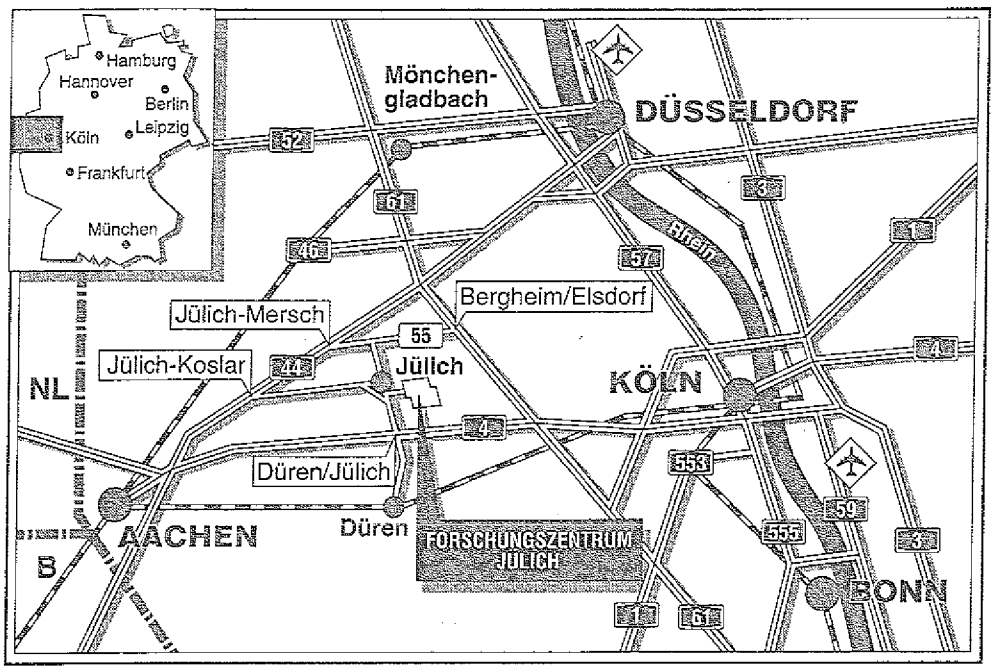
FORSCHUNGSZENTRUM JÜLICH GmbH KFA

Institut für Schicht- und Ionentechnik

Optimierung des Verfahrens zur elektrolytischen Herstellung von Sonden für die Rastertunnelmikroskopie

Andreas Simon



Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 2629
ISSN 0366-0885
Institut für Schicht- und Ionentechnik Jül-2629

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

Optimierung des Verfahrens zur elektrolytischen Herstellung von Sonden für die Rastertunnelmikroskopie

Andreas Simon

Kurzfassung

Binnig und Rohrer entwickelten 1982 das erste Raster-Tunnel-Mikroskop (RTM), mit dem sie Strukturen atomarer Größenordnung auf elektrisch leitenden Proben abbilden konnten. Dazu brachten sie eine leitende Spitze auf weniger als 1nm an die Probenoberfläche heran. Bei Anlegen einer Spannung zwischen Sonde und Probe stellt sich aufgrund des Tunneleffekts ein elektrischer Strom ein, der exponentiell vom Abstand zwischen Probe und Spitze abhängt. Dieser Strom dient bei der Raster-Tunnel-Mikroskopie als ausschlaggebende Meßgröße.

An die Spitze werden verschiedene Anforderungen wie elektrische Leitfähigkeit, mikroskopisch und makroskopisch spitze Form, Reinheit und mechanische Stabilität gestellt. Sind diese Anforderungen nicht erfüllt, so können bestimmte Messungen mit dem Raster-Tunnel-Mikroskop nicht durchgeführt werden oder die Meßergebnisse können nur schwer interpretiert werden. Aus diesem Grund ist die Spitzenpräparation ein wichtiger Bestandteil der Raster-Tunnel-Mikroskopie.

In dieser Arbeit wird eines der vielen Präparationsverfahren überarbeitet und ergänzt. Das Präparationsverfahren besteht darin, einen Wolframdraht elektrolytisch durchzupolieren, so daß eine ausreichend stabile und spitze Sonde entsteht. Das Verfahren wurde durch eine anschließende Vakuumglühung der Spitze ergänzt. Der Vorgang des elektrolytischen Polierens und die Apparatur dazu wurden optimiert. Für die Glühung der Spitzen wurde eine Vakuumglühapparatur konstruiert und aufgebaut. Nach mehreren Versuchsreihen stellten sich folgende Parameter als optimal heraus:

Glühtemperatur: 1030 ^{o}C ± 20 ^{o}C

Glühkammerdruck: maximal 2 x 10^{-6} mbar

Glühdauer mit 1030 ^{o}C: 6 Stunden ± 1 Stunde

Die elektrolytisch hergestellten Spitzen wurden im Raster-Elektronen-Mikroskop betrachtet, mit laserinduzierter Massenspektroskopie untersucht und kontinuierlich im RTM getestet.

Es ist nun möglich, Spitzen herzustellen, die einen Verrundungsradius von 40nm ± 30nm besitzen, keine sichtbaren Verunreinigungen aufweisen und reproduzierbar geformt sind.

Bei Verwendung dieser Sonden werden gute Ergebnisse beim Betrieb des Raster-Tunnel-Mikroskops erzielt.

Inhaltsverzeichnis

1.Die Raster-Sonden-Mikroskopie

In immer größer werdendem Maße werden Meßsysteme benötigt, mit denen man elektrisch leitende und entsprechend präparierte Proben bis hinab in atomare Größenordnungen untersuchen kann.
Binnig und Rohrer gelang 1982 ein großer Schritt hin zu solchen Meßsystemen. Sie entwickelten das erste Raster-Tunnel-Mikroskop. Unter Ultrahochvakuumbedingungen waren sie in der Lage, auf elektrisch leitenden Proben Strukturen atomarer Größenordnung abzubilden. Später erkannte man, daß derartige Messungen auch an Luft oder in Flüssigkeiten durchführbar sind. 1986 wurden Binnig und Rohrer für ihre Leistungen mit dem Physiknobelpreis ausgezeichnet.
Bei der Untersuchung von Graphitoberflächen mit dem Raster-Tunnel-Mikroskop stellte man fest, daß Kräfte zwischen Sonde und Probe zu Überhöhungen im Tunnelstromsignal führen [1.1]. Die Existenz solcher Kräfte veranlaßte Binnig dazu, ein Raster-Kraft-Mikroskop zu konstruieren. Dieses Meßsystem zählt man wie auch das Raster-Tunnel-Mikroskop und das Raster-Elektronen-Mikroskop zu den Raster-Sonden-Mikroskopen. Charakteristisch für diese Mikroskope ist, daß die Sonde des Mikroskopes zeilenweise über eine rechteckige Fläche der Probe geführt wird. Bei Raster-Kraft- und Raster-Tunnel-Mikroskopen wird die Sonde so weit der Probenoberfläche angenähert, bis die jeweils genutzte Wechselwirkung meßbar wird. Das Führen der Sonde wird von einem dafür geeigneten Stellglied übernommen. Als Stellglieder werden Piezokeramiken verwendet, mit denen sich die erforderlichen Auslenkungen in vertikaler und lateraler Richtung realisieren lassen. Zu jeder lateralen Koordinate (x,y) auf der Probenoberfläche existiert ein bestimmter Wert der entsprechenden Wechselwirkung. Im Konstant-Flughöhen-Modus wird dieser Wert direkt weiterverarbeitet. Aus den weiterverarbeiteten Werten entsteht letztendlich die Abbildung. In diesem Modus wird die z-Koordinate, senkrecht zur Probenoberfläche, von außen konstant gehalten. Der Abstand von der Sonde zu einer Bezugsebene auf der Probe wird nicht verändert. Der Vorteil dieser Technik ist es, sehr schnell messen zu können. Sind jedoch große Überhöhungen auf der Probe oder ist die Probenoberfläche leicht schräg, kann es dazu kommen, daß sich Sonde und Probe berühren.
Eine andere Möglichkeit bietet die Regelung der Wechselwirkungsgröße. Hierbei werden die Meßwerte nicht direkt zur Bilderzeugung verarbeitet, sondern als Regelgröße verwendet. Um die Regelabweichung bei sich ändernden Meßwerten auszugleichen, findet eine Auslenkung in der z-Koordinate statt. Mit diesen Auslenkungssignalen läßt sich ebenfalls eine Abbildung erstellen. Überhöhungen

und Schräglage der Probe können ausgeglichen werden. Hierbei ist die Schnelligkeit des Regelkreises für die endliche Meßgeschwindigkeit verantwortlich. Die Meßgeschwindigkeit bezieht sich hier nicht auf die Erstellung einer Abbildung, sondern auf die Relativbewegung zwischen Probe und Sonde.
Die Größe der Rasterbereiche und die Auflösung der Abbildung hängen nicht zuletzt vom apparativen Aufwand ab. So können beispielsweise bei Verwendung von Hochvoltverstärkern auch größere Auslenkungen des Piezostellgliedes erreicht werden, um Rasterbereiche mit einer Kantenlänge von einigen μm zu realisieren. Oft erscheint es günstig, eine Unterteilung in kleine und große Rasterbereiche vorzunehmen, wobei kleine Rasterbereiche zum Abbilden atomarer Strukturen gewählt werden.
Die Auflösung des Raster-Tunnel-Mikroskopes bei Rasterbereichen mit einigen 0.1nm (1Å) Auslenkung liegt in vertikaler Richtung bei 0.001nm (0.01Å) und in lateraler Richtung bei 0.01nm (0.1Å) [1.2].
Die bei sondenmikroskopischen Untersuchungen erstellten Abbildungen stellen nicht immer die Topographie der Probenoberfläche dar, sondern lediglich ein Profil der entsprechenden Wechselwirkung, welches oft Rückschlüsse auf die Topographie zuläßt.

1.1 Raster-Kraft-Mikroskopie

Die Ergebnisse der Raster-Tunnel-Mikroskopie ließen auf Kraftwechselwirkungen zwischen Probe und Sonde schließen [1.1]. Bei diesen Wechselwirkungen handelt es sich um Kraftwechselwirkungen, die durch van-der-Waalskräfte, Coulombkräfte oder auch magnetische Kräfte hervorgerufen werden. Im Kontaktmodus, d.h. Sonde und Probe berühren sich sehr sanft, treten Reibungs- und Kapillarkräfte auf. Binnig hat 1986 ein Mikroskop konstruiert, das diese Kraftwechselwirkungen nutzt.
Wie auch bei der Raster-Tunnel-Mikroskopie ist es bei der Raster-Kraft-Mikroskopie erfoderlich, mit sehr feinen Sonden zu messen. In einer von mir betrachteten Arbeit [1.3] handelt es sich um Sonden mit integriertem Hebelarm. Die Auslenkungen des Hebelarmes können kapazitiv oder mit einem Laserinterferometer gemessen werden (Abb.1.1).

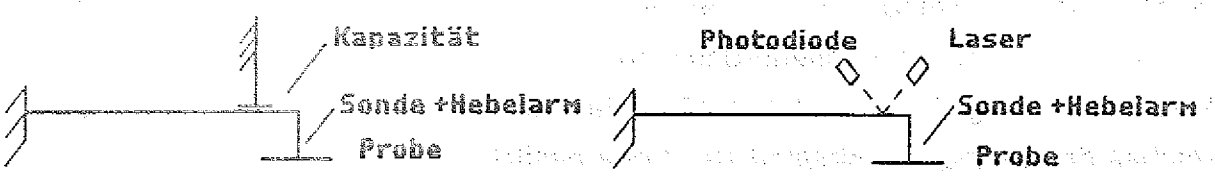


Abb.1.1: Prinzipskizze eines RKM

Die Verarbeitung der Meßsignale erfolgt wie in Kap. 1 beschrieben. Da es sich bei diesen Hebelarmen um schwingungsfähige Systeme handelt, ist es wichtig die Masse des Hebelarmes gering zu halten, um eine hohe Resonanzfrequenz zu erhalten und letztendlich schnell genug messen zu können.
Für den speziellen Fall, daß magnetische Wechselwirkungen gemessen werden sollen, ist es notwendig, ferromagnetisches Sondenmaterial zu verwenden. In der Arbeit von Lemke [1.4] wird hierzu ein Verfahren vorgestellt, bei dem eine Nickelkugel auf eine spitze Wolframsonde gebracht wird. Sehr oft jedoch werden die Sonden auch direkt aus Nickel gefertigt. Des weiteren werden in der RKM auch Sonden verwendet, bei denen sich eine sehr feine Siliziumpyramide auf einem Hebelsystem befindet.
Die Nutzung der RKM hat sich auf viele Bereiche von Forschung und Entwicklung ausgebreitet, da mit dem RKM elektrisch leitende und darüber hinaus auch nichtleitende Proben zerstörungsfrei untersucht werden können.

1.2 Raster-Tunnel-Mikroskopie

Beim Raster-Tunnel-Mikroskop wird der Strom zwischen Probe und Sonde als Meßgröße genutzt.
Zwischen der leitenden Probe und der Sonde liegt eine Spannung von 1mV bis 2V an. Haben Probe und Sonde einen Abstand von einigen μm, so fließt kein Strom. Verringert man jedoch den Abstand auf weniger als 1nm, so stellt sich aufgrund des Tunneleffekts ein Strom mit einigen 100pA bis nA ein.
Es besteht ein exponentieller Zusammenhang zwischen dem Tunnelstrom I und dem Proben-Sonden-Abstand d

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

Hierbei ist κ die Abklingkonstante der Wellenfunktion in der Barriere [1.5]. Bei Variation des Abstandes um einen Atomdurchmesser ändert sich der Strom typischerweise um drei Größenordnungen.
Diese Feststellung läßt darauf schließen, daß nur das Atom den Tunnelstrom trägt, welches den geringsten Abstand zur Probe besitzt.
Um aussagefähige Messungen mit dem RTM durchführen zu können, muß die Sonde so beschaffen sein, daß es ein beständiges "vorderstes" Atom gibt oder der Bereich der entsprechenden Atome lokal eng beieinander liegt. Der Einfluß der Tunnelspitze auf die Abbildung wird in Kap. 2.2 näher erläutert.
Ein gut arbeitendes RTM läßt sich mit großen und kleinen Rasterbereichen (Scanbereichen) betreiben. Jedoch hängt dies auch von der Probe und dem Ziel der Messung ab. Mit dem RTM ist es z.B. möglich, lokale, spektroskopische Messungen an Supraleitern durchzuführen.

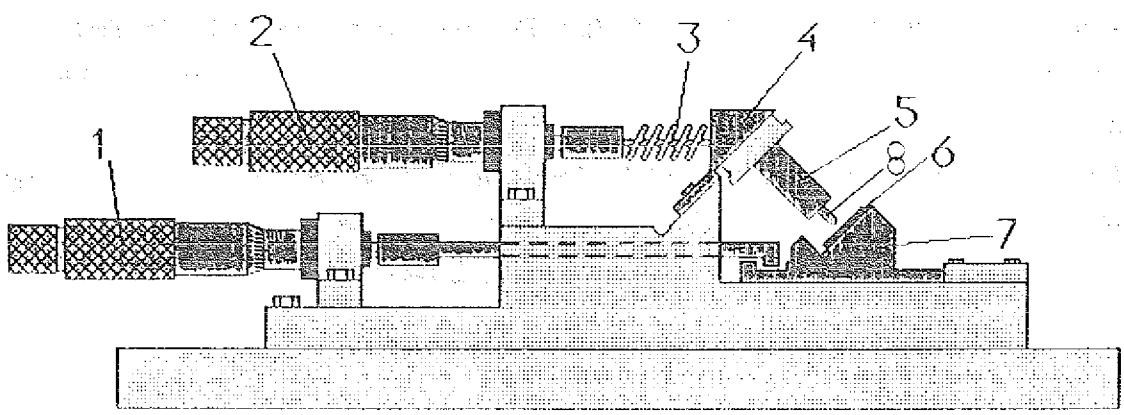


Abb.1.2: Mechanischer Aufbau des verwendeten RTM an Luft [1.6].

Das in Abbildung 1.2 dargestellte RTM diente zur direkten Funktionskontrolle der hergestellten Sonden (8). Mit der mechanischen Grobjustierung (1) wird der Probentisch (7) bewegt. Zwischen Vor- und Rückbewegen besteht ein Freilauf, der es ermöglicht, die Stellmechanik vom Probentisch zu entkoppeln. Die grobe Annäherung erfolgt bei gleichzeitiger Beobachtung mit einem Lichtmikroskop. Das Lichtmikroskop und eine Lichtquelle sind hierbei so angeordnet, daß man die Sondenspitze und deren Spiegelbild auf der Probe betrachten kann. Die Grobjustierung mit der Mikrometerschraube (1) wird solange fortgeführt, bis der

Abstand der Sondenspitze und deren Spiegelbild nur noch einige μm beträgt. Zur anschließenden Entkopplung wird die Mikrometerschraube (1) geringfügig in die entgegengesetzte Richtung gedreht. Über der zur Grobjustierung benötigten Mikrometerschraube befindet sich eine zweite Mikrometerschraube (2) mit der die Aluminiumfeder (3) ge- oder entspannt wird. Bei der sich nun anschließenden Feinjustierung wird die weiche Alufeder gestaucht und drückt so auf das Bauteil (4). Dadurch, daß das Bauteil (4) wie eine harte Blattfeder wirkt, entsteht eine Untersetzung des Stellweges der Mikrometerschraube (2). Am Bauteil (4) ist das Piezo-Stellglied (5) angebracht. Am vorderen Ende des Piezo-Stellgliedes befindet sich die Sonde (8). Die Feinjustierung wird solange fortgeführt, bis sich ein Tunnelstrom einstellt. Um die Auswirkungen von elektromagnetischen Störungen, Schallwellen und Gebäudeschwingungen gering zu halten, befindet sich das RTM in einem dickwandigen Aluminiumgehäuse, ist in schwingungsdämpfendem Material eingebettet und steht auf einem Dämpfungstisch.

2.Der Betrieb des RTM's in der Praxis

Die folgenden Ausführungen beziehen sich auf das in Kap.1.2 beschriebene RTM und wurden in diese Arbeit integriert, da die Qualität der Sonden unter anderem auch im RTM überprüft werden soll. Um überhaupt Qualitätsaussagen über die Sonden treffen zu können, ist es notwendig einen reproduzierbaren Betrieb des RTM zu ermöglichen und statistische Fehler klein zu halten. Dazu gehört insbesondere auch die nachvollziehbare Bedienung des Gerätes. Nach erfolgter Annäherung, wie sie in Kap.1.2 beschrieben ist, läßt sich auf einem Oszilloskop ein Signal beobachten, das der Vertikalauslenkung der Sonde entspricht. Zu Beginn der Messung ist es notwendig, Driftbewegungen in der Mechanik des RTM auszugleichen. Neben dem Oszilloskop gehören Computer, Filter, Tunnelelektronik und Ansteuerelektronik zum Aufbau des Meßsystems. An der Tunnelelektronik werden die Regelkreisverstärkung und der Tunnelstromsollwert eingestellt. Die Vorgabe von Tunnelspannung, Anzahl der Meßpunkte im Rasterbereich und Rastergeschwindigkeit erfolgt mit dem Computer. Die Ansteuerelektronik verarbeitet die zur lateralen Auslenkung mit dem Computer vorgegebenen Signale, die

Regelgröße Tunnelstrom und die Vertikalauslenkung von der Tunnelelektronik so, daß damit das Piezostellglied angesteuert werden kann. Mit der Ansteuerelektronik läßt sich die Größe des auf der Probe abgerasterten Bereiches und die Lage des Bereiches einstellen.
Während des Betriebs des RTM's werden primär Tunnelstromsollwert, Tunnelspannung und Regelkreisverstärkung verändert, um einen guten Tunnelkontakt und eine gute Auflösung zu erreichen. Bei Vergrößerung des Tunnelstroms wird der Proben-Sonden-Abstand verringert und die Auflösung wird größer. Ein zu großer Tunnelstrom jedoch kann vom Regelkreis nicht mehr verarbeitet werden. Das Signal kann nur noch sprungartig geregelt werden und eine Abbildung ist nicht mehr möglich.
Mit der Tunnelspannung läßt sich ebenfalls eine Veränderung des Proben-Sonden-Abstandes vornehmen. Abstand und Tunnelspannung verhalten sich gleichsinnig. Die Einstellung der Regelkreisverstärkung muß ebenfalls feinfühlig vorgenommen werden. Bei zu hoher Verstärkung findet ein Überschwingen der Regelgröße statt, was die Güte der Abbildung herabsetzt. Wird eine zu kleine Verstärkung gewählt, kriecht die Regelgröße zum Sollwert, was ein Verschwimmen der Konturen zur Folge hat. Für den Betrieb des RTM's ist die richtige Kombination der genannten Parameter wichtig. Beim Tunnelbetrieb können zusätzlich

-die Rastergeschwindigkeit
-die Größe des Rasterbereiches und
-der Ort des Rasterbereiches auf der Probenoberfläche

variiert werden.
Nach einigen Stunden Arbeit mit dem RTM ergeben sich die Größen der einzelnen Parameter. Diese Größen können als Grundeinstellung des RTM's verwendet werden, solange gleichartige Sonden und Proben benutzt werden.

