



FORSCHUNGSZENTRUM JÜLICH GmbH

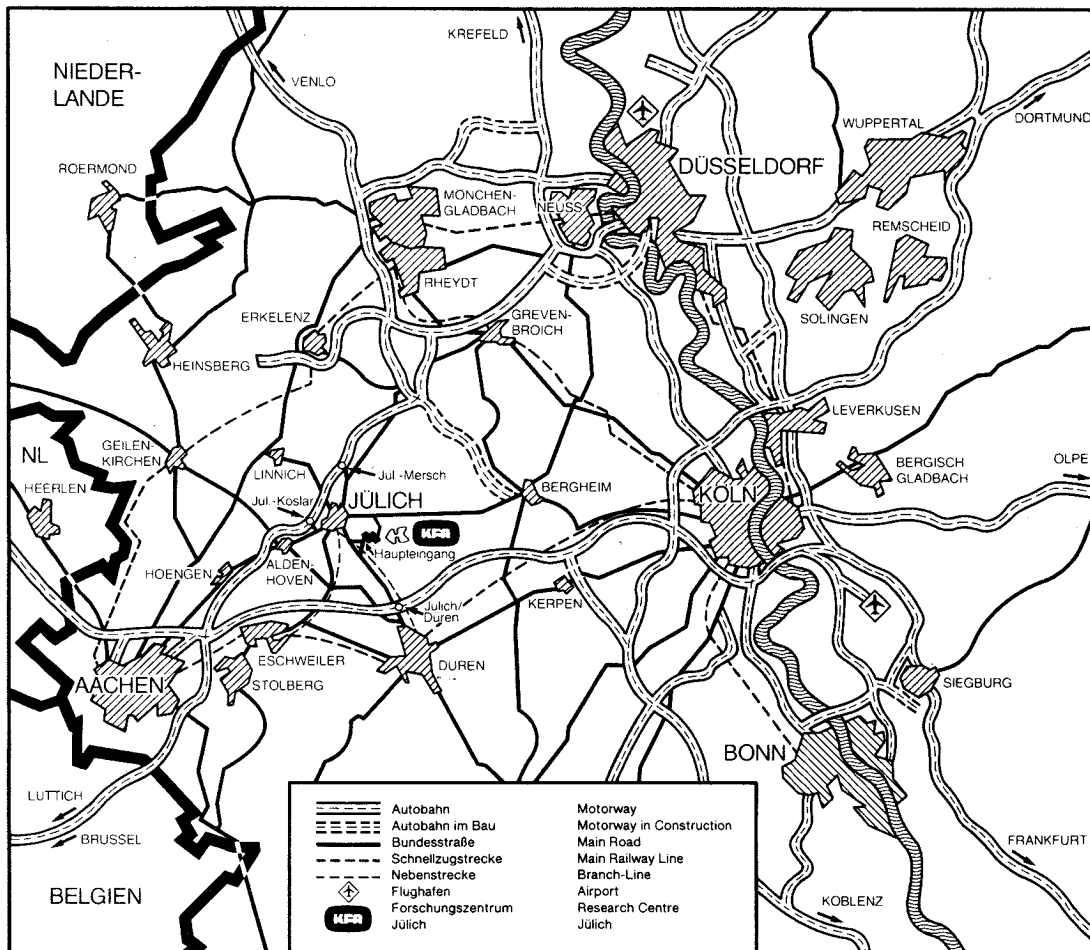
Institut für Schicht- und Ionentechnik

**Entwicklung von Sonden
für spezielle Verfahren
der Rastertunnel- und
Rasterkraftmikroskopie**

von

Heiko Lemke

**Jül - 2408
November 1990
ISSN 0366-0885**



Als Manuskript gedruckt

Forschungszentrum Jülich: Berichte Nr. 2408
 Institut für Schicht- und Ionentechnik Jül-2408

Zu beziehen durch: ZENTRALBIBLIOTHEK · Forschungszentrum Jülich GmbH
 Postfach 1913 · D-5170 Jülich (Bundesrepublik Deutschland)
 Telefon: 0 24 61/61-0 · Telefax: 0 24 61/61-61 03 · Telex: 833 556-70 kfa d

**Entwicklung von Sonden
für spezielle Verfahren
der Rastertunnel- und
Rasterkraftmikroskopie**

von

Heiko Lemke

Inhaltsverzeichnis

	Seite
1. Einleitung.....	3
2. Grundlagen der Raster-Sonden-Mikroskopie.....	5
2.1 Magnetische Rasterkraftmikroskopie.....	5
2.2 Kraft-Wechselwirkungen von Sonde und Probe im Raster- kraftmikroskop.....	7
2.2.1 Elektrostatische Wechselwirkungen.....	7
2.2.2 Van der Waals-Wechselwirkungen und Casimir-Effekt.....	14
2.3 Tunnelmikroskopie.....	21
2.4 Die effektive Länge einer Sonde in der Raster-Sonden Mikroskopie.....	21
3. Herstellung und Präparation von Sonden für die Raster- Sonden-Mikroskopie.....	22
3.1 Spitze Sonden.....	23
3.1.1 Tunnelspitzen.....	24
3.1.2 Biegeelemente (Cantilever) für die Kraftmikroskopie.....	27
3.1.3 Grundlagen zur Herstellung von Spitzen.....	29
3.2 Sonden mit gezielt beeinflusstem Scheitelpbereich für die Magnetfeldmikroskopie.....	36
3.2.1 Gegenüberstellung verschiedener Verfahren.....	37
3.2.2 Experimenteller Aufbau des Schmelzverfahrens.....	40
3.2.3 Durchführung des Schmelzexperiments.....	43
3.2.4 Ergebnisse der Schmelzexperimente.....	49
4. Experimentelle Verifikation der Sondereigenschaften.....	54
4.1 Tunnelmikroskopie an Teststrukturen.....	55
4.2 Wechselwirkung von Sonde und Probe im RKM.....	58
4.2.1 Messung der Abstandsabhängigkeit der Kraft an Graphit.....	59
4.2.2 Vergleich von Messung und Theorie.....	61
4.2.3 Elektrostatische Wechselwirkungen im RKM.....	62
4.3 Untersuchung von Sonden mit magnetischen Eigenschaften.....	64
4.3.1 Konstant-Kraft-Kurven über Domänenwänden unter Verwendung unterschiedlicher Sonden.....	64
4.3.2 Messung der Suszeptibilität an polykristallinen Nickeldrähten.....	66
5. Zusammenfassung.....	72
Literaturverzeichnis.....	74
Anhänge	

1. Einleitung

Am Anfang der rasanten Entwicklung der neuen Raster-Sonden-Verfahren stand das 1982 von Binnig und Rohrer vom IBM-Forschungslabor Zürich entwickelte Rastertunnelmikroskop (RTM) /1-3/. 1986 wurde Binnig und Rohrer für die Entwicklung dieses neuen Mikroskopieverfahrens, das seine Leistungsfähigkeit mit dem Erreichen atomarer Auflösung auf elektrisch leitenden Materialien eindrucksvoll demonstrierte, der Physik-Nobelpreis verliehen.

In Folge entstand eine Reihe weiterer rastersondenmikroskopischer Verfahren. Die Rasterkraftmikroskopie (RKM) /4-7/, die Rasterwärmemikroskopie /8/, die optische Rasternahfeldmikroskopie /9/, die Rasterkapazitätsmikroskopie /10/ und die Rasterionenleitfähigkeitsmikroskopie /11/ seien als Beispiele genannt. Allen rastersondenmikroskopischen Verfahren gemeinsam ist der prinzipielle Aufbau des Mikroskops. Wichtigstes Element ist die dreidimensionale Positioniereinrichtung, welche die vertikale und horizontale Relativverschiebung von Detektor und Probe realisiert. Mit der Positioniereinrichtung wird rasterförmig jeder Meßpunkt auf der Probenoberfläche mit dem Detektor angefahren. Daher muß die Positioniergenauigkeit höher als die Auflösung des entsprechenden Mikroskops sein, was für die atomare Ortsauflösung eine horizontale Positioniergenauigkeit in subatomaren Dimensionen bedeutet. Die Entstehung der Raster-Sonden-Mikroskopie war daher in wesentlichem Maße mit der Entwicklung der Mikromechanik verknüpft. Realisiert wird die geforderte Positioniergenauigkeit mit piezoelektrischen Stellgliedern. Mit einer entsprechenden Ansteuerungs- und Wiedergabeeinheit wird die rasterförmige Positionierung des Detektors gesteuert und der Meßwert des Detektors graphisch in einem Koordinatensystem dargestellt.

Anfänglich dienten die rastersondenmikroskopischen Verfahren ausschließlich zur Abbildung von Oberflächentopographien. Die Abbildung erfolgt, indem eine vom Probenort und vom vertikalen Arbeitsabstand der Sonde abhängige physikalische Größe beim Abrastern der Probe konstant gehalten wird. In der Rastertunnelmikroskopie ist die gemessene physikalische Größe der Tunnelstrom zwischen Sonden- und Probenatomen, in der atomaren Kraftmikroskopie die Kontaktkraft zwischen Sonde und Probenoberfläche. Das Konstanthalten erfolgt dadurch, daß mit Hilfe eines Regelkreises der Arbeitsabstand nachgeregelt wird. Die vertikale Regelabweichung wird als Signal aufgezeichnet.

