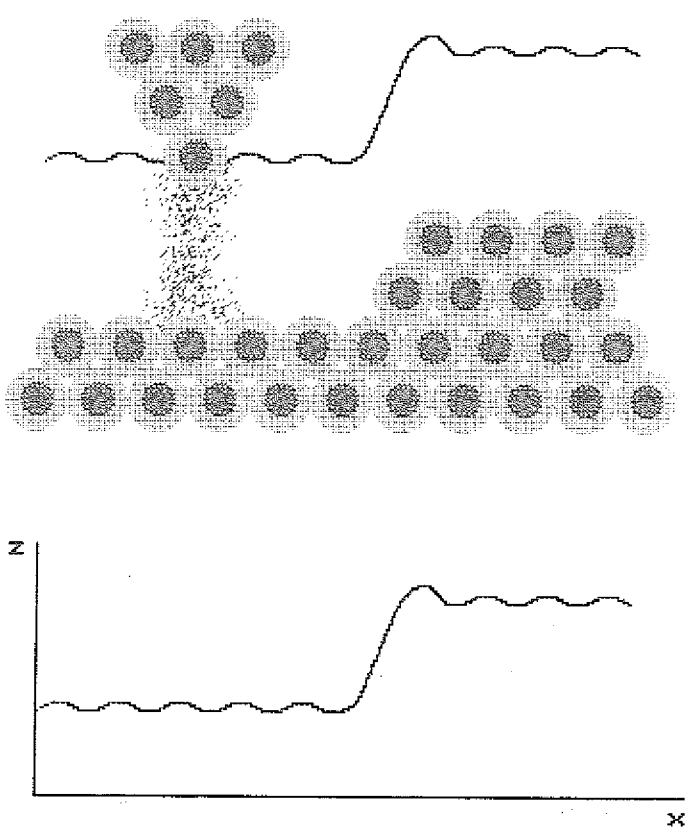


Abb. 1.1b) Schematische Darstellung des Konstant-Tunnelstrom-Modus.

Abb. 1.2 stellt den mechanischen Aufbau des in dieser Arbeit verwendeten Tunnelmikroskops dar. Das zu untersuchende Objekt (6) befindet sich auf einem Objektträger-Schlitten (7), welcher einen räumlichen Freiheitsgrad besitzt. Zur Grobpositionierung wird die Probe mit Hilfe einer Mikrometerschraube (1) bei gleich-

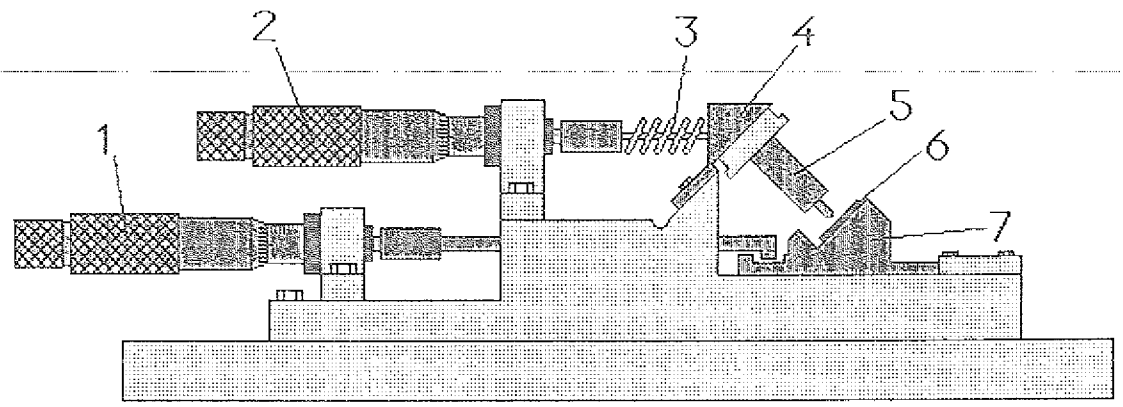


Abb. 1.2) Mechanischer Aufbau des verwendeten Raster-Tunnel-Mikroskops, konstruiert von BIRKNER [1.13].

zeitiger Beobachtung mit einem Lichtmikroskop auf eine Entfernung von einigen μm an die Spitze angenähert, die sich am unteren Ende des Piezo-Stellgliedes (5) befindet. Wegen möglicher thermischer Driften (siehe Kap. 1.4) muß die Probe von der Grobpositionierung entkoppelt werden. Zur Herstellung des Tunnelkontaktes wird der Verstellweg einer zweiten Mikrometerschraube (2) dadurch untersetzt, daß eine weiche Schraubenfeder (3) aus Aluminium auf eine harte Kupfer-Beryllium-Feder (4) drückt.

Nach erfolgtem Tunnelkontakt beginnt der eigentliche Meßvorgang. Abb. 1.3 zeigt dazu den prinzipiellen Aufbau der elektronischen Steuerung des Piezo-Stellgliedes (näheres dazu in Kap. 2). Man erkennt das Piezo-Röhrchen, welches als Stellglied fungiert, und seine Ansteuersignale. In der gesamten Verschaltung bildet der Computer ein zentrales Meß- und Steuerorgan. Zur zeilenweisen Abrasterung gibt er die Signale RAMPE X_{ext} und RAMPE Y_{ext} aus, die durch die Ansteuerelektronik aufgespalten wird in die 4 Signale X1 bis X4, welche direkt mit dem Stellglied verbunden sind. Selbige Elektronik empfängt ein FEEDBACK-Signal von der Tunnelelektronik, welches der vertikalen Auslenkung z entspricht. Dieses Signal wird als AD_{out} vom Computer empfangen und im Meßprogramm verarbeitet. Der Ausgang ΔI entspricht der Abweichung des von einem Vorverstärker hinter der Tunnelspitze gemessenen Ist-Stroms (Eingang PREAMP) von dem Soll-Tunnelstrom. Dieses Signal sollte im Idealfall, das heißt bei genügend schneller Nachregelung durch die Tunnelelektronik, gleich Null sein. Die Tunnelspannung U_{tun}, welche direkt an der Probe anliegt, wird ebenfalls analog von dieser Elektronik vorgegeben oder wahlweise digital vom Computer.

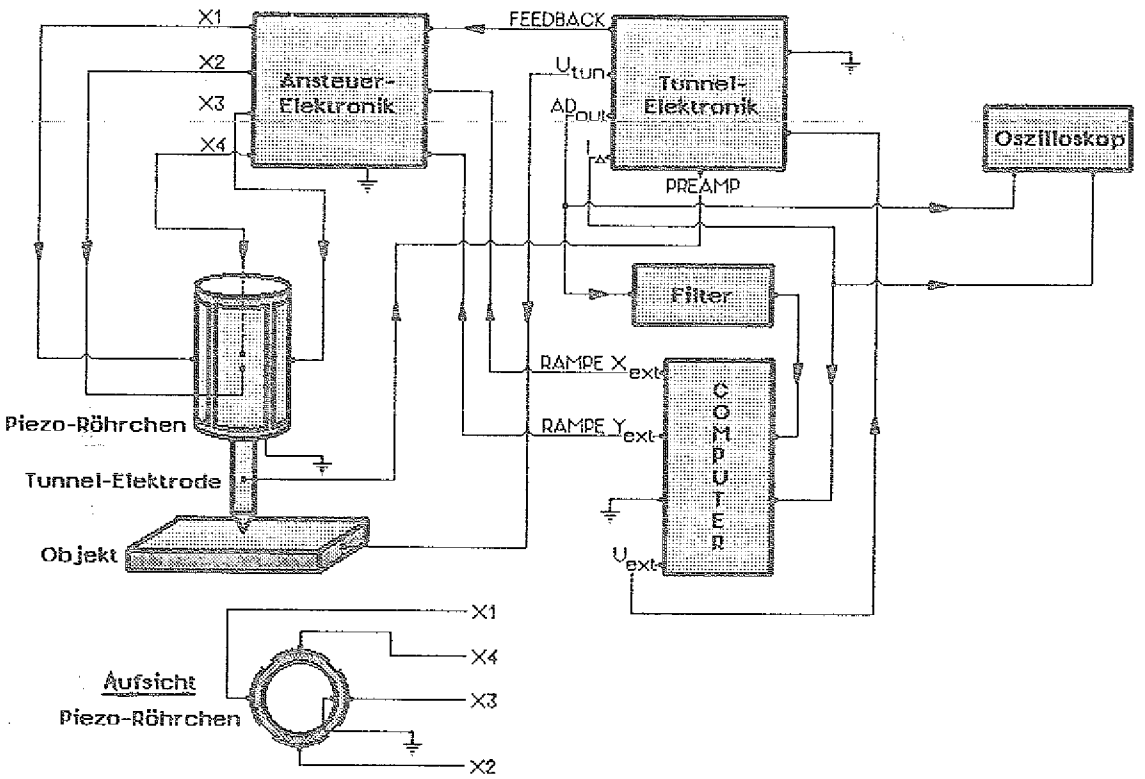


Abb. 1.3) Blockschaltbild der elektronischen Ansteuerung des RTM's.

Bei einer Messung mit dem Tunnelmikroskop werden 5 Tunnelparameter unterschieden, die je nach Anwendung variiert werden. Diese sind im einzelnen

- der Scan-Modus (Konstant-Flughöhe oder -Strom),
- die Tunnelspannung,
- der Tunnelstrom,
- die Rasterauflösung (Anzahl der Meßpunkte im Meßbereich) und
- die Scangeschwindigkeit.

1.2 Das Piezo-Stellglied

Wie vorher schon erwähnt, erfolgt die Positionierung der Tunnelspitze oder der Probe bei den Raster-Sonden-Mikroskopen mit Piezo-Stellgliedern. Diese können unterschiedlichster Art sein: Zu Beginn wurden drei aufeinander senkrecht stehende Elemente (Quader) verwendet, die eine Verschiebung in alle drei Raumrichtungen

ermöglichten [1.1, 1.4, 1.14]. Später ging man dazu über, ein Piezo-Röhrchen [1.12] oder Bimorphe [1.14] zu benutzen (Abb. 1.4). All diese Stellglieder sind mit nachteiligen Effekten behaftet, so daß eine Kalibrierung unabdingbar ist.

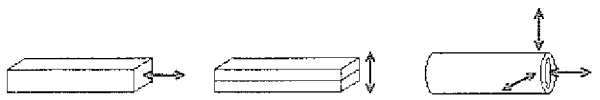


Abb. 1.4) Verschiedene Arten von Piezo-Stellgliedern:
links: Quader
Mitte: Bimorph
rechts: Röhrchen

Das Arbeitsprinzip des Piezo-Stellgliedes (näheres zum Aufbau und der Funktionsweise des verwendeten Stellgliedes in Kap. 2.2 und 4.1) beruht auf dem inversen piezoelektrischen Effekt [1.11, 1.15, 1.16, 1.17]. Dieser Effekt bewirkt, daß bei Anlegen einer Spannung an bestimmte Materialien diese sich schnell ausdehnen oder zusammenziehen. Die Ursache dafür liegt in der inneren Struktur dieser Materialien begründet. Üblicherweise bestehen sie aus Bleizirkonattitanat - chemische Zusammensetzung: $Pb(Zr_xTi_{1-x})O_3$, abgekürzt PZT - in polykristalliner Form, also als Keramik [1.15].

Im Material bilden sich aus energetischen Gründen Domänen, in denen die spontanen Polarisationen des Materials gleiche Richtungen aufweisen (Abb. 1.5). Die Domänen sind so angeordnet, daß die Gesamtpolarisierung der Keramik im Grundzustand gleich Null ist.

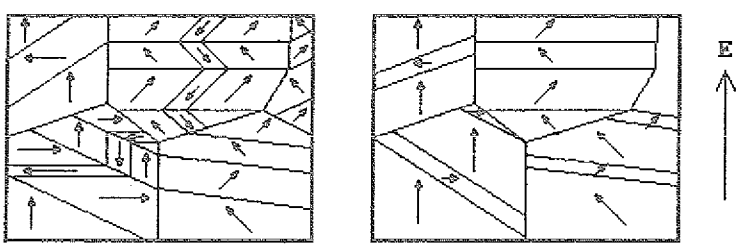


Abb. 1.5) Domänenstruktur in der Piezokeramik, links im nicht polarisierten Zustand, rechts im polarisierten.

Das piezoelektrische Verhalten wird erst durch eine Polarisierung des Materials durch eine anliegende elektrische Spannung im kV-Bereich erreicht. Dabei kommt es zu einer irreversiblen Ausdehnung derjenigen Domänen, deren Polarisationsrichtung mit der Richtung des äußeren Feldes übereinstimmt. Bei Abschalten des äußeren Feldes bleibt die remanente Polarisation P_r wegen der statistischen Verteilung der Kristallite als mittlere spontane Polarisation $\overline{P_s}$ übrig [1.15]:

$$P_r = \overline{P_s} \leq 0.86 \cdot P_s \ .$$

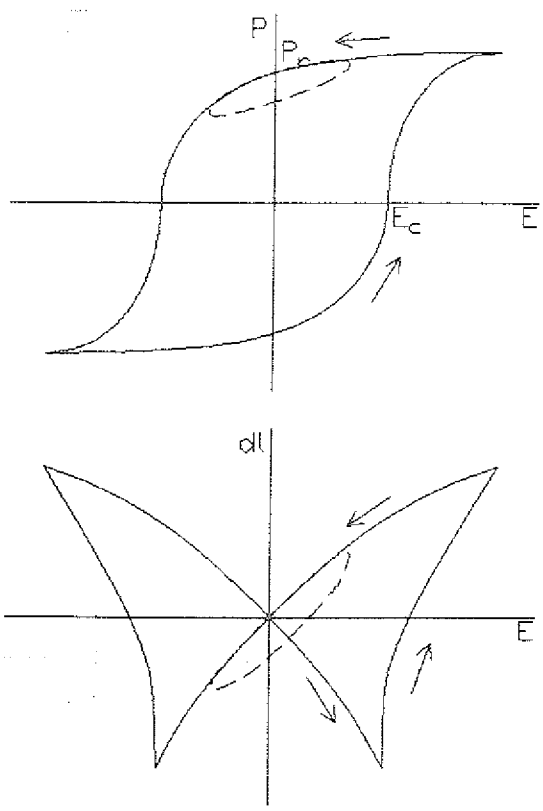


Abb. 1.6) Elektrische (oben) und mechanische (unten) Hysterese bei piezoelektrischen Materialien.
Die gestrichelten Kurven stellen den Betrieb um einen Arbeitspunkt dar.
Beispielhafte Werte:
Polarisation $P_r = 0.4\ C/m^2$
Koerzitivfeldstärke $E_c = 1000\ V/mm$

Die Längenänderung erfolgt dadurch, daß das durch die angelegte Spannung erzeugte Feld (parallel zur remanenten Polarisation) ein Drehmoment auf die Dipole ausübt. Dies geschieht aber nicht linear abhängig von der Spannung, sondern es kommt ähnlich wie bei den Ferromagnetika zu Hysterese-Erscheinungen [1.15], die sich auch auf die Deformationen des Piezos auswirken (Abb. 1.6).

Anhand der elektrischen Hysterese erkennt man, daß nicht mit zu großen elektrischen Feldern gearbeitet werden darf, da es sonst zu einer Depolarisation oder sogar zu einer Umpolarisation kommen kann. Da innerhalb der Tunnelmikroskopie bei atomarer Auflösung mit kleinen Feldern gearbeitet wird, kommt es hier nicht zu Depolarisationen, und die Hysterese-Erscheinungen sind vernachlässigbar klein. Bei Scanbereichen mit µm-Auslenkungen machen sich aber die Hysterese-Effekte stark bemerkbar. GÖDDENHENRICH zeigte, daß Bildverzerrungen, die primär durch Hysterese zustandekommen, durch einen Rechenalgorithmus entzerrt werden können [1.18].

Nicht nur die Hysterese führt zu unerwünschten Effekten. Gibt man als Spannung ein Sprungsignal auf den Piezo, so erfolgt sehr schnell die erwünschte Längenänderung (bei dem verwendeten Stellglied innerhalb von 40 µs). Nach dem Sprung kommt es aber zu einem Kriechen des Piezos [1.17]. Als Näherung für diesen Nachwirkungseffekt dient die Formel

$$\Delta L(t) = \Delta L\left(1 + \gamma \cdot \lg\frac{t}{0.1}\right) .$$

Dabei gibt ΔL die Ausdehnung 0.1 Sekunden nach dem Stellvorgang an, γ einen Kriechfaktor (normal: 0.01 .. 0.02) und t die Zeit seit dem Spannungssprung. Pro Zeitdekade ändert sich also die Länge um 1% bis 2% des verstellten Weges. Dies liegt begründet in einer Nachpolarisation der Keramik, die spontan in den Einzelkristallen stattfindet.

Das Abscannen der Probe erfolgte in dieser Arbeit, bedingt durch die Steuersoftware [1.18], von links nach rechts, wobei während des Rücklaufs nicht gemessen wird. Dies hat den Vorteil, daß Wegunterschiede des Hin- und Rücklaufs, bedingt durch die Hysterese, keine Wirkung in der Messung zeigen.

Aber ein Nachkriechen des Stellgliedes bedingt durch die Nachpolarisierung (s.o.) und Kräfte auf die Tunnelspitze (siehe Kap. 1.4) führt bei größeren Scangeschwindigkeiten zu Verzerrungen am linken Rand der RTM-Aufnahmen (Abb. 1.7). Diese bewirken Größenänderungen des Scanbereichs, welche bei den meisten Bildern zu erkennen sind, und sie sind daher bei der Kalibrierung zu berücksichtigen.

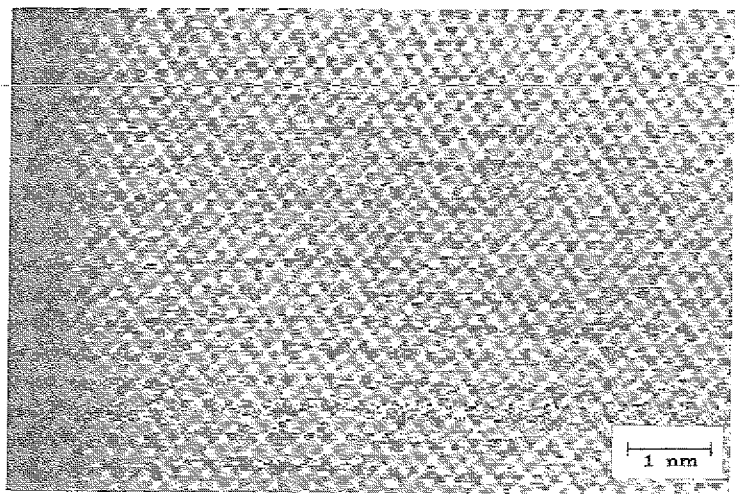


Abb. 1.7) Atomar aufgelöste RTM-Aufnahme einer Graphit-Probe (HOPG). Man beachte die Verzerrungen am linken Rand.

Ein weiterer Faktor, der bei Piezomaterialien berücksichtigt werden muß, ist ihr thermisches Verhalten. Ihre Temperaturausdehnung ist ähnlich wie bei vielen Metallen annähernd linear mit einem Ausdehnungskoeffizienten von $\alpha \approx 10^{-5}$ K^{-1} [1.16]. In Messungen bei Raumtemperatur ist dies von untergeordneter Bedeutung, wohingegen bei Tieftemperaturmessungen die Ausdehnung sich stark auswirkt. Hier muß zusätzlich die Temperaturabhängigkeit des Piezoeffekts [1.19] mit berücksichtigt werden. Sie führt dazu, daß z.B. der Piezomodul bei 4 K nur noch 30% seines Wertes bei Zimmertemperatur besitzt [1.17]. Zu hohen Temperaturen hin wird die Anwendung von Piezomaterialien begrenzt durch die Curie-Temperatur [1.16], die meist bei einigen 100 ^{o}C liegt.