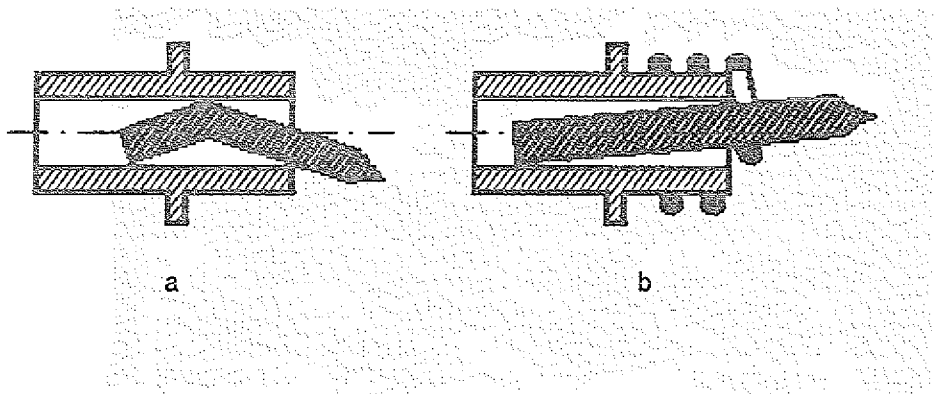


Abb.2.1a: Ursprünglicher Sondenhalter, b: verbesserter Sondenhalter

Abbildung 2.1 zeigt den am vorderen Ende des Piezostellgliedes befestigten Sondenhalter. Bei der alten Ausführung in Abbildung 2.1a mußte die Sonde leicht verbogen werden, um sie in den Halter einzusetzen. Das Einsetzen der Sonde konnte durch eine kleine konstruktive Veränderung erleichtert werden: Auf den vorderen Schaft des Halters wurde eine Stahlfeder geschoben. Der Federdraht ist am Halterende abgeknickt und verkantet so die Tunnelspitze.
Des weiteren wurde die Masseführung geringfügig geändert, da Brummschleifen vermieden werden sollten. Zu den störenden Einflüssen beim Betrieb des RTM's zählen u.a. 50 Hz-Brumm, hochfrequente Störungen (Deutsche Welle), Umgebungslärm und Störungen auf dem Versorgungsnetz.
Wichtig für den Betreiber des RTM's ist es zu wissen, wie sich die Störungen auswirken, damit es nicht zu Fehlinterpretationen der Meßdaten kommt. Einige der Störungen lassen sich nachträglich beseitigen. Die Meßwertverarbeitung mit dem Computer ermöglicht es, bestimmte Filter über den Datensatz einer Abbildung zu legen. Das sehr bedienerfreundliche Programm zur Meßwertverarbeitung stellte Göddenhenrich [2.1] zur Verfügung. Das Programm beinhaltet alle Arbeitsgänge, die mit dem Computer während des Tunnelbetriebs erfüllt werden müssen und bietet eine komfortable Bearbeitung der Abbildung. Auswirkungen von vertikalen Driftbewegungen, Schieflage der Probe, hochfrequente Störungen, Verzerrungen und vieles mehr lassen sich mit einer Vielzahl von Filtern herabsetzen. Die Bearbeitung der Datensätze läßt sich zwei- und auch dreidimensional durchführen. Welche dieser Darstellungen sinnvoll ist, hängt vom jeweiligen Anwendungsfall ab (Abb.2.2).

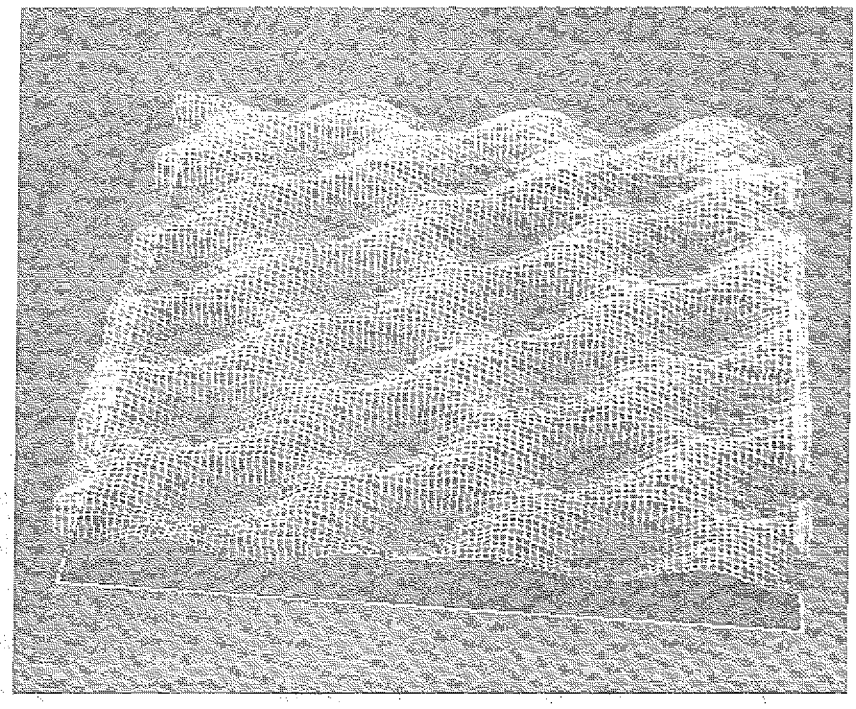


Abb.2.2: 3-D-Darstellung von HOPG mit atomarer Auflösung. Diese Abbildung wurde mit dem von Birkner konstruierten RTM aufgenommen [1.6]. Die Tunnelspannung betrug 5mV und der Tunnelstrom 1,5nA. Es wurde eine Sonde verwendet, die nach dem in dieser Arbeit erläuterten Verfahren hergestellt wurde.

Mit der Raster-Tunnel-Mikroskopie läßt sich die Kristallstruktur des Probenmaterials erkennen, die Rückschlüsse auf die Art des Gitters zuläßt. Gitterbaufehler und Einlagerungsatome können festgestellt werden. Darüber hinaus können Oberflächenstrukturen und Rauhigkeiten untersucht werden. Bei der noch so jungen Technologie der Raster-Tunnel-Mikroskopie läßt sich wohl zum jetzigen Zeitpunkt noch nicht überschauen, wo zukünftige Anwendungen zu finden sind.

2.1 Die Proben

Wie schon im Abschnitt zuvor erwähnt, war es wichtig, die gleiche Probenart zu verwenden, um reproduzierbare Meßbedingungen zu schaffen. Als Probenmaterial

hat sich Graphit in Form von HOPG (engl. Highly Oriented Pyrolytic Graphite) angeboten. Wegen der geringen Oberflächenenergie können mit HOPG Messungen an Luft durchgeführt werden, da sich nur langsam Adsorbate ansammeln. Bei HOPG bilden Kohlenstoffatome ebene hexagonale Gitter. Die Gitterkonstanten einer Elementarzelle betragen 0.246nm und 0.67nm. Die Bindungsenergie der Ebenen untereinander ist gering gegenüber der Bindungsenergie innerhalb einer Ebene. Daher ist es möglich, einzelne Schichten sehr einfach mit einem Klebestreifen abzuheben und somit eine saubere Probenoberfläche herzustellen. Die Größe der einkristallinen Bereiche ist 1-10μm [2.2]. Allgemein lassen sich elektrisch leitende Proben im RTM untersuchen. Dies können auch metallbedampfte, nichtleitende Proben sein. Das Arbeiten an Luft setzt jedoch gewisse Grenzen, was die Bildung von störenden Kontaminationen auf der Probenoberfläche angeht. Metalle bilden an Luft sehr schnell Oxidschichten, was dafür spricht, Probenpräparation und Untersuchung unter Ultrahochvakuumbedingungen durchzuführen.

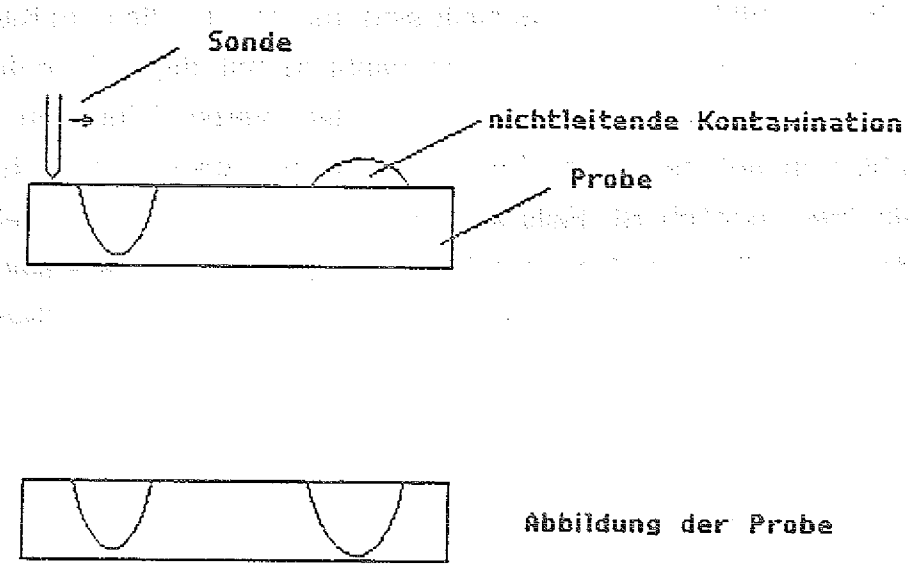


Abb.2.3: Möglicherweise können Kontaminationen zu dem hier gezeigten Abbildungsfehler führen. Beim Verdrängen der Kontamination durch die Spitze kommt es zu Kraftwechselwirkungen, die sich derartig auswirken können [2.3].

2.2 Einfluß der Tunnelspitze

In der Arbeitsgruppe, in der diese Arbeit angefertigt wurde, wird eine Ultrahochvakuumanlage betrieben, in der ein Raster-Tunnel-Mikroskop mit einem Raster-Elektronen-Mikroskop (REM) kombiniert ist. Eines der Ziele liegt darin, die Positionierung der Tunnelspitze unter Beobachtung mit dem REM vorzunehmen. Die Spitzen müssen eine definierte Form besitzen, damit der vorderste Bereich der Spitze erkannt werden kann. Für Messungen in atomaren Größenordnungen ist es notwendig, daß der Tunnelstrom von einem "vordersten" Atom getragen wird. Dies verlangt nach mikroskopisch spitzen Sonden. Wie in Abbildung 2.4 dargestellt wird, kommt es bei scharfen Kanten auf der Probenoberfläche zur Abbildung der Sondenform. Da der Idealfall, mit einer Punktsonde zu messen, wohl nicht zu realisieren ist, wäre es von Vorteil die Gestalt der Spitze zu kennen, um sie in der Abbildung zu berücksichtigen.
Des weiteren soll die Sonde aus einem mechanisch stabilen Material hergestellt sein, um elastische oder gar plastische Verformungen durch Kraftwechselwirkungen, wie sie in Abbildung 2.5 dargestellt sind, gering zu halten. Im Kap. 1.1 werden derartige Wechselwirkungen im Zusammenhang mit der RKM erläutert. Darüber hinaus muß die Spitze frei von störenden Verunreinigungen sein. Nichtleitende Schichten auf der Spitze können so starke Auswirkungen haben, daß kein Tunnelbetrieb möglich ist. Falls sich doch ein Tunnelstrom einstellt, ist dieser sehr unstabil und die Abbildungsqualität ist schlecht. Meistenteils stammen die Verunreinigungen aus dem Herstellungsprozeß der Sonde, wie in Kap. 3.2 gezeigt wird.

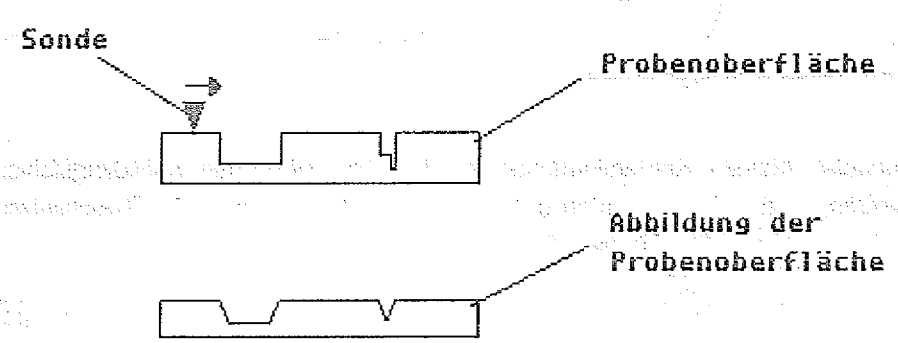


Abb.2.4: Hier wird ein Abbildungsfehler dargestellt, der bei großen Probenstrukturen auftritt.

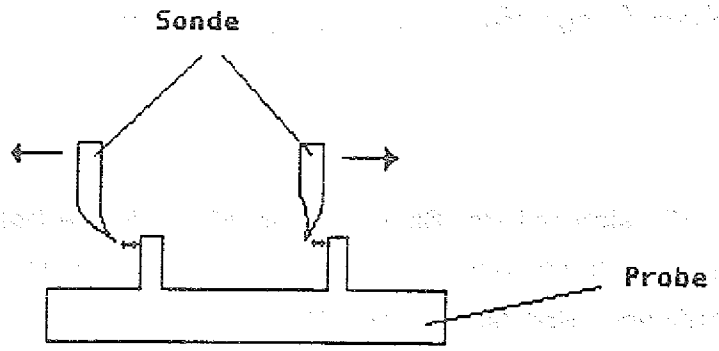


Abb.2.5: Kraftwechselwirkungen, die elastische oder gar plastische Verformungen verursachen können

Wie hier gezeigt wurde, sind klare Erkenntnisse über die Spitze notwendig, um RTM-Abbildungen richtig interpretieren zu können. Darüber hinaus sind die genannten Anforderungen an die Spitze eine der Grundvoraussetzungen für die Positionierung unter Beobachtung mit dem REM.

3.Herstellung von Tunnelspitzen

Seit der Entwicklung des ersten RTM's wurde eine Vielzahl von Methoden zur Herstellung von Tunnelspitzen verwendet. In der zu dieser Arbeit verwendeten Literatur werden einige der Herstellungsverfahren geschildert. Jedoch fehlen die ausschlaggebenden Parameter und Randbedingungen, so daß nicht immer eindeutig zu erkennen ist, wo in dem entsprechendem Verfahren die Schwerpunkte liegen.

In dieser Arbeit wird auf die schon vorhandenen Kenntnisse und Verfahren in der Arbeitsgruppe aufgebaut. So waren einige Geräte, das Sondenmaterial und auch das prinzipielle Herstellungsverfahren gegeben. Die Aufgabe bestand darin, diese Produktionsfaktoren zu erweitern und zu optimieren, so daß die hergestellte Sonde den Anforderungen entspricht und die Herstellungsergebnisse reproduzierbar sind.

Es sollte möglich sein, Sonden zu erzeugen, die ohne großartige Selektiervorgänge direkt im RTM benutzt werden können. Bei aufwendigen Auswahlverfahren wird die Tunnelspitze schnell kontaminiert oder beschädigt. Die Ausfallrate bei der Spitzenherstellung muß weitgehend minimiert werden, da der Sondenwechsel an einem Ultrahochvakuum-RTM sehr zeit- und arbeitsaufwendig ist und die Sondengüte nicht dem Zufall überlassen werden soll.

3.1 Verschiedene Sondenpräparationsverfahren

Die meisten Arbeitsgruppen, die sich mit der Raster-Tunnel-Mikroskopie befassen, haben ihr eigenes, individuelles Herstellungsverfahren entwickelt. Die Verfahren unterscheiden sich nach Aufwand, Sondenmaterial, Herstellungsweise und nicht zuletzt nach den gestellten Anforderungen an die Messung.
Einer der einfachsten Methoden besteht darin, einen Melalldraht abzukneifen. Als Drahtmaterial wird in diesem Fall häufig Platin-Iridium verwendet. Durch das Abkneifen wird das Material aufgeschnitten, so daß die entstandene Schnittkante aus reinem Sondenmaterial bestehen müßte. Beim mehr oder weniger kontrollierten Abtrennen des Drahtes entstehen im vorderen, für den Tunnelstrom relevanten Teil der Sonde subtile Spitzenformen, wie in Abbildung 3.1 gezeigt wird. Die Grobannäherung der Sonde bei gleichzeitiger Beobachtung mit einem Lichtmikroskop wird erschwert, da der vorderste Sondenbereich schwer zu erkennen ist. Des weiteren können Materialrückstände vom bearbeitenden Werkzeug an der Sonde haften bleiben.

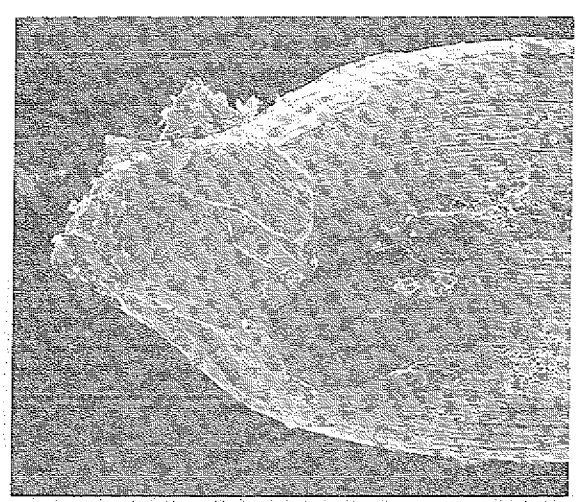


Abb.3.1: REM-Aufnahme einer Platin-Iridium Sonde, die von einem 0.5mm-Draht abgekniffen wurde.

Ein weiteres, sehr einfaches Verfahren zur Sondenpräparation ist es, gebrochene Spitzen aus Graphit zu verwenden. Dies kann beispielsweise eine Bleistiftmine sein [3.1]. Die ungewisse Form der gebrochenen Spitze bleibt jedoch ein großer Nachteil.
Mechanisch sehr stabile Sonden können aus Titancarbideinkristallen hergestellt werden [3.2]. Dazu werden die Einkristalle mit geeignetem Gerät in dünne Stangen geschnitten und anschließend elektrolytisch auf wenige μm verjüngt. An

der ausgedünnten Stelle wird die Stange durchgebrochen. Je nach Orientierung des Kristalls wird die Bruchstelle durch eine sehr scharfe Spitze begrenzt.
Eine weitere Möglichkeit besteht darin, Metalldraht an einer Stelle so weit auszudünnen, daß das untere Stück abfällt [3.3]. Auf diese Weise können sehr spitze Sonden hergestelle werden. Als Sondenmaterial wird oft Wolfram verwendet. Durch den elektrolytischen Ätzprozeß bleiben jedoch je nach Elektrolyt und Art des Verfahrens Rückstände auf der Spitze. Biegelsen [3.4] beschreibt die Reinigung und das Anschärfen elektrolytisch hergestellter Wolframspitzen durch Argonbeschuß. Die Ergebnisse hängen dabei auch vom Winkel ab, mit dem die Ionen auf die sich um ihre Längsachse drehende Spitze treffen. Für dieses Verfahren eignen sich einkristalline Drähte besonders gut.
Ein anderes Verfahren, lange sehr dünne Spitzen herzustellen, besteht darin, einen energiereichen Elektronenstrahl auf einen Punkt des Trägermaterials zu fokussieren. An diesem Punkt werden Moleküle der umgebenden Atmosphäre abgeschieden. Auf dem Trägermaterial wächst eine dornartige Spitze. Y.Akama benutzte hierzu ein gewöhliches Elektronenmikroskop. Bei den Abscheidungen, die er auf einem Platin-Iridium Draht wachsen ließ, handelt es sich um Restgasmoleküle (Pumpenöl) in der Vakuumapparatur. Der Drahtdurchmesser einer solchen, größtenteils aus Kohlenstoff bestehenden Nadel beträgt weniger als 100nm. Das Nadelende besitzt oft nur einen Verrundungsradius von 15nm [3.9].Nachteil dieser Sonden ist ihre geringe Stabilität und hohe Schwingungsneigung.
Mehrere Arbeitsgruppen beschäftigen sich mit der Herstellung von "einatomigen" Spitzen. In fast allen Fällen dient einkristalliner, elektrolytisch polierter Wolframdraht als Ausgangsmaterial [3.5, 3.6]. Mit feldinduzierter Verdampfung oder ähnlichen Verfahren wird der Sondenapex so bearbeitet, daß ein einziges stabiles Atom verbleibt. In den genannten Veröffenlichungen fehlen jedoch konkrete Angaben über die Ausbeute nutzbarer Sonden und Ergebnisse vom Betrieb des RTM's unter Verwendung derartiger Sonden.
Aus dem Bereich der Raster-Kraft-Mikroskopie kommt eine weitere Präparationsmethode. Die Idee dabei war es, ferromagnetisches Material (Nickel) auf eine Wolframspitze aufzuschmelzen. Hierbei erstarrt das Sondenmaterial in Form einer Kugel [1.4]. Bei gleichzeitiger Beobachtung mit dem REM wird die elektrolytisch hergestellte Wolframspitze in eine dünne Nickelfolie gestoßen. Zwischen der Folie und der Spitze liegt eine Spannung. Der sich beim Kontakt einstellende Strom läßt das Nickel aufschmelzen.

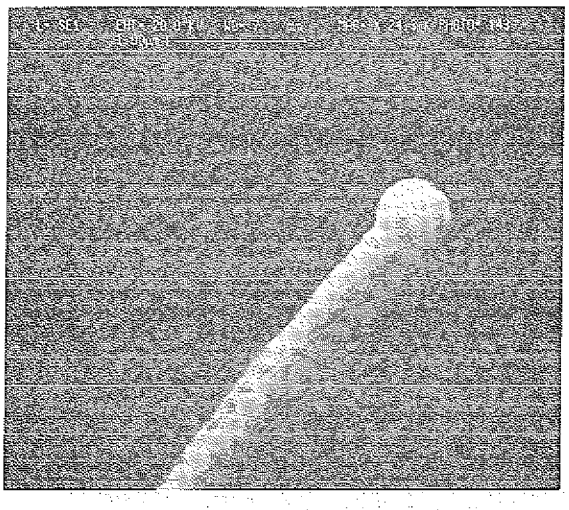


Abb.3.2: REM-Aufnahme einer Wolframspitze mit aufgeschmolzener Nickelkugel

Eine weitere Möglichkeit, Tunnelspitzen auf elektrolytische Weise herzustellen, liegt darin, den Sondendraht an einer bestimmten Stelle dünnzuätzen und ihn anschließend an dieser Stelle durchzutrennen. Wolfram läßt sich bei Ausdünnungsdurchmessern von einigen 10μm noch relativ problemlos aus der Polierapparatur entfernen. Bei Zugbeanspruchung des eingeschnürten Drahtes reißt er in Form eines Sprödbruchs. Es entsteht ein scharfkantiges Ende, an dem ein Tunnelbetrieb möglich ist. Bei Messungen mit kleinen Rasterbereichen wurde mit derartigen Sonden gleich gute Auflösung wie mit abgekniffenen Platin-Iridium Drähten erreicht.

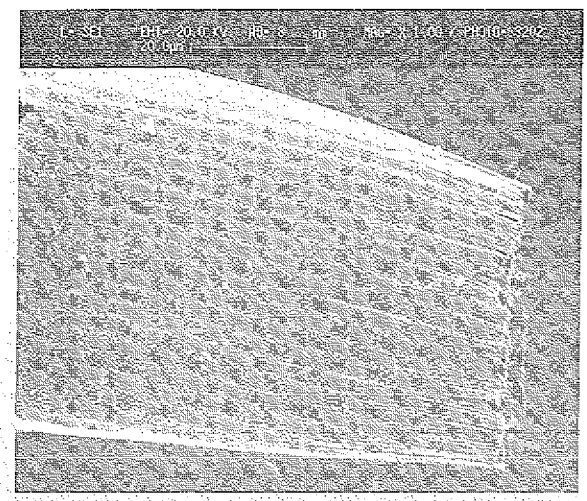


Abb.3.3: REM-Aufnahme einer elektrolytisch ausgedünnten und abgerissenen Wolframspitze. Deutlich zu erkennen sind die scharfen Kanten des Sprödbruchs.