Die gemessene physikalische Größe ist in jedem Falle in komplizierter Weise mit dem Probenort und dem Abstand der Sonde zur Probe verknüpft. So stellt das in der Tunnelmikroskopie erzeugte Bild nicht die Oberflächenstruktur im streng topographischen Sinne dar, sondern vielmehr eine Fläche konstanter Tunnelwahrscheinlichkeit. Diese hängt, außer von der Topographie, auch von der Aufenthaltswahrscheinlichkeit der Elektronen und ihrer Verteilung auf bestimmte Energieniveaus ab. Besteht die untersuchte einkristalline Probe nur aus einem Element, so gibt die Fläche konstanter Tunnelwahrscheinlichkeit bei Wahl geeigneter Energieniveaus die atomare Oberflächentopographie wieder (siehe z.B. /12/). Darüber hinaus hat aber auch das Interesse an den gemessenen physikalischen Größen selbst zugenommen: So haben sich insbesondere Rastertunnel- und Rasterkraftmikroskopie in verschiedene Zweige aufgespalten. Unter Verwendung spezieller Meßverfahren und Sonden gewinnt man Aufschluß über verschiedene physikalische Festkörpereigenschaften.

In der magnetischen Rasterkraftmikroskopie besteht der Kraftaufnehmer im wesentlichen aus einem Biegeelement (Cantilever) und einem magnetischen Sensor, wobei magnetische Streufelder abgebildet werden. Ziel dieser Technik ist es, über die gewonnenen Streufeldabbildungen auf die magnetischen Eigenschaften der Proben zu schließen.

Grundlage der Entwicklung der Rasterkraftmikroskopie, hin zu immer subtileren Abbildungstechniken, ist die Verfügbarkeit wohldefinierter Sonden. Die ersten Sensoren für die magnetische Rasterkraftmikroskopie bestanden aus groben, nadelförmig geätzten Ferromagneten. Im Rahmen dieser Arbeit wurden Verfahren entwickelt, die es mittels eines elektrochemischen Polierprozesses gestatten, ferromagnetische Detektoren mit im Nanometerbereich spitz zulaufenden Sonden bei glatter Oberfläche herzustellen. Ein weiteres Herstellungsverfahren gestattet es, diese Sonden im Nanometerbereich zu strukturieren.

Der Schwerpunkt, der in der vorliegenden Arbeit verwendeten Herstellungsverfahren, liegt im Bereich magnetischer Sonden. Geringe Modifikationen der Verfahren ermöglichen die Herstellung von Sonden für andere kraftmikroskopische Bereiche und von Sonden für die Rastertunnelmikroskopie.

In der magnetischen Rasterkraftmikroskopie treten, neben magnetischen, stets auch van der Waals'sche und elektrostatische Wechselwirkungen auf. Entsprechende Modelle für die Wechselwirkungen werden aufgestellt und mit den Messungen verglichen. Ergänzt wird der Themenkreis dieser Arbeit durch Untersuchungen der Ei-

genschaften magnetischer Sonden und durch tunnelmikroskopische Testmessungen an technischen Proben.

2. Grundlagen der Raster-Sonden-Mikroskopie

Als Grundlage für die Sondenherstellungs- und Präparationsverfahren werden in diesem Kapitel die Wechselwirkungen (WW) von Sonde und Probe in der RKM behandelt. Es werden insbesondere diejenigen WW in der magnetischen RKM diskutiert, die stets neben den zu detektierenden magnetostatischen auftreten. WW nichtmagnetischen Ursprungs sind im wesentlichen elektrostatische - in mannigfaltigen Ausprägungen - und die van der Waals-WW. Bei Behandlung der letzteren wird auf ein bisher wenig beachtetes Phänomen hingewiesen: Bei hinreichend großem Sonden-Proben-Abstand zeigt die van der Waals-WW eine Retardierung (Casimireffekt). Dieses Phänomen eröffnet prinzipiell die Perspektive, daß mit dem RKM dielektrische Messungen an Festkörpern möglich sein sollten, da der Verlauf des Übergangs zwischen nicht-retardierter van der Waals-WW und Casimir-WW von den dielektrischen Eigenschaften der beteiligten Materialien abhängt.

Weitere WW treten im Oberflächenkontaktmodus der RKM auf, darunter die neuerdings diskutierte mesoskopische Yukawa-WW /13/, repulsive interatomare WW /14/, Reibungskräfte /15/ sowie die insbesondere durch Flüssigkeitskontaminationsfilme hervorgerufene Adhäsion /16, 17/. Als kurzreichweitige oder parasitäre langreichweitige WW werden sie im folgenden nicht explizit diskutiert.

2.1 Magnetische Rasterkraftmikroskopie

In der magnetischen RKM /6, 18/ werden, durch Detektion magnetostatischer WW, oberflächennahe Streufelder ferromagnetischer Proben nachgewiesen. Die Sonden bestehen üblicherweise aus scharf geätzten Spitzen aus ferromagnetischem Material /6/. Die Entwicklung neuer Sondentypen mit definierteren Eigenschaften steht dabei erst am Anfang /19/.

In der Theorie der magnetischen RKM werden magnetostatische Dipol-Dipol-WW zwischen Sonde und Probe zugrundegelegt /20-30/. Wegen der Komplexität des Problems ist es dabei notwendig, verschiedene vereinfachende Annahmen vorzusetzen: Wenn mit dieser mikroskopischen Methode Informationen über die magnetische Struktur einer Probe gewonnen werden sollen, ist es sinnvoll, vom Idealfall einer magnetisch harten - vom Streufeld der Sonde unbeeinflußten - Probe auszugehen. Für die Sonde wird außerdem vorausgesetzt, daß der in der magnetischen RKM relevante Bereich aus einer entlang der Sondenachse (z-Richtung) homogen ma-

gnetisierten Abschlußdomäne besteht. Der verbleibende Bereich der Sonde ist wegen des geschlossenen inneren Flusses ohne Bedeutung.

Erfüllen die Sonden die genannten Voraussetzungen, so kann ein einfacher Zusammenhang für die wirkende Kraft hergeleitet werden:

Ausgangspunkt der Betrachtung ist der Zusammenhang zwischen dem magnetischen Potential ϕ und der Magnetisierung M der Sonde unter Einfluß des Probenstrefeldes H ($\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$ Vs/Am):

$$\phi(r) = -\mu_0 \iiint_{\text{Sonde}} M \cdot H(r + r') d^3r' . \quad (2.1)$$

Unter gewissen magnetostatischen Randbedingungen (siehe Hartmann /26/) kann die Sonde als punktförmiger Dipol betrachtet werden, so daß sich Gl. (2.1) zu

$$\phi(r) = -\mu_0 \mu \cdot H(r) , \quad (2.2)$$

mit dem magnetischen Moment $\mu = M V$ (V : Volumen des relevanten homogen magnetisierten Abschlußbereichs) der Sonde, vereinfacht. Für die Vertikalkomponente der Kraft, auf eine entlang der z -Achse magnetisierten Sonde, gewinnt man schließlich den Ausdruck

$$F_z = \mu_0 \mu_z \frac{\partial}{\partial z} H_z(r) . \quad (2.3)$$

Die Kraft zwischen Sonde und Probe an einem Ort r ist dann proportional der Vertikalkomponente des Feldgradienten $\partial H_z(r)/\partial z$, über der Probe. In Analogie zur Bittertechnik /31-35/ werden in der magnetischen RKM damit Divergenzen der Magnetisierung, also Quellen des externen Streufeldes, im oberflächennahen Bereich einer Probe abgebildet.

Für die laterale Auflösung einer magnetischen Sonde läßt sich kein trivialer Zusammenhang mit ihrer Geometrie angeben. Hierzu sei auf Veröffentlichungen von Hartmann /26/ und Wadas /29/ verwiesen.

2.2 Wechselwirkungen von Sonde und Probe im Rasterkraftmikroskop

Im langreichweitigen Abbildungsmodus der RKM (Arbeitsabstand größer als Tunnelabstände) sind neben magnetostatischen vor allem die elektrostatische WW und die van der Waals-WW von Bedeutung.

2.2.1 Elektrostatische Wechselwirkungen

Elektrostatische WW können in verschiedenen Ausprägungen und Abstandsabhängigkeiten auftreten /36/. Im folgenden sollen elektrostatische WW unter verschiedenen Randbedingungen betrachtet werden:

- a) WW zwischen Sonde und Probe bei fester Potentialdifferenz,
- b) WW zwischen einer ortsfesten Beladung der Probe und einer geladenen Punkt-Sonde,
- c) WW zwischen einem ortsfesten Ladungsgitter der Probe und einer "geerdeten" Sonde.