1.3 Präparation von Tunnelspitzen

Wie in Kap. 1.1 schon erwähnt kommt es in der Tunnelmikroskopie darauf an, daß sich idealerweise möglichst nur ein Atom, welches den Tunnelstrom trägt, an der Spitze befindet. Dies erzeugt häufig den Gedanken an komplizierte Herstellungsmechanismen. Für die Aufnahmen von atomar glatten Oberflächen aber wird in der Praxis eine Tunnelspitze verwendet, die aus abgekniffenem Platin-Iridium-Draht (Durchmesser 500 μm) besteht. Abb. 1.8a zeigt zwar, daß solch eine Spitze eine undefinierte Geometrie aufweist, aber zur Darstellung von atomaren Strukturen kommt es nicht darauf an, wo das vordere Atom sitzt.

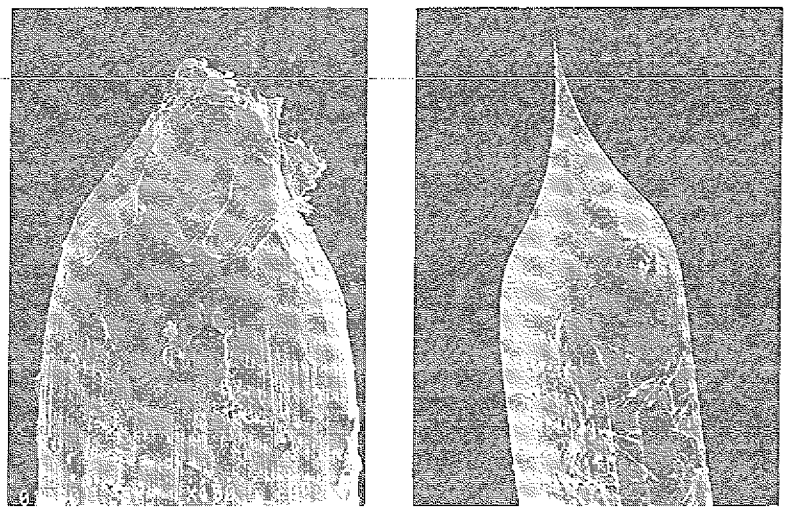


Abb. 1.8a) (links) REM-Aufnahme einer abgekniffenen Platin-Iridium-Spitze.

Abb. 1.8b) (rechts) REM-Aufnahme einer geätzten Wolframspitze.

Aufnahmen: BIRKNER [1.13]

Zur Untersuchung von Strukturen im Nanometerbereich, bei denen es wegen Abbildungsfehlern (siehe Kap. 1.4) auf die Spitzengeometrie ankommt, verwendet man meist elektrolytisch geätzte Spitzen (Abb. 1.8b). Diese können, z.B. wie die in dieser Arbeit verwendeten, aus Wolframdraht mit einem Durchmesser von 500 μm bestehen, die zunächst bei einer Wechselspannung von ca. 6 V in 0.5 M Natronlauge - als Elektrolyt auf einer nichtleitenden Isolierflüssigkeit größerer Dichte (z.B. CCl_4) schwimmend - geätzt werden. Die ringförmige Gegenelektrode besteht aus Platin-Draht (Abb. 1.9).

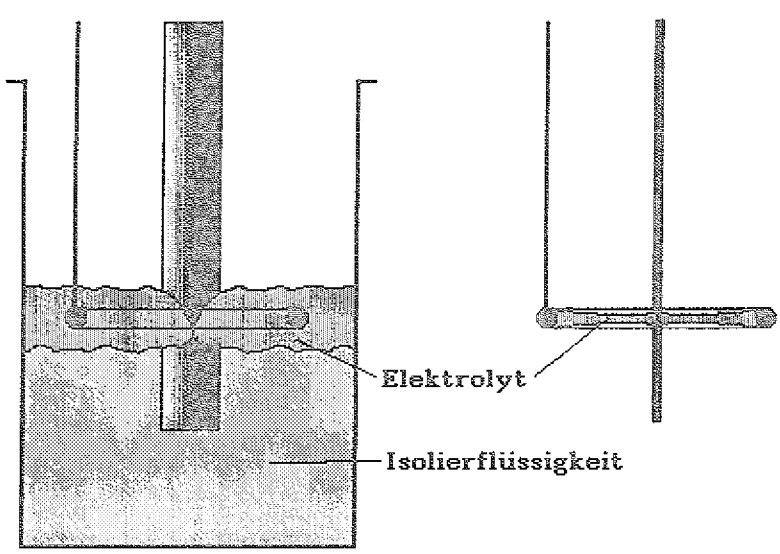


Abb. 1.9) Anordnungen zur Spitzenpräparation, links bei Drähten grösser 500 μm, rechts bei sehr dünnen Drähten.

Im Bereich des Elektrolyten wird der Draht gedünnt. Bei einer Dicke von ungefähr 50 μm wird auf Gleichspannungsbetrieb (2.5 V) umgeschaltet, um feiner zu polieren. Dabei wird die geätzte Stelle so dünn, daß der untere Teil des Drahtes abreißt und zu Boden sinkt, wodurch sofort der elektrische Kontakt zur Elektrode und damit der Ätzprozeß unterbrochen wird. Die durch diese "cut-off"-Technik [1.18] gewonnene Tunnelspitze weist einen minimalen Verrundungsradius des Spitzenapex von 10 nm auf.

Obige Methode eignet sich nur für Drähte mit einem Durchmesser >500 μm. Will man dagegen Spitzen aus Draht mit einer Dicke <100 μm herstellen, bietet sich ein anderes Verfahren an: Der Draht wird nicht in einen Behälter mit Flüssigkeiten getaucht, sondern es wird mit einer Elektrolyt-Lamelle bei Luftisolierung geätzt (Abb. 1.9). Diese Methode eignet sich auch dazu, vorgeätzte Spitzen, die z.B. kontaminiert oder etwas verbogen sind, nachträglich zu polieren, wobei sie schon im Tunnelmikroskop eingebaut sein können. Näheres zur Spitzenpräparation findet sich in [1.20].

2.4 Störende Einflüsse in der Tunnelmikroskopie

Neben den in Kapitel 2.2 schon aufgeführten Verzerrungen durch das Piezo-Stellglied kommt es noch zu anderen nachteiligen Effekten. Dabei spielt die Tunnelspitze eine vordergründige Rolle.

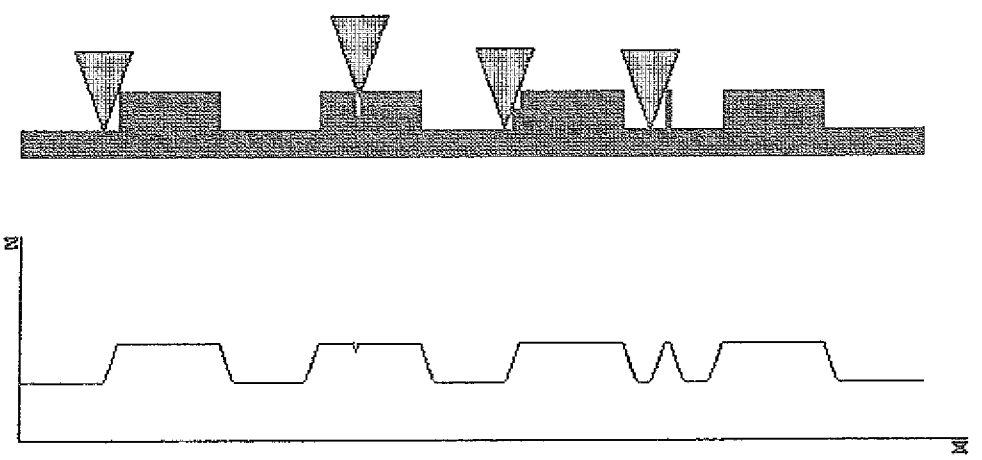


Abb. 1.10) Schematische Darstellung der Bildverfälschung durch die Spitzenform. Oben die wahre Struktur, unten die gewonnenen Meßdaten.

Die geometrische Form der Spitze führt zu Abbildungsfehlern, wie sie in Abb. 1.10 zu sehen sind. Hierbei werden rein geometrische Betrachtungsweisen angewandt [1.21]. Vor allem bei steilen Strukturen macht sich diese Bildverfälschung bemerkbar: steil abfallende Flanken der Probe werden abgeflacht dargestellt und zeigen primär das Oberflächenprofil der Spitze. Eine Bildinterpretation wird durch diesen Mechanismus erschwert. Ein Beispiel dafür zeigt die Abbildung 1.11.

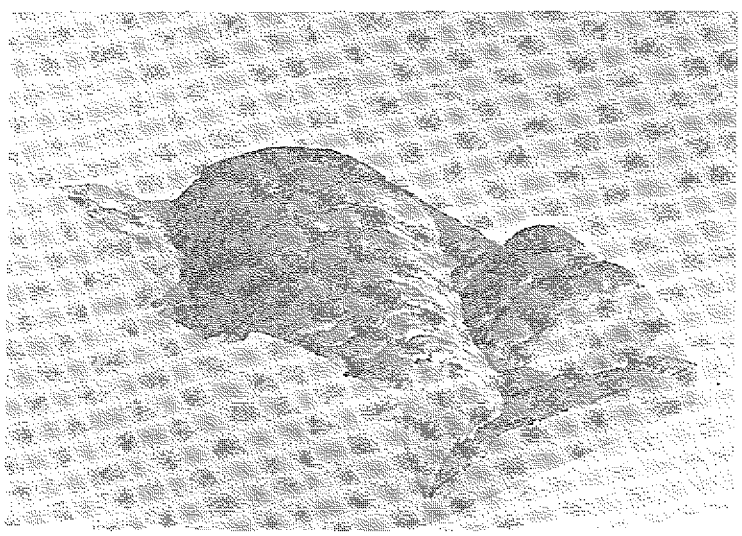


Abb. 1.11) RTM-Aufnahme einer CD-Matrix. Die Flanken der Pits sind in Wirklichkeit steiler. Eine Beschreibung der Probe erfolgt in Kap. 3.4.

In [1.18] wurde der Einfluß der Spitzenform bei der Messung näher betrachtet. Dabei wurde ein Rechenalgorithmus beschrieben, der es erlaubt, bei bekannter Sondengeometrie aus den Meßdaten auf die tatsächliche Oberflächengestalt zurückzuschließen.

Bei Messungen an Graphit wurden Strukturüberhöhungen, die "giant corrugations" [1.3, 1.4, 1.22, 1.23], entdeckt. Man schloß aus Berechnungen, daß die Spitze und die Probe sich durch Kräfte verformen. Die Sonde-Probe-Wechselwirkungen sind wie folgt:

- elektrostatische Coulombkräfte verursacht durch Oberflächenladungen
- Van der Waals-Kräfte
- repulsive, intermolekulare Kräfte [1.20]
- Haft- und Gleitreibung [1.18]
- dynamische Kräfte (Reibung) hervorgerufen durch Viskositäten der Medien, in denen gemessen wird (Wasser, Luft ...)
- Kapillarkräfte durch selbige Medien

All diese Wechselwirkungen zwischen Spitze und Probe führen zu einer Beeinflussung der Messung. Durch die Scanbewegung können die Kräfte, vor allem die Haftreibung, lange dünne Spitzen, die als Hebelarm wirken, entgegen ihrer Bewegung elastisch verbiegen (Abb. 1.12), so daß Verzerrungen wie in Abb. 1.7 entstehen können. Außerdem können die Wechselwirkungen die Oberflächeneigenschaften (elektronische Struktur etc.) der Probe beeinflussen, was ebenfalls Fehlinterpretationen der Meßdaten nach sich ziehen kann.

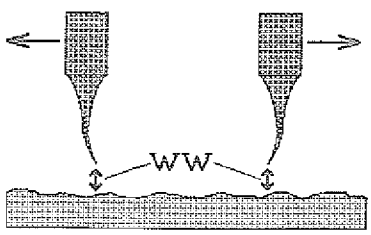


Abb. 1.12) Elastische Verbiegung der als Hebelarm wirkenden, langen dünnen Spitze durch verschiedene Sonde-Probe-Wechselwirkungen (WW).

Das Vorhandensein von Verunreinigungen auf der zu untersuchenden Struktur kann ebenfalls zu einer meßbaren, elastischen Verbiegung der Spitze führen. Werden diese nichtleitenden Verunreinigungen zu dick (mehrere Nanometer), kann ein Tunneln unmöglich gemacht werden, wie es z.B. bei den Oxiden auf Silizium der Fall ist. Des weiteren verändern vereinzelte Adsorbate lokal die elektronischen Eigenschaften der Probe. Dadurch kann es vorkommen, daß keine Nachregulierung in z-Richtung stattfindet, so daß sich die Spitze Schmutz einfängt, der z.B. als Hebelarm wirken kann oder einen Festkörperkontakt zwischen Probe und Spitze herstellt.

Zur Abschirmung gegen das 50 Hz-Brummen wird das Tunnelmikroskop in einem Gehäuse aus Aluminium betrieben. Außerdem können mit Hilfe von Software-Filtern Brummen und Schwankungen der Meßwerte durch Rauschen nachträglich herausgefiltert werden. Die Messungen mit dem Tunnelmikroskop werden häufig durch Gebäudeschwankungen und akustische Störungen beeinflußt. Daher muß bei empfindlichen Mikroskopen eine Schwingungsdämpfung, z.B. durch pneumatische Schwingungsdämpfer erfolgen, um die Gebäudeschwankungen auszuschalten. Der akustische Einfluß kann durch ein geeignetes Gehäuse reduziert werden.

Weiterhin sind thermisch bedingte Längenänderungen der mechanischen Bauteile zu berücksichtigen, die thermischen Driften werden auch in lateraler Richtung beobachtet. Sie betragen im verwendeten RTM aber nur ca. 0.1 bis 0.2 nm pro Minute.

2. Die Elektronik des Raster-Tunnel-Mikroskops

In Kapitel 1.1 erfolgte schon eine kurze Beschreibung der Gesamt-Elektronik des RTM's. Das vorliegende Kapitel beinhaltet den Aufbau und Meßergebnisse bezüglich der Schaltung.

2.1 Die Tunnelelektronik

Die Tunnelelektronik besteht im wesentlichen aus einem PI-Regler, und es können die für die Messung wichtigen Versuchparameter eingestellt werden. Einer dieser Parameter ist die Tunnelspannung, die über den Ausgang PREAMP an der Probe anliegt (Abb. 1.3). Sie kann, wie in Abb. 2.1 dargestellt, sowohl direkt über die durch das Potentiometer U_{int} heruntergeteilte Betriebsspannung als auch vom Computer über den Eingang U_{ext} vorgegeben werden. Dasselbe gilt für den Tunnelstrom I_{int}, so daß der Arbeits- punkt, bei dem gemessen werden soll, bestimmt ist.

Eine wichtige Rolle spielt das Potentiometer $STAB_{int}$ in der Schaltung. Mit seiner Hilfe wird festgelegt, wie schnell der PI-Regler ein Störungssignal ausgleicht. Zentrales Glied dabei ist ein Transistor (BF246) in der Funktion eines regelbaren Widerstands, welcher unterschiedlich große Ströme hindurchläßt. Diese Ströme sind das Ergebnis eines Vergleichs zwischen dem gemessenen Strom, der durch einen Vorverstärker direkt am Tunnelmikroskop geliefert wird, und dem Sollstrom des Arbeitspunktes durch einen Differenzverstärker (Abb. 2.1). Die Größe des hinter dem Transistor fließenden Stromes hängt von der Gate-Spannung ab, die über $STAB_{int}$ eingestellt wird. Es folgt ein Umkehrintegrator mit dem direkt ausgebbaren oder invertierten Ausgangssignal FEEDBACK, welches über die Ansteuerelektronik (siehe Kap. 2.2) eine Variation der z-Auslenkung der Spitze verursacht. Diese z-Variation zieht eine Senkung der Ist-Soll-Stromdifferenz nach sich. Der Rest der Schaltung beinhaltet die Ausgabe der Stromdifferenz ΔI und des FEEDBACK-Signals AD_{out} an den Computer bzw. zur Simultanbeobachtung an ein Oszilloskop.

Der gesamte Regelkreis ist nur in bestimmten Grenzen zu betreiben. Ist die Regelung zu langsam, so kann bei steilen Strukturen nicht mehr schnell genug ausgeglichen werden und die Spitze berührt die Probe (Kurzschluß). Bei Regelkreisen mit einer Differentialgleichung der 3. Ordnung oder höher, wie es hier der Fall ist (siehe Anhang 2), kann es bei zu hoher Betriebfrequenz (sie ist definiert über die Rastergeschwindigkeit und über die Periodizität der zu untersuchenden

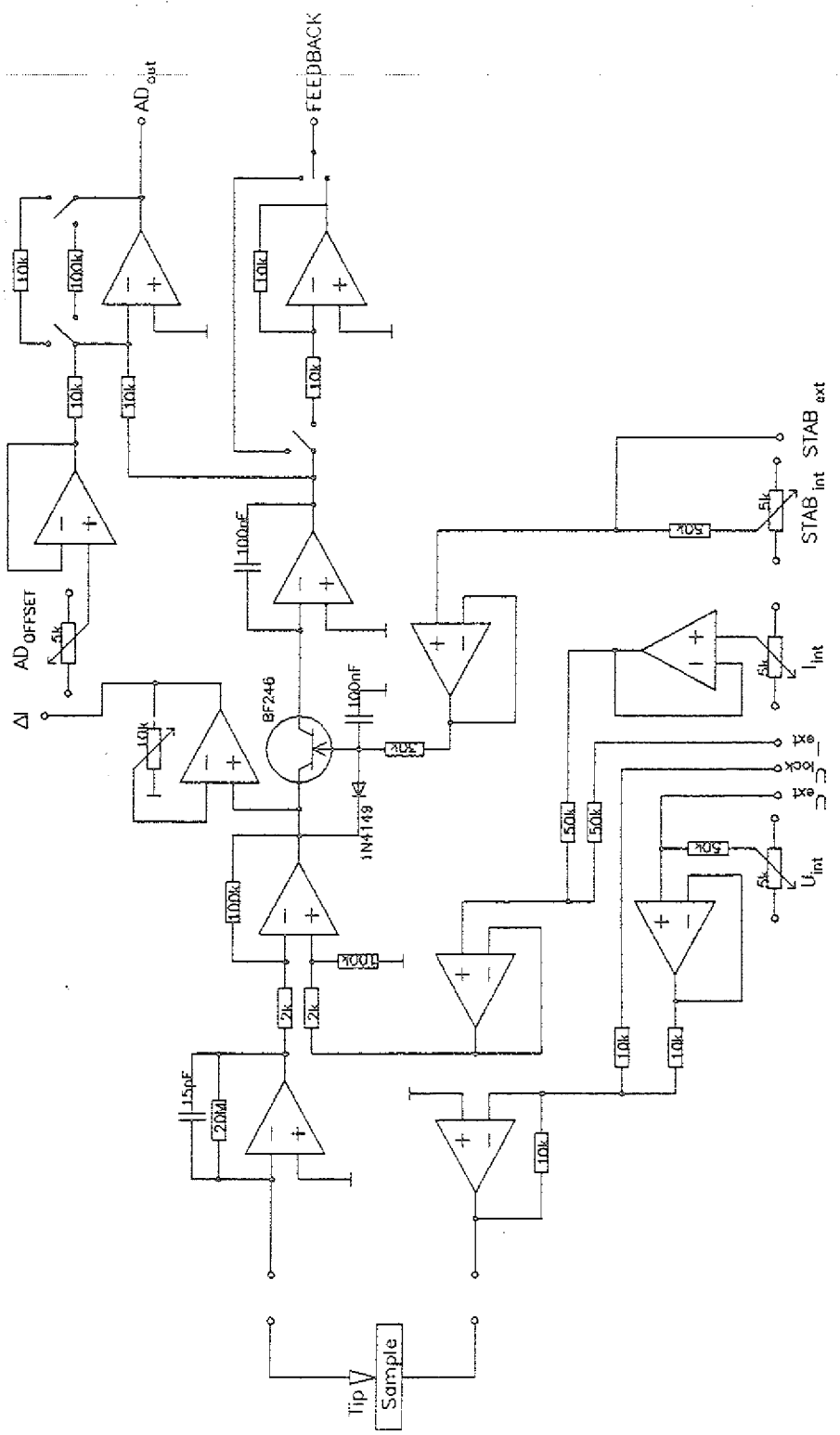


Abb. 2.1) Schaltplan der Tunnelelektronik beim verwendeten Raster-Tunnel-Mikroskop.