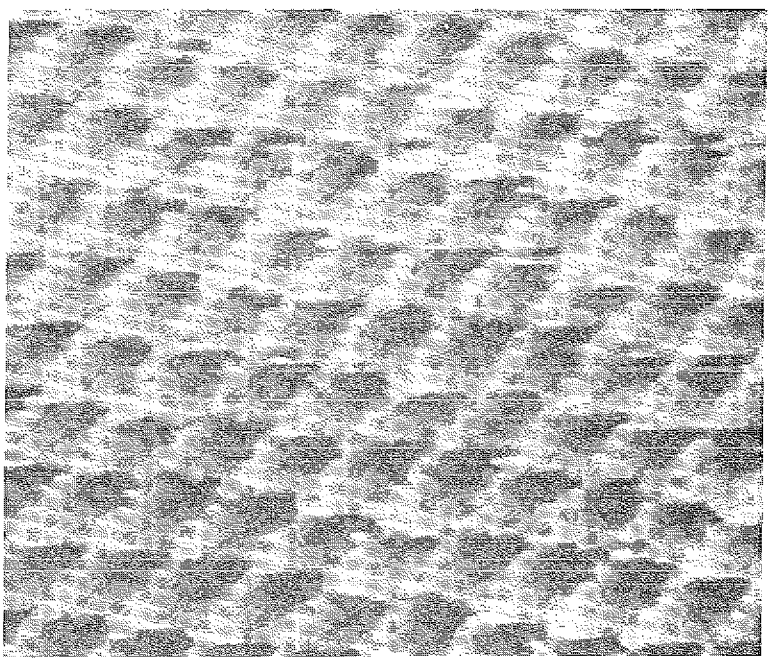
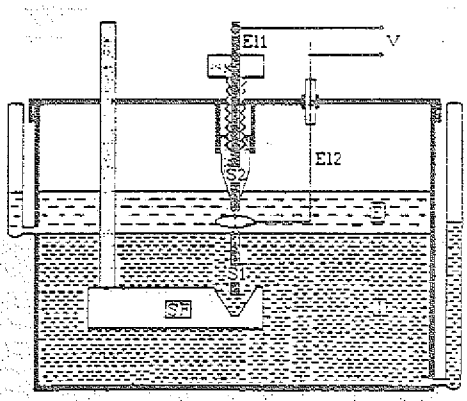


Abb.3.4: RTM-Abbildung von HOPG mit atomarer Auflösung unter Benutzung der Sonde aus Abbildung 3.3. Die Tunnelspannung betrug 44mV und der Tunnelstrom 1nA.

3.2 Beschreibung des zu optimierenden Herstellungsverfahrens

Dieses Verfahren zur Herstellung von Wolframspitzen basiert auf der "cut-off-Technik" [3.7]. Mit dieser Technik wird Wolfram an einer Stelle soweit elektrolytisch ausgedünnt, bis das untere Stück aufgrund seiner Schwerkraft abreißt. Durch eine geeignete Auffangvorrichtung wird gewährleistet, daß das abgefallene Drahtstück als Sonde verwendet werden kann. Das obere Drahtende verbleibt nach dem Abriß noch im Elektrolyten und ist deswegen wesentlich weniger spitz als das abgerissene Drahtstück.



SF : Spitzenfänger
S1 : Spitze
S2 : nachführbarer Wolframdraht
El1: Wolframelektrode
El2: Platinelektrode
E : Elektrolyt
I : Isolierflüssigkeit

Abb.3.5: Aufbau der Apparatur zur elektrolytischen Sondenherstellung [3.7]

Bei dieser Apparatur kommt nur ein kleiner Bereich von etwa einem Millimeter des Wolframdrahtes mit dem Elektrolyten in Berührung. Oberhalb findet eine Isolation durch die Drahtführung aus Kunststoff statt. Unterhalb ragt der Draht in die Isolierflüssigkeit.
Zum elektrolytischen Bearbeiten von Wolfram hat sich einmolares NaOH bewährt. Als schwere Isolierflüssigkeit wird CCl_4 verwendet. Zu Beginn der Herstellung einer Sonde wird eine Wechselspannung von 14V an die beiden Elektroden gelegt. Mit starker Blasenbildung findet ein massiver Abtrag des Wolframs statt. Dieser Ätzvorgang wird fortgeführt, bis der Draht auf etwa 50μm ausgedünnt ist. Danach folgt der elektrolytische Polierprozeß bis zum Abreißen der Spitze S1.
Fischer [1.3] hat diese Apparatur erweitert, so daß Ätz- und Poliervorgang rechnergestützt ablaufen.

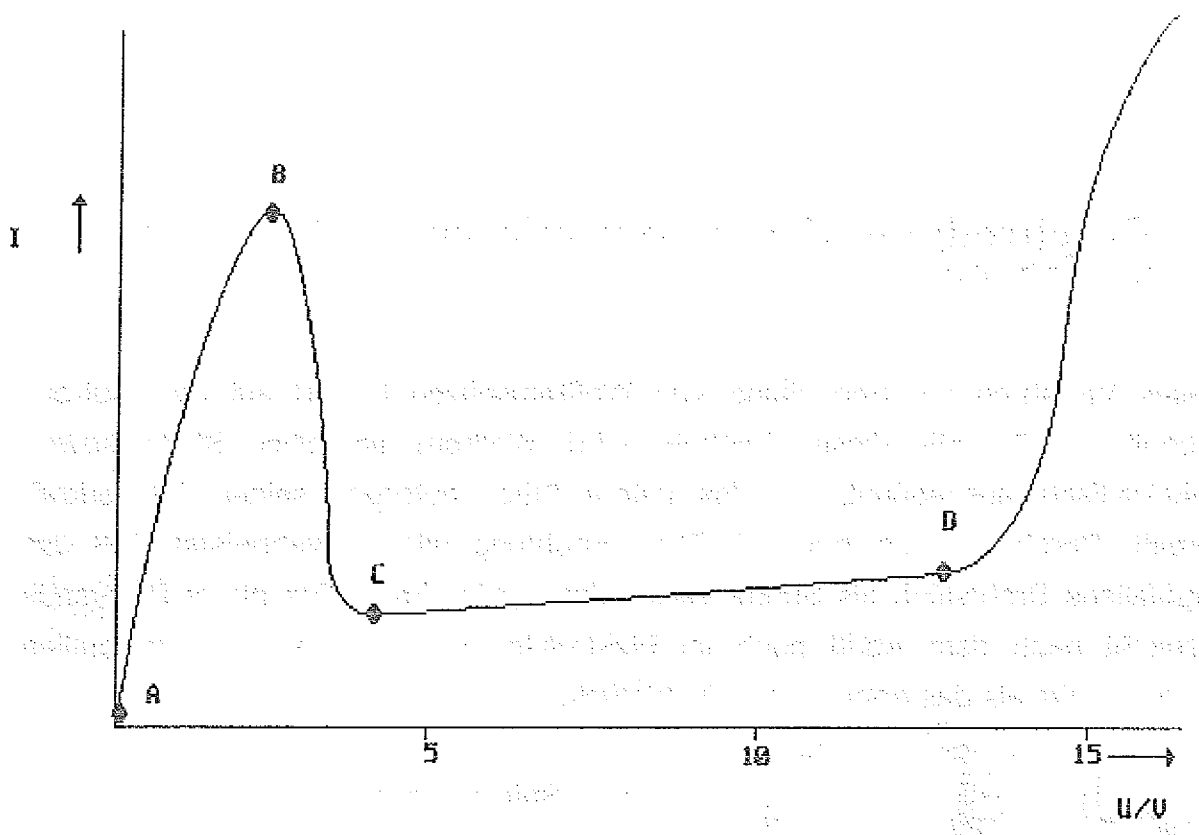


Abb.3.6: Charakteristischer Verlauf der I(U)-Kennlinie bei Anlegen von Gleichspannung

Beim anschließenden Gleichspannungsbetrieb bildet El1 die Anode und El2 die Kathode (3.5). Im Kurvenbereich A-B gehen Wolframionen ungehindert in Lösung. Es findet ein schwacher Ätzvorgang statt. Im Abschnitt B-C gehen aufgrund der endlichen Beweglichkeit mehr Wolframionen in Lösung als der Kathode zugeführt werden können. Es entsteht eine passive Deckschicht auf der Anode. Bis zum

Punkt D findet der Poliervorgang statt. Dahinter wird die Deckschicht durch Sauerstoffabscheidung zerstört, was groben Materialabtrag an der Anode zur Folge hat.
Bei der von Fischer entwickelten Steuerung übernimmt der Rechner die Einstellung des richtigen Arbeitspunktes auf der I(U)-Kennlinie, um einen schonenden Poliervorgang zu gewährleisten [1.3].
Beim Polieren spielt die passive Deckschicht eine tragende Rolle. Sie ist keineswegs homogen aufgebaut, sondern besitzt eine von innen nach außen ansteigende Konzentration der OH^--Ionen. Dies ist auch der Grund, warum weiter vorstehende Erhebungen auf der Wolframoberfläche schneller abgebaut werden als weniger große Überhöhungen. Es findet eine Glättung der Oberfläche statt. Die auf diese Weise hergestellten Tunnelspitzen haben einen Verrundungsradius von typischerweise 60nm ± 50nm [1.4]. Die Ausbeute der brauchbaren Sonden beträgt jedoch nur 17% (Der Rest weist Verbiegungen auf). Aufgrund der geringen Ausbeute und der Notwendigkeit einer lichtmikroskopischen Selektion war es erforderlich, einige Verbesserungen an diesem Herstellungsverfahren vorzunehnen. Um eine Beschädigung der Spitze beim Aufprall im ursprünglichen Spitzenfänger und beim Herausnehmen zu vermeiden, wurde der in Abbildung 3.7 dargestellte Spitzenfängereinsatz entwickelt.

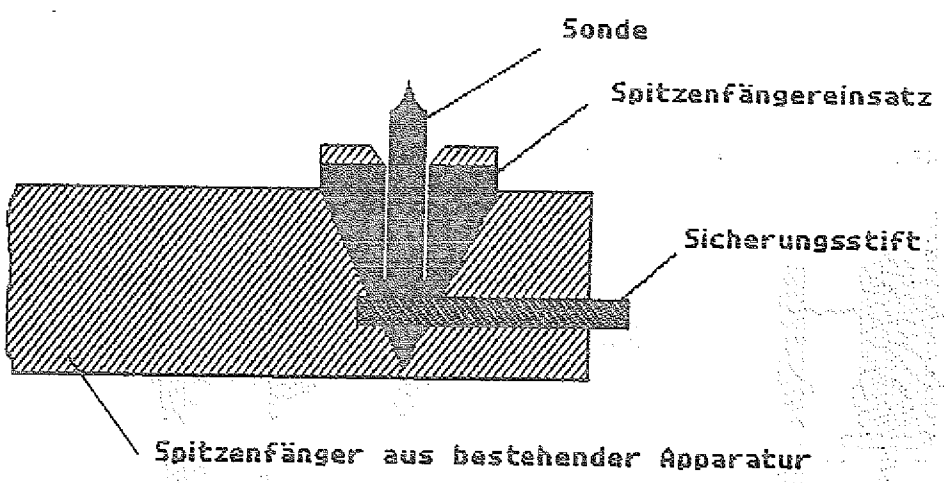


Abb.3.7: Modifizierter Spitzenfänger

Die Sonde mit einem Schaftdurchmesser von 0.5mm taucht etwas sanfter als zuvor in die 1mm-Bohrung des Spitzenfängereinsatzes ein. Das Verdrängen der schweren Isolierflüssigkeit hat eine dämpfende Wirkung auf das Eintauchen der Sonde. Die Sonde steht weit genug über den oberen Rand, so daß eine problemlose Entnahme gewährleistet ist. Bei vorsichtiger Handhabung, guter Vorbereitung des Wolframdrahtes (Abschleifen und mit Methanol abspülen) und

Verwendung von frischem Elektrolyten, muß keine der Spitzen nach lichtmikroskopischer Untersuchung ausgesondert werden. Bei Betrachtung der Sonden im REM ergaben sich jedoch große Unterschiede in der Spitzenform und im Verrundungsradius, was der nicht einwandfrei arbeitenden Rechnersteuerung zuzuschreiben war. Der Poliervorgang fand zuvor unmittelbar über der Grenzschicht von Isolierflüssigkeit und Elektrolyt statt. Bei einer Elektrolyse im Elektrolyten $Na^+ + OH^- + H_2O$ verhält sich die Isolierflüssigkeit CCl_4 nicht neutral [3.8]. Na^+-Ionen sind in der Lage, Cl aus dem Verband CCl_4 zu lösen. Dadurch finden an der Grenzfläche nicht eindeutig nachvollziehbare Vorgänge statt. Die mit dem Rechner aufgenommenen I(U)-Kennlinien entsprechen nicht mehr den charakteristischen Kennlinien, wodurch der Rechner nicht mehr den richtigen Arbeitspunkt einstellen kann. Eine erfolgreiche Abhilfe wurde gefunden, indem der grobe Materialabtrag mit 14V Wechselspannung weiterhin unmittelbar über der Grenzfläche stattfindet, bis eine Ausdünnung auf wenige 10μm erreicht ist. Danach wird die ausgedünnte Stelle von der Grenzfläche abgehoben und wie in Abbildung 3.8b vollständig vom Elektrolyten umgeben. Nun kann ein problemloser, rechnergestützter Poliervorgang durchgeführt werden. Die auf diese Weise hergestellten Sonden erfüllen die mechanischen und geometrischen Anforderungen. Ihr Verrundungsradius beträgt 40nm ± 30nm. Wie jedoch in Abbildung 3.9 gezeigt wird, befinden sich starke Verunreinigungen auf der Sondenoberfläche.

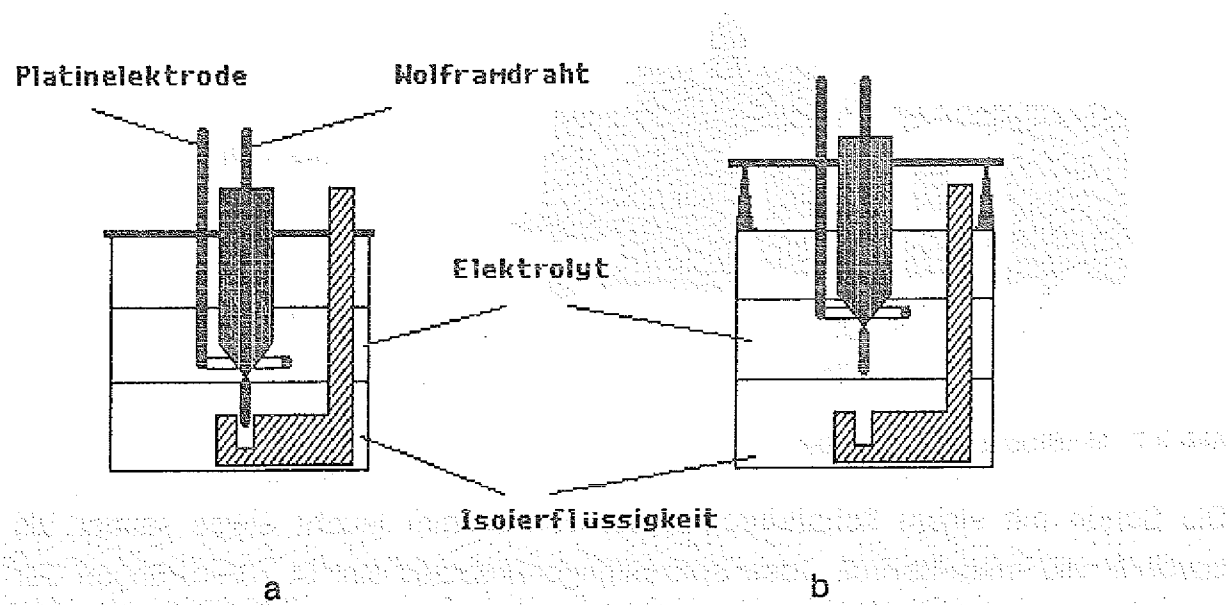
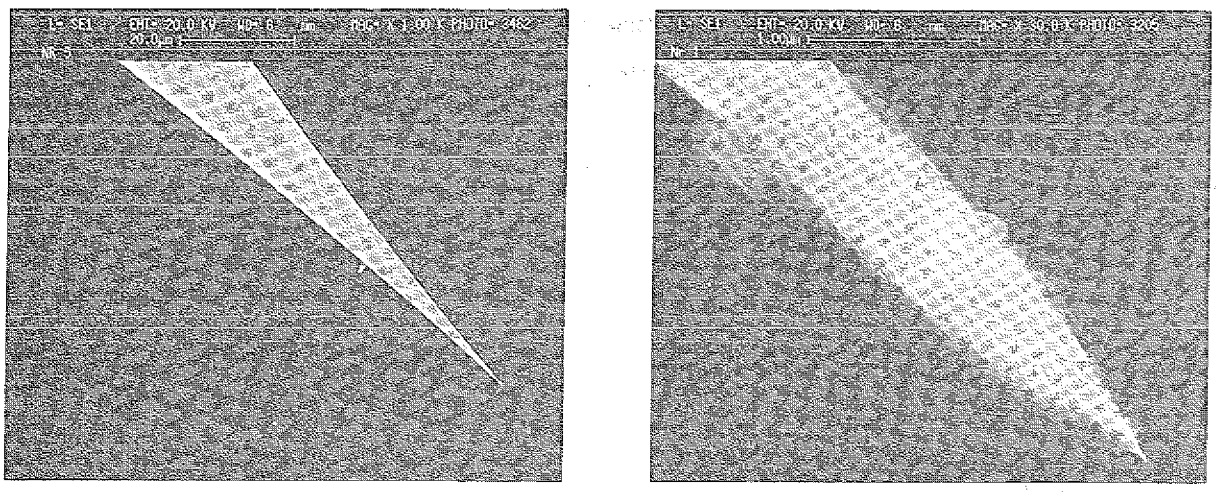


Abb.3.8: Schematische Darstellung der beiden Schritte zur elektrolytischen Sondenherstellung. (a) Ätzvorgang bis zu einer Ausdünnung auf wenige 10μm, (b) rechnergestütztes Polieren, bis die Sonde abfällt.

Das Ergebnis laserinduzierter Massenspektroskopie in Anhang 8 zeigt, daß es sich bei den Verunreinigungen um Rückstände aus dem Herstellungsprozeß handelt. Aus diesem Grund wurden Versuche mit einem anderen Elektrolyten unternommen.



a b

Abb.3.9: (a): REM-Aufnahme einer elektrolytisch hergestellten Sonde nach Optimierung der Polierapparatur. (b): Die gleiche Sonde bei höherer Vergrößerung. Es sind deutlich Verschmutzungen zu erkennen.

Bei einer Amoniumcarbonatlösung ($NH_4CO_2NH_2+H_2O$) waren leichter zu entfernende Rückstände zu erwarten. Die Polierergebnisse waren jedoch weniger gut. Die Spitzen waren sehr unterschiedlich geformt. Das obere Ende des Wolframdrahtes, welches nach dem Abfallen im Elektrolyten verbleibt (Abb.3.5,S2), weist eine bessere Form auf. Um dieses Ende als Sonde verwenden zu können, ist jedoch eine andere Apparatur zu konstruieren, da der Poliervorgang an dem entsprechenden Drahtende sofort nach dem Abreißen unterbrochen werden müßte. In Kap.6 wird eine mögliche Konstruktion vorgestellt.

Bei Weiterverwendung des herkömmlichen Elektrolyten (Natriumhydroxid) erscheint es notwendig, nach dem Abspülen der Sonden mit destilliertem Wasser und Methanol eine intensive Nachbehandlung anzuschließen, um die in Abbildung 3.10d sichtbaren Verunreinigungen zu entfernen. Das in dieser Arbeit entwickelte Nachbehandlungsverfahren wird in Kap.4 erläutert.

Bei den Versuchen, die Sondenform zu optimieren, ergab sich ein reproduzierbarer

Zusammenhang zwischen den Polier-/ Ätzparametern und der Sondenform. Wird der Wolframdraht im zweiten Schritt wie in Abbildung 3.8b nicht mit Gleichspannung poliert, sondern behutsam mit Wechselspannung geätzt, so verursacht der Strom im dünnsten Bereich des Drahtes kurz vor dem Abreißen ein Aufschmelzen des Materials. Es entstehen Sonden mit einer tropfenartig geformten Spitze (Abb. 3.10a,b,c). Mehrere Testreihen ergaben einen Zusammenhang zwischen Größe der Wechselspannung und dem Durchmesser der aufgeschmolzenen Spitze. Hierbei ist es jedoch wichtig, die effektive Drahtlänge im Elektrolyten konstant zu halten (Tab.3.1).

Tropfendurchmesser/μm	Wechselspannung/V
2 ± 0.5	11
1.75 ± 0.5	9
1.5 ± 0.5	7
1 ± 0.5	5

Abb.3.1: Abhängigkeit des Tropfendurchmessers von der angelegten Wechselspannung

Sonden mit aufgeschmolzenem Spitzenbereich sind mechanisch stabil, eignen sich jedoch nur für den Tunnelbetrieb mit atomarer Auflösung, da es wegen der Spitzenform bei großen Probenstrukturen zu Abbildungsfehlern kommt (Kap.2.2).