Andere Anordnungen sind im Rahmen dieser Arbeit nicht von Bedeutung. Die Abstandsabhängigkeit der aufgetretenen WW vereinfacht sich in den, für den RKM-Betrieb wesentlichen Abständen im Sub- μm -Bereich, häufig zu einem $1/r^2$ -Verlauf.

Im Fall a) bietet folgender Weg einen Zugang zu der elektrostatischen WW:

Die Energie eines Systems zweier Elektroden mit der elektrischen Potentialdifferenz V ist gegeben durch

$$U = - \frac{1}{2} C V^2, \quad (2.4)$$

wobei C die Kapazität der Anordnung bezeichnet. Hat man zwei ebene Platten als Elektroden gegenüberstehen, so ist die Kapazität

$$C = \epsilon \epsilon_0 \frac{A}{z} \quad (\epsilon_0 = 8,85419 \cdot 10^{-12} \frac{\text{As}}{\text{Vm}}), \quad (2.5)$$

wobei A die Fläche, z der Plattenabstand und ϵ die relative Dielektrizitätskonstante bezeichnet. Die resultierende Kraft zwischen zwei Elektroden - im folgenden Kondensatorkraft genannt - ist gegeben durch

$$F = -\frac{1}{2} V^2 \frac{\partial C}{\partial z} . \quad (2.6)$$

Daher ergibt sich für ebene Platten

$$F = -\frac{1}{2} \epsilon \epsilon_0 A V^2 \frac{1}{z^2} . \quad (2.7)$$

Die Kraft zwischen realer Sonde und Probe soll durch Berechnung der WW einer Kugel mit einer ebenen Probe angenähert werden (siehe Abb. 2.1).

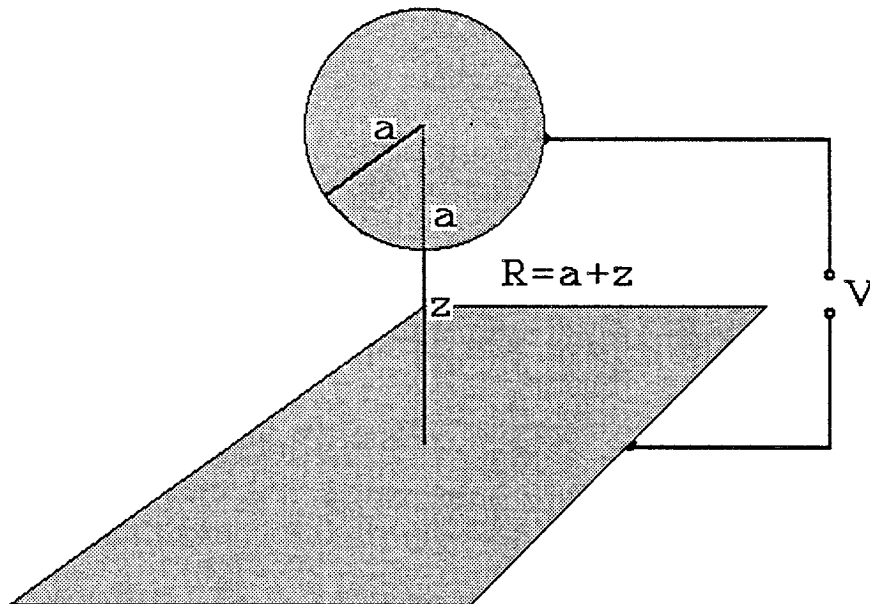


Abbildung 2.1:

Zur Berechnung der Kapazität für eine Kugel mit Radius a im Abstand z von einer ebenen Platte.

Die Berechnung der Kapazität des Systems Kugel/Platte ist ein Standardproblem der Elektrostatik. Eine Lösung des Problems findet man beispielsweise bei Smythe /37/ (siehe auch /38, 39/). Danach ist die Kapazität

$$C = 4\pi\epsilon\epsilon_0 a \sinh \zeta \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{\sinh n\zeta} , \quad (2.8a)$$

mit $\zeta = \operatorname{arcosh} R/a$ mit $R = a+z$, (2.8b)

bzw.

$$C = 4\pi\epsilon\epsilon_0 a \left(1 + \frac{a}{2R} + \frac{a^2}{4R^2 - a^2} + \frac{a^2}{8R^3 - 4a^2R} + \dots \right). \quad (2.9)$$

Gl. (2.9) erhält man mit den Gln. (2.8a, 2.8b), indem man die $\sinh n\zeta$ -Terme in eine Potenzreihe entwickelt. Die Kraft ist nach Gl. (2.6) folglich gegeben durch

$$F = 2\pi\epsilon\epsilon_0 V^2 \sum_{n=1}^{\infty} [\operatorname{csch} n\zeta (\coth \zeta - n \coth n\zeta)]. \quad (2.10)$$

In Abbildung 2.2 sind Kräfte F in Abhängigkeit vom Abstand z für verschiedene Potentialunterschiede und Kugelradien a aufgetragen.

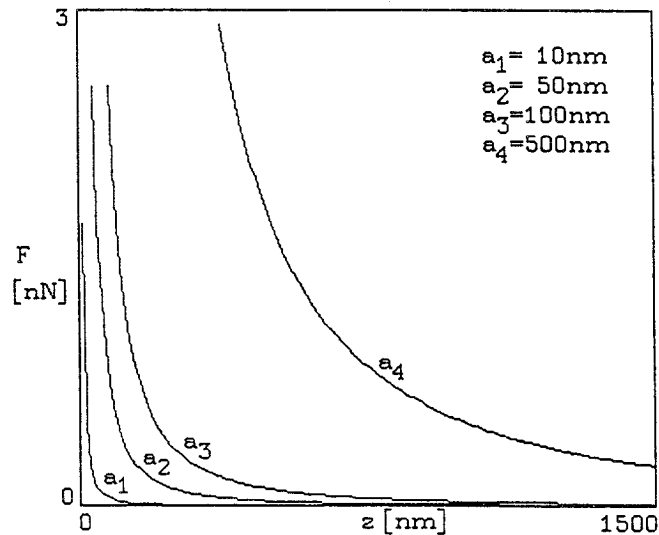


Abbildung 2.2:

Anziehende Kondensatorkraft bei verschiedenen Kugelradien ($a = 10 \dots 500 \text{ nm}$, $V = 10 \text{ V}$).

Für die Abstandsbereiche $z \gg a$ und $z \ll a$ kann man aus Gln. (2.8a, 2.8b) folgende einfache Näherungen für die Kapazitäten herleiten (siehe Anhang I):

$$C = 4\pi\epsilon\epsilon_0 a \left(1 + \frac{a}{2R} \right) \quad (\text{Näherung a, } z \gg a, R=a+z), \quad (2.11a)$$

und

$$C = 4\pi\epsilon\epsilon_0 R \ln \left(\frac{R}{z} \right) \quad (\text{Näherung b, } z \ll a, R=a+z). \quad (2.11b)$$

Die Kraft ergibt sich in den Grenzfällen zu

$$F = - \pi \epsilon \epsilon_0 V^2 \cdot \frac{a^2}{R^2} \quad (\text{Näherung a}) \quad (2.12a)$$

und

$$F = 2\pi \epsilon \epsilon_0 V^2 \left[\ln \left(\frac{z+a}{z} \right) - \frac{a}{z} \right] \quad (\text{Näherung b}) \quad (2.12b)$$

$$\approx - \pi \epsilon \epsilon_0 V^2 \frac{a^2}{z^2} .$$

In Abbildung 2.3 sind zum Vergleich die Näherungslösungen und die exakte Lösung für typische Werte von V und a dargestellt.

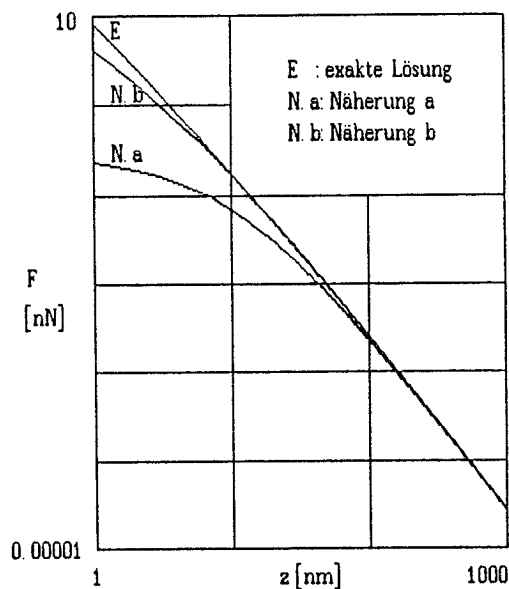


Abbildung 2.3:

Anziehende Kondensatorkraft zwischen Kugel und Platte nach der exakten Lösung Gl. (2.10) und den Näherungen Gln. (2.12a, 2.12b) in doppeltlogarithmischer Auftragnung ($a = 10\text{nm}$, $V = 10\text{V}$).