Struktur) zu Resonanzerscheinungen kommen [2.1]. Bei Betrieb kurz unterhalb dieser für den Regelkreis spezifischen Kenngröße tritt eine "Spike-Bildung" in der Messung bei steilen Strukturen auf, da die große Dynamik des FEEDBACK-Signals in große z-Auslenkungen umgesetzt wird. Es ist von Bedeutung, die für die jeweilige Probe charakteristische Regelgeschwindigkeit zu finden.

Von besonderem Interesse ist die Größe des eingestellten Tunnelstroms. Zur Charakterisierung der Einstellbarkeit wird bei abgeschaltetem Regelkreis die der Stromdifferenz ΔI entsprechende Spannung u gemessen als Funktion der eingestellten Skalenteile des Sollstroms. Mit Hilfe der für den Tunnelstrom zuständigen Verstärkerschaltung (Abb. 2.2) kann auf die Größe dieses Stromes zurückgerechnet werden.

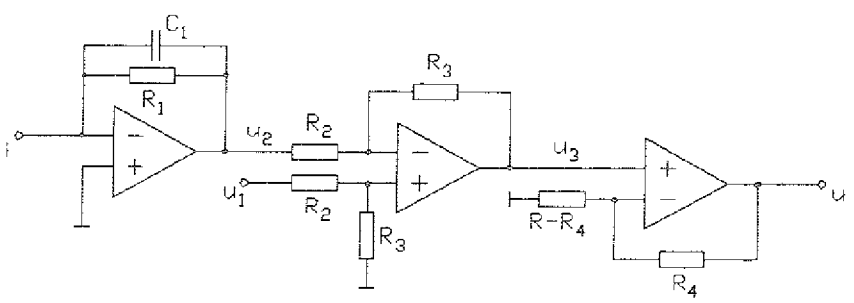


Abb. 2.2) Verstärkerschaltung für den Tunnelstrom.
$R_1 = 20\ M\Omega$
$R_2 = 2\ k\Omega$
$R_3 = 100\ k\Omega$
$R_4 = 0\ \Omega$
$R = 10\ k\Omega$
$C_1 = 15\ pF$

Der erste Teil entspricht einem Tiefpaß, der der Gleichung

$$u_2 = -\frac{1}{C_1}\int i\,dt - \frac{1}{R_1 C_1}\int u_2\,dt$$

gehorcht [2.2]. Im quasi-statischen Fall kann dies vereinfacht werden zu

$$i = -\frac{1}{R_1}u_2 \,. \qquad (2.1)$$

Der Differenzverstärker wird beschrieben durch die Gleichung

$$u_3 = \frac{R_3}{R_2}(u_1 - u_2)\,. \qquad (2.2)$$

Während der RTM-Messung wird durch den PI-Regler die Spannungsdifferenz zu Null ausgeglichen ($\Rightarrow u_1 = u_2$). Die Funktion $u_3 = f(u_1)$ mit $u_2 = 0$ bei der Stromkennlinien-Messung kann dann für die RTM-Messung übertragen werden zu $u_3 = f(u_2)$ mit $u_1 = 0$. Den Abschluß bildet ein nichtinvertierender Verstärker mit

$$u = \left(1 + \frac{R_4}{R - R_4} \right) u_3 \, . \qquad (2.3)$$

Daraus erhält man die den Tunnelstrom beschreibende Gleichung

$$i = \frac{R_2}{R_1 \, R_3} \left(1 - \frac{R_4}{R} \right) u \, . \qquad (2.4)$$

Durch Einsetzen der Widerstandswerte in Gleichung 2.4 erhält man

$$i = 1 \cdot 10^{-9} \, \Omega^{-1} \cdot u \, .$$

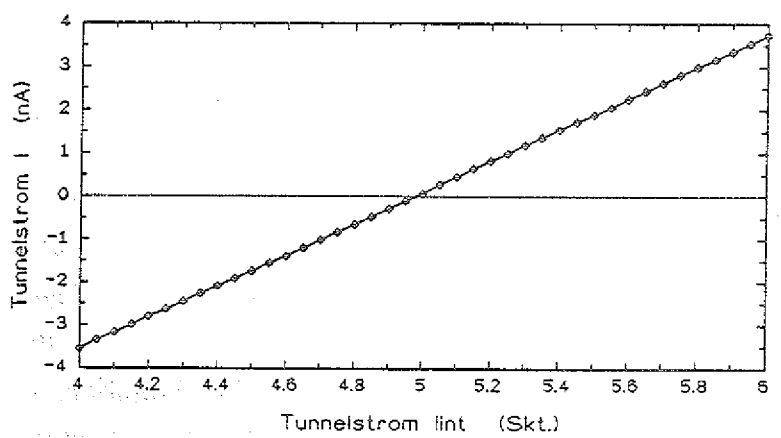


Abb. 2.3a) Tunnelstrom-Kennlinie für kleine Ströme. Diese entsprechen den in dieser Arbeit verwendeten.

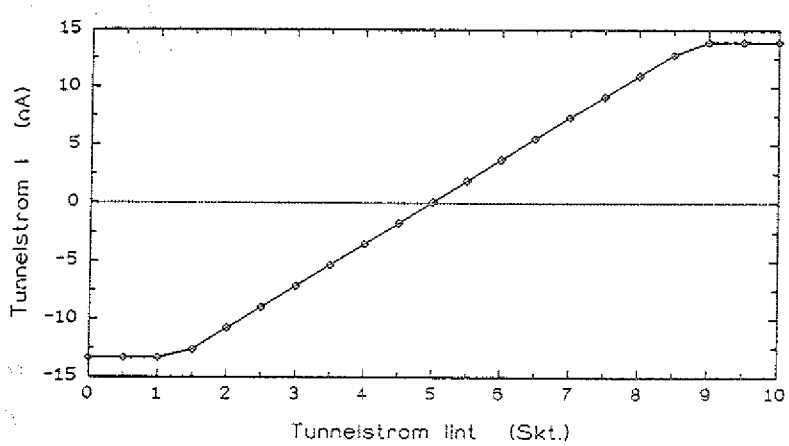


Abb. 2.3b) Tunnelstrom-Kennlinie für große Arbeits-Bereiche.

Die Messung der Funktion u in Abhängigkeit der Potentiometer-Stellung I_{int} ergibt eine lineare Tunnelstromabhängigkeit (Abb. 2.3a+b). Bei großen Strömen (sowohl positiv als auch negativ) hingegen zeigen sich Sättigungseffekte, die aus dem Verhalten der einzelnen Operationsverstärker resultieren: Diese Bauteile können maximal soviel Spannung liefern, wie ihre Betriebsspannung beträgt (hier 15 V) [2.2].

Für den in Abb. 2.3a gezeigten Bereich erhält man mit Hilfe einer linearen Regressionsanalyse [2.3]

$$I_{tun} = (-18.073 + 3.632 \cdot I_{int}) \text{ nA} ,$$

wobei I_{int} die in Skalenteilen angegebene Potentiometerstellung darstellt.

2.2 Die Piezo-Ansteuerungs-Elektronik

In Kapitel 1.2 erfolgte schon eine Beschreibung des piezoelektrischen Effekts und dessen Nebeneffekte. Die Schaltung der Ansteuerungs-Elektronik (Abb. 2.4) bezieht sich auf den Aufbau des verwendeten Piezo-Stellgliedes. In Abb. 1.3 ist erkennbar, daß es sich bei diesem Bauteil um einen Hohlzylinder handelt, dessen Innenseite mit einer Schicht aus Nickel platiert ist. Diese Innenelektrode liegt auf dem Null-Potential. Die Außenelektrode des Röhrchens, ebenfalls aus Nickel, ist in vier Quadranten eingeteilt (Abb. 1.3, 2.4). Eine positive Spannung führt zu einer Wandverdickung im Bereich des angeschlossenen Quadranten, wodurch sich das Röhrchen in dessen Richtung verbiegt. Dies bewirkt eine laterale Auslenkung der am unteren Ende befindlichen Tunnelspitze. Gibt man auf alle Quadranten den selben Spannungs-Offset, führt dies zu einer Bewegung in z-Richtung. Die Methode, ein Piezo-Röhrchen als Stellglied in einem Raster-Tunnel-Mikroskop zu verwenden, wurde als erstes von BINNIG und SMITH [1.12] beschrieben. Im Gegensatz zu deren Methode, die einen Anschluß von unsymmetrischen Signalen vorsieht, wird im verwendeten Raster-Tunnel-Mikroskop auf eine Ansteuerung der Außenelektroden mit den beschreibenden Gleichungen

$$\begin{aligned} X1 &= +X + Y - Z \\ X2 &= +X - Y - Z \\ X3 &= -X - Y - Z \\ X4 &= -X + Y - Z \end{aligned} \qquad (2.5)$$

gesetzt (siehe Abb. 2.4).

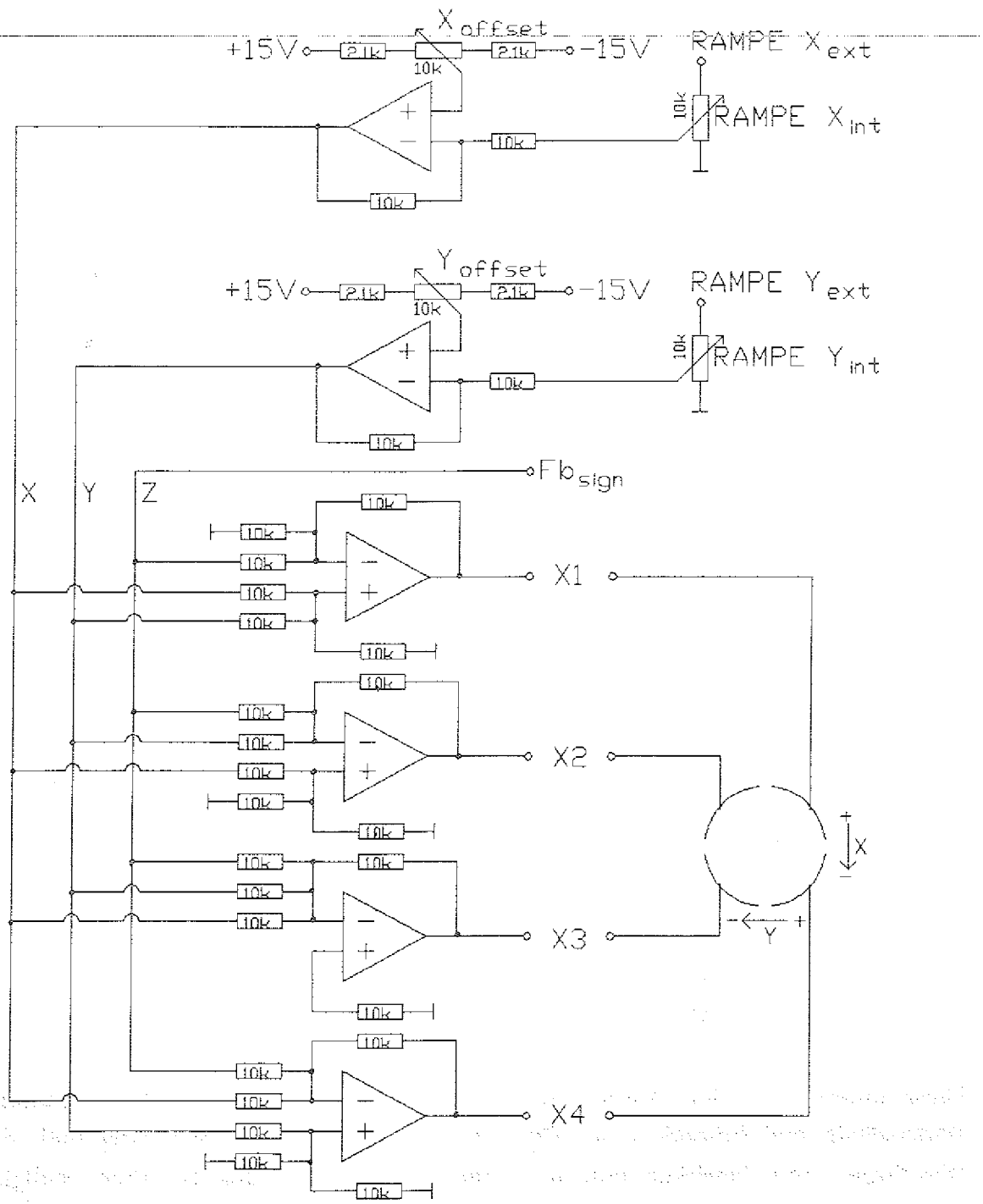


Abb. 2.4) Schaltplan der Piezo-Ansteuer-Elektronik beim verwendeten Tunnelmikroskop.

Im vorliegenden Schaltungsaufbau werden die Sägezahnsignale RAMPE X_{ext} und RAMPE Y_{ext} , die die zeilenweise Abrasterung des Objekts bewirken sollen, durch die mit RAMPE X_{int} und RAMPE Y_{int} bezeichneten Potentiometer heruntergeregelt. Über Addierer können die Spannungen X_{offset} und Y_{offset} hinzugegeben werden, um das Fenster, in dem gerastert wird, verschieben zu können. Die sich daraus ergebenden Signale X und Y und das Feedback-Signal Fb_{sign} bzw. Z der Tunnelelektronik werden durch Mehrfachsubtrahierer so verknüpft, daß sie die Gleichungen 2.5 erfüllen. Dabei sollen die Verstärkungsfaktoren für die Eingangssignale jeweils 1 betragen.

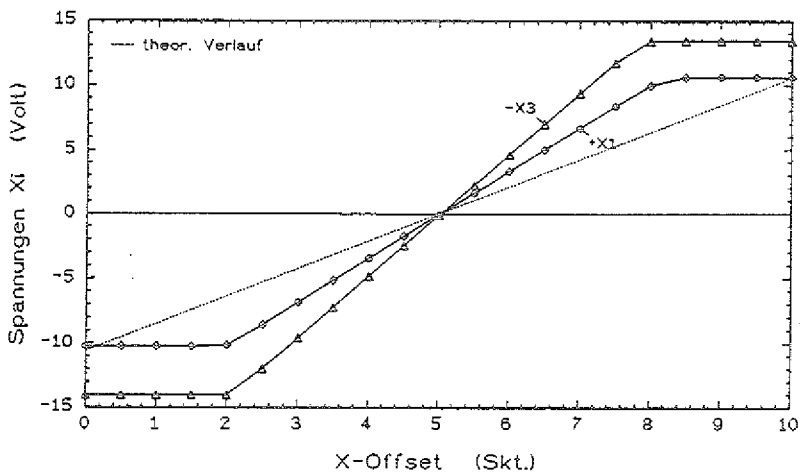


Abb 2.5) Kennlinien der Ausgangssignale X_i als Funktion von X_{offset}. Die Signale X_2 und X_4 entsprechen den dargestellten X_1 und X_3.

Derselbe Kennlinien-Verlauf wie in Abb. 2.5 ergibt sich auch für die Abhängigkeit von Y_{offset} und von den Rampen-Signalen, wobei ähnlich wie in Abb. 2.3b Plateaus auftreten wegen der begrenzten Verstärkung bei hohen Eingangsspannungen am Operationsverstärker. Die Faktoren für den linearen Bereich betragen:

$$V_{pos} = 1.459 \text{ V/Skt}$$
$$V_{neg} = 2.243 \text{ V/Skt}$$

Diese unterschiedlichen Ausgangssignale, herrührend aus den Bauteiltoleranzen der Widerstände und besonders der Operationsverstärker (Offset-Spannung und -Strom, Bias-Strom etc.), bewirken eine unsymmetrische Ansteuerung des Piezo-Stellgliedes. Da es bei einer Auslenkung der Tunnelspitze auf die an dem Röhrchen anliegende Spannungsdifferenz ankommt (siehe Kap. 4.1), wirkt sich diese Abweichung vom angestrebten Idealfall in lateraler Richtung als Ver- größerung der Auslenkung um ca. 85% bezogen auf die theoretische Ansteuerung aus mit gleichzeitiger Offset-Verschiebung dieses Bereiches um ebenfalls 85%. Dies soll folgendes Beispiel verdeutlichen:

Die Spannung X_{offset} sei 2V, RAMPE X sei im Zeitpunkt t_1 +1V und im Zeitpunkt t_2 -1V. Die anderen Signale seien gleich Null.
Aus den Gleichungen 2.5 folgt:

$$X_1 = X_2 = + X_{offset} + \text{RAMPE X}$$
$$X_3 = X_4 = - X_{offset} - \text{RAMPE X}$$

Die Spannungsdifferenz, die die X-Auslenkung verursacht, beträgt dann:

$$\Delta X_{ideal} = X_3 - X_1 = 2 (X_{offset} + \text{RAMPE X})$$

Die oben genannten Verstärkungsfaktoren verändern dies zu:

$$\Delta X_{real} = 3.702 (X_{offset} + \text{RAMPE X})$$

Einsetzen der Werte ergibt:

$$\Delta X_{ideal}(t_1) = 6 \text{ V} \qquad \Delta X_{ideal}(t_2) = 2 \text{ V}$$
$$\Delta X_{real}(t_1) = 11.106 \text{ V} \qquad \Delta X_{real}(t_2) = 3.702 \text{ V}$$

was im idealen Fall einer Spannungsdifferenz zwischen zwei Elektroden des Röhrchens von 4 V ± 2 V gleichkommt, das heißt die 4 V erzeugen die Offset-Auslenkung und die ±2 V den Rasterungsbereich. In der Realität aber bewirken die Signale 7.404 V ± 3.702 V um 85% erhöhte X-Bewegungen.

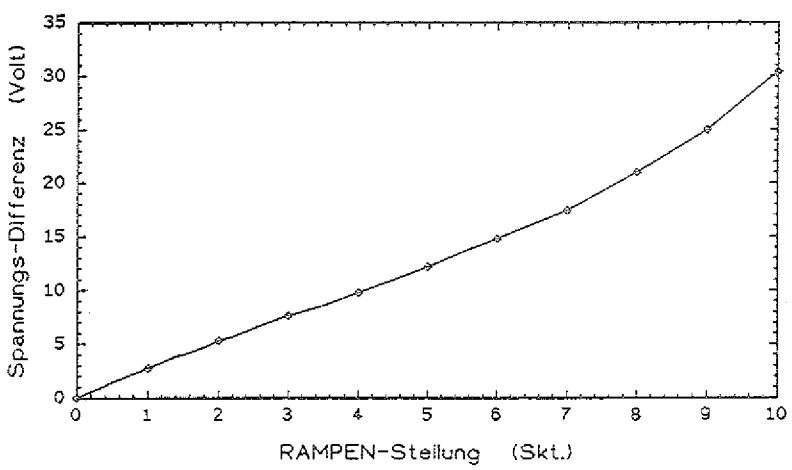


Abb. 2.6) Spannungsdifferenzen, ausschlaggebend für die Fenstergröße des Rasterbereichs, in Abhängigkeit von der RAMPEN-Stellung.

Die aus oben genanntem Grund direkt an den Ausgängen der Ansteuer-Elektronik gemessene Kennlinie der Spannungsdifferenz ΔU, die die Spanne zwischen dem positiven und dem negativen Scheitelwert des Sägezahnsignals darstellt, in Abhängigkeit von der RAMPEN-Stellung zeigt Abb. 2.6. Bis zu einer Einstellung von 7 Skalenteilen verläuft die Kurve annähernd linear. Eine Regressionsanalyse liefert das Ergebnis

$$\Delta U = (0.029 + 2.749 \cdot \text{RAMPE}) \text{ V} .$$

Hierbei bezeichnet RAMPE die Potentiometer-Stellung RAMPE X bzw. Y in Skalenteilen.