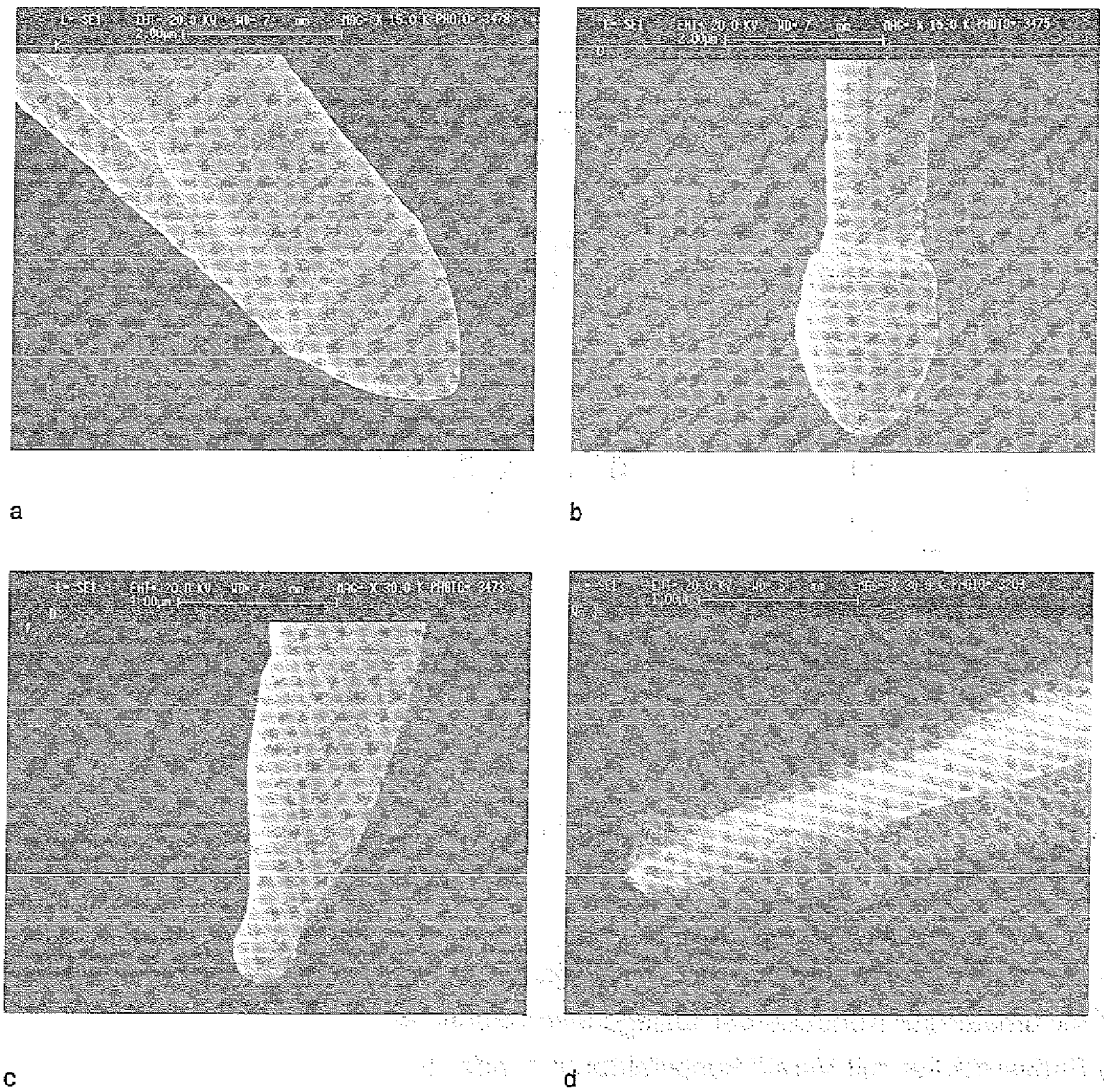


Abb.3.10: Die Bilder (a), (b) und (c) zeigen REM-Aufnahmen von Sonden mit aufgeschmolzener Spitze (Spannungen in gleicher Reihenfolge: 9V, 7V, 5V). Bemerkenswert ist der bei allen drei Spitzen ähnliche Verrundungsradius. Diese drei Sonden sind nach dem Verfahren aus Kap. 4 intensiv nachbehandelt. Auf dem Bild (d) erkennt man den Kontaminationsmantel einer nicht nachbehandelten Sonde.

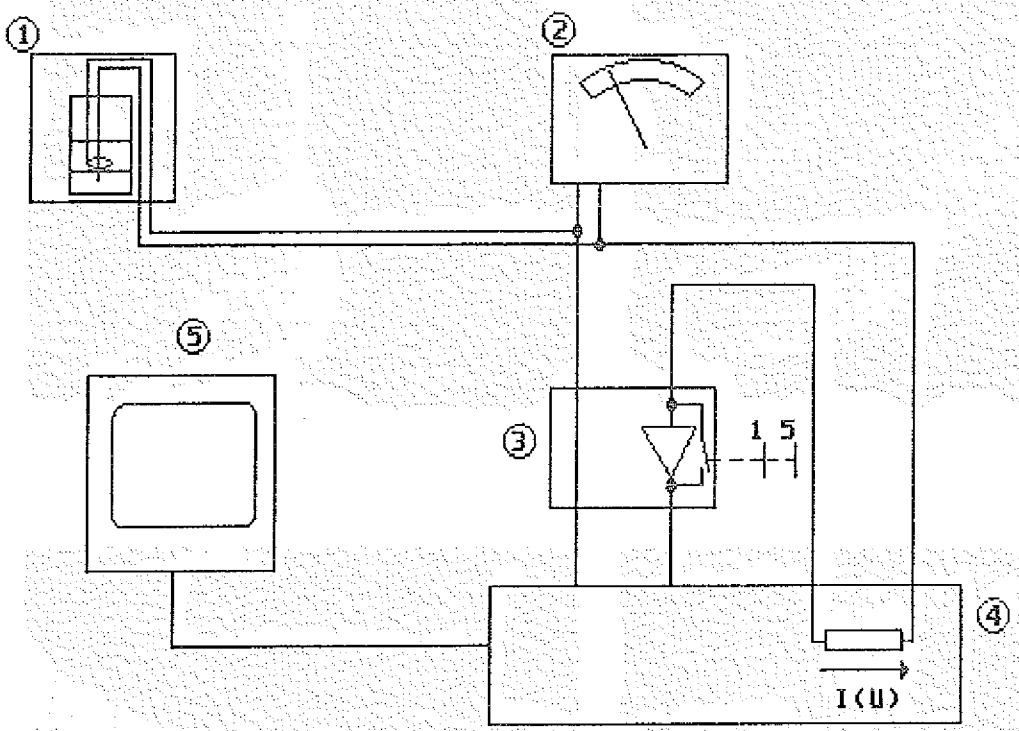


Abb.3.11: Blockschaltbild der rechnergestützten Polierapparatur

(1) Elektrolysebehälter mit den beiden Elektroden
(2) Multimeter zur Kontrolle der anliegenden Spannung
(3) Endverstärker mit Verstärkungsfaktoren 1 oder 5
(4) Rechner mit Ausgabe der Polier- Ätzspannung und Strommessung
(5) Bildschirm zur Darstellung der Kennlinien und zur Anzeige der aktuellen Parameter

4. Die Nachbehandlung von Tunnelspitzen

Im Kap. 3.1 wurden einige Sondenherstellungsverfahren vorgestellt. Dabei handelt es sich um Verfahren, die den gesamten Herstellungsprozeß incl. Nachbehandlung beinhalten.
In dieser Arbeit wird die Nachbehandlung von Tunnelspitzen als gesondertes Thema behandelt, weil sie das Hauptproblem der Aufgabenstellung darstellt und darüber hinaus als notwendiger Schritt zur erfolgreichen Sonderherstellung gilt. Die folgenden Ausführungen beziehen sich nur noch auf elektrolytisch hergestellte Spitzen. Ziel der Nachbehandlung ist es, die Sonden von Verunreinigungen zu befreien.
Das grobe Vorreinigen mit destilliertem Wasser und Methanol hat sich als nicht ausreichend erwiesen, auch wenn ein anschließendes Absprühen mit reinem Stickstoff erfolgte.
Reinigungsversuche im Ultraschallbad haben starke Deformationen der Tunnelspitzen verursacht.
Eine mögliche Nachbehandlung besteht darin, die kontaminierte Sondenoberfläche abzusputtern [3.4]. Dies kann durch einen gezielten Argonionenbeschuß im Hochvakuum erfolgen.
Mit dem Anlegen von elektrischen Feldern oder Spannungsstößen und dem gleichzeitigen Erhitzen der Sonden im Hochvakuum wurden ebenfalls Reinigungserfolge erzielt [3.5, 4.1].
Des weiteren besteht die Möglichkeit, die Sonden zur Reinigung im Hochvakuum zu glühen [4.2].

4.1 Zu entfernende Verunreinigungen auf den Tunnelspitzen

Die bei der Raster-Tunnel-Mikroskopie störenden Verunreinigungen der Tunnelspitze stammen größtenteils aus dem elektrolytischen Herstellungsprozeß. Laserinduzierte, massenspektroskopische Untersuchungen ergaben Ablagerungen von Natrium, Kalium und deren Verbindungen mit Sauerstoff und Chlor auf den Sondenoberflächen (Anhang 5). Diese Verunreinigungen stammen aus dem Elektrolyten NaOH + H_2O, der Isolierflüssigkeit CCl_4 und der Umgebungsatmosphäre. Das Auftreten von Eisen, Silizium, Kohlenstoff, Aluminium, Magnesium, Wolframcarbid und Wolframoxid ist im Gegensatz zu den vorgenannten Elementen und Verbindungen auch weiter im Inneren des Sondermaterials zu finden und kann mit Abscheidungen auf den Korngrenzen begründet werden. Abscheidungen dieser Art stellen das weniger große Problem dar, weil sie lediglich von der Reinheit des Ausgangsmaterials abhängen. Die Ablagerungen aus dem elektrolytischen Herstellungsprozeß lassen sich jedoch nicht durch eine höhere Materialgüte vermeiden.

4.2 Die Glühapparatur

Bevor der Gedanke einer intensiven Sondennachbehandlung in die Praxis umgesetzt werden konnte, erfolgt ein Abwägen der prinzipiellen, materiellen, finanziellen und terminellen Randbedingungen.
Die im Kap. 3.1 und zu Beginn von Kap. 4 beschriebenen Nachbehandlungsverfahren finden unter Hochvakuumbedingung statt und erfordern oft auch eine gleichzeitige Erhitzung. So erscheint es sinnvoll, eine Hochvakuumglühapparatur als Grundkonzept vorzusehen. Falls nötig, könnten so ohne großen Aufwand mehrere Verfahren realisiert werden. Vorteilhaft kam hinzu, daß die benötigten Geräte universell genutzt werden konnten und somit schnell verfügbar waren. Des weiteren verspricht eine derartige Apparatur einen hohen Sondendurchsatz, der es ermöglicht, nach kurzer Zeit mehrere Glühergebnisse auszuwerten.
Der Geräteaufwand wurde durch einzelne Parameter des Verfahrens bestimmt. Zu diesen Parametern zählen: erreichbare Temperatur, Druck in der Glühapparatur, Gasdurchsatz der Pumpen und Art der Beheizung. Zu letzterem wurden drei

Alternativen erarbeitet. Die Alternativen bestehen darin, induktiv, mit einer Wendel im Vakuum oder mit einem Rohrofen von außen zu beheizen.

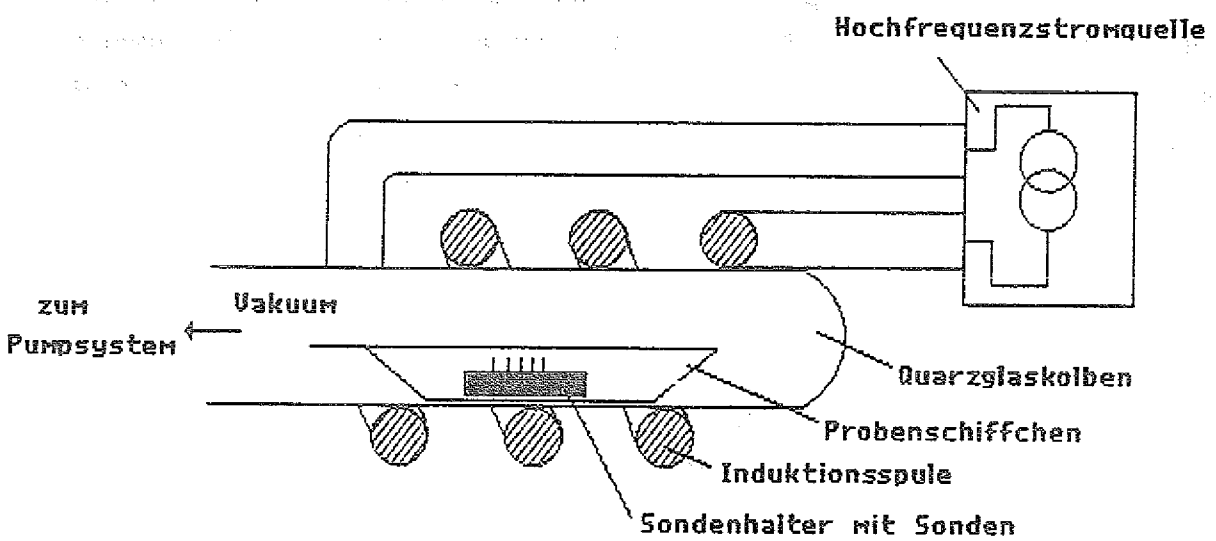


Abb. 4.1: Induktionsbeheizung im Vakuum

Die Induktionsbeheizung in Abbildung 4.1 hat den Vorteil sehr kurzer Erwärmungs- und Abkühlungsphasen, jedoch stellt die Ermittlung der Sondentemperatur ein größeres Problem dar. Die Temperatur könnte nur über die Glühfarben des Probenmaterials (sehr subjektiv), mit einem Pyrometer oder rechnerisch mit Hilfe der Induktionsarbeit ermittelt werden. Darüber hinaus stellt die Hochfrequenzstromquelle einen großen Investitionsfaktor dar.

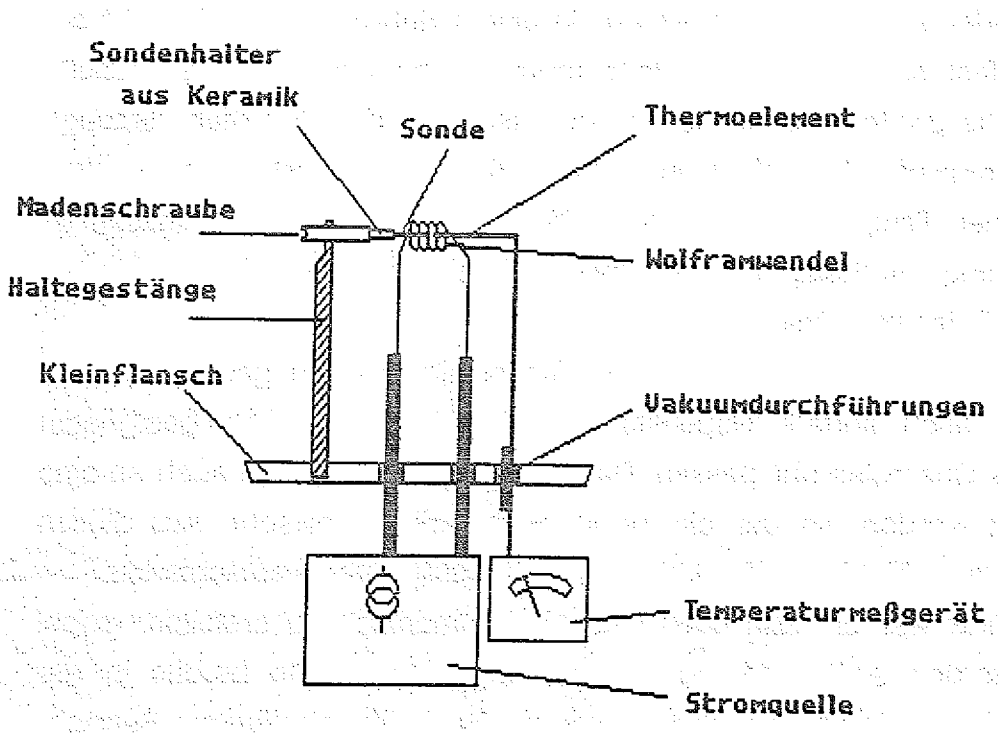


Abb. 4.2: Widerstandsbeheizung mit einer Wendel im Vakuum

Das in Abb. 4.2 dargestellte Beheizungsprinzip hat ebenfalls den Vorteil kurzer Aufheizungs- und Abkühlungsphasen. Die Leistung der Wendel ist aufgrund ihrer Abmaße auf wenige Watt begrenzt, so daß die Wärmeableitung des Thermoelements schon einen großen Einfluß auf die Endtemperatur hat. Verzichtet man auf das Thermoelement, so könnte man die Temperatur der Sonde noch mit Hilfe der Glühfarben oder mit einem Pyrometer feststellen. Weitere Nachteile liegen beim geringen Sondendurchsatz und bei der Glühemission der Wendel.

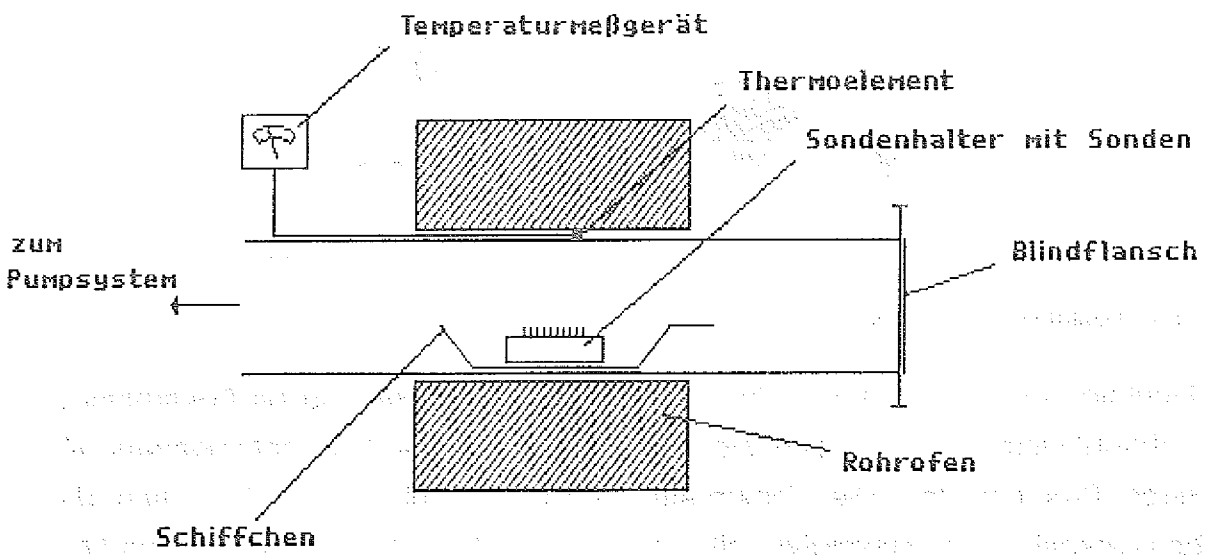


Abb. 4.3: Beheizung mit einem Rohrofen

In Abb. 4.3 befindet sich ein Quarzglasrohr in einem Rohrofen. Das Rohr ist auf der einen Seite fest an die Vakuumanlage montiert und auf der anderen Seite blindgeflanscht. Die große Heizleistung und gute Isolation des Rohrofens erzeugt, wie im Temperaturprofil des Ofens in Anhang 6 zu sehen ist, einen großen Bereich homogener Temperaturverteilung . Die große aufzuheizende Masse ist jedoch für eine lange Aufheizphase verantwortlich. Die gute Isolation verhindert ein schnelles Abkühlen des Ofens.

Die Anlage ist so konzipiert, daß nicht nur Tunnelspitzen darin geglüht werden können, sondern auch andere Gegenstände, die mit einem dafür geeigneten Schiffchen in das Quarzglasrohr passen. Das Glühgut kann natürlich auch an eine Stelle positioniert werden, an der ein Temperaturgradient herrscht. Aus diesen Gründen hat man sich für den Aufbau einer derartigen Apparatur entschieden.

Als nächster Schritt war ein Konzept für die Vakuumanlage zu erstellen, wobei berücksichtigt werden sollte, daß viele der benötigten Geräte bereits in der Arbeitsgruppe oder im Institut vorhanden waren. Nach überschlägigen Betrach-

tungen ergab sich ein Rezipientenvolumen von einem Liter. Der Arbeitsdruck sollte ohne Beheizung bei 10^{-8} - 10^{-7}mbar liegen. Diese Anforderungen können mit einem zweistufigen Pumpsystem erfüllt werden. Zur Erzeugung des Vorvakuums steht eine Drehschieberpumpe mit einem Saugvermögen von $9m^3/h$ zur Verfügung. Das Hochvakuum kann mit einer Turbomolekularpumpe mit einem Saugvermögen von 170 l/s erzeugt werden.
Für die Messungen des Vorvakuumdrucks wurde ein thermoelektrisches Vakuummeßgerät verwendet. Für die Druckmessung im Rezipienten wurde ein Penning Vakuummeter vorgesehen. Diese Meßsysteme bestehen aus einer Meßröhre und dem eigentlichen Meßgerät.
Der zur Verfügung stehende Rohrofen besitzt eine beheizte Rohrlänge von 60cm und arbeitet mit einer Nenntemperatur von 1100°C. Zur Einstellung der entsprechenden Temperatur wurde eine handelsübliche Ofenregelung vorgesehen. Die Konzeption bestand darin, die geeigneten Vakuumteile auszuwählen, die einzelnen Geräte sinnvoll zu kombinieren und den Gesamtaufbau zu realisieren.

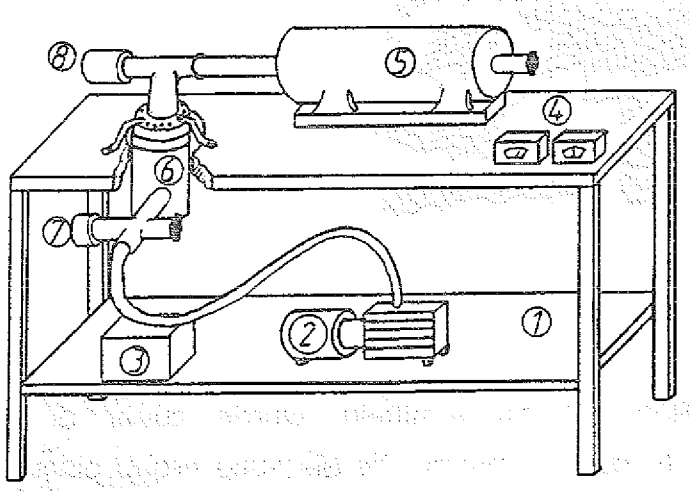


Abb. 4.4: Skizze des ersten Entwurfs der Vakuumglühapparatur

1 Speziell für diesen Anwendungsfall konstruierter Tisch
2 Drehschieberpumpe zur Erzeugung des Vorvakuums
3 Frequenzwandler und Steuerungsgerät für die Turbomolekularpumpe
4 Meßgeräte für Vor- und Hochvakuum
5 Rohrofen
6 Turbomolekularpumpe zur Erzeugung des Hochvakuums
7 Thermoelektrische Vakuummeßröhre
8 Penning Vakuumröhre

Darüber hinaus waren die Aufhängung der Turbomolekularpumpe (Anhang 1), das Quarzglasrohr (Anhang 2) und ein Übergangsstück vom CF 100-Flansch der Turbomolekularpumpe auf Kleinflansch (Anhang 3) zu konstruieren.
Zur einfachen Handhabung des Quarzglasrohrs wird dieses an einem Ende mit einer Schliffverbindung an die Vakuumapparatur befestigt. Die andere Seite dient zum Be- und Entladen und wird während des Betriebes mit einem KF-Blindflansch abgedichtet. Die zu glühenden Sonden werden in einen Halter gesteckt, der, wie in Abbildung 4.5 gezeigt wird, genau in ein Quarzglasschiffchen paßt. Das Quarzglasschiffchen wird in das Quarzglasrohr geschoben.