Wie für die wirkende Kraft in einem Plattenkondensator ergibt sich somit auch für Kugel und Platte näherungsweise eine Beziehung, die quadratisch vom Potentialunterschied V abhängt und dem Quadrat des Abstands umgekehrt proportional ist. Anschaulich ist das Ergebnis die WW einer Platte mit der imaginär im Kugelmittelpunkt (Näherung a) bzw. am Kugelrand (Näherung b) gelegenen plattenförmig eingeebneten Fläche der Halbkugel.

Die Kondensatorkraft tritt dann in der RKM auf, wenn Sonde und Probe nicht sorgfältig kurzgeschlossen und auf "Masse" gelegt sind. In der Regel wird die Kondensatorkraft jedoch gezielt in gewissen Bereichen der RKM angewandt. In rasterkraftmikroskopischen Anwendungen, in denen a priori keine Kraftvorgabe in jedem Punkt der Probe existiert, wird durch Anlegen eines Potentialunterschieds zwischen Sonde und Probe eine "Servokraft" erzeugt. Ein Beispiel für eine solche Anwendung ist die magnetische RKM. Die gemessene Kraft magnetischen Ursprungs tritt hier als kleine Störung der Servokraft auf. Als für die Kraftmikroskopie relevant kann man, wie die Messungen (Kap. 4.2.3) zeigen, Näherung a ansehen.

Für den Fall b) ist die geometrische Anordnung in Abb. 2.4 dargestellt. Betrachtet werden WW zwischen einer homogen beladenen Kreisfläche und einer diesbezüglich zentrierten Sonde mit einer Punktladung.

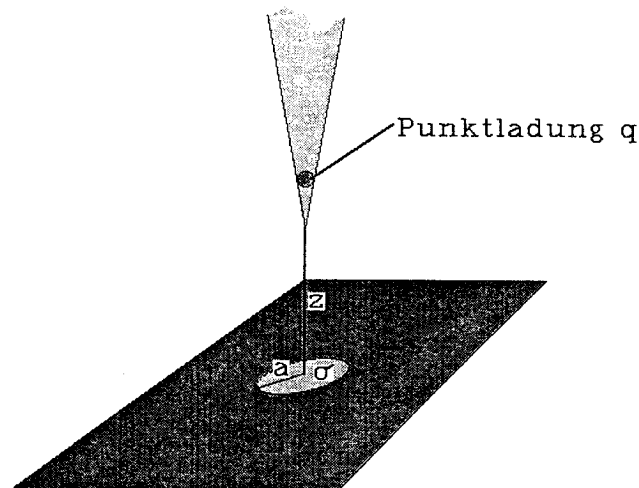


Abbildung 2.4:

Zur Berechnung der Kraft zwischen einer kreisförmigen, mit der homogenen Flächenladungsdichte σ belegten Fläche mit Radius a und einer diesbezüglich zentrierten Spitze mit der Punktladung q .

Es ergibt sich:

$$F = \pm \frac{\sigma q}{2\epsilon\epsilon_0} \left(1 - \frac{z}{\sqrt{z^2 + a^2}} \right), \quad (2.13)$$

was sich für große Abstände $z \gg a$ (für $z=a$ ist der Fehler 70%) zu

$$F = \pm \frac{1}{4\pi\epsilon\epsilon_0} \cdot \frac{q_1 q_2}{z^2} \quad (\text{mit } q_1=q, q_2=\sigma\pi a^2), \quad (2.14)$$

dem Coulombgesetz für Punktladungen, vereinfachen läßt. Für $z \rightarrow 0$ strebt F interessanterweise für die exakte Lösung gegen den endlichen Wert $F = \pm \sigma q / 2\epsilon\epsilon_0$. Die Näherung zeigt dieses Verhalten nicht. In Abbildung 2.5 ist der Kraftverlauf nach Gl. (2.13) und Gl. (2.14) dargestellt.

In der RKM treten lokalisierte Aufladungen der betrachteten Art auf leitenden Materialien hervorgerufen von Oberflächenkontaminationen, häufig auf /40/. Auf schlecht leitenden Materialien sind lokalisierte Aufladungen ohnehin präsent. Wie von Stern et. al. /41/ gezeigt wurde, ist es bei diesen Materialien möglich, gezielt Ladungen zu deponieren und danach abzubilden, so daß auf diese Weise ein elektrostatisches Schreib-/Lese-SpeichermEDIUM realisiert werden kann.

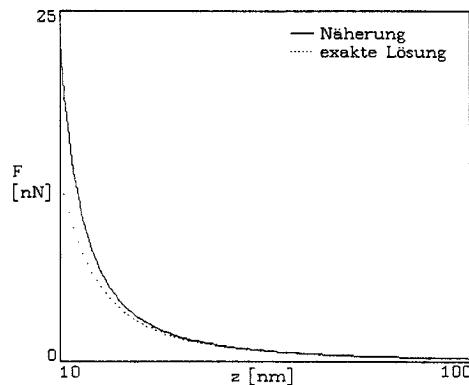


Abbildung 2.5:

Kraft zwischen einer Punktladung und einer kreisförmigen, geladenen Fläche nach Gl. (2.13) und der Näherung Gl. (2.14) für $a = 10 \text{ nm}$, $q_1 = 100e$ und $q_2 = 100e$.

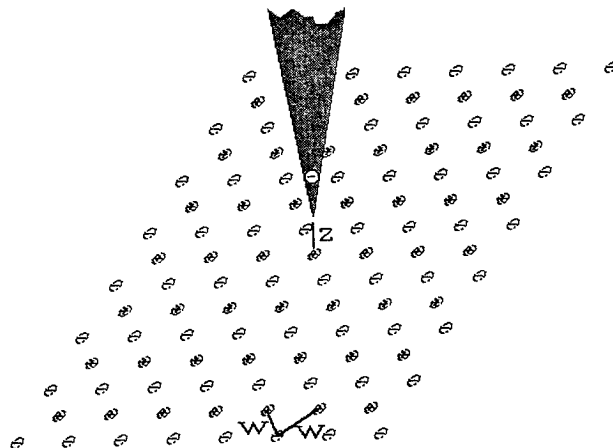


Abbildung 2.6:

Schematische Anordnung von Sonde und Ladungsgitter mit der Gitterkonstante $W = r_0 / \sqrt{2}$.

Im Fall c) wird die in Abb. 2.6 dargestellte Geometrie zugrunde gelegt. Eine mit punktförmig angenommener Influenzladung versehene Sonde befindet sich starr über

einer Ladung eines ortsfesten Punktladungsgitters alternierender Ladungen $\pm e$ mit der Gitterkonstanten $w=r_0/\sqrt{2}$. Damit erhält man für die Kraft

$$F(z) = \frac{e^2}{\pi \epsilon_0} \cdot \frac{\partial}{\partial z} \left\{ \sum_{n,k} \left[(z^2 + r_0^2 \cdot (k^2 + n^2))^{-1/2} - (z^2 + r_0^2 \cdot (k^2 + n^2 + \frac{1}{2}))^{-1/2} \right] + \right. \\ \left. - \sum_n \left\{ (z^2 + r_0^2 n^2)^{-1/2} - (z^2 + r_0^2 \cdot (n^2 + \frac{1}{2}))^{-1/2} \right\} + \frac{1}{4} \left\{ 1/z - (z^2 + \frac{r_0^2}{2})^{-1/2} \right\} \right\}, \quad (2.15)$$

wobei die Sonde zunächst mit der permanenten Punktladung $|e|$ versehen wurde. Auf die Situation einer Spiegelladung in einer annähernd kugelförmig im Abschluß angenommenen Sonde kann man schließen (Kugelradius $a > z$), wenn man z durch $2z$ ersetzt (siehe z.B. /42/). Wendet man vorher die Euler-Mac Laurin Formel an, so erhält man (siehe Anhang II):

$$F(z) = -\frac{e^2}{32 \epsilon_0} \cdot \frac{1}{z^2}. \quad (2.16)$$

Gleichung (2.16) liefert damit die Coulombkraft zwischen einer effektiven Ladung $\sqrt{\pi/2}e$ und ihrer Influenzladung in der Entfernung $2z$.

Die Wechselwirkung einer Sonde mit dem alternierenden Ladungsgitter ist ein Modell für eine elektrostatische WW der Sonde mit einer kurzgeschlossenen, auf "Masse" gelegten Probe. Für kontaminationsinduzierte Effekte stellt das obige Ergebnis die WW der Sonde mit dichtgepackten, inselartig im Oberflächenbelag festgehaltenen Aufladungen einer pauschal neutralen Probe dar. Nach Cox /43/ sind lokale Aufladungen in atomaren Dimensionen auf Gallium-Arsenid-Oberflächen auch unter UHV-Bedingungen zu beobachten. Im Falle reiner Effekte sollte das Modell die WW eines Ionengitters mit einer Sonde recht genau darstellen. Abbildung 2.7 zeigt einen Vergleich der exakten Lösung nach Gl. (A4) und der Näherungslösung für $z \gg r_0$ nach Gl. (2.16).