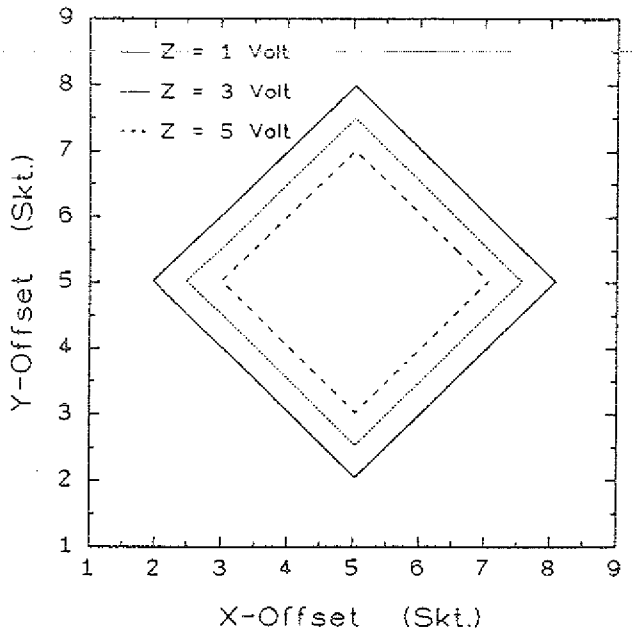


Abb. 2.7a) Bereiche, in denen ohne Verzerrungen der Offset, der das Rasterfenster verschiebt, eingestellt werden darf, in Abhängigkeit vom Feedback-Signal Z bei einem Sägezahnsignal von fast 0 V.

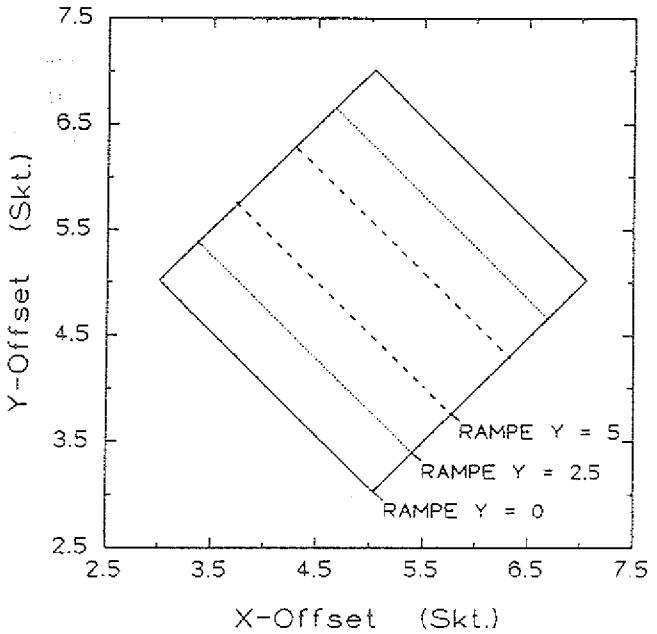


Abb. 2.7b) Randkurven wie oben in Abhängigkeit des Sägezahnsignals RAMPE Y bei dem Feedbacksignal von +5 V.

Vorher wurde schon erwähnt, daß die maximale Ausgangsspannung, die ein Operationsverstärker liefern kann, seine Betriebsspannung ist. Dies führt bei großen Einstellungen der Potentiometer zu Verzerrungen der Sägezahnsignale. Untersuchungen ergeben Randkurven, innerhalb derer der Offset beliebig variiert werden darf, ohne daß Verzerrungen eines Signals zu befürchten sind (Abb. 2.7a+b).

Die Eckpunkte der Flächen, die aus der Abhängigkeit vom Feedback-Signal Z resultieren (Abb. 2.7a), bewegen sich linear auf den Mittelpunkt des äußeren Quadrates zu. Dies gilt sowohl für negative als auch für positive Spannungen. Bei

verschiedenen Signalen RAMPE Y erfolgt die Bewegung linear abhängig von diesen auf der Randkurve, welche für ein Sägezahnsignal von 0 V gilt (Abb. 2.7b), woraus sich unterschiedlich große Rechtecke ergeben. Die Spannung RAMPE X wird innerhalb der Messungen so verändert, daß sich, bedingt durch das häufigste Aufnahmeformat von 300 mal 200 Meßpunkten, ein Ansteuerungsverhältnis von 3:2 ergibt. Dies ist bei der Messung der Randkurven mit berücksichtigt worden.

Um Probenbereiche mit einer Kantenlänge größer als 80 nm abzurastern, können die Ansteuersignale X1 bis X4 der Ansteuerelektronik mit einem Hochspannungsverstärker gemäß der Beziehung

$$U_{aus} = 14.65 \cdot U_{ein}$$

verstärkt werden, so daß jetzt ein Bereich bis zu 1.2 μm abgerastert werden kann.

3. Die zur Kalibrierung verwendeten Proben

Die Kapitel 1 und 2 haben gezeigt, daß verschiedene Effekte die Auflösung und die Größe des Rasterbereiches beeinflussen. Zur Kalibrierung der Piezo-Auslenkungen bietet es sich an, auf Strukturen mit genau bekannten Abmessungen zuzugreifen und diese mit dem Raster-Tunnel-Mikroskop durchzumessen. Die im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Kalibrierungs-Strukturen werden in den folgenden Abschnitten näher beschrieben.

3.1 Graphit-Probe für atomare Auflösung

Zur Kalibrierung eines Tunnelmikroskops im atomaren Bereich eignet sich gut HOPG (engl.: Highly Oriented Pyrolytic Graphite). Aufgrund seiner geringen Oberflächenenergie können die Messungen an Luft durchgeführt werden, da sich auf diese leicht spaltbaren Proben nur langsam Adsorbate anlagern. Darüberhinaus ist die Größe der einkristallinen Bereiche mit 1 bis 10 μm [3.1] sehr groß, was die Untersuchung erleichtert. Die genannten Vorteile machen HOPG zu einer häufig mit dem Tunnelmikroskop untersuchten Probe. An ihr wurden auch zum ersten Mal die "giant corrugations" (siehe Kap. 1.4) festgestellt.

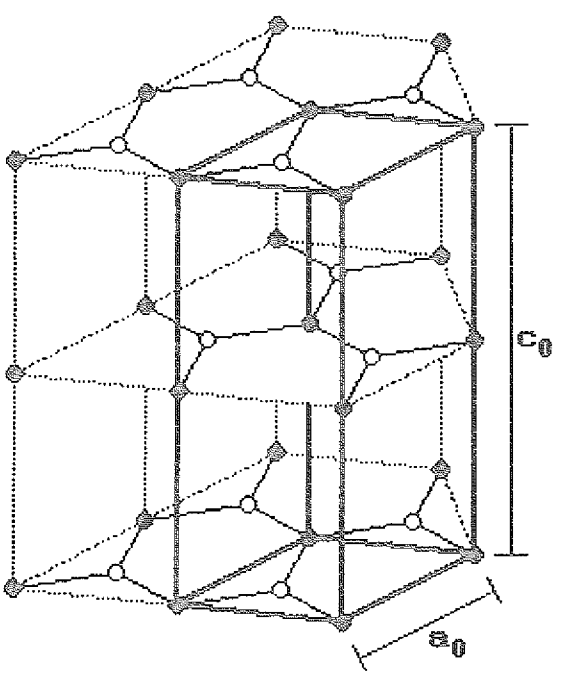


Abb. 3.1) Perspektivische Darstellung der hexagonalen Kristallstruktur des Graphits. Die Einheitszelle ist markiert durch die dicken Linien. Die ausgefüllten Kreise kennzeichnen Typ A-Atome und die anderen Typ B-Atome.

Die Kristallstruktur des Graphits zeigt Abb. 3.1. Innerhalb einer Ebene bilden sich hexagonale Strukturen, ähnlich wie bei den Benzolringen, die aus der chemischen Natur des Kohlenstoffs herrühren: Durch die Elektronenkonfiguration im hybridisierten Zustand $1s^2\ 2s^1\ 2p^3$ bieten sich vier Bindungsmöglichkeiten, die in einer Ebene durch σ- und π-Bindungen [1.11] zu weiteren C-Atomen ausgenutzt werden.

Es kommt durch die Versetzung der jeweils darunter liegenden Ebene zur Schichtstapelfolge ABA, so daß sich die in der Abbildung dargestellte Kristallstruktur ergibt. Die Gitterkonstanten der Elementarzelle wurden schon aus Messungen mit verschiedenen Methoden bestimmt und betragen [3.2]:

$$a_0 = 2.456\ \text{Å}$$
$$c_0 = 6.696\ \text{Å}\ .$$

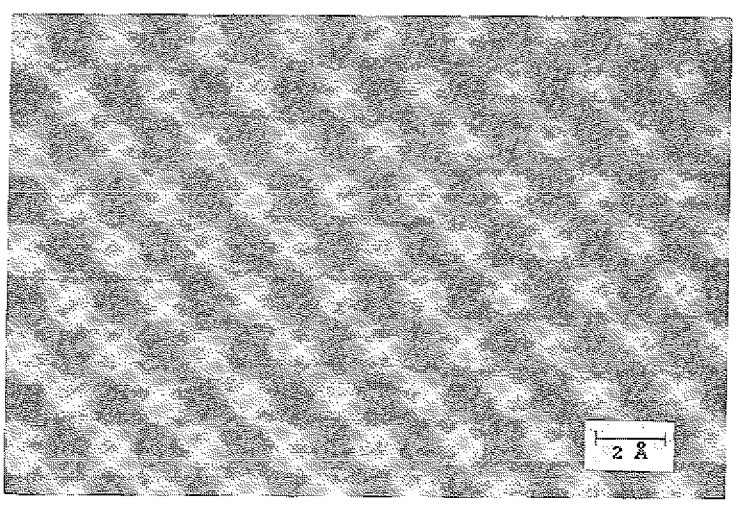


Abb. 3.2) RTM-Aufnahme von HOPG bei einer Tunnelspannung von 5 mV mit einer Tunnelspitze aus abgekniffenem Platin-Iridium-Draht.

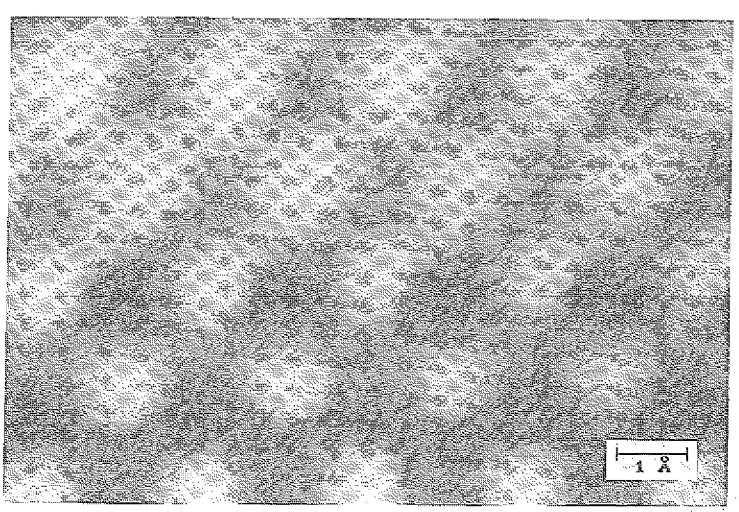


Abb. 3.3) Aufnahme von HOPG bei kleinerem Scanbereich.

Obwohl die Bindungen zwischen den Ebenen gering sind, üben sie einen nicht geringen Einfluß auf die Abbildung der Probenstruktur mit dem RTM aus. Abb. 3.2 und 3.3 zeigen RTM-Aufnahmen von HOPG. Man erkennt eine hexagonal flächenzentrierte Struktur, die, verglichen mit der realen Kristallstruktur, ergibt, daß jedes zweite Atom der oberen Ebene dargestellt wird. In Abb. 3.1 sind diese zwei Typen von C-Atomen erkennbar: Typ A besitzt in der jeweils darunter liegenden Ebene ein entsprechendes C-Atom, Typ B liegt über dem Zentrum eines Hexagons. Es ist noch nicht vollständig geklärt, welche Art von Atomen hervorgehoben dargestellt wird, selbst in der Literatur findet man widersprüchliche Aussagen: PARK und QUATE [1.23] behaupten, daß Typ A-Atome stärker hervorgehoben werden aufgrund von Verzerrungen der oberen Ebene durch die Schicht darunter. Dagegen zeigen Berechnungen von SELLONI [3.3] über die Valenz-Ladungsdichte, die ohne irgendeinen Bezug zur Raster-Tunnel-Mikroskopie erfolgten, eine Gleichberechtigung beider Atom-Arten. Spätere Ergebnisse aus RTM-Aufnahmen bewegten ihn dazu, seine Arbeit zu widerrufen. BATRA und CIRACI [1.3] kommen zu dem Ergebnis, daß bevorzugt Typ B-Atome dargestellt werden. Dies begründen sie mit theoretischen Betrachtungen über die Energieniveaus im Graphitgitter, wobei sie auch Spitze-Probe-Wechselwirkungen berücksichtigen. Man erkennt an diesem Beispiel, welche Schwierigkeiten in der Interpretation von RTM-Aufnahmen liegen.

Durch die schwache Bindung der Schichten untereinander ist HOPG sehr leicht spaltbar, was die Probenpräparation begünstigt: Mit einem Klebestreifen wird die Probe abgezogen, wobei die oberen, eventuell kontaminierten Schichten entfernt werden. Bei dieser Art der Präparation entstehen aber stellenweise Abrißkanten. Abb. 3.4 zeigt so eine Stufe, die eine Zufallsaufnahme darstellt, da die Scanbereiche ohne Hochvoltverstärker von maximal 80 nm lateraler Auslenkung im Vergleich zu den bis zu 10 μm großen Einkristallen sehr klein sind.

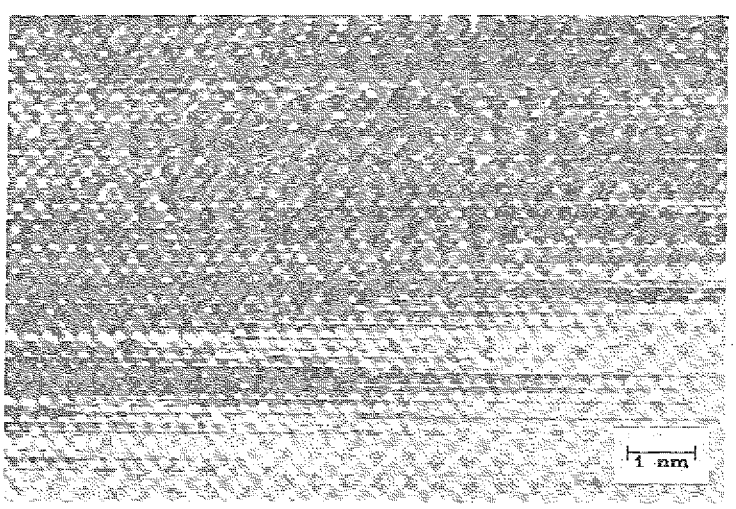


Abb. 3.4) Abrißkante, durch die Präparation bedingt, auf HOPG bei einer Tunnelspannung von 5 mV. Der hellere Bereich ist eine höher liegende Monolage.

Man erkennt, daß die Abrißkante ausgefranst ist. Bei Messung der z-Variierungen in Abb. 3.4 mit dem Meßprogramm nach erfolgter Kalibrierung mit der CD-Matrix (siehe Kap. 3.4) ergibt sich ein Abstand der zwei übereinanderliegenden Ebenen von ca. 0.3 bis 0.4 nm, was der Höhe einer Monolage im Kristallgitter entspricht. Bei genauerem Betrachten erkennt man, daß sich die hexagonalen Strukturen der tiefer liegenden Ebene in der oberen weiter fortsetzen. Dies führt zu der Annahme, daß bei dieser Aufnahme Typ A-Atome hervorgehoben dargestellt sind, da bei der Bevorzugung von Typ B-Atomen eine Versetzung der Strukturen in der oberen Schicht bezüglich der unteren von $1/2 \cdot a_0$ zu erwarten ist. Eine Abbildung von A steht aber im Widerspruch zu der Arbeit von BATRA (siehe oben), der eine Struktur bei B erwartet. Weitere Untersuchungen müssen folgen, um zu bestätigen, daß vorrangig Atome, die in der Ebene darunter einen Nachbarn besitzen, dargestellt werden.

Der Konflikt zwischen den verschiedenen Annahmen zeigt aber für die Kalibrierungsmessungen keinerlei Relevanz, da die Gitterkonstanten sowohl für A als auch für B gelten. Mit HOPG liegt also eine Probe vor, die bei atomarer Auflösung eine Kalibrierung der x- und y-Richtung erlaubt. Über vertikale Auslenkungen lassen sich wegen der überhöhten Korrugationen keine genauen Aussagen treffen.

Aber nicht nur für Kalibrierungsmessungen eignet sich HOPG. Wegen der leichten Spaltbarkeit (Präparation) und des langsamen Kontaminierens wird es häufig als Träger für biologische Strukturen benutzt.

3.2 Das Schichtsystem $Ta_xNb_{1-x}Se_2$

Diese stöchiometrische Verteilung baut auf dem Grundschichtsystem von Niobdiselenid ($NbSe_2$) auf. Die Verteilungszahl x beträgt bei der gemessenen Probe

$$x = 0.2 ,$$

so daß sich das System $Ta_{0.2}Nb_{0.8}Se_2$ ergibt [3.4]. Abb. 3.5 zeigt die Struktur des Grundkristalls. Das Molekül $NbSe_2$ bildet trigonale Formen, wobei die Selen-Atome an der Oberfläche des Kristalls in einer hexagonal flächenzentrierten Struktur resultieren [3.5].

Die Gitterkonstanten (entsprechend Abb. 3.5) betragen hier [3.6]

$$a_0 = 3.45 \text{ Å}$$

und

$$c_0 = 12.54 \text{ Å} .$$

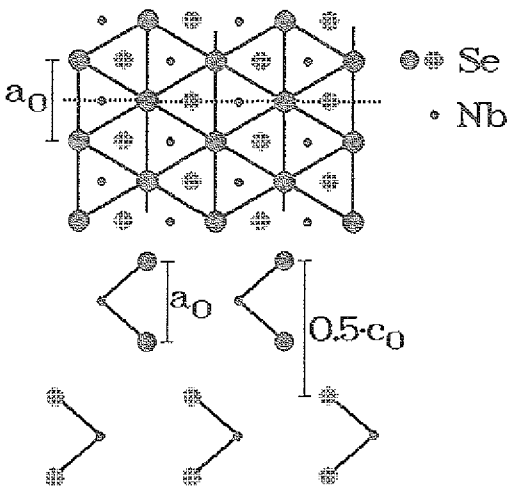


Abb. 3.5) Oberflächenstruktur von $NbSe_2$. Unten der vertikale Schnitt an der gestrichelten Linie in der oberen Abbildung

Berechnungen von BANDO et al. [3.5, 3.7] fordern eine Darstellung nur der Selen-Atome durch die Ladungsdichteverteilung an der Oberfläche. Dies bestätigen ihre experimentellen Ergebnisse, wobei sich auch Strukturüberhöhungen zeigen.

Ähnlich wie HOPG läßt sich $NbSe_2$ durch Abziehen leicht präparieren, da die Bindung der Schichten untereinander schwach ausgeprägt ist.