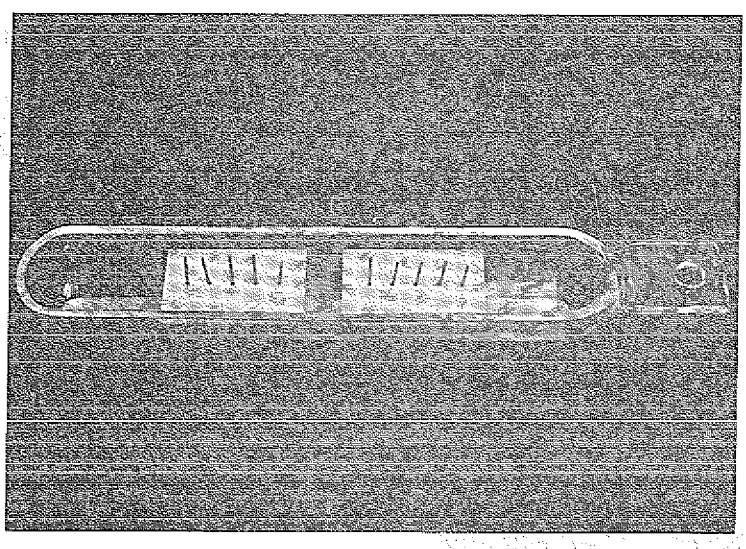


Abb. 4.5: Sondenhalter und Probenschiffchen

Um die günstigste Position im Rohrofen zu ermitteln, wurde zuvor das Temperaturprofil des Ofens (Anhang 6) aufgenommen. Die Messung ergab einen Bereich mit homogener Temperaturverteilung ($\pm$10%) von 12cm $\pm$2cm Länge. In diesem Bereich ist das Schiffchen unterzubringen.
Vor der ersten Glühung von Wolframspitzen wird die Anlage nach gründlicher Reinigung und Montage aller Vakuumteile mindestens 24 Stunden abgepumpt. Während dieser Zeit fand auch ein Ausheizen der Turbomolekularpumpe und des Quarzglasrohres statt. Der danach erreichte Enddruck lag bei 3 x 10^{-6}mbar erstaunlich hoch.
Mit der so konzipierten Anlage wurden die ersten Glühversuche gefahren. Schon nach den Untersuchungen der ersten geglühten Sonden im REM zeichnete sich hinsichtlich der Verunreinigungen ein Erfolg ab (siehe auch Kap. 4.3). Das bewog

dazu, einige Optimierungen an der Vakuumglühapparatur vorzunehmen. So mußte die Vakuumtechnik wesentlich verbessert werden, da der Enddruck von 3 x10^{-6} mbar zu hoch ist und während des Glühens noch um mehr als eine Dekade ansteigt. Weiterhin wurde der Sondenhalter in Abb. 4.5 erneuert, da bei Glühtemperaturen ab 1000°C starke Verformungen auftraten. Der Sondenhalter wurde statt aus Macor nun aus Al_2O_3-Keramik gefertigt. Dieses Material erlaubt Temperaturen bis 1900°C. Die Neukonstruktion bestand darin, das Rohr auf der Pumpseite mit einer Kleinflanschverbindung anzubringen und auf der anderen Seite mit einem Schliffstopfen abzudichten. Zur Verbesserung der vakuumtechnischen Eigenschaften der Anlage wurden die Vakuumrohrleitungen statt in 25mm Durchmesser nun in 40mm Durchmesser ausgelegt, gleichzeitig wurde die Anzahl der Flanschverbindungen minimiert. Mit Ausnahme der Verbindung zum Quarzglasrohr wurden auf der Hochvakuumseite nur Metalldichtungen verwendet.
Als wesentliche Verbesserung wurde jedoch das Übergangsstück (Anhang 3) neu konstruiert. Der 100mm große Ansaugsdurchmesser der Turbomolekularpumpe wurde zuvor übergangslos auf 25mm reduziert. Die Pumpe konnte so nicht ihre volle Saugleistung entwickeln.
Bei der Neukonstruktion des Übergangsstückes wird der Ansaugdurchmesser trichterförmig auf 40mm reduziert (Anhang 3).
Nachdem die genannten Verbesserungen durchgeführt wurden, stellte sich bei Raumtemperatur ein Enddruck von 3 x 10^{-9}mbar (1±100%).
Der Druck stieg während des Glühens bei 1030°C ±20°C nicht über 2 x10^{-6}mbar an und liegt typischerweise bei einigen 10^{-7}mbar.

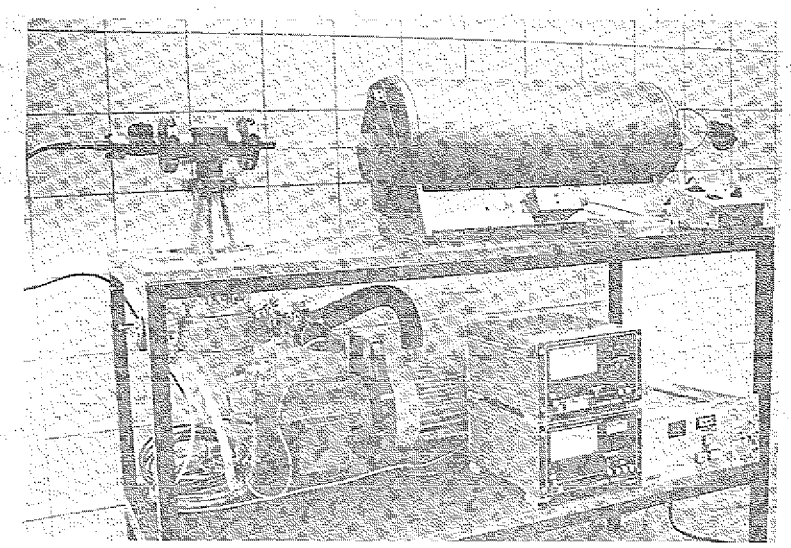
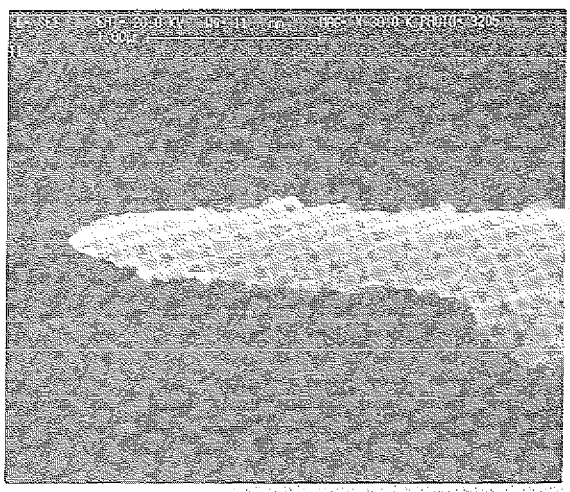


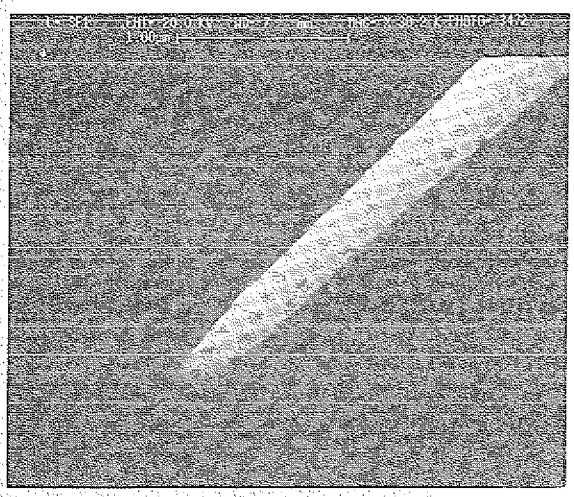
Abb.4.6: Bild der fertiggestellten Hochvakuumglühapparatur

4.3 Variation der Nachbehandlungsparameter

Zu den Nachbehandlungsparametern zählen Glühtemperatur, Glühdruck und Dauer der Glühung. Der Druck in der Vakuumapparatur ist dabei eine nicht frei änderbare Größe. Im Laufe der Optimierungsmaßnahmen war es jedoch möglich, Glühungen in zwei verschiedenen Anlagenzuständen vorzunehmen. So lag der Druck während der Glühung anfänglich bei maximal 8 $x10^{-5}$mbar und nach den vakuumtechnischen Optimierungen bei maximal 2 $x10^{-6}$mbar. Dieser Glühdruckunterschied hatte keinen sichtbaren Einfluß auf die Ergebnisse der Glühung. Lediglich der Auffheizvorgang war nach den Optimierungsarbeiten wesentlich unkritischer. Vorher mußte die Heizleistung sehr feinfühlig reguliert werden, um keinen groben Druckanstieg zu verursachen. Nachher hat der Temperaturanstieg während des Aufheizvorgangs wesentlich weniger Einfluß auf den Druck. Die ersten Glühversuche wurden bei verschiedenen Temperaturen und Glühzeiten durchgeführt, wobei die Glühzeit definiert ist als die Zeit, welche die Apparatur konstant auf Glühtemperatur gehalten wird.
Die Testreihen wurden mit einer Glühtemperatur von 850°C und einer Glühzeit von 2 Stunden begonnen. Die anschließend im REM untersuchten Sonden waren deutlich weniger verschmutzt als nicht geglühte Sonden. Danach wurde die Glühzeit zunächst auf 5 Stunden festgelegt und die Glühtemperatur in mehreren Schritten bis 1030°C erhöht. Bei 1100°C liegt die Sicherheitsgrenze der Glühapparatur, da das Quarzglas bei darüberliegenden Temperaturen zu kristallisieren beginnt. Eine Steigerung der Glühzeiten auf 7,5 Stunden wurde bei den nachfolgenden Versuchen durchgeführt, brachte aber keine sichtbaren Unterschiede gegenüber 5 - 6 - stündigen Glühungen. Mehr bewirkte hingegen die Erhöhung der Temperatur (Abb. 4.6-4.9). Bei Glühtemperaturen von 900°C bis 960°C waren bei Glühzeiten von 5 Stunden nur noch 10% der Sonden verunreinigt. Sonden, die mindestens 5 Stunden bei über 1000°C geglüht wurden, sind im REM betrachtet praktisch frei von Verunreinigungen.



a



b

Abb.4.7: (a): REM-Aufnahme einer elektrolytisch hergestellten Wolframsonde, die nur mit destilliertem Wasser und Methanol abgespült wurde. (b): REM-Aufnahme der Sonde aus Abb.(a), die zwischenzeitlich 2Stunden bei 850 °C vakuumgeglüht wurde.

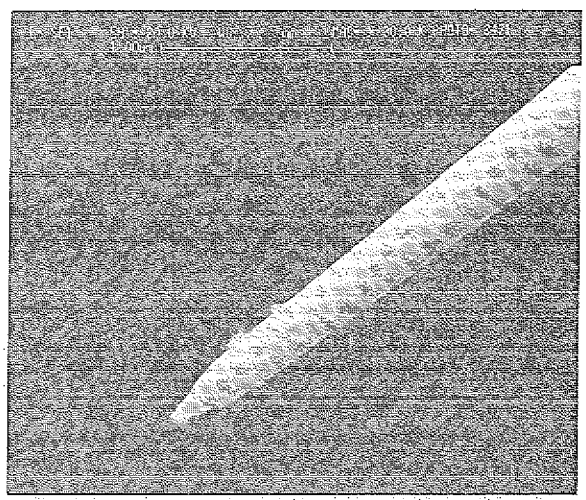


Abb.4.8: Diese Abbildung zeigt eine bei 850 °C 5 Stunden lang geglühte Sonde aus gleicher Herstellung wie oben. Es sind immer noch Verunreinigungen zu erkennen.

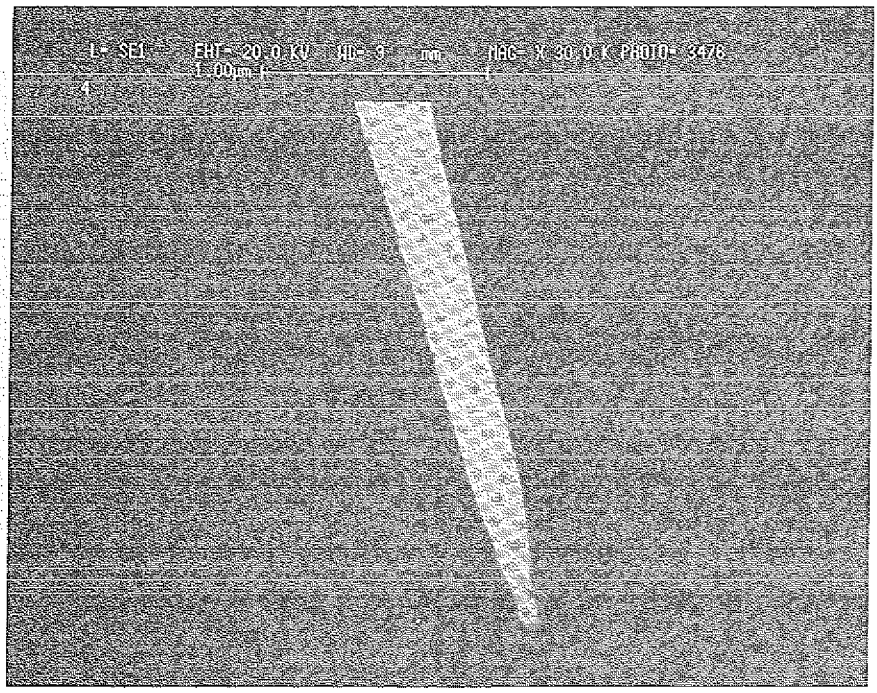


Abb. 4.10: REM-Aufnahme einer elektrolytisch hergestellten Tunnelspitze. Die Wolframspitze ist 6 Stunden bei 1030°C im Hochvakuum geglüht.

5. Ergebnisse und Diskussion

Sonden, die nach dem in Kap. 3.2 behandelten und optimierten Verfahren hergestellt wurden, entsprechen den mechanischen Anforderungen und besitzen eine günstige Form. Mit der Nachbehandlung, wie sie in Kap. 4.2 beschrieben ist, wird die Güte der Sonden weiter gesteigert.

Die Hochvakuumglühapparatur ist so aufgebaut, daß nicht nur Tunnelspitzen, sondern auch andere Gegenstände, die in die Apparatur passen, behandelt werden können. Es können Arbeitstemperaturen von Raumtemperatur bis (1030 ± 20)°C eingestellt werden. Der erreichbare Enddruck bei Raumtemperatur von 3 x 10^{-9}mbar (1 ± 100%) liegt im Ultrahochvakuumbereich. Die Temperaturregelung ermöglicht ein digitales Einstellen der gewünschten Ofentemperatur. Die Regelabweichung bis zu einer Temperatur von 800°C beträgt nur ± 1% vom Sollwert. Bei Temperaturen oberhalb 800°C tritt eine konstante Regelabweichung auf. Mit einer separaten Temperaturmessung kann die aktuelle Ofentemperatur ermittelt werden (Toleranz: ± 1% vom Anzeigewert).

Herstellungsschritt	Elektrolytische Sondenherstellung mit Ausgangs-apparatur	Herstellung mit optimierter Apparatur	Herstellung mit optimierter Apparatur und intensiver Nachbehandlung
Sondenausbeute (Lichtmikroskop)	17% ohne Form-fehler [1.4]	100%	(unfachmännische Handhabung und Materialfehler ausgeschlossen)
Verrundungsradius	60nm ± 50nm (± 83%)	40nm ± 30nm (± 75%)	
Verunreinigungen REM-Betrachtung	sehr stark (Abb.4.6)	stark (Abb.3.9)	keine
Drahtvorbereitung	Abschleifen und in Methanol spülen	Langzeitstrecken, Abschleifen, in Methanol spülen und leicht auf ganzer Länge polieren	
Eignung für RTM	schlecht	schlecht	gut
Herstellungsdauer pro Sonde	12 bis 15 min	18 bis 23 min	2 bis 2.5 Std

Tab.5.1: Zusammenfassendes Schema der Arbeitsergebnisse

Aufgrund einer günstigen Verbindungstechnik kann die Anlage mit wenigen Modifikationen für andere Einsatzzwecke erweitert werden, wie beispielsweise für Glühungen unter Schutzgas.

Zur Herstellung gut verwendbarer und reproduzierbarer Tunnelspitzen sind unbedingt alle Produktionsschritte einzuhalten. Wichtig ist auch die gute Reinigung und Begradigung des Wolframdrahtes, die Säuberung der Gefäße, sowie die Verwendung von frischem Elektrolyten und geeignetem Werkzeug.

Der elektrolytische Herstellungsprozeß beginnt, wie in Kap.3.2 beschrieben, mit dem Ätzvorgang und endet mit dem Durchpolieren der ausgedünnten Drahtstelle.

Modus	Zeit
Ätzen mit 14V Wechselspannung	300s bis 360s
Polieren mit Rechnerunterstützung	200s bis 400s

Tab.5.2: Anhaltswerte zur elektrolytischen Sondenherstellung

Die Anhaltswerte in Tabelle 5.2 gelten nur bei ordnungsgemäßer Drahtvorbereitung und bei Verwendung einmolarer Natriumhydroxidlösung als Elektrolyt. Da nicht immer die gleiche Umgebungstemperatur herrscht und die Konzentration des Elektrolyten nicht immer gleich ist, sollte die Ätzzeit so variiert werden, daß die Polierzeiten im genannten Intervall liegen. Folgende Parameter des Polierprogramms haben sich als optimal herausgestellt.

Gesamtzeit: 600s

Kennlinienanzahl: 5

Maximalspannung: 12V

Zeit, in der die Kennlinie aufgenommen wird: 15s

Anzahl der Meßpunkte: 200

Die Gesamtzeit gibt die Dauer wieder, die der rechnergestützte Poliervorgang maximal anhält. Während dieser Zeit wird eine entsprechende Anzahl von I(U)-Kennlinien aufgenommen. Die übrigen Angaben beziehen sich auf den Spannungshöchstwert der Kennlinie, die Anzahl der Meßpunkte einer Kennlinie und die Dauer der Kennlinienaufnahme.

Die optimalen Nachbehandlungsparameter lauten:

Glühtemperatur: 1030°C ± 20°C

Glühdruck: maximal 2×10^{-6}mbar

Glühzeit: 6 Stunden ± 1 Stunde

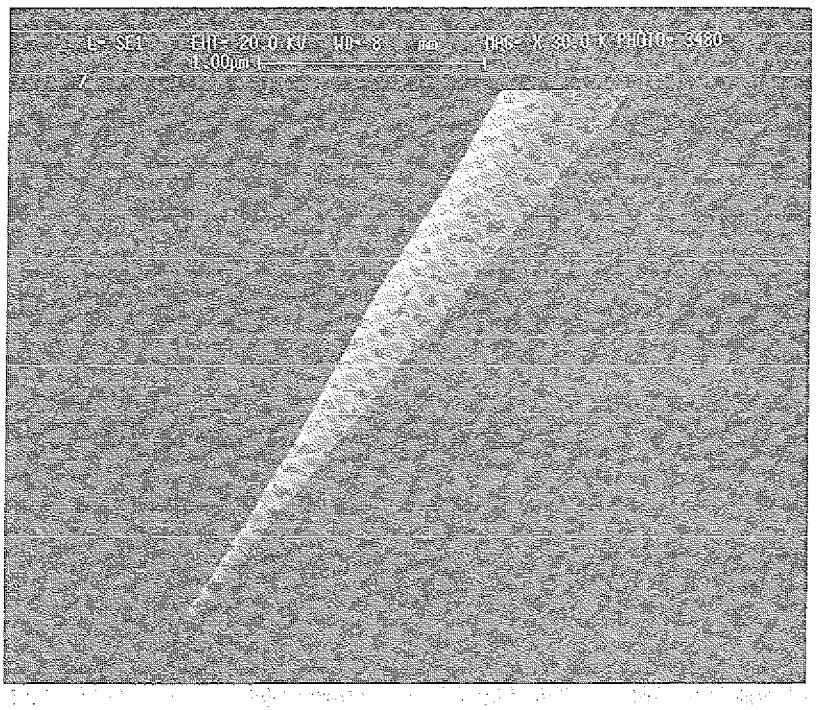


Abb.5.1: REM-Aufnahme einer unter optimalen Bedingungen hergestellten Tunnelspitze aus Wolfram

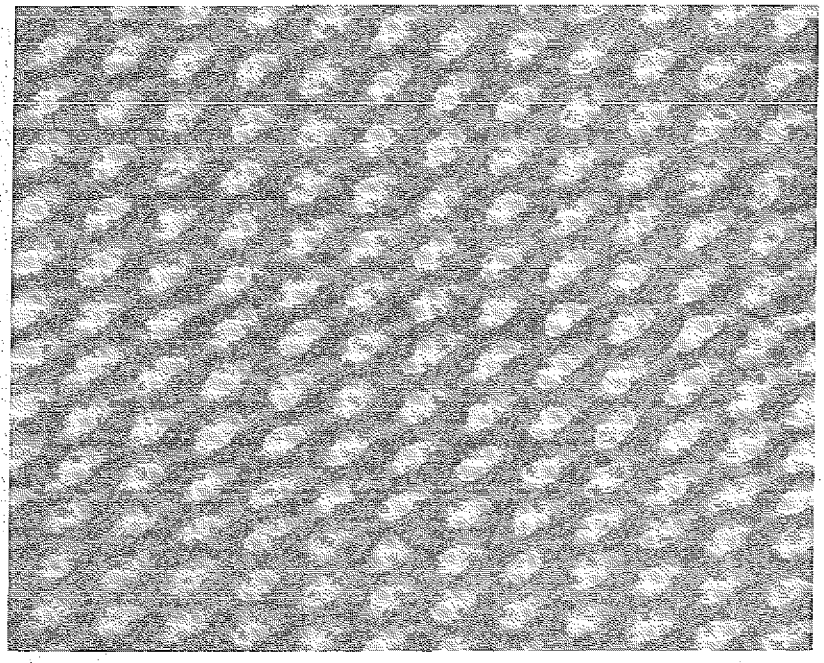


Abb.5.2: RTM-Aufnahme der atomaren Struktur von HOPG an Luft. Diese Aufnahme wurde mit einer elektrolytisch polierten und geglühten Spitze erstellt. Die Tunnelspannung betrug 10mV und der Tunnelstrom 1,5nA.