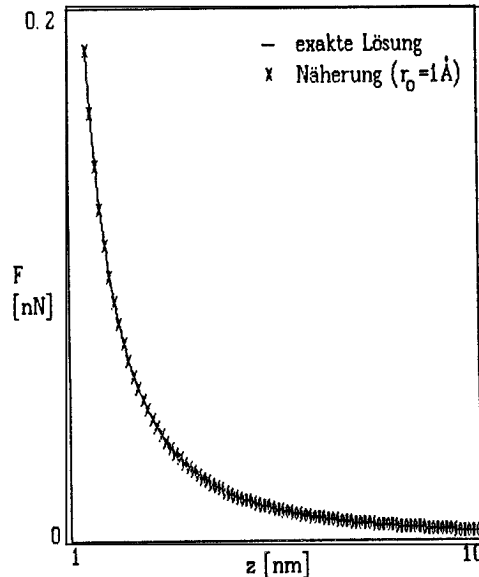


Abbildung 2.7:

Anziehende Kraft einer alternierenden Ladungsverteilung auf eine geerdete Sonde nach der exakten Lösung Gl. (A4) und der Näherungslösung Gl. (2.16) (für $z > 1$ nm herrscht gut Übereinstimmung).

Mit Kräften von der Größenordnung Nano-Newton im Nichtkontaktbereich stellen die elektrostatischen WW, da sie zusätzlich unabhängig von der Sonden-Probenkonfiguration auftreten, eine bedeutende WW in der RKM dar. Speziell die Kondensatorkraft führt schon bei kleinen Potentialunterschieden zu bedeutenden Kräften. Mit Kräften, die eher im Sub-Nano-Newton-Bereich zu veranschlagen sind, sollte die diskutierte WW mit einem alternierenden Ladungsgitter im regulären Meßbetrieb nicht relevant sein.

Treten die WW parasitär auf, sind sie durch entsprechende Vorkehrungen bezüglich der Sauberkeit und den anliegenden Potentialunterschieden vermeidbar. Im Falle der reinen Kräfte weisen alle drei WW-Typen das gleiche Kraftgesetz auf: Trotz unterschiedlicher Randbedingungen zeigen sie im relevanten Abstandsbereich näherungsweise einen $1/r^2$ -Verlauf der Kraft.

2.2.2 Van der Waals Wechselwirkungen und Casimir-Effekt

Die van der Waals-Kraft tritt als fundamentale WW zwischen beliebigen Medien auf /36/. Sie ist bedeutend für Abstände im Sub-Mikrometer-Bereich. Dort wird sie in der Regel maskiert durch chemische Bindungskräfte für kleine und durch elektrostatische Kräfte, wie sie in 2.2.1 diskutiert wurden, für große Distanzen.

Die van der Waals-Kraft kann in drei verschiedene Wechselwirkungstypen aufgeteilt werden: Orientierungs-, Induktions- und Dispersionskräfte. Ori-

entierungskräfte treten lediglich zwischen Molekülen mit statischen Multipolmomenten auf und können als WW zwischen statischen Dipolen, Quadrupolen etc. diskutiert werden. Tritt der Effekt auf, daß permanent polarisierte Moleküle eine Polarisation benachbarter, neutraler Moleküle bewirken, so spricht man in diesem Falle bei den auftretenden van der Waals-Kräften von Induktionskräften.

Im Falle neutraler Moleküle können keine der vorgenannten, durch statische Momente bewirkte Kräfte auftreten. Die Neutralität eines beliebigen Moleküls ist allerdings nur im Zeitmittel gegeben. Quantenmechanisch treten zeitlich finite, fluktuierende Dipolmomente und höhere Momente auf. Die fluktuierenden Momente induzieren wiederum Momente in benachbarten Molekülen und bewirken so anziehende Kräfte. Die Bezeichnung Dispersionskräfte resultiert daraus, daß die mit Frequenzen im Ultraviolett-Bereich auftretenden Fluktuationen für die optische Dispersion bedeutsam sind.

Zur Vereinfachung des Folgenden werden nicht alle für van der Waals-Kräfte relevanten Effekte berücksichtigt. In Abständen größer als 1 nm, also im Nichtkontaktbereich der RKM, sind lediglich Dipol-WW von Bedeutung /44/. Höhere Momente spielen erst für kleinere Abstände eine Rolle. Aufgrund der verwendeten Materialien läßt sich die folgende Betrachtung hinsichtlich des Wechselwirkungstyps auf Dispersions-WW einschränken.

Die erste vollständige Berechnung der van der Waals Kräfte zwischen neutralen Molekülen, die Retardierungseffekte des Strahlungsfeldes (Casimir-Effekt) berücksichtigte, stammt von Casimir und Polder (1948) /45/. Weiterführende Theorien für makroskopische Systeme wurden später unter anderem von Lifshitz (1956) /46/, Dzyaloshinskii et al. (1961) /47/, Langbein (1971) /48/ und Israelachvili (1972) /36, 49/ entwickelt.

Bei der vorliegenden Betrachtung soll von der molekularen Sicht Casimirs ausgegangen werden /45/. Casimir ging vom Hamilton-Operator für zwei neutrale Atome A und B aus:

$$H = H_A + H_B + S_{AB} + G_r^A + G_r^B . \quad (2.17)$$

$H_{A,B}$ sind hierbei die ungestörten Hamilton-Operatoren der Atome.

$$S_{AB} = \frac{1}{4\pi\epsilon_0} \left\{ \frac{(q_A \cdot q_B)}{R^3} - 3 \frac{(q_A \cdot R)(q_B \cdot R)}{R^5} \right\} \quad (2.18)$$

ist der Operator der elektrostatischen Wechselwirkung der atomaren Dipol-Momente $q_{A,B}$ von Atom A und B. R ($R=|R|$) ist der Abstandsvektor und

$$G_r^{A,B} = \sum_{j_{A,B}} \left\{ -\frac{e}{m} \cdot (p_{j_{A,B}} \cdot A_{A,B}) + \frac{e^2}{2m} \cdot A_{A,B}^2 \right\} \quad (2.19)$$

stellt die jeweilige Wechselwirkung mit dem quantisierten Strahlungsfeld dar, wobei p_j der Impuls von Elektron j in Atom A oder B und $A_{A,B}$ das Vektorpotential ist.

Um das Wechselwirkungspotential zweier neutraler Atome zu berechnen, muß eine Störungsrechnung in bezug auf den Operator $G_A + G_B + S_{AB}$ durchgeführt werden.

Zu diesem Zweck muß Störungstheorie bis zur vierten Ordnung betrieben werden /45/. Beschränkt man sich auf die von R abhängigen Terme der Störungsenergie ΔE , so erhält man folgenden Ausdruck für das Wechselwirkungspotential:

$$U(R) = -\frac{1}{2\pi^2\epsilon_0^2\hbar c} \cdot \sum_{l,m} \int_0^\infty \frac{k_l k_m u^4 du}{(k_l^2 + u^2)(k_m^2 + u^2)} (q_l q_m)^2 \frac{e^{-2uR}}{R^2} \times \\ \left\{ 1 + \frac{2}{uR} + \frac{5}{u^2 R^2} + \frac{6}{u^3 R^3} + \frac{3}{u^4 R^4} \right\}. \quad (2.20)$$

$\omega_{l,m} = c \cdot k_{l,m}$ sind die charakteristischen atomaren Frequenzen für die Anregungen l,m und $q_{l,m}$ die entsprechenden Dipolmomente für isotrope harmonische Oszillatoren.

Für kleine Abstände, $R \ll 2\pi/k_{l,m}$, reduziert sich die Formel zu

$$U(R) = -\frac{3\hbar}{64\pi^3\epsilon_0^2} \left[\sum_{l,m} \frac{\omega_l \omega_m}{\omega_l + \omega_m} \alpha_l \alpha_m \right] \cdot \frac{1}{R^6}, \quad (2.21)$$

mit den Zustandspolarisierbarkeiten $\alpha_{l,m}$ und entspricht damit dem klassischen Ergebnis von London /50/.

Für große Abstände erhält man

$$U(R) = -\frac{23hc}{128\pi^3\epsilon_0^2} \cdot \frac{\alpha(A) \cdot \alpha(B)}{R^7}, \quad (2.22)$$

wobei $\alpha(A,B)$ jeweils die statischen Polarisierbarkeiten der Atome A und B sind. Ein Vergleich der Gleichungen (2.21) und (2.22) zeigt einen Anstieg der Potenz von R von 6 auf 7. Diesen Retardierungseffekt, der bei genügend großen Abständen ($R \gg \lambda = 2\pi/k$, λ ist eine charakteristische Absorptionswellenlänge) auftritt, nennt man Casimir-Effekt [45/.