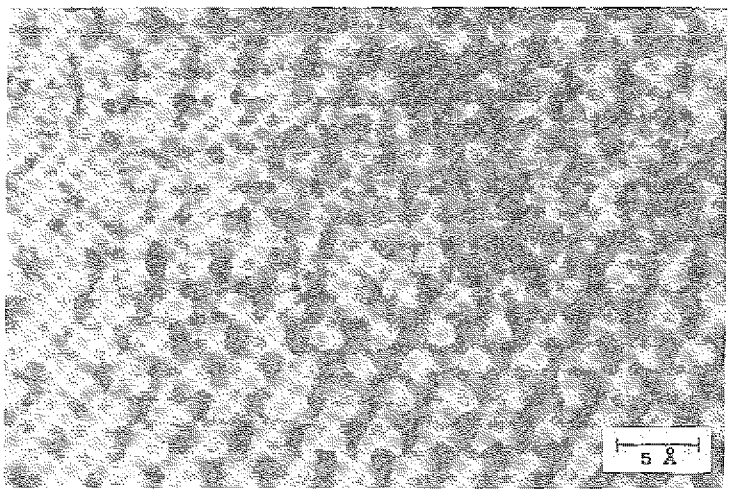


Abb. 3.6) Aufnahme der Probe $Ta_{0.2}Nb_{0.8}Se_2$ bei einer Tunnelspannung von 5 mV und einem Strom von 380 pA. Man beachte die hexagonale Anordnung, die wahrscheinlich die Selen-Atome zeigt.

Bei der in dieser Arbeit verwendeten Probe ist im Grundkristall stöchiometrisch jedes fünfte Niob-Atom durch ein Tantal-Atom ersetzt. Über die sich daraus ergebenden Gitterkonstanten ist nichts bekannt, aber wegen der vergleichbaren Ionenradien (0.70 Å bei Niob und 0.73 Å bei Tantal [3.8]) dürften sich kaum Gitterverzerrungen ergeben. Wegen der Ungewißheit über die Konstanten stellt diese Probe kein Kalibrierungsobjekt dar. Man kann aber innerhalb des Rahmens der Kalibrierungsgenauigkeit die sich ergebende laterale Gitterkonstante a_0 von $Ta_{0.2}Nb_{0.8}Se_2$ abschätzen und dann mit theoretischen Betrachtungen [3.4] vergleichen.

Der Vergleich der Abb. 3.6 und 3.7 mit den Aufnahmen von HOPG läßt die Schwierigkeiten, die bei den Messungen an dieser Probe auftraten, deutlich werden. Bei größeren Tunnelströmen konnte kein reproduzierbares Bild mehr erzeugt werden.

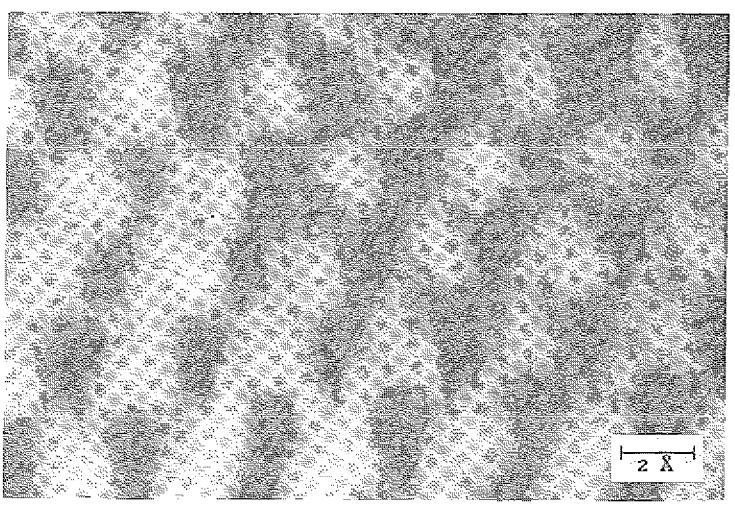


Abb. 3.7) Raster-Tunnel-Aufnahme von $Ta_{0.2}Nb_{0.8}Se_2$ bei einer Tunnelspannung von 5 mV und einem Strom von 380 pA

3.3 Das Biomakromolekül HPI

Für die Kalibrierung auf atomarer Ebene liegt als Probe HOPG vor. Bei größeren Scanbereichen verschwinden die atomaren Korrugationen in der Rasterauflösung, es erscheint eine atomar glatte Schicht. Da das Raster-Tunnel-Mikroskop durch einen Hochvoltverstärker aber auch für größere Strukturen geeignet ist, wird eine Probe benötigt, die periodische Strukturen im 10 bis 100 nm-Bereich besitzt. Ein solches Objekt ist das Biomakromolekül HPI. Es ist in der Natur auf der Oberfläche des Bakteriums Deinococcus radiodurans (R1) zu finden [3.9, 3.10] und bildet durch Kristallisation eine hexagonale Monoschicht. Die Gitterkonstante dieser Struktur beträgt

$$a_0 = 18 \text{ nm} .$$

Wie bei den meisten biologischen Strukturen besitzt HPI eine geringe elektrische Leitfähigkeit, so daß für die Tunnelmikroskopie eine spezielle Präparation nötig ist. Zwei Möglichkeiten bieten sich an [1.8, 3.9]:

- Auf die zu untersuchende Struktur wird eine elektrisch leitende Schicht aus Platin-Kohlenstoff aufgedampft, die die Struktur in gewissen Grenzen, die durch die Art und Dicke der Bedampfungsschicht bestimmt werden, gut wiedergibt. Außerdem hat diese Methode den Vorteil, daß den Makromolekülen mechanische Stabilität gegeben wird.

- Eine andere Methode beinhaltet das Anfertigen sogenannter Replikas. Dabei wird eine metallische Schicht von großer Dicke aufgedampft. Durch Entfernen der biologischen Probe (z.B. mit Säure) erhält man ein Negativ der Struktur, das tunnelmikroskopisch untersucht werden kann.

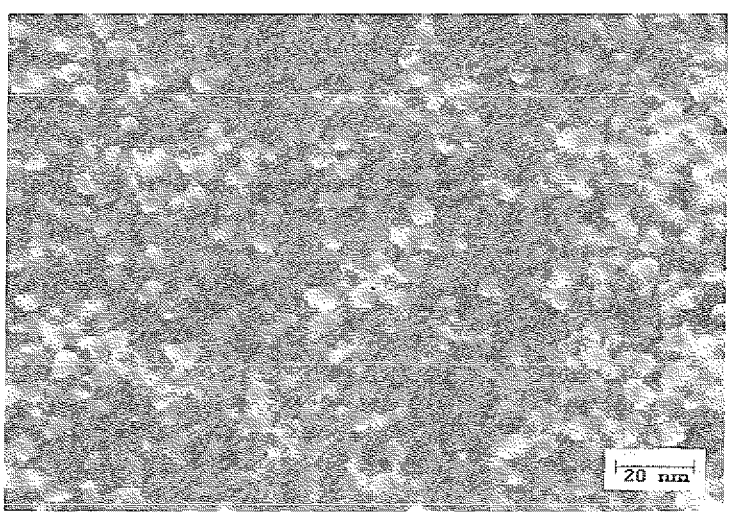


Abb. 3.8) Bedampfungsschicht in einem HPI-freien Bereich bei einer Tunnelspannung von 5 mV und einem Tunnelstrom von 270 pA, aufgenommen mit einer elektrolytisch polierten Wolframspitze. Die Cluster haben eine durchschnittliche Größe von ca. 2 nm.

Die in dieser Arbeit untersuchte HPI-Schicht von 6.5 nm Dicke ist nach der ersten Methode mit einer ca. 2 nm dicken Platin-Kohlenstoff-Schicht bedampft worden. Die einzelnen Cluster sind in Abb. 3.8 zu erkennen. Da die Bedampfung nicht überall gleichmäßig erfolgt, entstehen Lücken und Aufwerfungen, die das Auffinden der Protein-Struktur erschweren.

Die Abbildungen 3.9 und 3.10 zeigen zwei verschieden große Bereiche der HPI-Schicht. Es ist die hexagonale Struktur, aber auch die Aufwerfung der Bedampfungsschicht (heller Bereich) erkennbar. Zur Kalibrierung erfolgte eine Serie von Aufnahmen dieses gezeigten Bereiches.

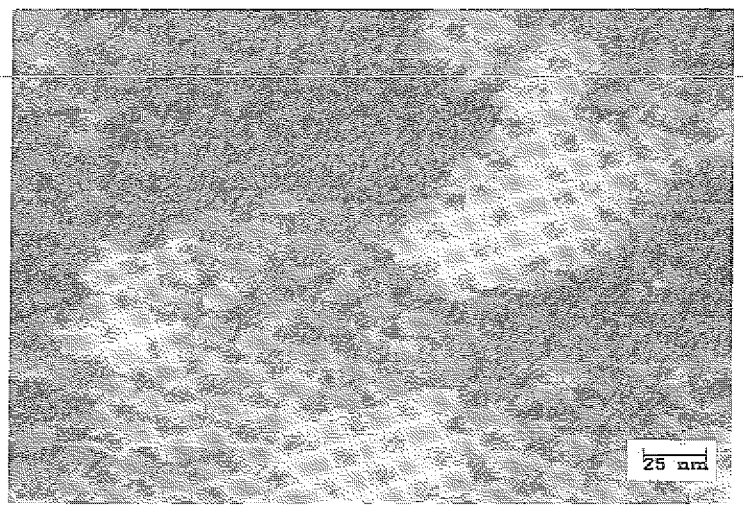


Abb. 3.9) RTM-Aufnahme eines Bereiches mit HPI-Struktur bei einer Tunnelspannung von 5 mV und einem Tunnelstrom von 310 pA.

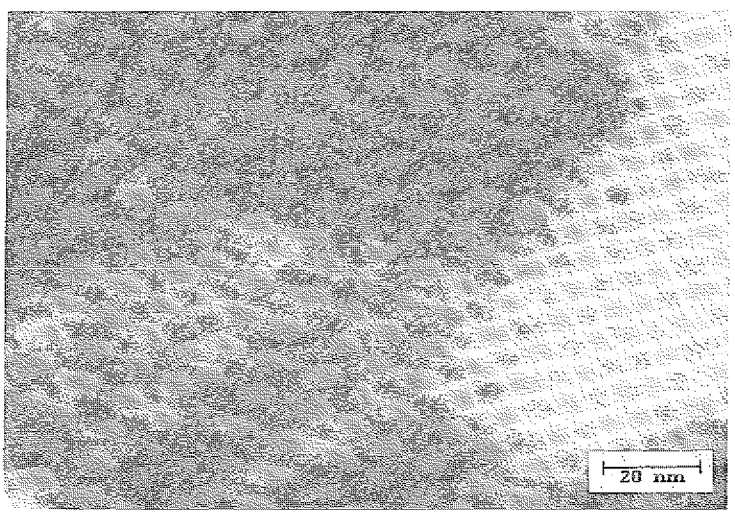


Abb. 3.10) Zu erkennen ist derselbe Bereich wie in Abb. 3.9, aufgenommen bei verkleinertem Rasterfeld.

Anhand dieser Probe läßt sich gut eine Kalibrierung des Raster-Tunnel-Mikroskops für Scanbereiche von wenigen hundert Nanometern durchführen. Ebenso wie bei HOPG eignet sich HPI aber schlecht für Kalibrierungen in zur Oberfläche vertikaler Richtung, da nur die mittlere Dicke der HPI-Schicht, nicht aber die Höhe der Korrugationen bekannt ist.

3.4 CD-Matrix zur z-Kalibrierung

Die bisher behandelten Proben eigneten sich nur für Messungen lateraler Auslenkungsfaktoren, aber über die vertikale Richtung ließen sich keine Aussagen treffen. Ein Objekt mit definierten Höhen stellt die Stempel-Matrix zur Herstellung von Compact Discs (CD) dar. Sie besteht in der Regel aus Nickel, auf dessen

Oberfläche sich Pits befinden. Diese Erhöhungen sind in Linien mit einem Abstand von 2 μm angeordnet und besitzen unterschiedliche Längen, die der jeweiligen Information entsprechen, ähnlich den Bits in der Computer-Technik. Ein einzelnes Pit ist 500 nm breit und 500 nm bis 4 μm lang [3.11]. Die Höhe beträgt

$$z = (130 \pm 10) \text{ nm} \quad [3.11, 3.12].$$

Die Herstellung der Stamper-Matrix geschieht nach folgender Methode: Eine optisch flache Glasplatte wird mit Photolack (120 - 140 nm Dicke) beschichtet, und mit einem Laser werden die Positionen der Pits belichtet und dann entwickelt. Die so entstandene Struktur wird mit einem Nickel-Film bedampft und dann galvanisch beschichtet, so daß die fertige Master-Disk abgtrennt werden kann.

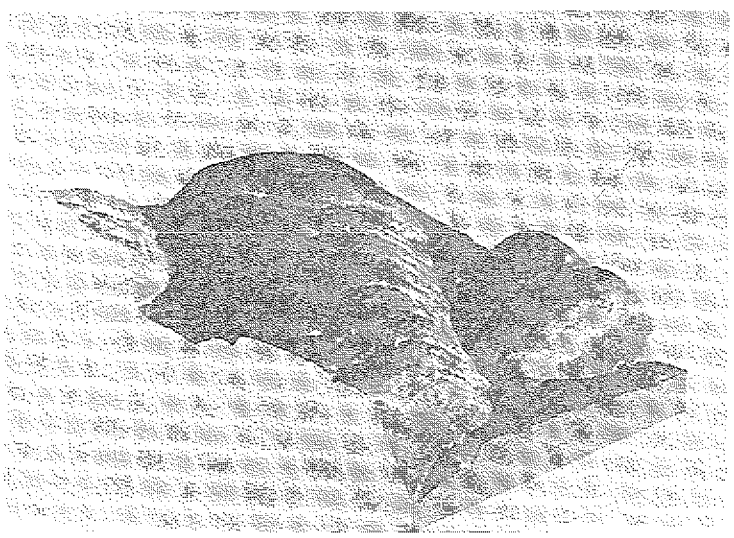


Abb. 3.11) RTM-Aufnahme eines langen Pits. Man beachte die Feinstruktur auf der Oberfläche, die aus der langen Lagerung (4 Jahre) des Stempels resultieren könnte.

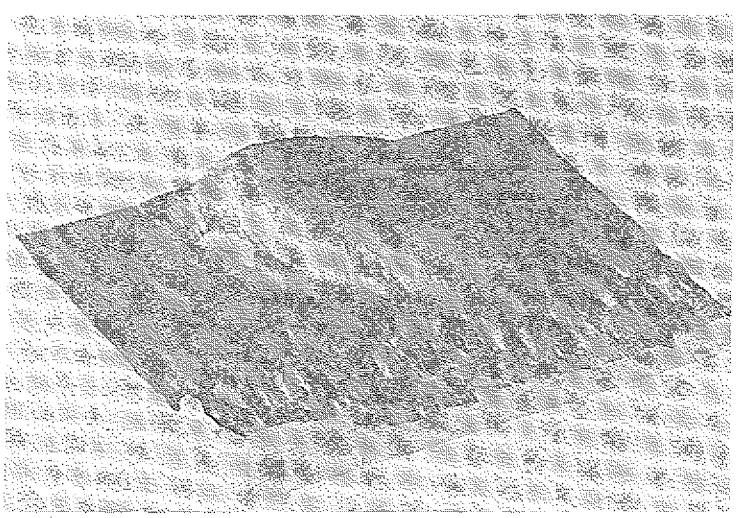


Abb. 3.12) Einzelnes Pit bei einer Tunnelspannung von 500 mV und einem Tunnelstrom von 450 pA. Die Feinstruktur im vorderen Teil ist eine Störung durch plötzliche Verschmutzung der Spitze.

Abb. 3.11 und 3.12 zeigen einzelne Pits auf der Stempel-Matrix. Wegen der großen Dimensionen macht sich hier der Einfluß der Spitzenform (siehe Kap. 1.4) durch eine Abflachung der Flanken bemerkbar. Dies hat aber keinen Einfluß auf die Höhe, so daß eine Kalibrierung der z-Richtung anhand dieser Struktur erfolgen kann. Zu beachten ist aber dabei, daß mit geringen Scangeschwindigkeiten gearbeitet wird, da sonst die PI-Regelung nicht mehr nachkommt [3.11]. Daher dauerte eine Messung ca. eine halbe bis ganze Stunde.

4. Die Kalibrierung des Piezo-Stellgliedes

4.1 Theoretisch zu erwartende Auslenkungen

Das in dieser Arbeit verwendete Piezo-Stellglied ist das Röhrchen EBL#2 der Firma EBL Company, bestehend aus PZT-5A mit Elektroden aus Nickel wie in Kap. 2.2 beschrieben. Die technischen Daten dieses Stellgliedes sind [4.1]:

$$
\begin{aligned}
d_{31} &= -\ 173 \cdot 10^{-12}\ \mathrm{m/V} \\
d_{33} &= \ \ 380 \cdot 10^{-12}\ \mathrm{m/V} \\
d_a &= (\ 6.35\ \ \pm\ 0.051\ )\ \mathrm{mm} \\
b &= (\ 0.508\ \pm\ 0.025\ )\ \mathrm{mm} \\
l_0 &= (\ 12.7\ \ \pm\ 0.076\ )\ \mathrm{mm}
\end{aligned}
$$

Dabei bezeichnen d_{31} und d_{33} die piezoelektrischen Ladungskonstanten senkrecht bzw. parallel zum angelegten, elektrischen Feld [1.16]. Sie sind definiert als Quotient von erzeugter Dehnung durch angelegte Feldstärke. Die anderen Größen kennzeichnen die Abmessungen des Hohlzylinders und sind: Außendurchmesser d_a, Wanddicke b und Länge l_0 ohne angelegtes Feld. Der mittlere Durchmesser d berechnet sich zu:

$$d = d_a - b = (\ 5.842\ \pm\ 0.057)\ \mathrm{mm}$$

Die sich durch eine angelegte Spannung ergebende Längenänderung des Röhrchens ist proportional zur Feldstärke und beträgt

$$\Delta l = \frac{d_{31} \cdot U \cdot l_0}{b}\ . \qquad (4.1)$$

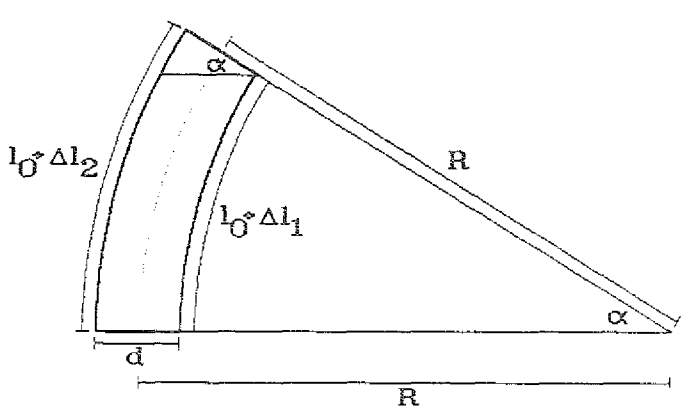


Abb. 4.1) Verbiegung des Röhrchens bei angelegter Spannung.

Der Krümmungswinkel α, der sich durch Anlegen zweier Spannungen zwischen gegenüberliegenden Elektroden und Innenelektrode durch zwei unterschiedliche Ausdehnungen Δl_1 und Δl_2 ergibt (Abb. 4.1), berechnet sich über die Definition des Radianten zu

$$\alpha = \frac{l_0}{R} = \frac{\Delta l_2 - \Delta l_1}{d} . \qquad (4.2)$$

Daraus ergibt sich der Krümmungsradius R zu

$$R = d \cdot \frac{l_0}{\Delta l_2 - \Delta l_1} . \qquad (4.3)$$

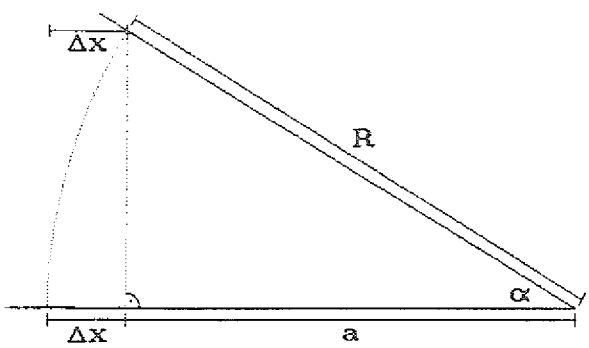


Abb. 4.2) Laterale Auslenkung, hervorgerufen durch die Verbiegung des Röhrchens.