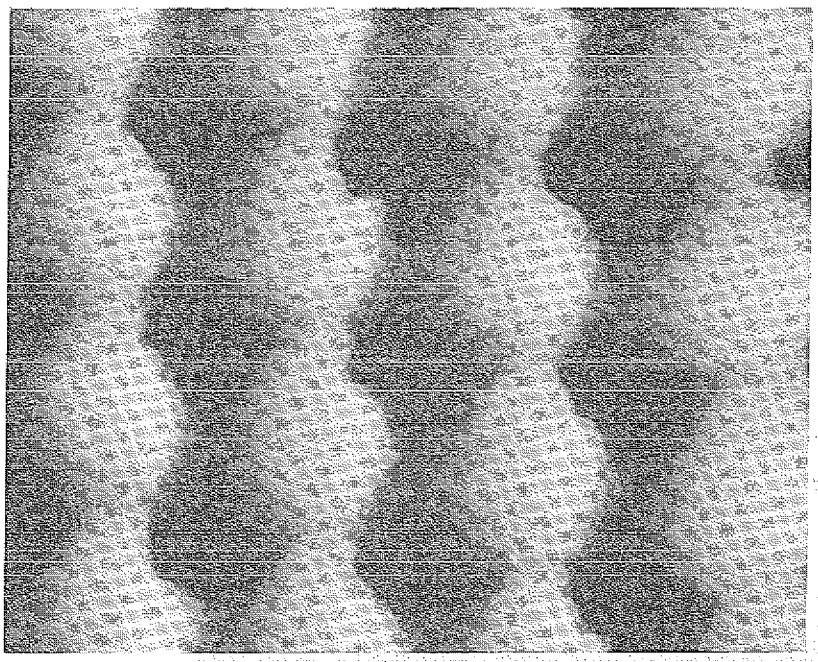


Abb.5.3: Aufnahme der Probe aus Abb.5.2 mit kleinerem Rasterbereich. Es wurde die selbe Spitze verwendet. Tunnelspannung und Tunnelstrom wurden beibehalten.

Im Gegensatz zu abgerissenen oder abgekniffenen Sonden bekommt man mit diesen Tunnelspitzen schon nach kurzer Zeit einen guten und dauerhaften Tunnelkontakt. Das Abbilden atomarer Strukturen auf HOPG ist ohne aufwendige Einstellmaßnahmen am RTM möglich. Mit dem RTM im Ultrahochvakuum wurden mit derartigen Spitzen ebenfalls Strukturen auf HOPG dargestellt. Weitere Messungen auf verschiedenen Probenmaterialien stehen noch an.
Da sich schnell Verunreinigungen an den sehr feinen Spitzen ansammeln, ist das Problem des Transports und der Lagerung noch zu lösen. Die bisherige Lagerung erfolgt im Exsikkator. Oxidschichten, die sich auf Wolfram sehr schnell bilden, stören ab einer bestimmten Dicke den Tunnelbetrieb. Es kann sogar dazu kommen, daß die Sonde aufgrund einer dicken, isolierenden Oxidschicht an die Probe stößt und zerstört wird.

6.Ausblick

Diese Arbeit beschäfigt sich nur mit einem von vielen Sondenherstellungsverfahren eingehend. Durch das gezielte Verbessern der elektrolytischen Sondenpräparation und der Erweiterung um die Glühung der Spitzen im Vakuum ist es nun möglich, gut brauchbare und reproduzierbare Tunnelspitzen aus Wolfram herzustellen. Es sind jedoch gewisse Grenzen bei diesem Verfahren schon erkennbar. So stellt die schnelle Oxidbildung auf Wolfram ein Problem dar. Günstig wäre eine Nachbehandlung der Sonde direkt in der Ultrahochvakuumanlage des RTM's, so daß die Sonde vor ihrer Benutzung nicht mehr mit Luftsauerstoff in Berührung kommt. In diesem Fall wäre es auch von Vorteil, monokristallinen Wolframdraht zu verwenden. Hierbei ist es möglich, durch eine Glühbehandlung bei 3200K und Anlegen eines elektrischen Feldes reproduzierbar einatomige Spitzen zu erhalten [6.1]. Eine andere Alternative besteht darin, ein weniger schnell oxidierendes Material wie Platin-Iridium zu verwenden. Da dieses Material sehr resistent ist, wird die elektrolytische Herstellung erschwert. Es werden Elektrolyten aus $CaCl_2/H_2O/HCl$ benötigt [2.4]. Durch eine Glühbehandlung müßten auch hier die zu erwartenden Rückstände zu beseitigen sein. Andere Elektrolyten als Natriumhydroxidlösung und andere Materialien als Wolfram verhalten sich bei der Elektrolyse erwartungsgemäß anders. Das in Kap.3.2 durchgeführte Experiment mit einem Elektrolyten aus NH_4CO_2/H_2O bestätigt diese Aussage. Nicht immer ist das abgefallene Stück als Sonde verwendbar. Im genannten Experiment war das obere Stück eindeutig besser geeignet. Aufgrund dieser Tatsache wäre es nötig, eine zweite Apparatur zu entwickeln, die ebenfalls auf der "cut-off-Methode" basiert, aber das obere Stück des Drahtes als Sonde vorsieht.

(1) : Gegenelektrode
(2) : isolierte Kupferzuleitung zur Kontaktierung des Sondendrahtes
(3) : Elektrolyt
(4) : Isolationsflüssigkeit
(5) : Quecksilbertropfen, der die flexible aber leitende Verbindung zwischen Elektrode (2) und dem Sondendraht herstellt
(6) : Isolierend ummanteltes Drahtstück, das als Sonde genutzt werden soll

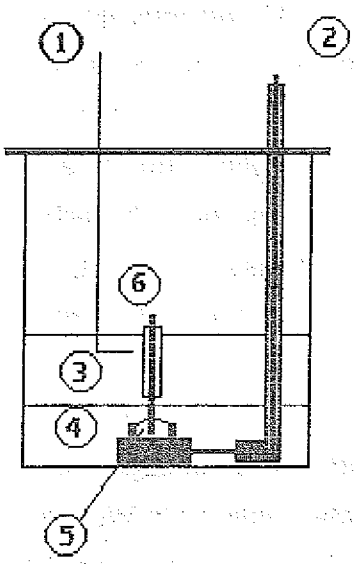
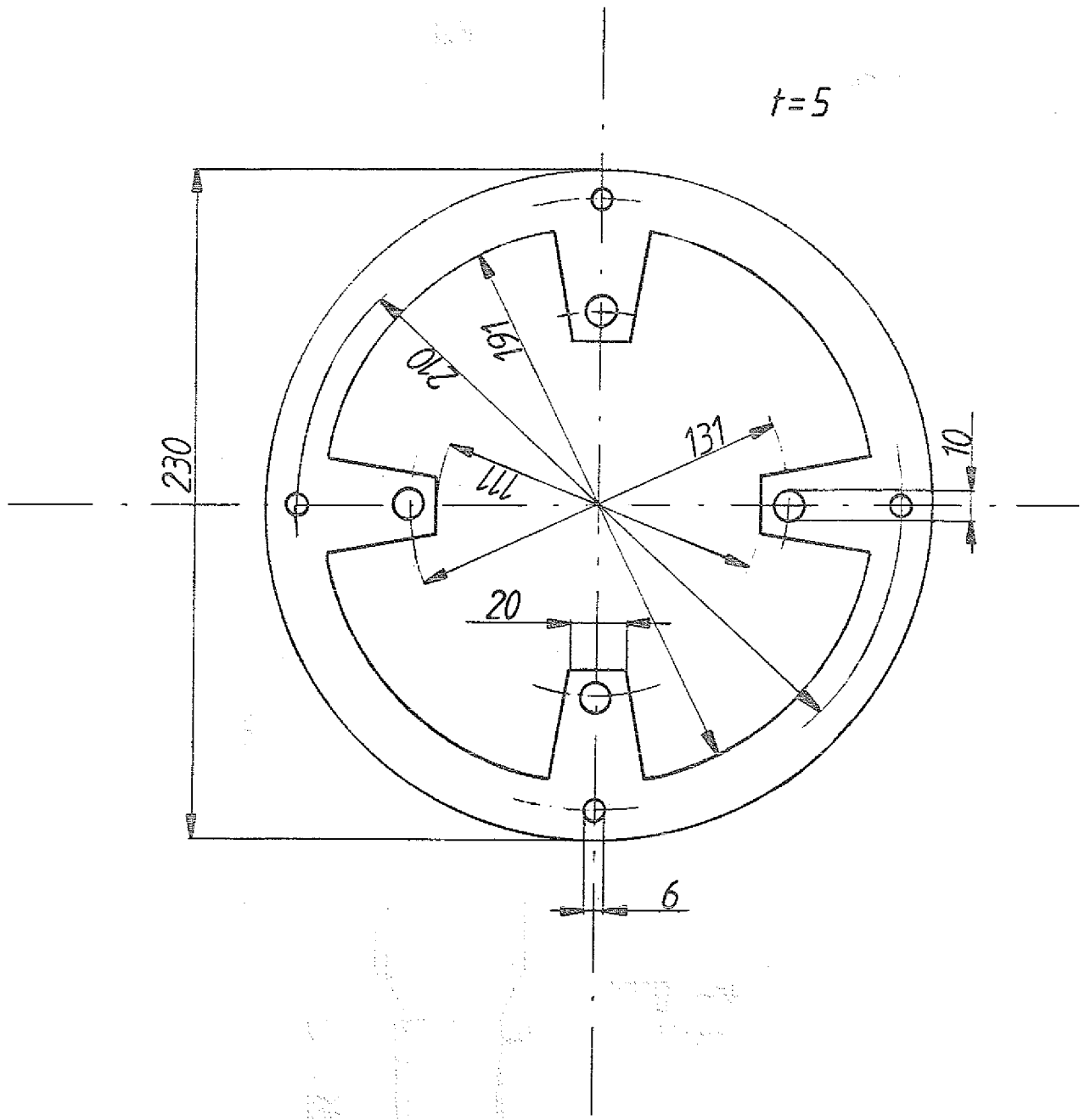
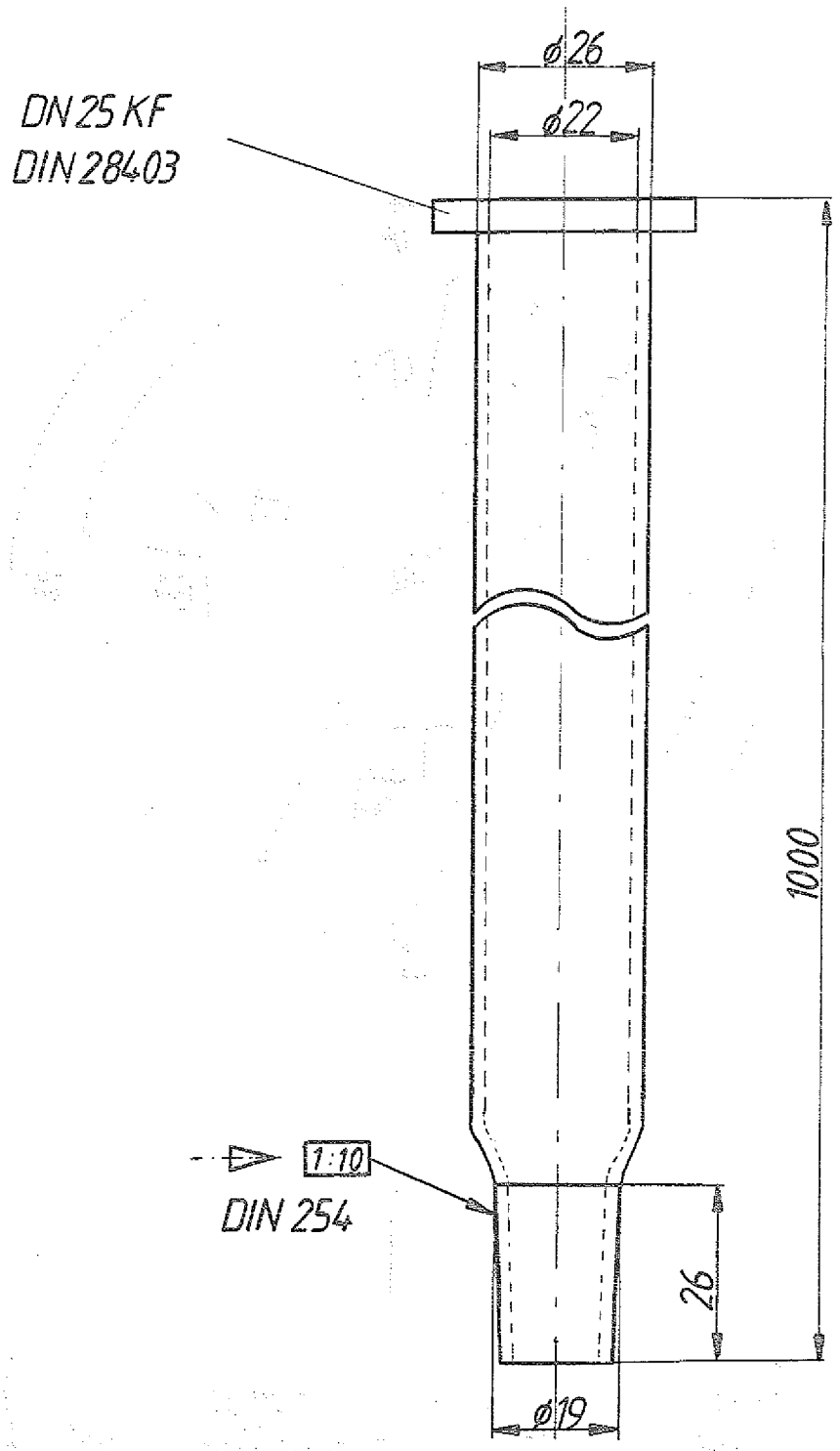


Abb.6.1:Alternativer Aufbau eines Elektrolysegefäßes

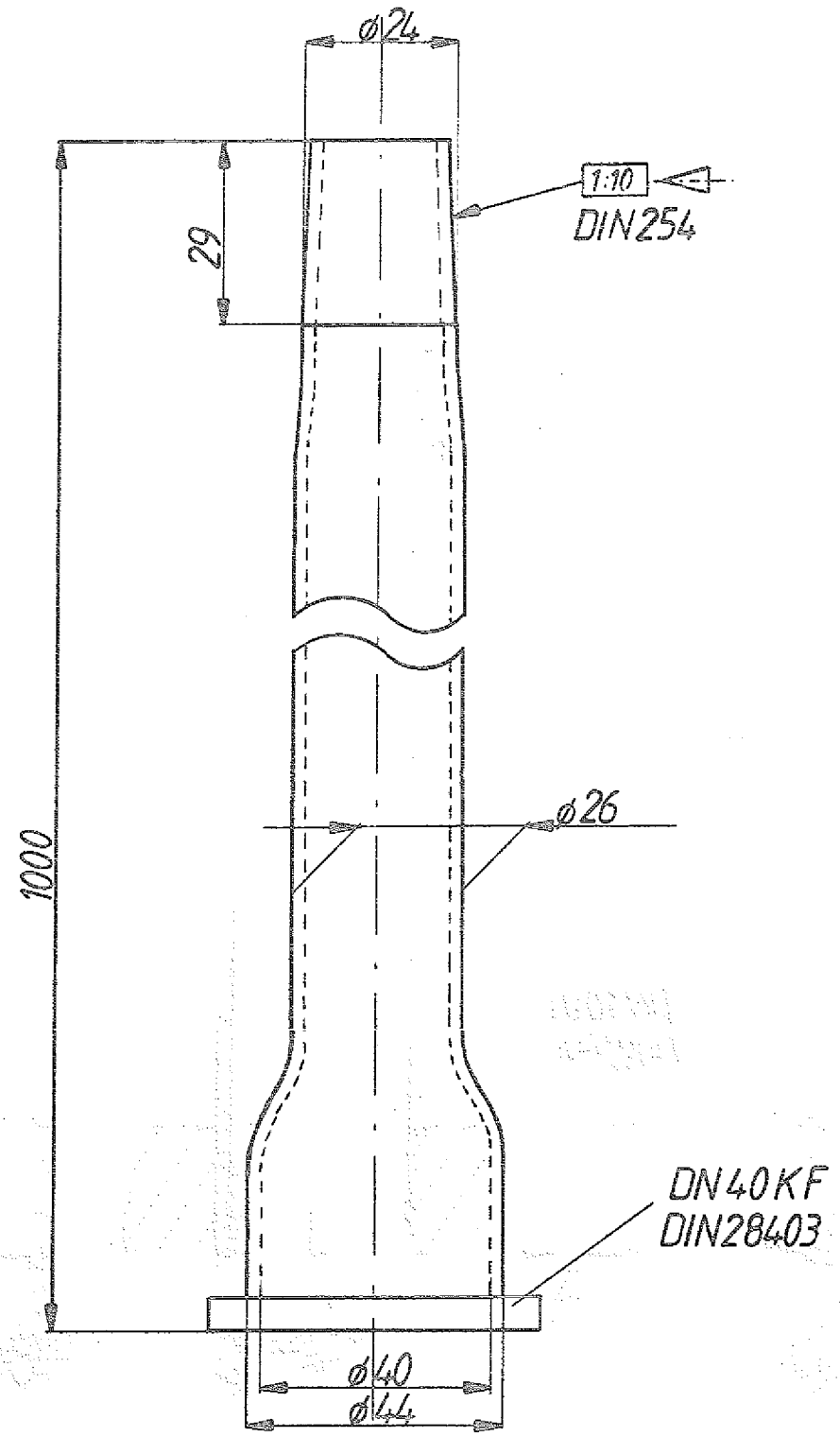
Sofort nach dem Abreißen des Drahtes an der ausgedünnten Stelle ist der Stromkreis unterbrochen. An der Sonde (6) findet kein Materialabtrag mehr statt, so daß die Spitze nicht stumpf wird. Im Gegensatz zur herkömmlichen Apparatur kann hier der obere Teil genutzt werden.
Als Verbesserung der Glühapparatur könnte eine vom Vakuumdruck abhängige Aufheizung vorgesehen werden. Der Temperaturanstieg wird, wie auch im Anhang 8 zu sehen ist, bisher weitgehend vom Betreiber der Anlage vorgegeben. Hierbei muß stets darauf geachtet werden, daß der Glühdruck nicht zu sehr ansteigt. Durch eine geeignete Verschaltung von Vakuummeßgerät und Ofenregelung müßte der Aufheizvorgang zu automatisieren sein. Dies würde nicht nur zur Entlastung des Betreibers beitragen, sondern auch einen definierten Aufheizvorgang gewährleisten.



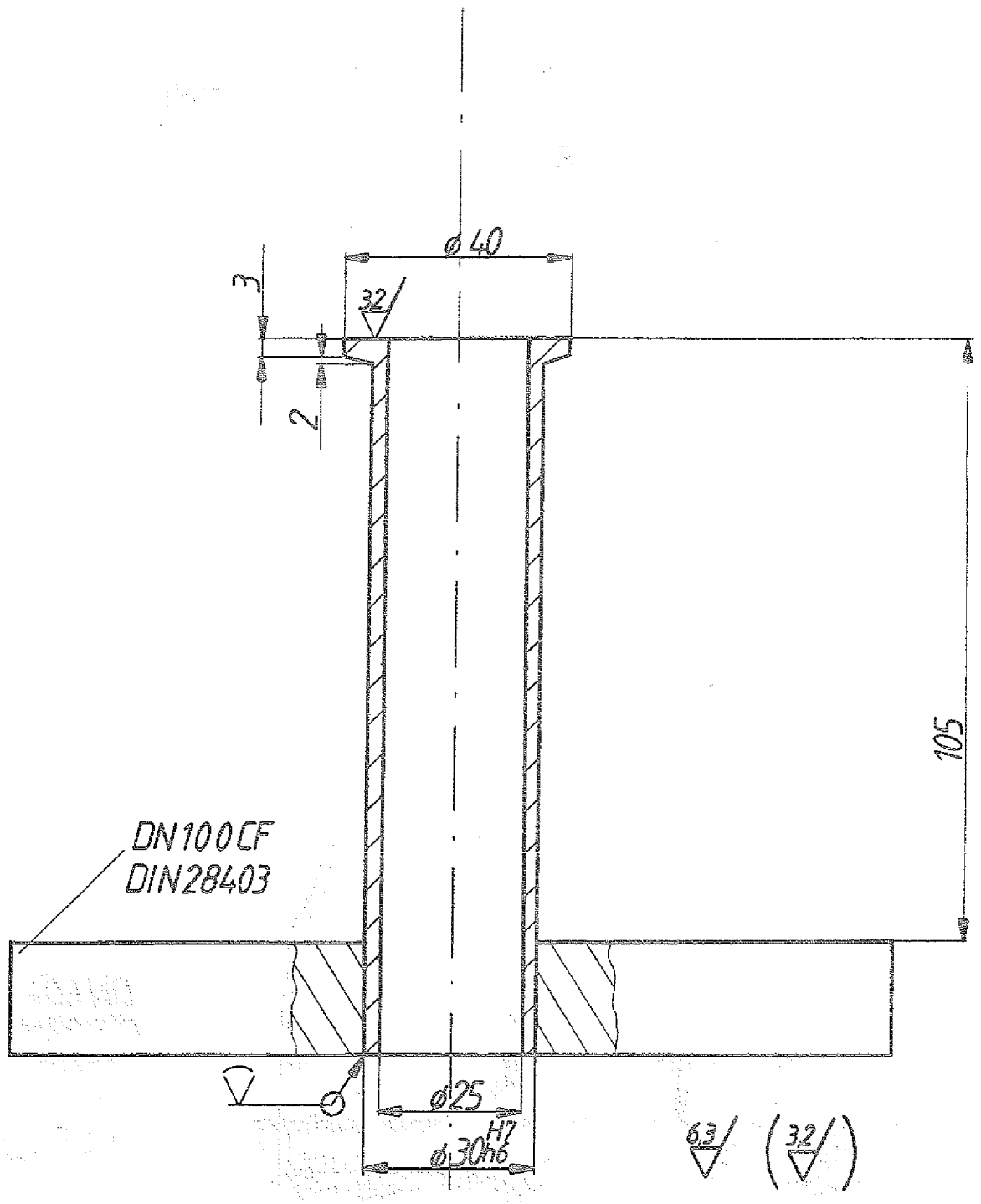
Anhang 1						Maßstab 1:2	
						Material: Aluminium	
				Datum	Name		
				Bearb. 23.03.92	Simon	Turbopumpenaufhängung	
				Gepr.			
				Norm			
						Allgemeintoleranz: DIN 7168-m	Blatt
Zust.	Änderung	Datum	Name				Bl.