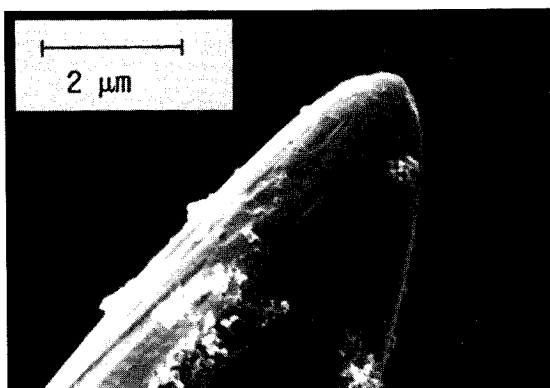
Um das Potential für die Sonden-Proben-WW im RKM zu berechnen, muß man über die WW der Moleküle $[U(R)]$ der Sonde und der Probe paarweise integrieren:

$$\phi(d) = \int_{\text{Spitze}} \int_{\text{Probe}} U(R) d^3x_1 d^3x_2. \quad (2.23)$$

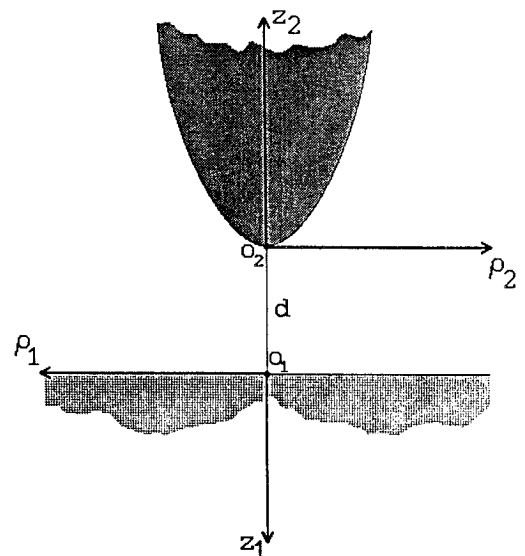
Im folgenden soll eine Sonde, wie in der Abbildung 2.8(a) dargestellt, durch einen rotationssymmetrischen Körper [Abbildung 2.8(b)] der Form

$$z_2 = a \cdot \rho_2^\kappa \text{ mit } \kappa \geq 0 \quad (2.24)$$

approximiert werden.



a)



b)

Abbildung 2.8:

- a) REM-Bild einer relativ stumpf polierten Sonde.
- b) Rotationssymmetrisches Modell der Sonde.

Die Probe ist dabei durch einen Halbraum gegeben. Gelöst wird das Problem durch Integration der Gleichungen (2.21) und (2.22). Verwendet man dabei

$$U = -b/R^\mu \text{ mit } \mu=6 \text{ bzw. } \mu=7 \quad (2.25)$$

für die interatomare WW, so ist die resultierende makroskopische WW-Energie durch

$$\phi(d) = -n_1 n_2 b \cdot \int_{\text{Sonde}} \int_{\text{Probe}} 1/R^\mu d^3x_1 d^3x_2 \quad (2.26)$$

gegeben. n_1, n_2 sind die homogenen Dichten der beteiligten Materialien.

Mit der geometrischen Approximation ergibt sich (siehe Anhang III) für die resultierende Kraft

$$F = \frac{2\pi^2}{(\mu-2)} \cdot n_1 n_2 \cdot \frac{b}{a^{2/\kappa}} \cdot \int_0^L \frac{z_2^{2/\kappa}}{(d+z_2)^{(\mu-3)}} dz_2 \quad (2.27)$$

Bildet man den Grenzwert $L \rightarrow \infty$, wegen der makroskopischen Längenausdehnung der Sonde, so kann man die folgenden Spezialfälle bestimmen (siehe Anhang III):

$$F_{nr} = - \frac{\pi^2 n_1 n_2 b_{nr}}{6a^2} \cdot \frac{1}{d}, \quad (2.28)$$

$$F_r = - \frac{\pi^2 n_1 n_2 b_r}{30a^2} \cdot \frac{1}{d^2}, \quad (2.29)$$

für den nicht-retardierte (nr) und den retardierte (r) Grenzfall einer kegelförmigen Sonde.

$$F_{nr} = - \frac{\pi^2 n_1 n_2 b_{nr}}{12a} \cdot \frac{1}{d^2}, \quad (2.30)$$

$$F_r = - \frac{\pi^2 n_1 n_2 b_r}{30a} \cdot \frac{1}{d^3}, \quad (2.31)$$

sind die entsprechenden Näherungen für die beiden Grenzfälle bei einer parabolischen Sonde.

Die allgemeine Lösung für beliebiges $\kappa \geq 1$ [siehe Gl. (2.24)] lautet (Anhang III):

$$F = \frac{1}{a^{2/\kappa}} \cdot \frac{2\pi^2 b}{(\mu-2)(\mu-3)} \cdot \left[4 + \frac{2}{\kappa} - \mu\right] \cdot \frac{\Gamma((2/\kappa)+1)\Gamma(\mu-(2/\kappa)+4)}{\Gamma(\mu-3)} \cdot n_1 n_2 \cdot d^{[3+(2/\kappa)-\mu]} \quad (2.32)$$

Die Lösungen für die beiden Grenzfälle sind somit einfache $1/d^\nu$ -Abhängigkeiten, wobei ν durch $\nu = [3+(2/\kappa)-\mu]$ gegeben ist.

Die Konstanten b_{nr} , b_r können (siehe Anhang IV) nach dem mikroskopischen Ansatz für nichtretardierte Kräfte ($\mu=6$) zu

$$b_{nr} = \frac{27h}{64\pi^3} \cdot \frac{1}{n_1 n_2} \cdot \frac{\omega_1 \omega_2}{(\omega_1 + \omega_2)} \cdot \frac{(\epsilon_{10}-1)(\epsilon_{20}-1)}{(\epsilon_{10}+2)(\epsilon_{20}+2)}, \quad (2.33)$$

bestimmt werden, wobei $\omega_{1,2}$ die charakteristischen Absorptionsfrequenzen und ϵ_{10} , ϵ_{20} die zugehörigen statischen dielektrischen Konstanten der beteiligten Materialien sind. Für den Fall retardierter Kräfte ($\mu=7$) findet man

$$b_r = \frac{207hc}{128\pi^4} \cdot \frac{1}{n_1 n_2} \cdot \frac{(\epsilon_{10}-1)(\epsilon_{20}-1)}{(\epsilon_{10}+2)(\epsilon_{20}+2)}. \quad (2.34)$$

In Abbildung 2.9 sind die Wechselwirkungskräfte für verschiedene Sondengeometrien wiedergegeben (siehe dazu auch Diskussion in Kap. 4.2.2).

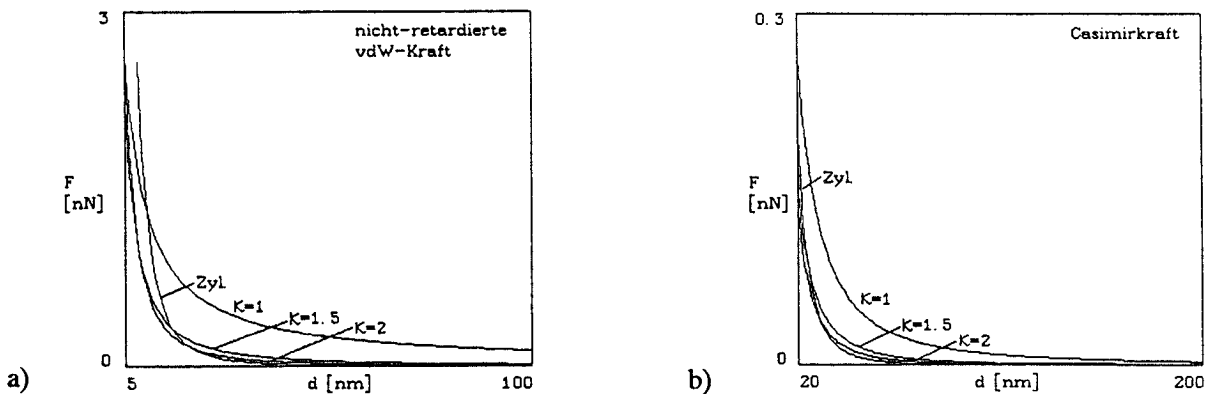


Abbildung 2.9:

a) nicht-retardierte van der Waals-Kraft und b) Casimirkraft für metallische Sonde und Probe bei verschiedener Sondengeometrie ($\kappa = 1, 1.5, 2$ in der Approximation sowie Zylindergeometrie).