Für die laterale Auslenkung Δx gilt nach Abb. 4.2

$$\Delta x = R - a = R \cdot (1 - \cos \alpha) .$$

Da der Winkel α sehr klein ist (Δx im nm-Bereich, l_0 im cm-Bereich), kann obige Gleichung durch Taylor-Reihenentwicklung angenähert werden zu

$$\Delta x = R \frac{\alpha^2}{2} . \qquad (4.4)$$

Durch Einsetzen der Gleichungen 4.1 bis 4.3 in Gl. 4.4 ergibt sich

$$\Delta x = \frac{d_{31} \cdot l_0^2}{2 \cdot d \cdot b} (U_2 - U_1) . \qquad (4.5)$$

Gleichung 4.5 läßt sich vereinfachen zu

$$\Delta x = C_x \cdot \Delta U_x$$

$$\text{mit} \qquad C_x = \frac{d_{31} \cdot l_0^2}{2 \cdot d \cdot b} \, . \qquad (4.6)$$

Einsetzen der technischen Daten von EBL#2 ergibt einen Auslenkungsfaktor von

$$C_x = 4.7 \text{ nm/V} \, .$$

Für die y-Richtung ergibt sich wegen der vorausgesetzten Symmetrie der vier Außenelektroden derselbe Wert.

CARR [4.2] benutzte zur theoretischen Herleitung dieses Auslenkungsfaktors die Methode der finiten Elemente. Durch die Computersimulation erhält er für ein Röhrchen mit den selben Abmessungen wie EBL#2 für das Piezomaterial PZT-5A einen Wert von

$$C_x = 4.9 \text{ nm/V} \, .$$

Der oben ermittelte Näherungswert kommt diesem Wert sehr nahe. Die Abweichung kann damit zu begründen sein, daß bei der Näherung eine kreisförmige Verbiegung vorausgesetzt wird, die der Realität nur begrenzt entspricht [4.2].

Soll der theoretisch ermittelte Wert mit den tatsächlich gemessenen Auslenkungsfaktoren verglichen werden, muß der Einfluß der Länge der um den Winkel α geneigten Spitze mit berücksichtigt werden. Die sich daraus ergebenden neuen Abmessungen zeigt Abb. 4.3.

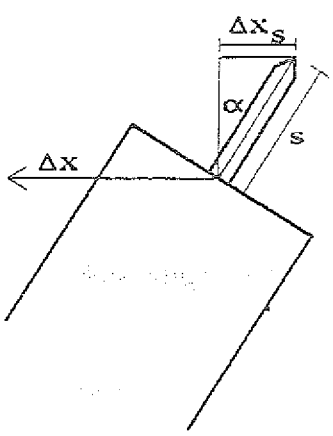


Abb. 4.3) Einfluß der Länge der Spitze auf die lateralen Auslenkungen.

Die Spitzenlänge s führt zur zusätzlichen Auslenkung Δx_s

$$\Delta x_s = s \cdot \alpha = \frac{s \cdot d_{31} \cdot l_0}{d \cdot b} (U_2 - U_1) .$$

Die gesamte Auslenkung Δx_{ges} ergibt sich zu

$$\Delta x_{ges} = \Delta x + \Delta x_s = C_{x,ges} \cdot \Delta U_x$$

mit $$C_{x,ges} = \frac{d_{31} \cdot l_0}{d \cdot b} \left(\frac{l_0}{2} + s \right) . \qquad (4.7)$$

Geht man von einer Spitzenlänge

$$s = (3.5 \pm 0.5) \text{ mm}$$

aus, so ergibt sich für den Gesamtauslenkungsfaktor $C_{x,ges}$ = 7.29 nm/V, der verglichen mit dem vorher errechneten Wert um 55% erhöht ist, woran man den großen Einfluß der Spitzenlänge erkennen kann.

Da die Größen l_0, d, b und s fehlerbehaftet sind, ist die Auswirkung dieser Fehler auf Gl. 4.7 von Interesse. Diese läßt sich nach dem Fehlerfortpflanzungsgesetz berechnen. Für eine allgemeine Funktion f(a,b,c,d) ergibt sich der Fehler σ_f zu [2.3]

$$\sigma_f = \sqrt{f_a^2\sigma_a^2 + f_b^2\sigma_b^2 + f_c^2\sigma_c^2 + f_d^2\sigma_d^2} ,$$

wobei f mit den Indizes a bis d die 1. Ableitung der Funktion f nach a bis d bezeichnet. Dies ergibt für den Gesamtauslenkungsfaktor einen Fehler σ_c von:

$$\sigma_c = \frac{\sqrt{b^2(4d^2(\sigma_l^2(l_0+s)^2+\sigma_s^2 l_0^2)+\sigma_d^2 l_0^2(l_0+2s)^2)+d^2\sigma_b^2 l_0^2(l_0+2s)^2} \cdot d_{31}}{2b^2d^2}$$

Dadurch ergibt sich jetzt der Auslenkungsfaktor zu

$$\underline{C_x = C_y = (7.29 \pm 0.71) \text{ nm/V}} ,$$

wobei der Fehler einer relativen Abweichung von ±9.7% entspricht.

Die bisherige Abschätzung betrifft nur die lateralen Auslenkungen des Piezo-Röhrchens. Für die z-Auslenkungskonstante ergibt sich direkt aus Gl. 4.1

$$\Delta z = C_z \cdot U_z$$

mit $$C_z = d_{31} \cdot l_0 \; / \; b \; .$$

Daraus ergibt sich als theoretischer Wert

$$\underline{C_z = (\; 4.33 \pm 0.21 \;) \; nm/V} \; .$$

mit der relativen Abweichung von 4.8%.

4.2 Die praktische Durchführung der Kalibrierung

Die praktische Durchführung der lateralen Kalibrierung des Systems erfolgt mit Hilfe der schon in Kap. 3 beschriebenen Proben: HOPG für den atomaren Bereich und HPI für Scanbereiche im Bereich von einigen 10 nm bis 2μm. Abb. 4.4 veranschaulicht, wie sich dabei unterschiedliche Vergrößerungen in x- und y-Richtung im gemessenen Bild auswirken.

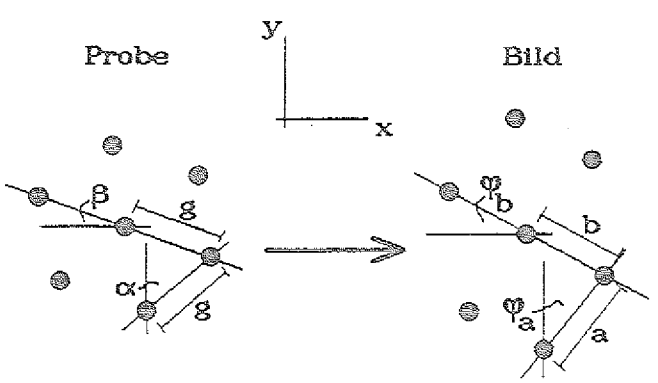


Abb. 4.4) Auswirkung unterschiedlicher Vergrößerungen in x- und y-Richtung in einem gemessenen Bild. Das Koordinatensystem zeigt die Richtungsdefinition für das Raster-Tunnel-Mikroskop.

Die Vergrößerungsfaktoren, die nicht als gleich vorausgesetzt werden können, verursachen eine Veränderung der Strukturabstände und ihrer Winkel. Für die Auswertung der Kalibrierungsmessung werden folgende Festlegungen und Voraussetzungen gemacht:

1) Die Probe ist um den Winkel α gegenüber dem Koordinatensystem des Raster-Tunnel-Mikroskops gedreht.
2) Die Vergrößerungen v_x und v_y sind nicht miteinander gekoppelt, das heißt sie bilden ein linear unabhängiges System.
3) Eine Auslenkung in z-Richtung wirkt sich nicht auf die lateralen Größen aus.

Punkt 1 ist eine Festlegung, die allgemeingültig ist. Der Punkt 2 gilt bei dem verwendeten Piezo-Stellglied mit großer Genauigkeit. Eine Überprüfung ergibt, daß bei Anlegen einer langsamen Sinus-Spannung (Frequenz f viel kleiner als die Resonanzfrequenz) an zwei gegenüberliegende Elektroden ein Signal, welches nur maximal 1% bis 2% der angelegten Sinus-Spannung beträgt, an den anderen Quadranten zu messen ist. Dies ist zu erwarten, da das Röhrchen als Vollmaterial mechanisch die einzelnen Quadranten miteinander koppelt, was durch den direkten piezoelektrischen Effekt zu einer Ladungserzeugung an den nicht angeschlossenen Elektroden führt. Die gemessenen Signale sind aber im Rahmen der Meßgenauigkeit vernachlässigbar. Zu Punkt 3 ist zu bemerken, daß bei den verwendeten Proben wegen der geringen Strukturhöhen keine x-z-Kopplung zu registrieren war. Aber bei Strukturhöhen im µm-Bereich sind Verzerrungen zu erwarten wegen der Hysterese-Effekte bei großen Hüben und wegen der begrenzten Dehnbarkeit des Piezomaterials, die dazu führen kann, daß bei großen z-Auslenkungen durch mechanische Spannungen die lateralen Bewegungen kleiner werden. Die daraus resultierende x-z-Kopplung ist dann zu berücksichtigen.

Abb. 4.4 zeigt, welche Größen bekannt sind bzw. gemessen werden können. Zur Kalibrierung werden die Vergrößerungsfaktoren v_x und v_y und der Verdrehwinkel der Probe α gesucht. Die Faktoren sind definiert zu:

$$v = \text{Bildgröße} / \text{Strukturgröße in die jeweilige Richtung.}$$

Die einzelnen Komponenten der Strukturlänge g werden im Bild vergrößert zu

$$a_x = v_x \cdot g_x \qquad \text{bzw.} \qquad a_y = v_y \cdot g_y \, .$$

Damit gilt:

$$a_x = v_x \cdot g \cdot \sin \alpha \tag{4.8}$$
$$a_y = v_y \cdot g \cdot \cos \alpha \tag{4.9}$$

Für die Vergrößerung von g nach b gilt:

$$b_x = v_x \cdot g \cdot \cos \beta \quad \text{und}$$
$$b_y = v_y \cdot g \cdot \sin \beta \; .$$

Unter der Voraussetzung eines regelmäßigen Hexagons gilt

$$\beta = \alpha - 30^\circ \; .$$

Damit erhält man

$$b_x = v_x \cdot g \cdot (\cos 30^\circ \cdot \cos \alpha + 1/2 \cdot \sin \alpha) \qquad (4.10)$$

Die Gleichungen 4.8 bis 4.10 bilden ein Gleichungssystem, das nach den gesuchten Größen aufgelöst werden kann. Es ergeben sich die Gleichungen

$$\alpha = \arctan \left(\frac{a_x \cdot \cos 30^\circ}{b_x - 1/2 \cdot a_x} \right) , \qquad (4.11)$$

$$v_x = \frac{a_x}{g \cdot \sin \alpha} \quad \text{und} \qquad (4.12)$$

$$v_y = \frac{a_y}{g \cdot \cos \alpha} \; . \qquad (4.13)$$

Mit den Vergrößerungsfaktoren wird die Größe der Scanbereiche berechnet:

$$x = l_x \; / \; v_x \qquad (4.14)$$
$$y = l_y \; / \; v_y \qquad (4.15)$$

mit den Bildgrößen

$$l_x = (19.7 \pm 0.05) \text{ cm} \quad \text{und}$$
$$l_y = (13.5 \pm 0.05) \text{ cm} \; .$$

Die Auslenkungsfaktoren, die das primäre Ergebnis dieser Arbeit darstellen sollen, werden berechnet nach

$$C_x = x \; / \; \Delta U_x \quad \text{und} \qquad (4.16)$$
$$C_y = y \; / \; \Delta U_y \; , \qquad (4.17)$$

wobei ΔU_x und ΔU_y die angelegten Spannungsdifferenzen in der jeweiligen Richtung sind (vgl. Abb. 2.6).

Bei der praktischen Durchführung werden Linien über die Kalibrierungsstruktur gelegt, wodurch schon eine Mittelung über mehrere Strukturabstände erfolgt. Abgelesen werden anhand der Bilder die Längen a und b sowie die Winkel ψ_a und ψ_b (siehe Abb. 4.4). Die Ableseungenauigkeiten, die sich daraus ergeben, werden dadurch berücksichtigt, daß möglichst viele Linien bestimmt werden ohne jede Bezugnahme zu den jeweils anderen Linien (Abb. 4.5).

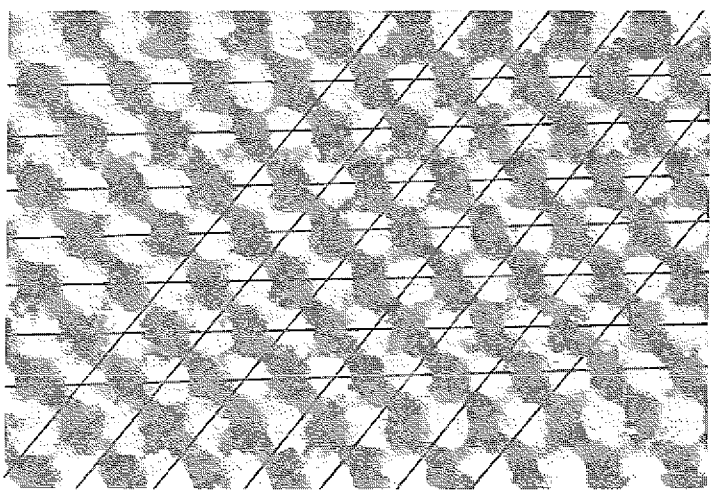


Abb. 4.5) Beispiel einer Kalibrierungsmessung anhand einer HOPG-Probe.

Daraus ergibt sich eine Streuung der Komponenten a_x, a_y und b_x, die ein Maß für die Ableseungenauigkeit ist. Die zur Auswertung dabei benutzte gewichtete Mittelung soll berücksichtigen, daß die Linien durch unterschiedlich viele Strukturen festgelegt werden. Sie erfolgt durch Vervielfachung der Meßwerte bezogen auf die Anzahl der Strukturen, über die gemessen wird.

Die Fehler, die sich bei der Berechnung der Gleichungen 4.11 bis 4.17 durch die Streuung der Meßwerte ergeben, lassen sich nach folgenden Formeln berechnen:

$$\sigma_\alpha = \frac{\cos 30^\circ \cdot \sqrt{(b_x \cdot \sigma_{ax})^2 + (a_x \cdot \sigma_{bx})^2}}{(b_x - 1/2 \cdot a_x)^2 + (a_x \cdot \cos 30^\circ)^2} ,$$

$$\sigma_{vx} = \frac{\sqrt{(\sin\alpha \cdot \sigma_{ax})^2 + (a_x \cdot \cos\alpha \cdot \sigma_\alpha)^2}}{g \cdot \sin^2\alpha} ,$$

$$\sigma_{vy} = \frac{\sqrt{(\cos\alpha \cdot \sigma_{ay})^2 + (a_y \cdot \sin\alpha \cdot \sigma_\alpha)^2}}{g \cdot \cos^2\alpha} ,$$

$$\sigma_x = \frac{1}{v_x^2} \cdot \sqrt{l_x^2 \cdot \sigma_{vx}^2 + v_x^2 \cdot \sigma_{lx}^2} ,$$

$$\sigma_y = \frac{1}{v_y^2} \cdot \sqrt{l_y^2 \cdot \sigma_{vy}^2 + v_y^2 \cdot \sigma_{ly}^2} ,$$

$$\sigma_{cx} = \sigma_x / \Delta U_x \quad \text{und}$$
$$\sigma_{cy} = \sigma_y / \Delta U_y \quad .$$

Der Auslenkungsfaktor für die z-Richtung

$$C_z = z / U_z \tag{4.18}$$

kann bei bekannter Höhe z eines Pits aus den Spannungshüben U_z ermittelt werden, die beim Abrastern gemessen wurden. Durch die Fehlerbehaftetheit der Spannung und der Höhe ergibt sich der Fehler zu:

$$\sigma_{cz} = \frac{1}{U_z^2} \cdot \sqrt{z^2 \cdot \sigma_{uz}^2 + U_z^2 \cdot \sigma_z^2} \quad .$$

5. Meßergebnisse und Diskussion

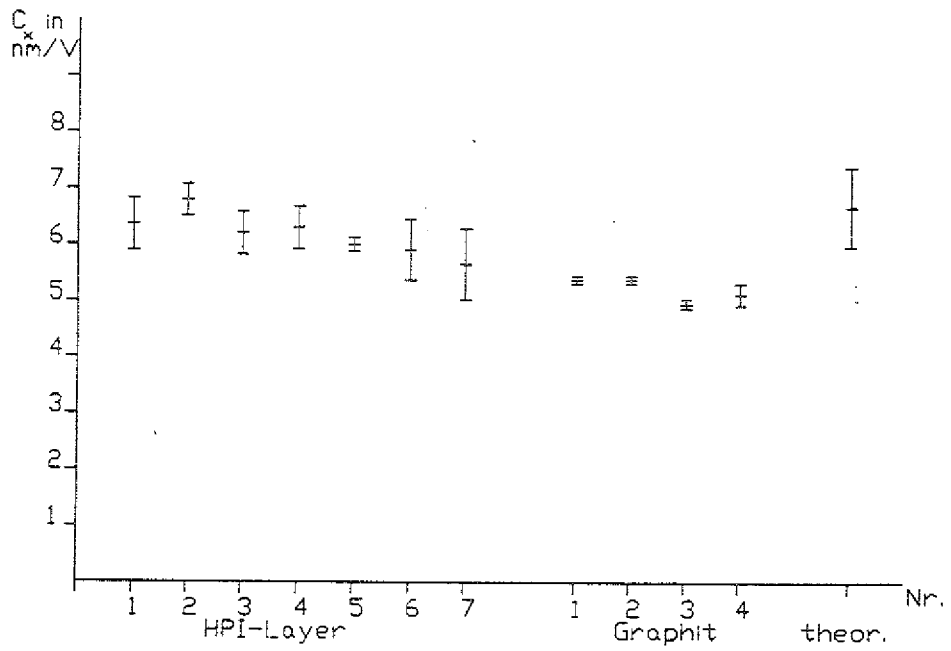


Abb 5.1) Ermittelte Auslenkungsfaktoren C_x bei den verschiedenen RTM-Aufnahmen.

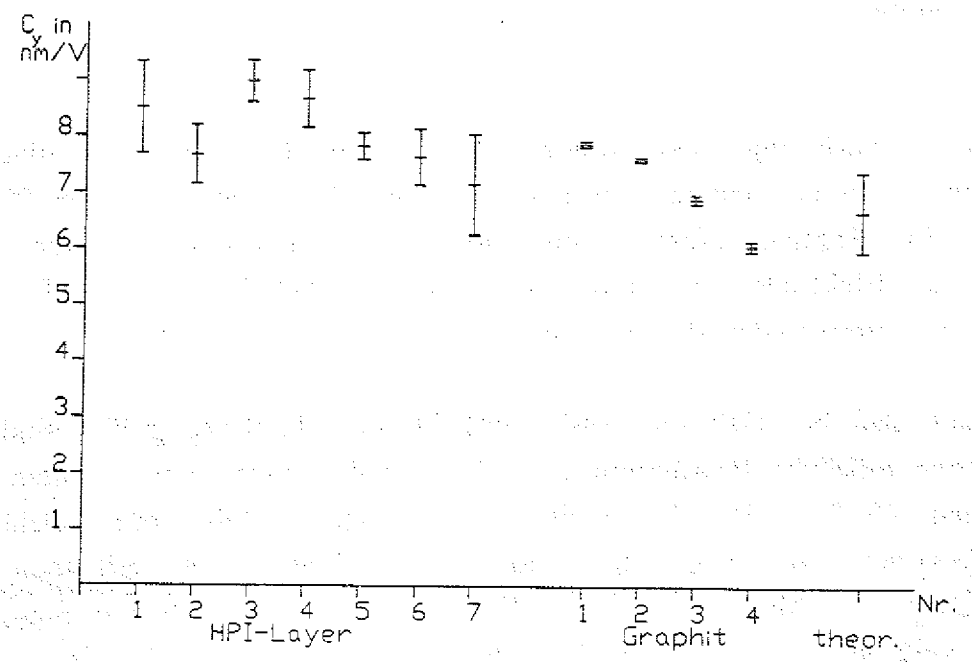


Abb. 5.2) Ermittelte Auslenkungsfaktoren C_y bei den verschiedenen RTM-Aufnahmen.