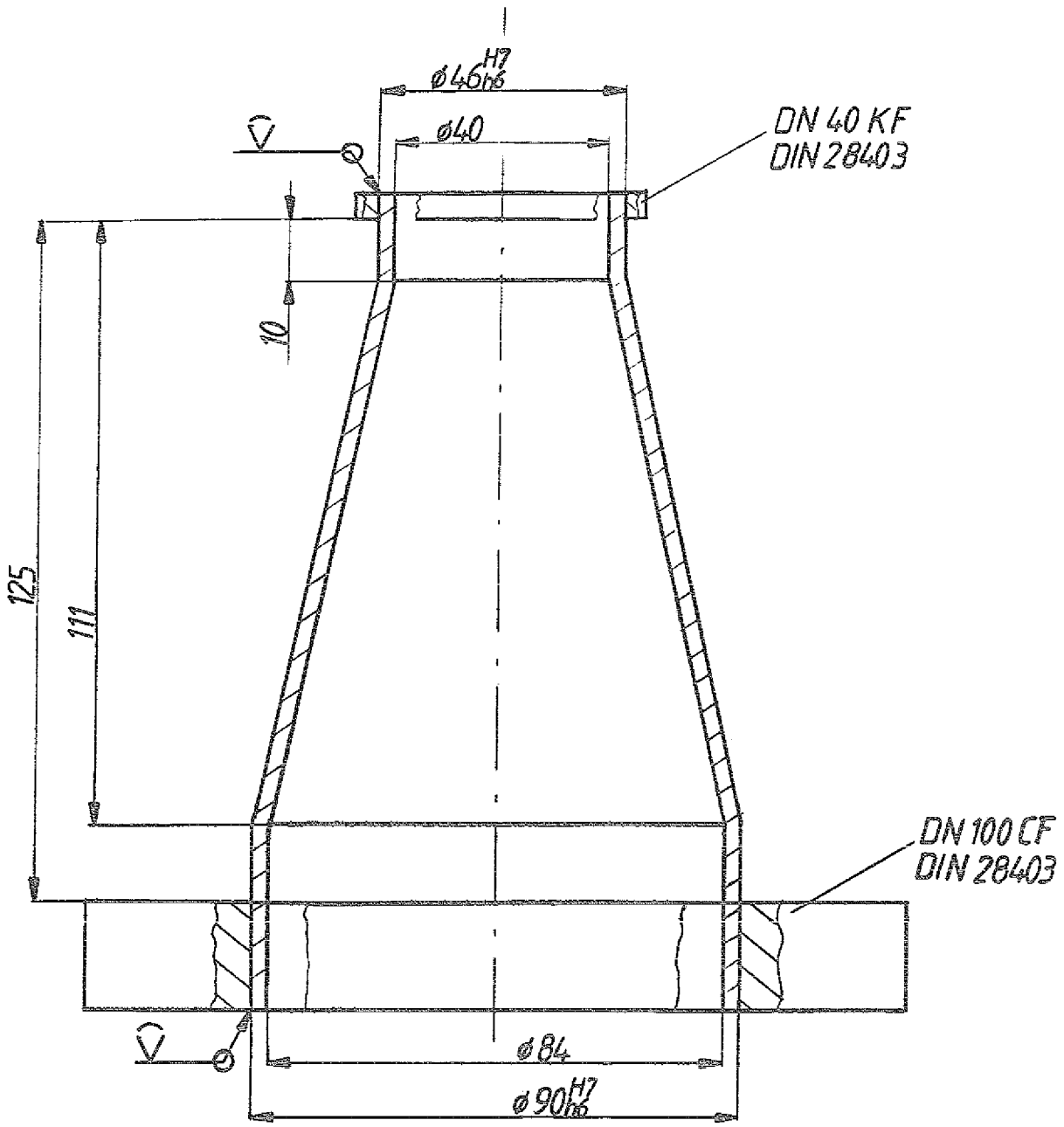
Anhang 2					Maßstab 1:1	
					Material: Quarzglas	
				Datum	Name	
				Bearb. 230392	Simon	Quarzglasrohr
				Gepr		
				Norm		
				Flansch nach DIN 28403	Allgemeintoleranz: DIN 7168-sg	Blatt Bl
Zust	Änderung	Datum	Name			



Anhang 2 optimiert			Maßstab 1:1
			Material: Quarzglas
	Datum	Name	
	Bearb. 230392	Simon	Quarzglasrohr
	Gepr.		
	Norm		
	Flansch nach DIN 28403		Allgemeintoleranz: DIN 7168-sg
Zust. Änderung Datum Name			Blatt Bl.



Anhang 3			Maßstab 1:1
			Material: Edelstahl
	Datum	Name	
	Bearb. 230392	Simon	Übergangsstück CF100/KF25
	Gepr.		
	Norm		
	verwendeter Norm - Flansch nach DIN 28403		Allgemeintoleranz: DIN 7168 - m
Zust. Änderung Datum Name			Blatt 01



Anhang 3 optimiert			Maßstab 1:1
			Material: Edelstahl
	Datum	Name	
	Bearb. 23.03.92	Simon	Übergangsstück CF 100/KF40
	Geprüft		
	Norm		
	verwendete Norm-flansche nach DIN 28403		Allgemeintoleranz: DIN 7168-m
Zust. Änderung Datum Name			Blatt Bl.

Anhang 4

Liste der verwendeten Geräte

Vakuumapparatur

Vakuummeßgeräte	Leybold Penningvac PM 411 S2 mit erweitertem Meßbereich: 10^{-9}- 10^{-3} mbar Leybold Combitron CM 330: 10^{-3}- 10^{3} mbar
Rohrofen	Heraeus Typ ROK 3/60
Vakuumpumpen	Turbomolekularpumpe Pfeiffer-Balzers Typ TPU 170 Drehschieberpumpe Hitachi 160 VP
Antriebselektronik der Turbomolekularpumpe	Pfeiffer TCP 300
Ventilsteuergerät	Pfeiffer TCV 102
Ofenregelung	Horst HT 30
Digitalthermometer	Greisinger GTH 1200

Polierapparatur

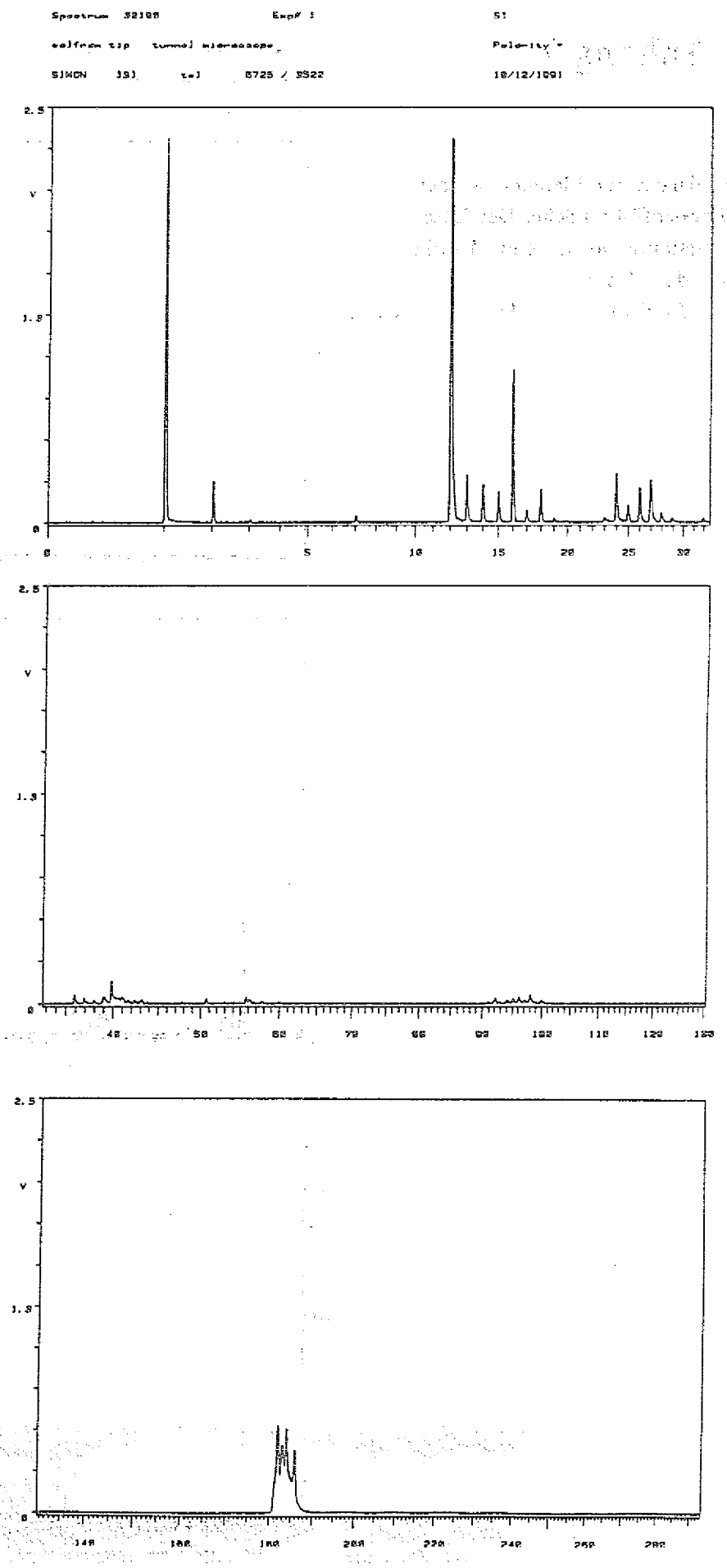
Personal Computer	IBM mit 40 MB- Festplatte und I/O- Karte
Poliergefäß	konstruiert von H. Lemke, ISI, KFA Jülich
Endverstärker	konstruiert von K. Fischer, ISI, KFA Jülich
Digitalmultimeter	Keithley DMM 199

Weitere Geräte und Anlagen

Raster-Tunnel-Mikroskop	konstruiert von A. Birkner, ISI, KFA Jülich
Oszilloskop	Hameg HM 203-6, 20 MHz
Lichtmikroskop	Questar QM 100
Kaltlichtquelle	Schott KL 1500
Personal Computer	IBM-kompatibler AT, 12 MHz Taktfrequenz 40 MB- Festplatte und E-VGA-Karte
Videoprinter	Mitsubishi P 75 E
Laserdrucker	Kyocera F-1010

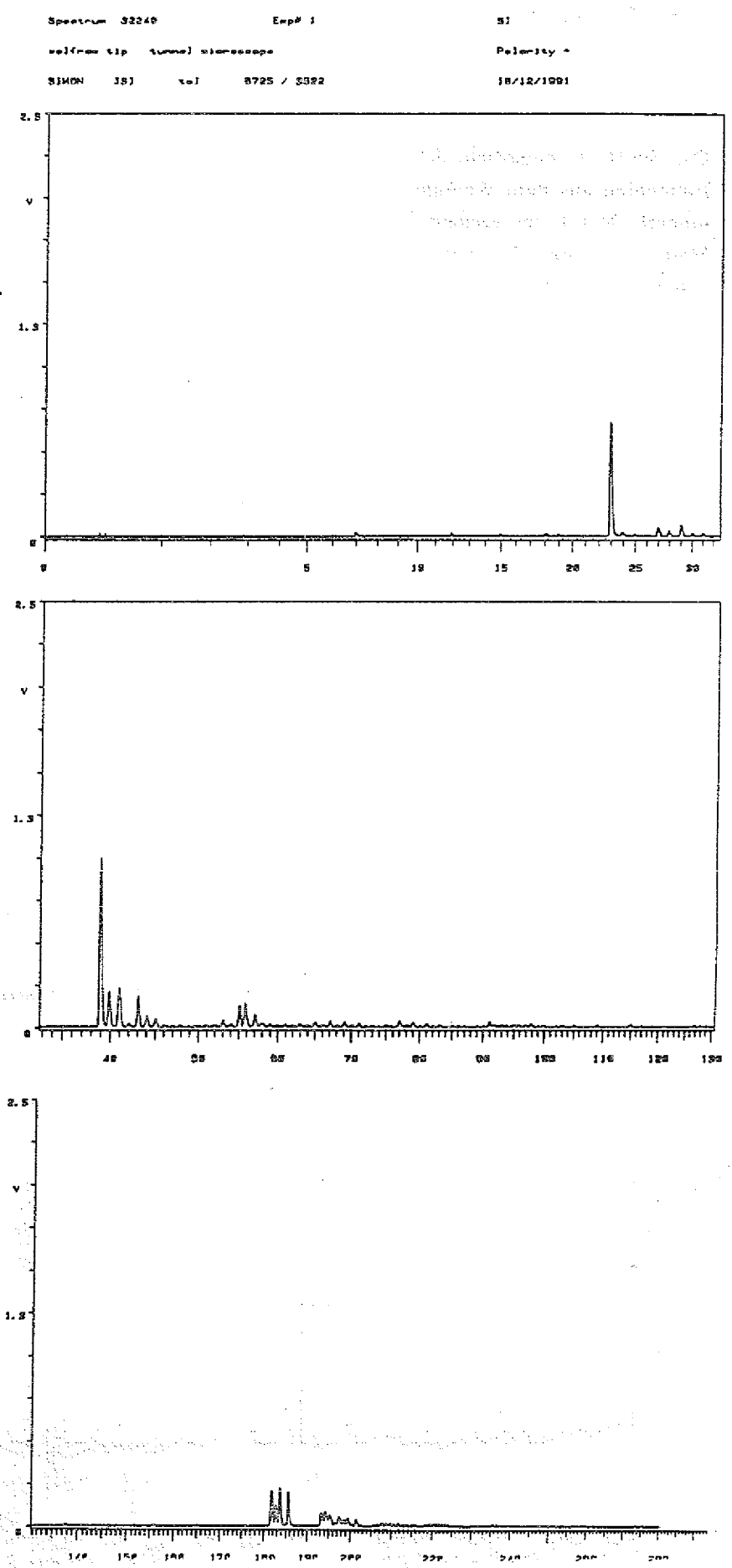
Anhang 5

Das Spektrum entspricht den Elementen aus dem Werkstoffinneren. Der Laser verdampfte Material aus dem Korn und den Korngrenzen. Die Eindringtiefe ist kleiner als 1μm.
Die Elemente Na und K fehlen.



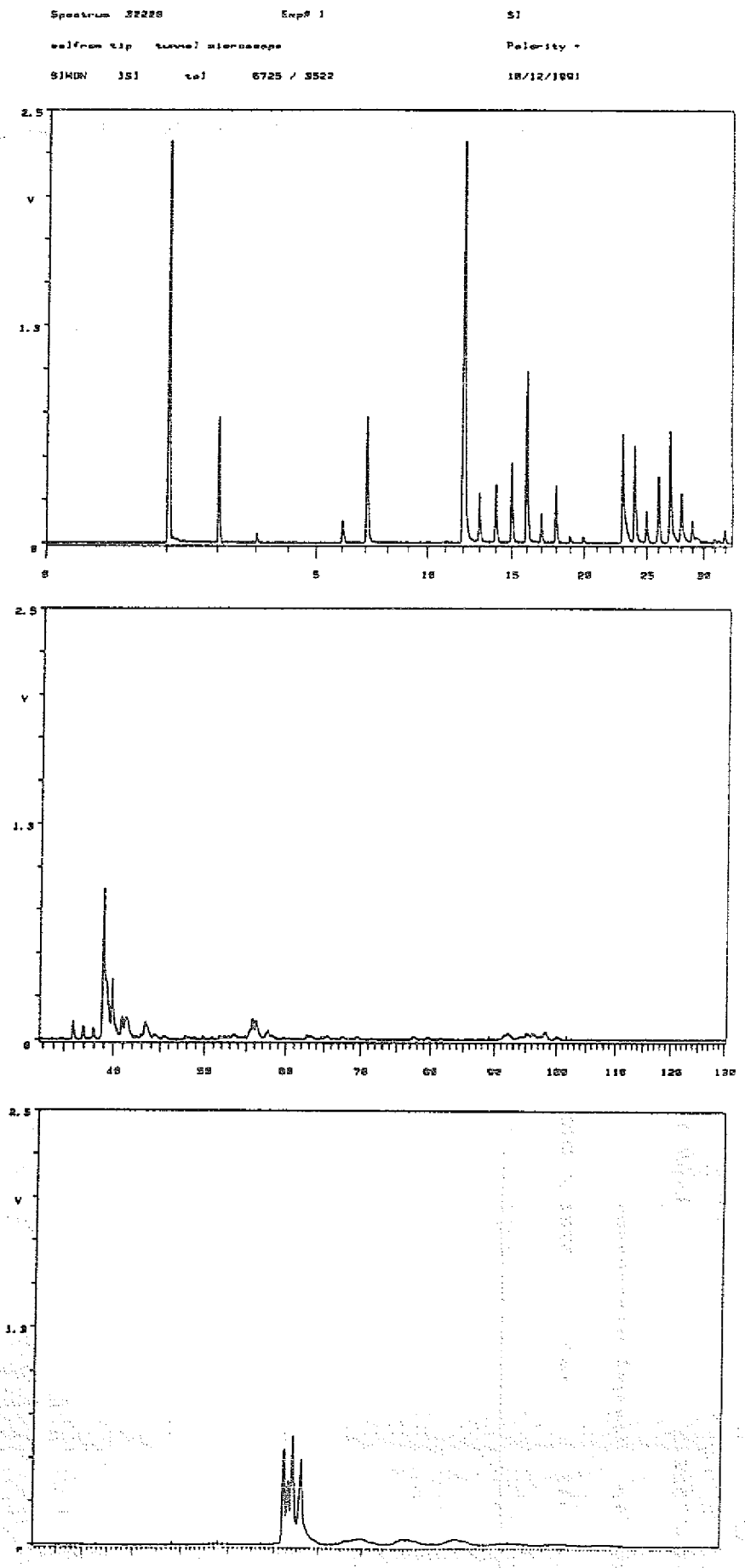
Anhang 5

Spektrum der Elemente an der Werkstoffoberfläche. Der Laser verdampfte vorwiegend Material aus dem Korn.
Die Eindringtiefe ist kleiner als 1μm.