Die oben ermittelten Proportionalitätskonstanten weisen jedoch in der Regel Fehler auf, die in der Größenordnung einiger 10 % liegen /36/. Der Fehler resultiert aus der oben vorausgesetzten Additivität der interatomaren WW. Diese kann nicht streng vorausgesetzt werden, da sich benachbarte Atome gegenseitig beeinflussen, so daß sich die Polarisierbarkeit eines Atoms in der Umgebung anderer verändert. Ein weiterer Grund sind Vielfach-Reflexionen des Strahlungsfelds an den Atomen /36/. Die Nicht-Additivität wird in einem ursprünglich halbklassischen Ansatz nach Lifshitz /51/ berücksichtigt, wobei hier die atomare Struktur vernachlässigt wird, und die WW zwischen makroskopischen Kontinua betrachtet werden. Nachteil der Lifshitz-Theorie ist, daß sie streng nur für Körper makroskopischer Ausdehnung gültig ist /46, 51/. Außerdem ist zur genauen Bestimmung der Konstanten ein verhältnismäßig großer Aufwand nötig. Darüberhinaus besteht in den meisten Fällen keine befriedigende Übereinstimmung zwischen den berechneten und den experimentellen Konstanten /36, 52/.

Eine einfache Methode zur Verbesserung der Genauigkeit der Konstanten b_{nr} und b_r ist die Renormierung /53/. Bei dieser Methode greift man auf die sogenannten Hamaker-Konstanten zurück, die sich aus dem Experiment oder aus genauer Rechnung nach Lifshitz /36, 52/ für ebene Platten mit makroskopischer Ausdehnung ergeben. Eine Gegenüberstellung mit den Ergebnissen der Casimir-Theorie (Anhang V) ergibt

Experiment/Lifshitz-Th.	Casimir-Th.
$F_{nr} = - H_{nr} \cdot \frac{A}{6\pi d^3} \quad (2.35)$	$F_{nr} = - \frac{\pi}{6} b_{nr} n_1 n_2 \frac{A}{d^3} \quad (2.36)$
$F_r = - H_r \cdot \frac{A}{d^4} \quad (2.37)$	$F_r = - \frac{\pi}{10} b_r n_1 n_2 \frac{A}{d^4} \quad (2.38)$

(hier sind $H_{nr,r}$ die Hamaker-Konstanten und A die Plattenfläche). Damit ergibt sich

$$b_{nr} = \frac{H_{nr}}{n_1 n_2 \pi^2}, \quad (2.39)$$

$$b_r = \frac{10 H_r}{n_1 n_2 \pi}. \quad (2.40)$$

Allerdings sind nicht alle Hamaker-Konstanten für beliebige Stoffsysteme tabelliert.

2.3 Tunnelmikroskopie

Wie in der Einleitung erwähnt, wird im Tunnelmikroskop der Strom zwischen einer feinen Metallspitze und der Probe in einem Abstand von einigen Å gemessen.

Zur theoretischen Betrachtung der Tunnelmikroskopie wird am häufigsten auf die von Tersoff und Hamann publizierte Arbeit /54, 55/ Bezug genommen, deren Ergebnis von anderen Arbeitsgruppen im wesentlichen bestätigt wurde /56, 57/.

Der Tunnelstrom zeigt bei einem typischen Tunnelwiderstand in der Größenordnung von $10^7 \Omega$ eine exponentielle Abhängigkeit, $I(d) = I_0 e^{-kd}$, vom Abstand d zwischen Sonde und Probe. Die Abklingkonstante k ist gegeben durch $k = A/\sqrt{\phi}$ mit $A = 1,025 (A/\sqrt{eV})^{-1}$ /58/ und der effektiven Barrierenhöhe ϕ des Tunnelkontakts. Für die meisten Metalle kann $\phi \approx 4 \text{ eV}$ unter Ultrahochvakuum-Bedingungen angenommen werden.

Die theoretische, Vertikalauflösung des RTM beträgt weniger als 0,01 Å. Die effektive Lateralauflösung ist nach Tersoff und Hamann durch $\sqrt{(2\lambda) \cdot (R+d)}$ (R ist der Verrundungsradius der Sonde, d der Sonden-Proben-Abstand) gegeben. Wegen der exponentiellen Abhängigkeit des Tunnelstroms spielt jedoch nur ein atomar kleiner Bereich der Sonde eine Rolle. Insbesondere bei der experimentellen Abbildung rauher Probenoberflächen ist aber auch die mesoskopische Struktur der Sonde von Bedeutung.

2.4 Die effektive Länge einer Sonde in der Raster-Sonden-Mikroskopie

Betrachtet man denjenigen Abstand vom Scheitel der Sonde, in dem die Kraft eines zwischen einem infinitesimal kleinen Volumenelement der Sonde und der Halbraum-Probe nur noch die Hälfte der Kraft des entsprechenden Elements im Scheitel der Sonde hat, so erhält man eine "effektive Länge" l_{eff} der Sonde /59/:

$$\frac{\frac{\text{const}}{(d+l_{\text{eff}})^n}}{\frac{\text{const}}{d^n}} = \frac{1}{2}, \quad l_{\text{eff}} = d(2^{1/n}-1). \quad (2.41)$$

Die zugehörige effektive Breite der Sonde erhält man, wenn man davon ausgeht, daß sich die Sondengeometrie durch $l = a\rho^K$ [siehe Gl. (2.24)] beschreiben läßt:

$$b_{\text{eff}} = 2\rho(l_{\text{eff}}) = 2 \left(\frac{l_{\text{eff}}}{a} \right)^{1/\kappa} = 2 \left(\frac{d}{a} (2^{1/n} - 1) \right)^{1/\kappa}. \quad (2.42)$$

Bei diesen Betrachtungen ist zu berücksichtigen, daß die reale effektive Länge und Breite in erheblichem Maße von der Sondenstruktur abhängig ist. Für das Sondenmodell $l = a\rho^\kappa$ läßt sich immer ein κ finden, so daß das mit der Probe wechselwirkende Volumenelement $dV = \pi\rho^2 dz$ entlang der Sondenachse so stark anwächst, daß der Ausdruck für die Kraft divergiert. Hier sei angenommen, daß dieser Fall nicht vorliegt. Tabelle 2.1 gibt l_{eff} und b_{eff} für verschiedene WW-Potentiale und verschiedene Sondengeometrien (Kegel mit $\kappa=1$, und Paraboloid mit $\kappa=2$) wieder.

	l_{eff}	b_{eff} , Kegel, $a=1$	b_{eff} , Paraboloid, $a=10^8 \text{ nm}^{-1}$
nicht retardierte vdW-WW $n=3$ typischer Abstand: $d=10 \text{ nm}$	2.6 nm	5.2 nm	10.2 nm
retardierte vdW-WW $n=4$ typischer Abstand: $d=100 \text{ nm}$	19 nm	37.8 nm	27.5 nm
elektrostatische WW $n=2$ typischer Abstand: $d=100 \text{ nm}$	41 nm	82.8 nm	40.7 nm
analoge Betrachtung für die Tunnelmikroskopie, nach Kap. 2.3 gilt $I = I_0 \exp\left(-\frac{4.45d}{1 \text{ Å}}\right)$	0.16 Å	0.32 Å	7.8 Å

Tabelle 2.1:

Effektive Länge l_{eff} und effektive Breite b_{eff} der Sonden für eine Kegelapproximation und für eine parabolische Approximation. n bezeichnet die Potenz der Abstandsabhängigkeit.

3. Herstellung und Präparation von Sonden für die Raster-Sonden-Mikroskopie

Neben den Anforderungen betreffend einer reproduzierbaren Herstellung kontaminationsfreier Sonden müssen die Verfahren zusätzlich die Erfüllung gewisser geometrischer Anforderungen gewährleisten. Folgende, teilweise konträre geometrische Anforderungen können kurz aufgelistet werden:

- F1 Mesoskopisch wohlgeformte Geometrie der Sonde, da in jeder Anwendung ein Teil des Sondenschafts eine Rolle spielt.

- F2 Seitliche Stabilität des Scheitelbereichs der Sonde, um eine starre Orientierung zur Probe zu ermöglichen.
- F3 Die Geometrie der Sonde sollte eine definierte Orientierung zur Probenoberfläche ermöglichen. Als klassische "Idealgeometrie" würde eine Kugel diese Forderung erfüllen.
- F4 Sondenapex mit geringem Verrundungsradius, um eine hohe laterale Auflösung zu ermöglichen.

In der Magnetfeldmikroskopie müssen diese Forderungen durch Anforderungen an die magnetischen Eigenschaften der Sonde ergänzt werden. Diese weitergehenden Anforderungen sind:

- F5 Geringes Eigenstreuelfeld der Sonde, um eine destruktive Beeinflussung der Probe durch die Sonde zu verhindern.
- F6 Minimales Volumen des magnetisch relevanten Bereichs in der Sonde, um die Auflösung der magnetischen Abbildung zu optimieren. Dies wird erreicht, indem möglichst "spitze" Sonden bzw. zweikomponentige Sonden hergestellt werden.
- F7 Definierte Magnetisierung bei ferromagnetischen Sonden.

Um die verschiedenartigen Anforderungen zu erfüllen, sind im Rahmen dieser Arbeit elektrochemische Herstellungsverfahren sowie ein neuartiges Mikroschmelzverfahren entwickelt worden /60-62/. In Kapitel 3.1. werden elektrochemische Verfahren beschrieben, deren Grundlage ein "Abreißprozeß" ist. In Kapitel 3.2. wird das Mikroschmelzverfahren behandelt.