Mit Hilfe der in Kap. 4.2 hergeleiteten Formeln (Gl. 4.8 bis 4.18) erfolgt die Auswertung der RTM-Aufnahmen von den Kalibrierungsproben. Dabei ist eine Trennung zwischen den Ergebnissen verschiedener Proben vorzunehmen, da diese bei verschieden großen Scanbereichen abgebildet wurden und sich die Hysterese und andere Nachwirkungseffekte unterschiedlich auswirken. Die sich daraus ergebenden unterschiedlichen Auslenkungsfaktoren für die lateralen Richtungen sind in Abb. 5.1 und 5.2 dargestellt.

Es ist zu erkennen, daß bei der HPI-Probe größere Streuungen in den Einzelmessungen als bei der HOPG-Probe auftreten: Der durchschnittliche relative Fehler bei HPI beträgt ca. 6 % und bei HOPG ca. 1.5%. Dies ist damit zu begründen, daß sich die Strukturen bei der verwendeten biologischen Probe auf kleinere Bereiche erstrecken, so daß im Mittel nur über 4 bis 6 Moleküle pro Reihe bei HPI im Gegensatz zu den 10 bis 20 Atomen pro Reihe bei HOPG gemessen werden kann, was zu einer größeren Standardabweichung für HPI führt.

Ein weiteres Ergebnis der Messungen ist, daß die Auslenkungsfaktoren für die x-Richtung generell niedriger liegen als die für y. Das Nachkriechen des Piezo-Stellgliedes, welches nach Anlegen einer Spannungs-Sprungfunktion erfolgt (siehe Kap. 1.2), könnte eine mögliche Erklärung dafür bieten: Während der Bildaufnahmen kommt es zu einer ständigen Richtungsumkehr der x-Auslenkungen infolge der erwünschten Rasterung. Nachwirkungseffekte, die von Bewegungen in die eine Richtung herrühren, werden bei entgegengesetzten Auslenkungen reduziert. In y-Richtung aber erfolgt während eines Scans kein Wechsel, so daß sich das Kriechen hier zusammenaddiert zu einer merklich größeren Auslenkung.

Aber nicht nur Nachwirkungseffekte können zu den unterschiedlichen Auslenkungsfaktoren führen. Zu berücksichtigen sind auch eventuelle Inhomogenitäten des Piezomaterials, die im Rahmen dieser Arbeit aber nicht zu ermitteln waren. Die Abmessungen der Elektroden sind mit Ungenauigkeiten behaftet, die ebenfalls zu den gemessenen Unterschieden der lateralen Auslenkungen führen können.

Weiter fällt auf, daß bei HPI die Auslenkungsfaktoren durchweg größer sind als bei HOPG. Eine mögliche Begründung dafür liegt in dem Großsignalverhalten von Piezomaterialien (Abb. 5.3). Bei kleinen Spannungen erfolgt eine Dehnung annähernd proportional zum angelegten Feld. Im Großsignalbereich verdoppelt sich fast die Steigung der Auslenkungskurve, die dann zunehmend in die Sättigung gerät. Daher vergrößern sich die Auslenkungsfaktoren in diesem Bereich wegen ihrer Proportionalität zur Dehnung bzw. Auslenkung.

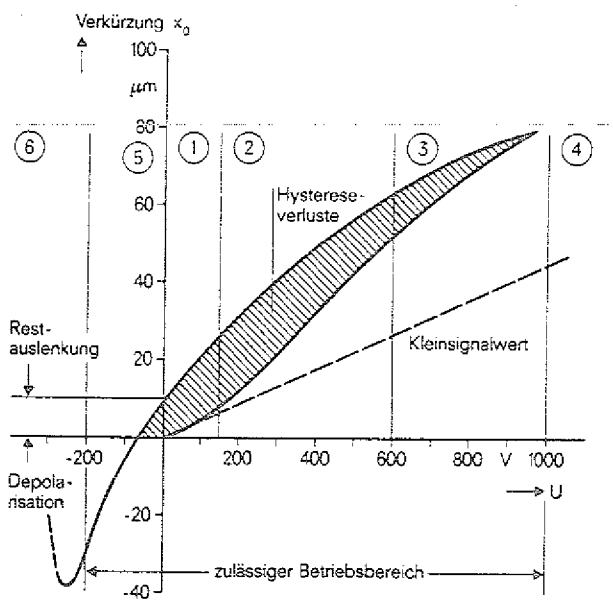


Abb. 5.3) Großsignalverhalten von Piezomaterialien durch Hysterese-Effekte, beispielhaft von einem Piezo-Quader.
Quelle: [1.15]

Beim Vergleich der gemessenen Werte von HPI und HOPG ist zusätzlich die Spitzenlänge zu beachten. Wie in Kap. 4.1 zu sehen ist (Gl. 4.7), fließt sie linear in die Auslenkungsfaktoren mit ein. Da die verwendeten Spitzen keine reproduzierbare Länge besaßen, erschwert dies die Interpretation der Meßwerte. Man kann die gemessenen lateralen Auslenkungen daher nur unter diesem Vorbehalt mit den entsprechend der Abschätzung zu erwartenden vergleichen. Mit Berücksichtigung dieser Tatsache kann gesagt werden, daß die lateralen Meßwerte gut mit der Theorie übereinstimmen. Mit den an HOPG erhaltenen Kalibrierungsfaktoren läßt sich die laterale Gitterkonstante der $Ta_{0.2}Nb_{0.8}Se_2$-Probe bestimmen zu

$$a_0 = (3.56 \pm 0.12) \text{ Å} \quad ,$$

was die Überlegung, daß sich diese Konstante kaum gegenüber $NbSe_2$ ändern dürfte (siehe Kap. 3.2), unterstützt.

Der an der CD-Matrix gemessene Wert für den vertikalen Auslenkungsfaktor beträgt

$$C_z = (3.86 \pm 0.34) \text{ nm/V}$$

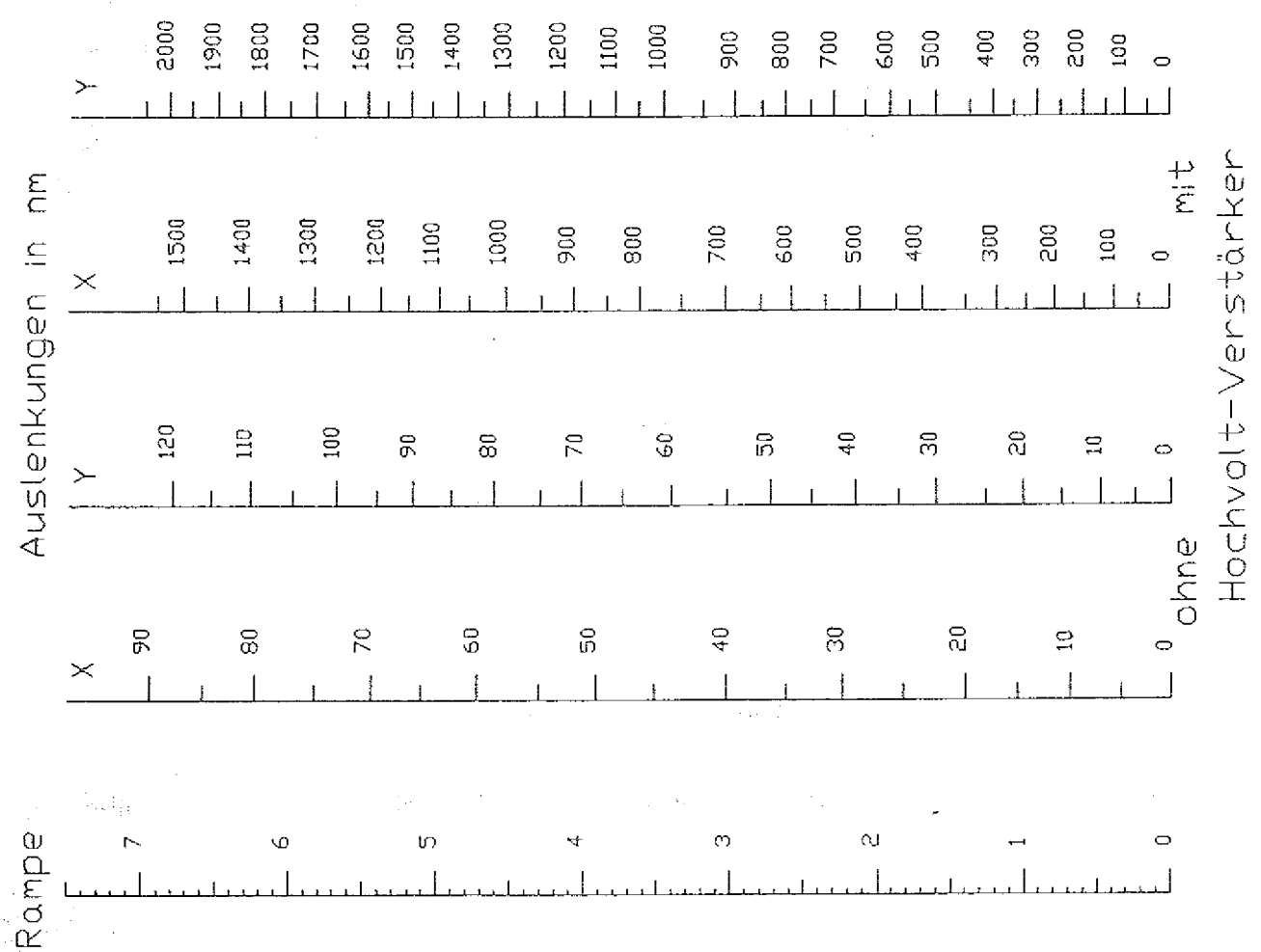
und stimmt im Rahmen der Fehlergrenzen mit dem abgeschätzten Wert überein. Die beiden Mittelwerte weichen um 12.2% voneinander ab.

Abschließend folgt eine Zusammenstellung der experimentell ermittelten Auslenkungsfaktoren im Vergleich mit der in Kap. 4.1 gemachten Abschätzung. In der Tabelle ist HPI gleichzusetzen mit der Verwendung des Hochvoltverstärkers.

TABELLE: Ergebnisse der Kalibrierungsmessungen

	HOPG	HPI	CD-Matr.	theor.
C_x /nmV^{-1} rel. Fehler	5.21 ± 0.18 (3.5%)	6.17 ± 0.34 (5.5%)		7.29 ± 0.71 (9.7%)
C_y /nmV^{-1} rel. Fehler	7.12 ± 0.70 (9.8%)	8.07 ± 0.61 (7.6%)		7.29 ± 0.71 (9.7%)
C_z /nmV^{-1} rel. Fehler			3.86 ± 0.34 (8.8%)	4.33 ± 0.21 (4.8%)

NOMOGRAMM zur Bestimmung der x- und y-Auslenkungen mit und ohne Hochvoltverstärker in Abhängigkeit der Rampen-Stellung



6. Ausblick

Diese Arbeit beschäftigt sich mit der Kalibrierung eines speziellen Piezo-Röhrchens anhand weniger Proben über geringe Scanbereichs-Unterschiede hinweg. Dabei wurde die in Kap. 2.2 aufgenommene Spannungs-Rampen-Kennlinie mit den aus zwei Proben gewonnenen, lateralen Auslenkungsfaktoren verknüpft ohne Berücksichtigung der stärker werdenden Hysterese-Auswirkungen bei größeren Auslenkungen. Für den Zweck der reinen Abbildung von Oberflächenstrukturen reicht diese Methode meist. Um aber genauere Messungen, z.B. Bestimmung der Größen von Keimen beim Kristallwachstum, mit dem Raster-Tunnel-Mikroskop durchführen zu können, sollten mehr Kalibrierungsproben berücksichtigt werden, bei denen sich die Gitter- bzw. Strukturkonstanten von Probe zu Probe verdoppeln oder verdreifachen sollten, damit eine bereichsübergreifende Kalibrierung erfolgen kann.

Auch die Bestimmung der z-Auslenkungskonstante kann verbessert werden, da der makroskopisch erhaltene Faktor nicht ohne weiteres wegen des Unterschiedes von Kleinsignal- und Großsignalverhalten auf mikroskopische Strukturen übertragen werden kann. Hierfür bietet sich eine von CHANG und BARD [6.1] beschriebene Methode an: Erhitzt man eine HOPG-Probe auf ca. 650 °C, so entstehen durch Reaktionen zwischen dem Graphit und der umgebenden Luft Krater (etch pits) auf der Oberfläche. Sie besitzen einen Durchmesser von mehreren 10 nm und meist eine Tiefe von (3.4 ± 0.2) Å, die genau der Höhe einer Graphit-Monolage entspricht. Auch durch Anlegen einer Wechselspannung zwischen Tunnelspitze und Probe können solche Krater erzeugt werden. Durch Vermessung dieser Struktur kann eine z-Kalibrierung für Strukturen im atomaren Bereich mit größerer Genauigkeit erfolgen.

Eine andere Methode zur Kalibrierung sieht ab von der Benutzung von Proben: WETSEL et al. [6.2] messen die Auslenkungen bei verschiedenen Spannungen optisch aus. Dazu fokussieren sie einen Laserstrahl mit einer Linse auf einen Spiegel, der an dem Untersuchungsobjekt angebracht ist. Der hier reflektierte Strahl wird durch eine zweite Linse parallelisiert und durch einen Positions-Sensor registriert. Wird der Spiegel durch das Piezostellglied verschoben, so wird diese Auslenkung vergrößert durch Linse 2 vom Sensor gemessen. Bei einer weiteren Methode werden die Auslenkungsfaktoren interferometrisch bestimmt. Somit können viele Effekte wie Hysterese und Kriechen überprüft werden, über den gesamten Sollauslenkungsbereich des Piezos hinweg.

Um eine verallgemeinernde Aussage über die gemessenen Werte herbeizuführen, sollten all die genannten Meßarten dazu verwendet werden, mehrere Piezo-Röhrchen eines Typs durchzumessen. Die Ergebnisse können dann als Entscheidungskriterium benutzt werden für die unterschiedlichen Einsatzgebiete der Piezos. Solch einen Vergleich führten NISHIKAWA et al. [6.3] durch für die Hysterese-Kurven der Materialien PZT, PLZT und PMN, und VIEIRA [1.19] untersuchte das thermische Verhalten verschiedener Stellglieder.

Ein Faktor, der auch einen Einfluß auf tunnelmikroskopische Aufnahmen ausübt, ist bisher nicht ausreichend untersucht worden: Die Scangeschwindigkeit, die für unterschied- liche Anwendungsfälle variiert werden kann, verursacht Verzerrungen (siehe Kap. 1.2), die je nach Geschwindigkeit verschieden stark ausgeprägt sind. Da dies nicht unerheblich ist, sollte sich eine Untersuchung dieses Effektes anschließen.

Abschließend ist zu bemerken, daß sich die Kalibrierungen beliebig erweitern lassen. Es bleibt vom Anwender abzuschätzen, wie genau er Untersuchungen mit dem Raster-Tunnel-Mikroskop durchführen will, also wie genau eine Kalibrierung erfolgen sollte.

Anhang 1)

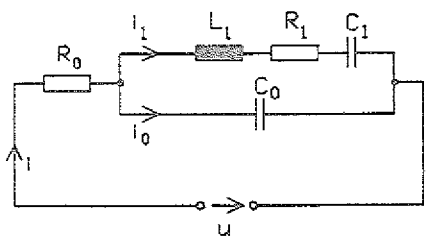
Liste der verwendeten Geräte und Programme

Personal Computer	IBM-kompatibler AT mit 12 MHz Taktfrequenz 40 MByte Festplatte und E-VGA-Karte
Datenerfassungskarte	Burr-Brown PCI-20041C-A Trägerkarte PCI-20019M-1A 12 Bit AD-Wandler-Modul PCI-20003M 12 Bit DA-Wandler-Modul
Raster-Tunnel-Mikroskop	konstruiert von A. Birkner, ISI, KFA Jülich
Videoprinter	Mitsubishi P75E
Laserdrucker	Kyocera F-1010
Tintenstrahldrucker	Hewlett Packard Deskjet 500
Vorverstärker	Stanford Research System SR-560
Oszilloskop	Hameg HM203-6 20 MHz
Digitalmultimeter	Keithley DMM199
Lichtmikroskop	Questar QM100
Kaltlichtquelle	Schott KL1500
Betriebssystem	MS-DOS 3.3
Grafik	Deluxe Paint II Enhanced
Textverarbeitung	WI-TEX Wissenschaftliche Textverarbeitung
Plotprogramm	Tech-Plot

Anhang 2)

Beschreibende Differentialgleichung des Regelkreises

Die folgende Abbildung zeigt das Ersatzschaltbild eines Piezo-Translators. Der Widerstand R_0 ist dabei der Ladewiderstand des Piezos, dessen Hauptkapazität, die für die Längenänderung verantwortlich ist, mit C_0 bezeichnet ist. Für quasistatische Anwendungen genügt dieser Teil der Schaltung. Erst bei höheren Frequenzen macht sich der parallele Serienschwingkreis bemerkbar.



Elektrisches Ersatzschaltbild eines Piezo-Translators

Dieses Regelkreisglied besitzt die Eingangsspannung u und die Ausgangsspannung u_c. Es gelten die Abhängigkeiten:

$$i_1 = i - i_0 \; ; \qquad u = R_0\, i + u_c \; ; \qquad u_c = \frac{1}{C_0}\int i_0\, dt$$

$$u_c = L_1 \frac{di_1}{dt} + R_1\, i_1 + \frac{1}{C_1}\int i_1\, dt$$

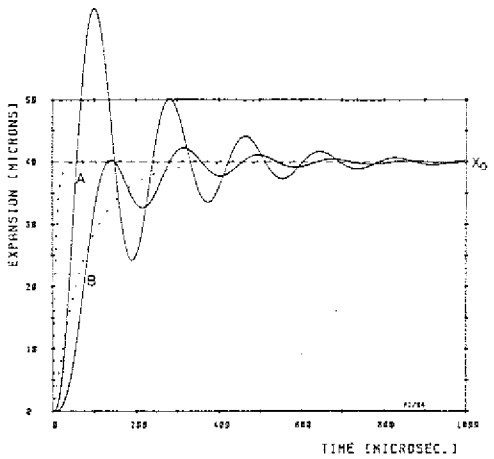
Durch Kombination dieser Gleichungen ergibt sich daraus

$$R_0L_1C_0C_1 \frac{d^3u_c}{dt^3} + (L_1C_1+R_0R_1C_0C_1) \frac{d^2u_c}{dt^2} + (R_0C_1+R_1C_1+R_0C_0) \frac{du_c}{dt} + u_c$$
$$= L_1C_1 \frac{d^2u}{dt^2} + R_1C_1 \frac{du}{dt} + u$$

und durch Zuweisung zu Zeitkonstanten

$$T_5^3 \frac{d^3u_c}{dt^3} + T_4^2 \frac{d^2u_c}{dt^2} + T_3 \frac{du_c}{dt} + u_c = T_2^2 \frac{d^2u}{dt^2} + T_1 \frac{du}{dt} + u \; . \qquad (A.1)$$

Diese Differentialgleichung 3. Ordnung zeigt, daß das Piezo-Stellglied allein schon schwingungsfähig ist. Das sich daraus ergebende Einschwingverhalten des Piezos bei Anlegen der Sprungfunktion u zeigt die nächste Abbildung.