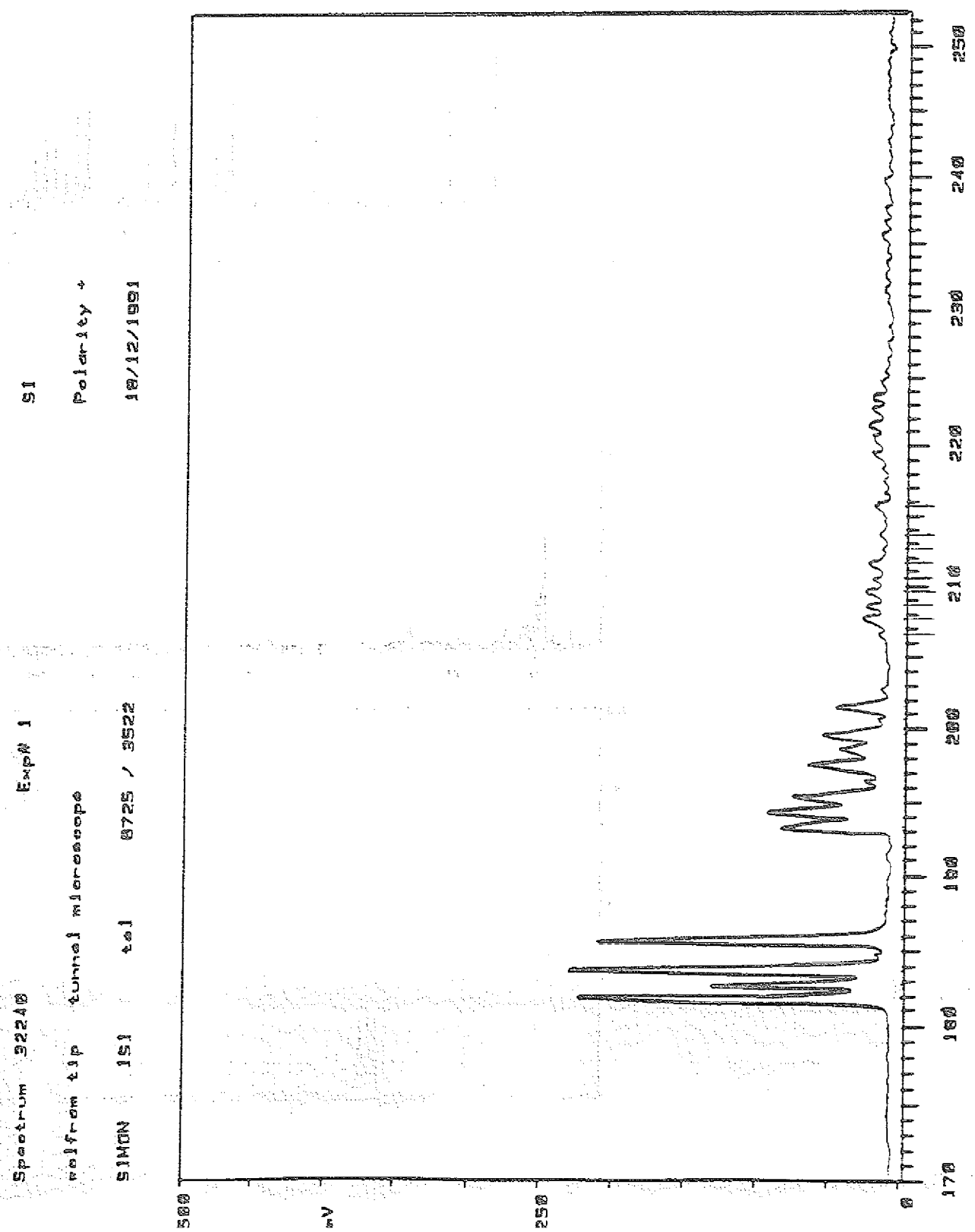
Anhang 5

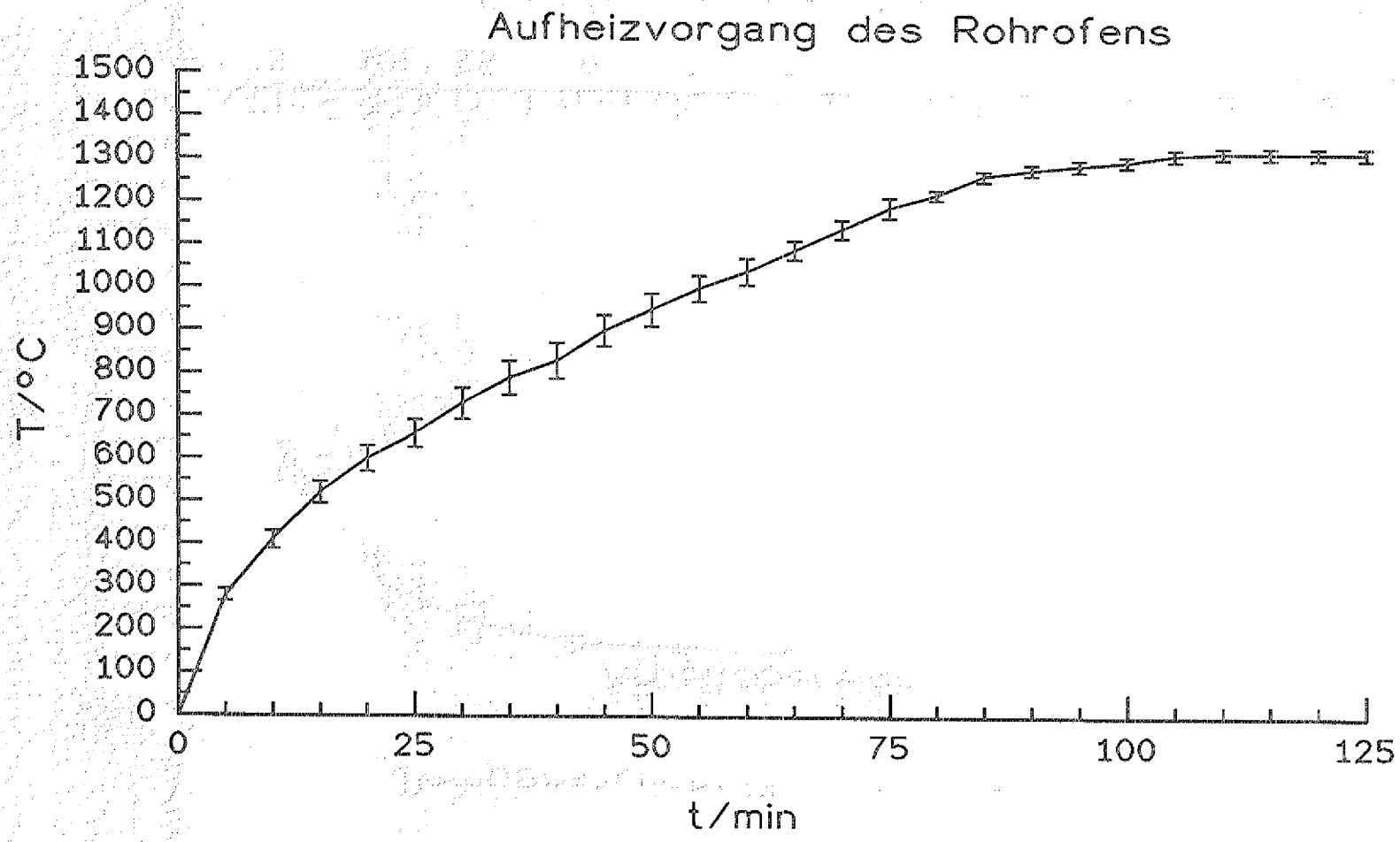
Dieses Spektrum entspricht den Elementen an der Werkstoffoberfläche. Der Laser verdampfte Material aus dem Korn und den Korngrenzen. Die Eindringtiefe ist kleiner als 1μm.

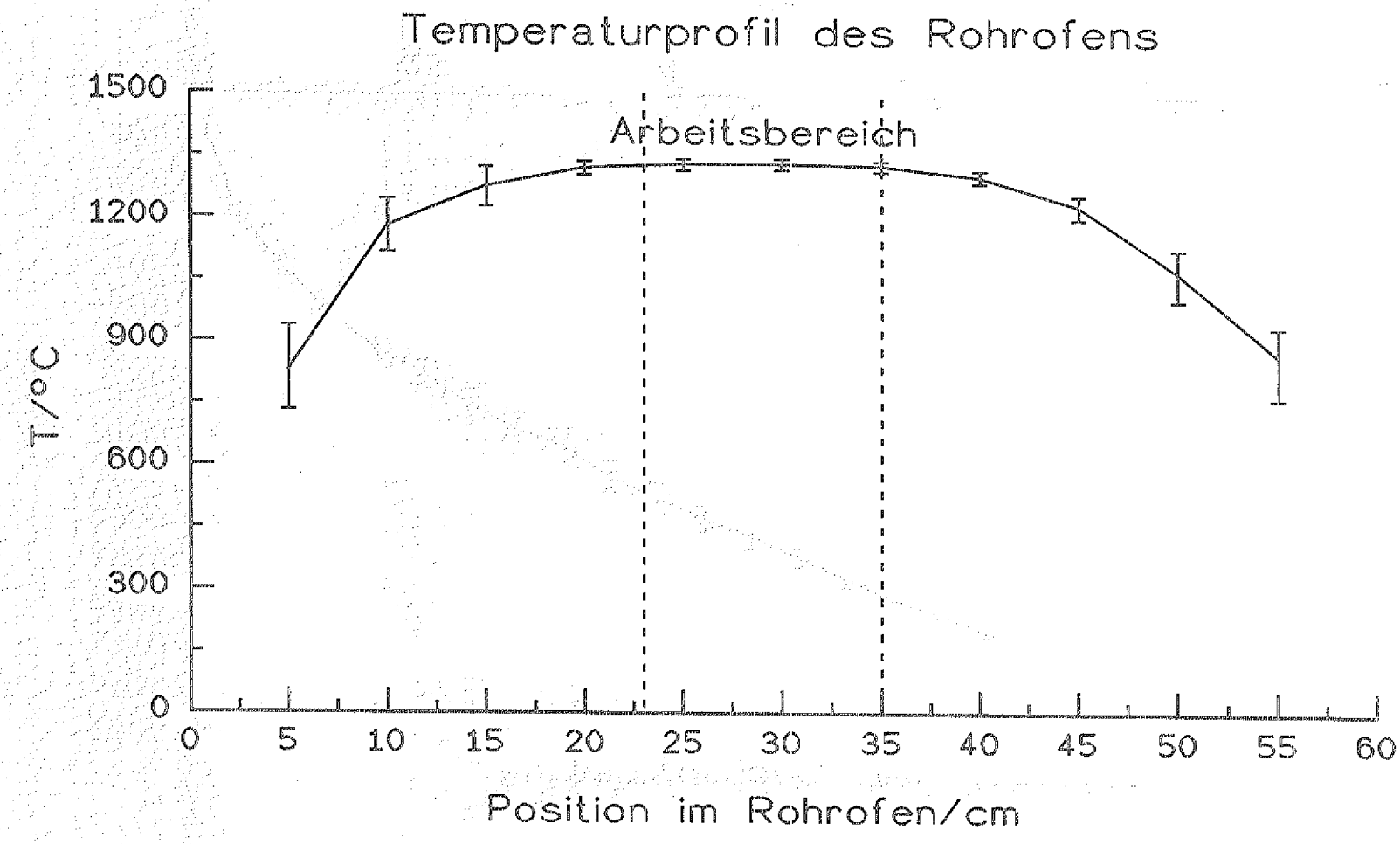


Anhang 5

Spektrum der Wolframisotope und der Massen die darüber liegen. Das äquidistante Auftreten der Peaks oberhalb der Massen von Wolfram läßt auf WO_x und WC_x schließen.




Aufheizvorgang des Rohrofens
T/°C
1500
1400
1300
1200
1100
1000
900
800
700
600
500
400
300
200
100
0
0
25
50
75
100
125
t/min


Temperaturprofil des Rohrofens
Arbeitsbereich
T/°C
1500
1200
900
600
300
0
0
5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55
60
Position im Rohrofen/cm

Anhang 7

Bedienungsanleitung der Glühapparatur

Optimale Glühergebnisse werden nur bei unbedingter Reinhaltung des Vakuumsystems einschließlich des Quarzglasrohres erreicht und bei Instandhaltung aller dichtenden Verbindungen.
Um eine ordnungsgemäße Temperaturanzeige und Regelung zu gewährleisten, sollten sich beide Thermoelemente in der Mitte des Ofens treffen.

Beladen der Apparatur:

Das gut gereinigte Quarzglasschiffchen wird mit dem Sondenhalter incl. Sonden beladen und mit einem Draht an die richtige Stelle im Quarzglasrohr geschoben (siehe auch Temperaturprofil in Anhang 6). Anschließend wird das Rohr wieder verschlossen.

Anfahren der Anlage:

Bevor die Hauptstromversorgung der Apparatur eingeschaltet wird, muß die Wasserkühlung der Turbomolekularpumpe in Gang gesetzt werden. Dazu ist das Magnetventil am Feuchtigkeitsrelais zu öffnen. Nach Einschalten des Feuchtigkeitsrelais ertönt ein Signalton, der mit der weißen Taste gelöscht wird.
Die Einstellung der Absperrhähne ist so vorzunehmen, daß etwa 15l/h durch die Pumpe fließen. Nachdem die Haupstromversorgung an der Schukosteckerleiste eingeschaltet wurde, leuchtet am Ventilsteuergerät die untere, linke Anzeige eine Minute lang rot, anschließend eine Minute lang grün und dann wieder rot.
Die unterste, rechte Anzeige leuchtet ständig grün, falls nicht, so ist die Taste unten rechts einmal zu betätigen. Als nächstes wird das Combitron eingeschaltet und die Taste "Pumping Unit" am Pumpsteuergerät TCP 300 betätigt, womit der Pumpvorgang begonnen wird. Sobald die Turbomolekularpumpe ihre Nenndrehzahl erreicht hat, wird das Penningvac eingeschaltet. Der Anlaufvorgang kann an der Anzeige "Rotation" am Pumpsteuergerät TCP 300 beobachtet werden. Sobald die Anzeige II des Penningvac grünes Licht anzeigt, was einem Druck von 2×10^{-6} mbar entspricht , kann mit dem Aufheizvorgang begonnen werden. Zum Glühen von Wolframsonden ist dazu eine Solltemperatur von 999°C und eine Heizleistung von 80% bis 100% an der Ofenregelung einzustellen. Während des Aufheizvorgangs werden Druck und Temperatur stets beobachtet. Steigt der Druck zu stark an, ist die Heizleistung zu reduzieren. Es ist unbedingt darauf zu achten, daß der Druck unter 2×10^{-6} mbar bleibt (grüne Anzeige II). Bei Temperaturen von 200°C bis 400°C kommt es oft zu starkem Druckanstieg. 30% der Heizleistung reichen schon aus, um diesen Temperaturbereich zu durchfahren. Sobald die Anzeige x an der Ofenregelung grün leuchtet, ist die Endtemperatur von 1030°C ± 20°C erreicht. Zur Erhaltung dieser Temperatur sind 75% der Heizleistung ausreichend.

Ausschalten der Anlage:

Nach Ablauf der gewünschten Glühzeit wird die Ofenregelung abgeschaltet. Die Anlage benötigt nun etwa 20 Stunden, bis die Temperatur auf 35°C abgesunken ist. Der Druck sollte dann bei $3x10^{-9}$ mbar ± 100% liegen. Als nächstes wird das Penningvac und anschließend das Pumpsystem durch Betätigen des Schalters "Pumping Unit" ausgeschaltet. Nach einer Minute wird das Pumpsystem für eine Minute vollautomatisch belüftet. Das Combitron zeigt nun Vollausschlag an und kann abgeschaltet werden. Das Quarzglasrohr kann jetzt geöffnet und das Schiffchen entnommen werden. Zuletzt sind die Hauptstromversorgung und das Feuchtigkeitsrelais abzuschalten.

Anhang 8

Meßprotokoll 1

Pumpzeit / Std.: Min.	Rezipientendruck / mbar	Temperatur / °C	Heizleistung / %
0:01	2×10^{-4}	19	0
0:02	1×10^{-4}	17	0
0:03	1×10^{-4}	17	0
0:04	8×10^{-5}	17	0
0:05	7×10^{-5}	17	0
0:10	4×10^{-5}	17	0
0:20	2.5×10^{-5}	17	0
0:30	2×10^{-5}	17	0
0:40	1.5×10^{-5}	17	0
0:50	1.5×10^{-5}	17	0
1.00	1×10^{-5}	17	0
1:20	1×10^{-5}	17	0
1:40	8×10^{-5}	17	100
2:00	4×10^{-5}	250	100
2:20	5×10^{-5}	350	100
2:40	6×10^{-5}	400	40
3:00	8×10^{-5}	550	30
4:00	2×10^{-5}	650	40
5:00	4×10^{-5}	850	45
5:30	2×10^{-5}	850	45
6:00	1.5×10^{-5}	850	45
6:30	1×10^{-5}	850	45
7:00	9×10^{-6}	850	0
23:30	2×10^{-6}	41	0

Anhang 8

Meßprotokoll 2

Pumpzeit / Std.: Min.	Rezipientendruck / mbar	Temperatur / °C	Heizleistung / %
0:15	4×10^{-4}	22	0
0:35	2×10^{-5}	22	100
0:50	2×10^{-5}	265	50
1:10	6×10^{-5}	385	50
1:50	5×10^{-5}	490	40
2:45	3×10^{-5}	665	45
3:35	5×10^{-5}	850	45
4:30	2×10^{-5}	850	45
5:30	1.5×10^{-5}	850	45
6:45	1×10^{-5}	850	45
8:35	8×10^{-6}	850	0
22:45	2×10^{-6}	43	0

Meßprotokoll 3

Pumpzeit / Std.: Min.	Rezipientendruck / mbar	Temperatur / °C	Heizleistung / %
0:30	1×10^{-5}	20	30
0:35	1×10^{-5}	70	40
0:40	1×10^{-5}	155	40
0:45	2×10^{-5}	210	50
0:50	1.5×10^{-5}	285	70
1:10	1×10^{-5}	500	60
1:30	1×10^{-5}	800	70
2:15	6×10^{-6}	800	70
4:15	4×10^{-6}	850	70
4:30	4×10^{-6}	850	80
5:00	4×10^{-6}	900	80
7:30	4×10^{-6}	900	0
23:45	3×10^{-6}	35	0

Anhang 8

Meßprotokoll 4

Pumpzeit / Std.: Min.	Rezipientendruck / mbar	Temperatur / °C	Heizleistung / %
0:45	5 x10 $^{-5}$	20	0
1:20	1 x10 $^{-5}$	20	70
1:30	2 x10 $^{-5}$	240	50
1:40	2 x10 $^{-5}$	350	50
1:50	1.5 x10 $^{-5}$	450	60
2:00	1 x10 $^{-5}$	600	70
2:30	1.5 x10 $^{-5}$	700	90
2:40	1.5 x10 $^{-5}$	900	100
2:50	3 x10 $^{-5}$	960	80
3:00	4 x10 $^{-5}$	960	80
4:15	1 x10 $^{-5}$	960	70
8:00	6 x10 $^{-6}$	960	0
26:30	3 x10 $^{-6}$	35	0

Meßprotokoll 5

Pumpzeit / Std.: Min.	Rezipientendruck / mbar	Temperatur / °C	Heizleistung / %
0:20	3 x10 $^{-5}$	21	0
0:30	2 x10 $^{-5}$	21	60
0:40	2 x10 $^{-5}$	280	60
0:50	2 x10 $^{-5}$	410	70
1:00	1 x10 $^{-5}$	520	100
1:10	1 x10 $^{-5}$	670	100
1:20	1 x10 $^{-5}$	790	100
1:30	1.5 x10 $^{-5}$	900	100
1:40	2 x10 $^{-5}$	985	85
1:45	2 x10 $^{-5}$	1000	85
2:05	1 x10 $^{-5}$	1000	85
7:00	4 x10 $^{-6}$	1000	0
27:30	3 x10 $^{-6}$	30	0

Anhang 8

Meßprotokoll 6

Pumpzeit / Std.: Min.	Rezipientendruck / mbar	Temperatur / °C	Heizleistung / %
0:00	3×10^{-6}	22	80
0:05	1×10^{-5}	145	80
0:10	1.5×10^{-5}	255	80
0:15	2×10^{-5}	360	80
2:35	6×10^{-6}	950	90
3:15	6×10^{-6}	1030	80
8:30	5×10^{-6}	1030	0
24:15	2×10^{-6}	46	0

Meßprotokoll 7

Pumpzeit / Std.: Min.	Rezipientendruck / mbar	Temperatur / °C	Heizleistung / %
0:45	4×10^{-6}	21	80
0:50	2×10^{-6}	205	80
0:56	6×10^{-6}	350	80
1:00	9×10^{-6}	400	60
1:05	4×10^{-6}	445	70
1:23	1×10^{-6}	645	80
1:30	1×10^{-6}	715	80
2:15	2×10^{-6}	1030	80
3:05	2×10^{-6}	1030	80
7:00	1×10^{-6}	1030	0
22:50	1×10^{-8}	50	0
24:00	1×10^{-8}	39	0

Anhang 8

Meßprotokoll 8

Pumpzeit / Std.: Min.	Rezipientendruck / mbar	Temperatur / °C	Heizleistung / %
0:10	2×10^{-6}	24	100
0:15	6×10^{-7}	190	70
0:40	1×10^{-6}	500	70
1:00	6×10^{-7}	700	80
1:15	1×10^{-6}	870	100
1:30	2×10^{-6}	990	100
1:35	2×10^{-6}	1020	80
1:40	2×10^{-6}	1030	80
2:30	1×10^{-6}	1030	80
6:45	1×10^{-6}	1030	80

Literaturverzeichnis

1.1 G. Binnig, C.F. Quate, C. Gerber, Phys. Rev. Lett. 56, 930 (1986)
1.2 J. Tersoff und D. R. Hamann, Phys. Rev. Lett. 50 (1983) 1998
J. Tersoff und D. R. Hamann, Phys. Rev. B31 (1985) 805
1.3 K. Fischer."Entwicklung einer rechnergesteuerten Apparatur zur Sondenherstellung für die RKM", Diplomarbeit im Fach Informationselektronik, TH Mittweida, (1991)
1.4 H. Lemke,"Entwicklung von Sonden für spez. Verfahren der RTM und RKM" Diplomarbeit im Fach Physik, Uni Gießen (1990) 21
1.5 P. K. Hansma, J. Tersoff, J. Appl. Phys. 61/2, R1 (1987)
1.6 A. Birkner, Dissertation in Vorbereitung
2.1 T. Göddenhenrich, Nano Scan, Messdatenerfassung und Bildverarbeitung 1.1(1990)
2.2 N. Kraus, "Kalibrierung von Piezostellgliedern für die RSM", Diplomarbeit im Fach Physikalische Technik, FH Aachen Abt. Jülich (1991)
2.3 M. Anders, "Kombination eines RTM's und RKM's mit einem REM zur Untersuchung kleiner Dünnfilmstrukturen", Dissertation im Fach Physik, Uni Gießen (1990) 6
2.4 I.H. Musselman, P.E. Russell, J. Vac. Sci. Technol. A8(4) (1990) 3558
2.5 N. Kraus, "Kalibrierung von Piezostellgliedern für die RSM", Diplomarbeit im Fach Physikalische Technik, FH Aachen Abt. Jülich (1991)
3.1 R. J. Colton, S. Baker, J.D. Baldescheieler, Appl. Phys. Lett. 51 (1987) 305
3.2 M. Yata, M. Ozaki, S. Sakata, T. Yamada, A. Kohono, M. Aono, Jap. J. Appl. Phys. 28, L885 (1989)
3.3 P.J. Bryant, H.S. Kim, Y.C. Zheng, R. Yang, Rev. Sci. Instrum. 58(6) (1987)
3.4 D.K. Biegelsen, F.A. Panke, J.C. Tramontana, Appl. Phys. Lett. 50/11 (1987) 696
3.5 O. Nishikawa, M. Tomitri, F. Katsuki, J. Microsc. 152 (1988) 637
3.6 H.W. Fink, IBM J. Res.+Develop. 30/5 (1986) 460
3.7 T. Göddenhenrich,"Abbildung und Charakterisierung mikromagnetischer Oberflächenstreufelder", Dissertation im Fach Physik, Uni Gießen (1991)
3.8 Dr. Schorsch, Chemiker, mündliche Mitteilung, Rommerskirchen (1992)
4.1 V.T. Binh, R. Uzan, Surface Science, 179 (1987) 540
4.2 A.P. Jansen, J.P. Jones, J. Phys. D:Appl. Phys. 4 (1971) 118
6.1 V.T. Binh, J. Microsc., 152 (1988) 355

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 Prof. Dr. Meißen von der Fachhochschule danke ich für die Vermittlung der Diplomarbeit.

Herrn Dipl.-Phys. A. Birkner danke ich für sein besonderes Interesse, für seine Anregungen zu neuen Ideen und für die Betreuung dieser Diplomarbeit, für die ich mich auch bei Herrn Prof. Dr. H. Buck von der Fachhochschule bedanke.

Bei Herrn Dr. H. Kirchner bedanke ich mich für sein Interesse und für seine Hilfsbereitschaft.

Ich bedanke mich bei allen Mitgliedern der Arbeitsgruppe für die gute Zusammenarbeit, für die ausgesprochene Hilfsbereitschaft und für das gute Arbeitsklima. Für die vielen informativen Gespräche danke ich Herrn Dr. T. Göddenhenrich und Herrn T. Drechsler. Für die gute Zusammenarbeit danke ich auch Herrn J. Döpper und Herrn D. Schade.

Ich bedanke mich ebenfalls bei Frau E. Brauweiler für die Herstellung des Bildmaterials und bei Herrn Dipl.-Ing. H.P. Bochem für die Erstellung der Raster-Elektronen-Mikroskop-Aufnahmen.

Für die Herstellung der Konstruktionsteile bedanke ich mich bei den Angestellten der Feinmechanikwerkstatt, der Glasbläserei, der Malerwerkstatt und der Beizerei.

FORSCHUNGSZENTRUM JÜLICH GmbH

KFA

Jül-2629
Mai 1992
ISSN 0366-0885