Einschwingverhalten eines Piezotranslators bei verschiedenen Lastwiderständen.
Quelle: [1.17]

Die Ausgangsspannung u_c des Piezos, die primär die Längenänderung verursacht, wird durch den Tunneleffekt umgesetzt in den Tunnelstrom i. Die Auslenkung vertikal zur Oberfläche beträgt

$$d = -K_{ps}\, u_c - z\,,$$

wobei K wie auch in den folgenden Gleichungen einen Proportionalitätsfaktor darstellt. z bezeichnet eine Störung, die auf den Regelkreis einwirkt und meist die zu messende Struktur ist. Für den Tunnelstrom gilt

$$i = K_1\, e^{-2\kappa d}\,.$$

Somit ergibt sich

$$i = K_1\, e^{K_2 u_c + K_3 z}$$

und durch Taylor-Reihenentwicklung für kleine Auslenkungen

$$i \approx K_1 + K_1 K_2\, u_c + K_1 K_3\, z\,. \qquad \text{(A.2)}$$

Der sich anschließende Vorverstärker (siehe Kap. 2.1) stellt einen Tiefpaß 1. Ordnung dar. Seine Ausgangsspannung u_2 gehorcht der Differentialgleichung

$$T_6 \frac{du_2}{dt} + u_2 = K_4\, i\,. \qquad \text{(A.3)}$$

Es folgt der Differenzverstärker, der die Spannung u_2 mit dem Sollwert w vergleicht und die Differenz als

$$u_3 = K_5 \, (w - u_2) \tag{A.4}$$

ausgibt. Der letzte Teil des Regelkreises ist der PI-Regler mit der beschreibenden Gleichung

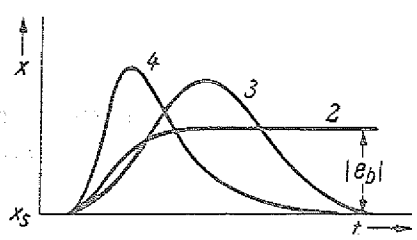
$$u = K_6 \, u_3 + K_7 \int u_3 \, dt \, . \tag{A.5}$$

Setzt man die Gleichungen A.1 bis A.5 ineinander ein, so erhält man die beschreibende Differentialgleichung des geschlossenen Regelkreises mit der Form

$$\begin{aligned} \alpha_5 \frac{d^5w}{dt^5} + \alpha_4 \frac{d^4w}{dt^4} + \alpha_3 \frac{d^3w}{dt^3} + \alpha_2 \frac{d^2w}{dt^2} + \alpha_1 \frac{dw}{dt} \; \ldots \\ - \beta_4 \frac{d^4z}{dt^4} - \beta_3 \frac{d^3z}{dt^3} - \beta_2 \frac{d^2z}{dt^2} - \beta_1 \frac{dz}{dt} \; \ldots \\ = \gamma_5 \frac{d^5u}{dt^5} + \gamma_4 \frac{d^4u}{dt^4} + \gamma_3 \frac{d^3u}{dt^3} + \gamma_2 \frac{d^2u}{dt^2} + \gamma_1 \frac{du}{dt} + u \, . \end{aligned}$$

Da diese Differentialgleichung die Ordnung 5 besitzt, kann es zu Instabilitäten bei der Regelung kommen [2.1]. Die Koeffizienten der homogenen Differentialgleichung für u sind ungleich Null und besitzen gleiche Vorzeichen. Nach dem Hurwitz-Kriterium [2.1] heißt dies, daß der Regler richtig ausgewählt ist und keine Strukturinstabilität vorliegt.

Es bleibt noch die Möglichkeit offen, statt des PI-Reglers einen PID-Regler zu verwenden, da dieser Differenzen schneller ausgleicht. Die folgende Abbildung zeigt einen Vergleich verschiedener Regler.



Regelgrößenverlauf verschiedener Regler-Typen:
2: P-Regler
3: PI-Regler
4: PID-Regler
Quelle: [2.1]

Anhang 3)

Vergleich der Größenverhältnisse in der Tunnelmikroskopie

Man bekommt erst einen richtigen Eindruck von den Größenverhältnissen in der Tunnelmikroskopie, wenn man die einzelnen Größen in makroskopische Dimensionen überträgt. Dazu stelle man sich die Tunnelspitze als Stange vor, die über einen Tisch, welcher die Probe darstellt, justiert werden soll. Mit normalen Hilfsmitteln schafft man es, diese Stange mit einer lateralen Abweichung von

$$\Delta x = 1 \text{ mm}$$

zu justieren. In der Tunnelmikroskopie schafft man es, die Spitze mit einer Genauigkeit von 0.1 Å zu justieren, was einem Vergrößerungsfaktor von $1 \cdot 10^8$ zur makroskopischen Größe gleich kommt. Von diesem Faktor ausgehend ergeben sich die folgenden Größen:

Der vertikale Abstand der Spitze zur Probe von ca. 0.1 nm wird

$$d = 1 \text{ cm}$$

groß, die Genauigkeit der Positionierung in z-Richtung von ca. 1 pm wächst zu

$$\Delta z = 0.1 \text{ mm} .$$

Die Spitze, die normalerweise 3.5 mm lang ist, wird zu einer Stange mit der Länge

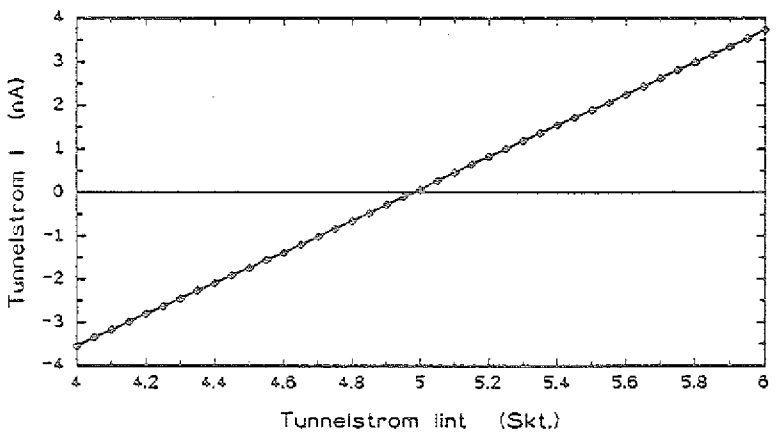
$$l = 350 \text{ km} .$$

Man bekommt jetzt einen Eindruck von der Genauigkeit der Positionierung: Die 350 km lange Stange wird in 1 m Höhe über dem Tisch mit einer lateralen Genauigkeit von 1 mm und einer vertikalen von 0.01 mm positioniert, was in diesen Größenordnungen unvorstellbar ist.

Anhang 4)

Zusammenstellung der wichtigsten Ergebnisse und Abbildungen

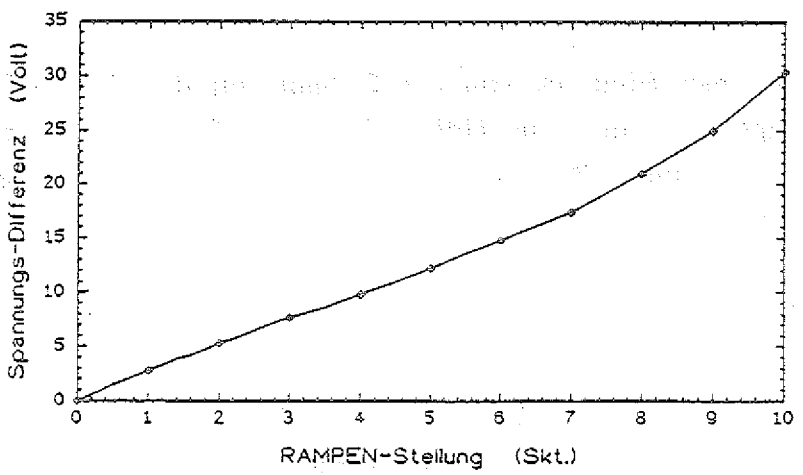
Tunnelstrom I in Abhängigkeit von der Potentiometer-Stellung:



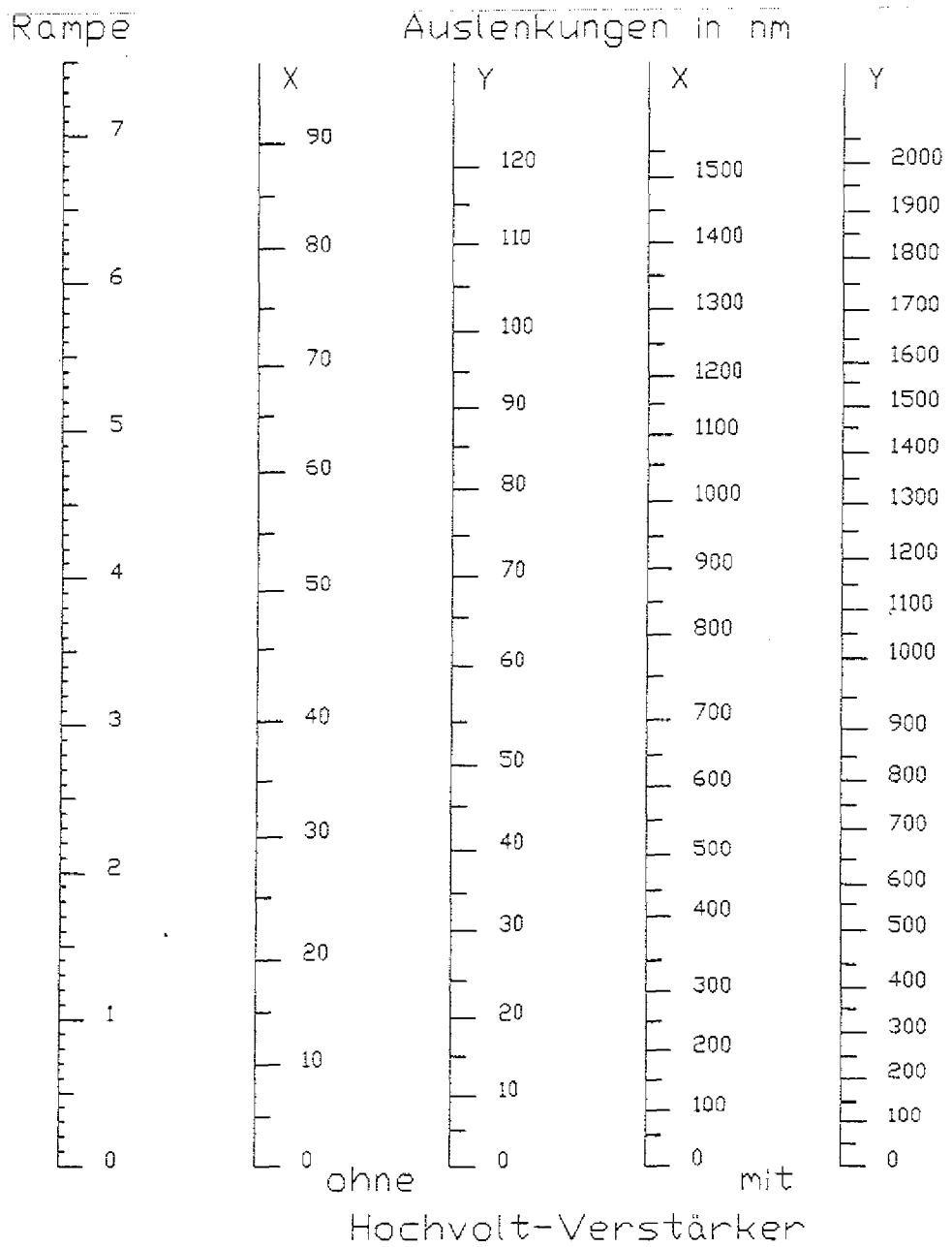
Laterale und vertikale Auslenkungsfaktoren des Piezos mit Tunnelspitze:

	ohne Hochvoltverst.	mit Hochvoltverst.	beide Fälle	theor.
C_x /nmV^{-1} rel. Fehler	5.21 ± 0.18 (3.5%)	6.17 ± 0.34 (5.5%)		7.29 ± 0.71 (9.7%)
C_y /nmV^{-1} rel. Fehler	7.12 ± 0.70 (9.8%)	8.07 ± 0.61 (7.6%)		7.29 ± 0.71 (9.7%)
C_z /nmV^{-1} rel. Fehler			3.86 ± 0.34 (8.8%)	4.33 ± 0.21 (4.8%)

Für Auslenkungen verantwortliche Spannungsdiff. als Funktion der Rampenstellung:



Nomogramm zur direkten Bestimmung der lateralen Auslenkungen:



Literaturverzeichnis

1.1 G. Binnig, H. Rohrer, Surf. Sci. 26, 236 (1983)

1.2 J. Schneir, R. Sonnenfeld, P. K. Hansma, J. Tersoff, Phys. Rev. B34 (8), 4979 (1986)

1.3 P. Batra, S. Ciraci, J. Vac. Sci. Technol. A 6 (2), 313 (1988)

1.4 H. Fuchs, Phys. Bl. 45 (4), 105 (1989)

1.5 C. M. Mate, G. M. McClelland, R. Erlandsson, S. Chiang, Phys. Rev. Lett. 59 (17), 1942 (1987)

1.6 Y. Martin, C. C. Williams, H. K. Wickramasinghe, J. Appl. Phys. 61 (10), 4723 (1987)

1.7 Burleigh Instruments, "The scanning-probe microscope book" (1990)

1.8 R. Guckenberger, W. Wiegräbe, W. Baumeister, J.Microscopy 152 (3), 795 (1988)

1.9 P. K. Hansma, J. Tersoff, J. Appl. Phys. 61 (2), R1 (1987)

1.10 Y. Kuk, P. J. Silverman, Rev. Sci. Instrum. 60 (2), 165 (1989)

1.11 Gerthsen, Kneser, Vogel, "Physik", Springer-Verlag, 16. Auflage 1989

1.12 G. Binnig, D. P. E. Smith, Rev. Sci. Instrum. 57 (8), 1688 (1986)

1.13 A. Birkner, Dissertation in Vorbereitung

1.14 D. W. Pohl, IBM J. Res. Develop. 30 (4), 417 (1986)

1.15 Siemens, "VIBRIT - Piezokeramik von Siemens"

1.16 Valvo, "Datenbuch: Piezoxide (PXE)"

1.17 PI Physik Instrumente, "Piezo Guide Teil1: Piezostelltechnik in Theorie und Praxis"

1.18 Th. Göddenhenrich, "Abbildung und Char. mikromagn. Oberflächenstreufelder", Dissertation im Fach Physik, Universität Giessen (1991)

1.19 S. Vieira, IBM J. Res. Develop. 30 (5), 553 (1986)

1.20 H. Lemke, "Entwicklung von Sonden für spez. Verfahren der Rastertunnel- und -Kraftmikroskopie", Diplomarbeit im Fach Physik, Uni. Giessen (1990)

1.21 M. Anders, "Kombination eines Rastertunnel- und Kraftmikroskops mit einem REM", Dissertation im Fach Physik, Universität Giessen (1990)

1.22 P. J. Bryant, H. S. Kim, R. Yang, Y. C. Zheng, R. Miller, J. Vac. Sci. Technol. A 6 (2), 534 (1988)

1.23 S. I. Park, C. F. Quate, Appl. Phys. Lett. 48 (2), 112 (1986)

2.1 Mann, Schiffelgen, "Einführung in die Regelungstechnik", Hanser-Verlag, 6. Auflage 1989

2.2 U. Tietze, Ch. Schenk, "Halbleiter-Schaltungstechnik", Springer-Verlag. 8. Auflage 1986

2.3 Bronstein, Semendjajew, "Taschenbuch der Mathematik" Verlag Harri Deutsch, 23. Auflage 1987

3.1 T. R. Albrecht, H. A. Mizes, J. Nogami, S. I. Park, C. F. Quate, Appl. Phys. Lett. 52 (5), 362 (1988)
3.2 R. W. G. Wyckoff, "Crystal structures" Vol.1, Second Edition, Krieger, 1982
3.3 A. Selloni, P. Carnevali, E. Tosatti, C. D. Chen, Phys. Rev. B31 (4), 2602 (1985)
3.4 F. Levy, private Mitteilung
3.5 H. Bando, H. Tokumoto, W. Mizutani, K. Watanabe, M. Okana et al., Jap. J. Appl. Phys. 26 (1), L41 (1987)
3.6 G. V. S. Rao, M. W. Shafer, "Physics and chemistry of materials with layered structures", D. Reidel, Dordrecht 1979, ed. by F. Levy
3.7 K. Kajimura, H. Bando, K. Endo, W. Mizutani, H. Murakami et al., Surface Science 181, 165 (1987)
3.8 Colora Messtechnik, "Periodic Table of the Elements", 1988
3.9 R. Guckenberger, W. Wiegräbe, A. Hillebrand, Th. Hartmann et al., Ultramicroscopy 31, 327 (1989)
3.10 W. Baumeister, F. Karrenberg, R. Rachel, A. Engel et al., Eur. J. Biochem. 125, 535 (1982)
3.11 B. A. Sexton, G. F. Cotterill, J. Vac. Sci. Technol. A 7 (4), 2734 (1989)
3.12 H. C. Langowski, private Mitteilung

4.1 Staveley NDT Technologies Inc EBL Company, "Technical news: piezoceramic tube actuators"
4.2 R. G. Carr, J. Microscopy 152 (2), 379 (1988)

6.1 H. Chang, A. J. Bard, J. Am. Chem. Soc. 112 (11), 4599 (1990)
6.2 G. C. Wetsel, S. E. McBride, R. J. Warmack, B. Van de Sande, Appl. Phys. Lett. 55 (6), 528 (1989)
6.3 O. Nishikawa, M. Tomitori, A. Minakuchi, Surface Science 181, 210 (1987)

Diese Arbeit wurde im Fachbereich Physikalische Technik der Fachhochschule Aachen, Abteilung Jülich, und im Institut für Schicht- und Ionentechnik des Forschungszentrums Jülich GmbH angefertigt.

Ich möchte mich bedanken bei Herrn Prof. Dr. C. Heiden für die mir zur Verfügung gestellte Arbeitsmöglichkeit im Institut für Schicht- und Ionentechnik.

Herrn Dr. U. Hartmann danke ich für die Anregung zum Thema dieser Diplomarbeit und für sein Interesse und die Betreuung, für die ich mich ausdrücklich auch bei Herrn Prof. H. Buck von der Fachhochschule bedanke.

Ich bedanke mich bei allen Mitgliedern der Arbeitsgruppe für die gute Zusammenarbeit und für das ausgesprochen gute Arbeitsklima. Besonders möchte ich mich bei Herrn Dipl.-Phys. A. Birkner bedanken, daß er mir für die Zeit dieser Arbeit das von ihm konstruierte Raster-Tunnel-Mikroskop zur Verfügung gestellt hat, und für die Aufnahmen mit dem Raster-Elektronen-Mikroskop. Außerdem danke ich ihm für die vielen fruchtbaren Diskussionen, für die ich ebenfalls Herrn Dr. Th. Göddenhenrich und Herrn Dr. M. Anders danke. Für die gute Kooperation danke ich Herrn Dipl.-Phys. R. Berthe, Herrn K. Fischer, Herrn T. Drechsler und Frau K. Klodas.

Mein Dank gilt Frau K. Bartels und Frau E. Brauweiler für die Herstellung der vielen Fotos.

Außerdem möchte ich mich bei Herrn Dipl.-Phys. G. Cox vom Institut für Festkörperforschung für die Herstellung der HOPG-Proben und bei Herrn Prof. F. Levy vom Institut de Physique appliquèe in Lausanne, Schweiz, für die Herstellung der $Ta_{0.2}Nb_{0.8}Se_2$-Probe bedanken.

Ich bedanke mich bei Herrn Th. Hartmann und Frau B. Hacker vom Max-Planck-Institut für Biochemie in Martinsried für die Präparation und Überlassung der biologischen Probe HPI und für die vielfältigen Informationen. Desweiteren gilt mein Dank Herrn H. C. Langowski von Philips and Du Pont Optical Deutschland GmbH in Hannover für die Informationen über die von ihm zur Verfügung gestellte CD-Matrix

FORSCHUNGSZENTRUM JÜLICH GmbH

KFA

JÜL-2483
Mai 1991
ISSN 0366-0885