3.1 Spitze Sonden

Wichtig bei der Herstellung von spitzen Sonden ist, daß der Herstellungsprozeß reproduzierbar kontaminationsfreie, scharfe Spitzen mit wohlgeformter Geometrie liefert. Die strukturellen Eigenschaften sind deshalb von besonderer Bedeutung, weil zum einen in der Tunnelmikroskopie Abbildungsfehler bei groben Strukturen vermieden werden sollen /63/ und zum anderen in der Kraftmikroskopie, wegen der Langreichweitigkeit der Kräfte (Kapitel 2.4), ein erheblicher Teil der Sonde an der WW mit der Probe beteiligt ist.

Grundlage der entwickelten Verfahren war eine Überlegung von Bryant /64/ (weiterentwickelt von Göddenhenrich et al. /65/), Tunnelspitzen durch einen elektrochemischen Abreißprozeß herzustellen. Dabei wird ein, auf einem schmalen Bereich rundherum unisolierter Draht, in einen Elektrolyten eingeführt. Durch einen elektrochemischen Prozeß wird er an der Stelle, an der er dem Elektrolyten ausgesetzt ist, gleichmäßig solange eingedünnt, bis er durch die wirkende Schwerkraft abreißt.

Die in der Arbeitsgruppe verwendeten Sonden im kapazitiv ausgelesenen RKM /66/ bestehen aus 25 μm -Drähten, deren vorderes, spitzes Ende um 90° umgebogen wird (Abbildung 3.1).

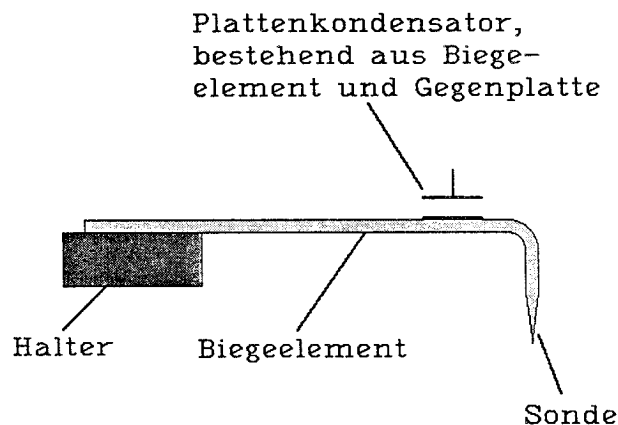
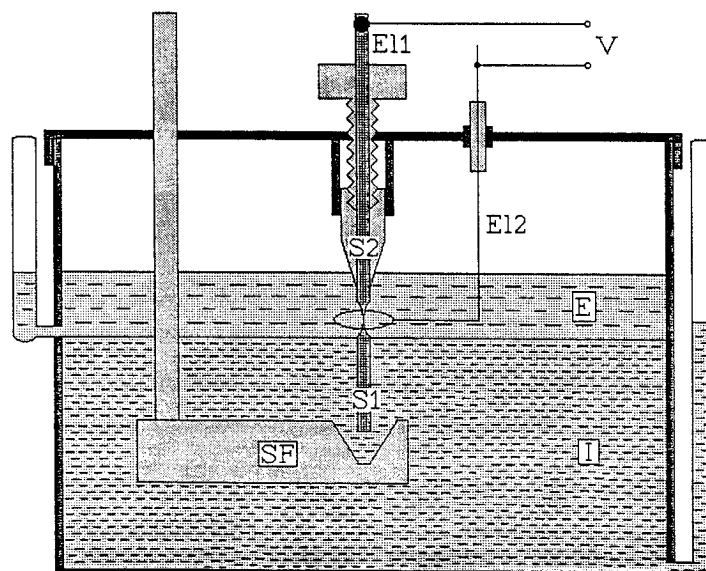


Abbildung 3.1:
Skizze des Kraftdetektors im kapazitiv ausgelesenen RKM.

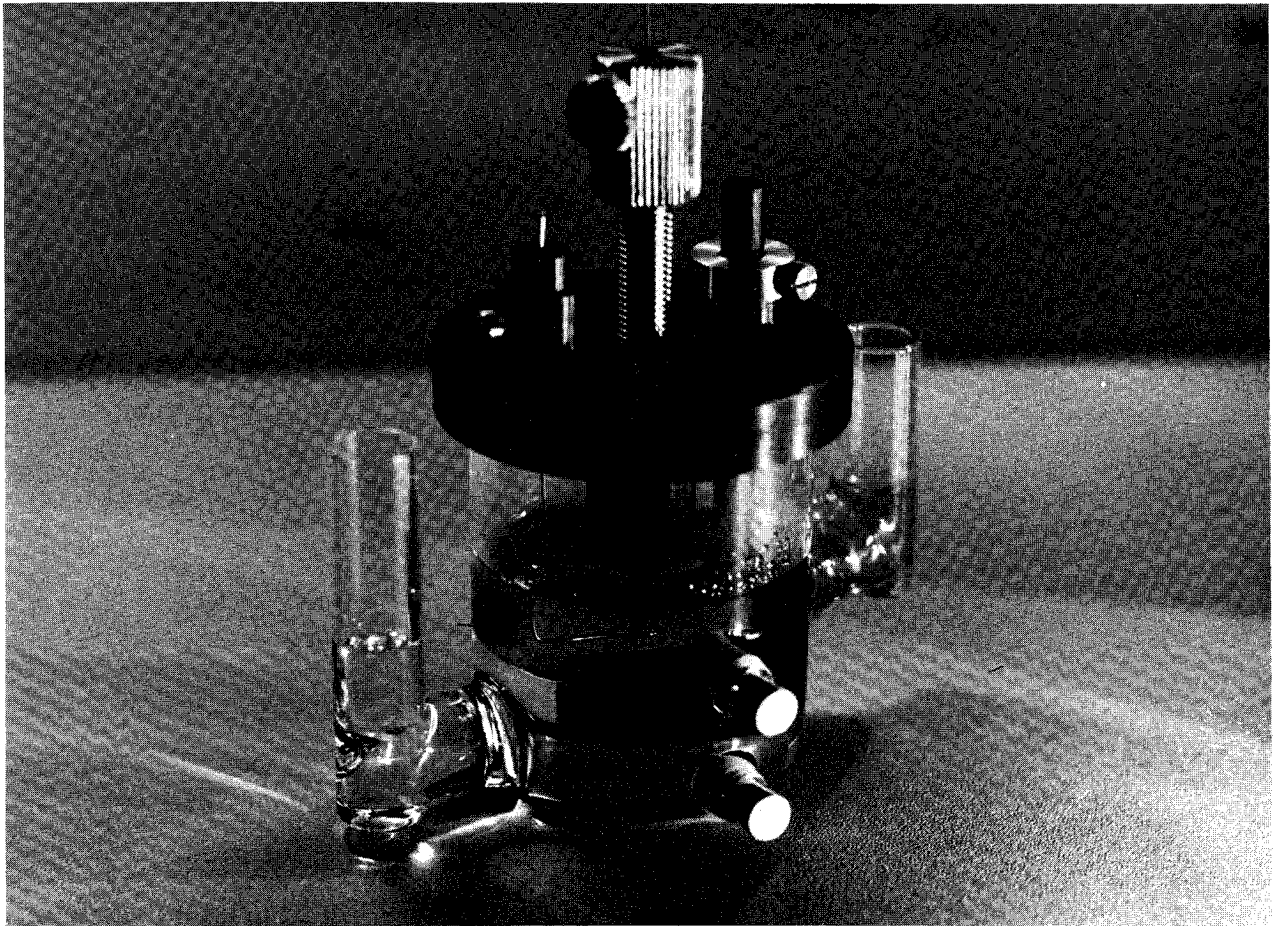
Die Sonden für die RTM werden aus 500 μm -Drähten hergestellt. Die Herstellungsverfahren sind dementsprechend so ausgelegt worden, daß das modifizierte Abreißverfahren auf Drähte verschiedener Dicke angewendet werden kann.

3.1.1 Tunnelspitzen

Das zur Herstellung verwendete Verfahren ist in Abb. 3.2 dargestellt.



a)



b)

Abbildung 3.2:

a) Skizze und b) Foto der Apparatur zur Herstellung von spitzen Sonden an dicken Drähten ($\varnothing > 100 \mu\text{m}$)

- E: Elektrolyt
- E1: Elektrode 1, Sondendraht
- E2: Elektrode 2, Ringelektrode
- I: Isolator-Flüssigkeit
- SF: Spitzenfänger
- S1: Sonde 1, spitze Sonde
- S2: Sonde 2, verbleibende stumpfe Sonde
- V: Spannungsquelle

Ein elektrisch leitender Draht (E1) mit einem Durchmesser größer $100 \mu\text{m}$, der im oberen Teil durch eine justierbare Hülle isoliert ist, taucht zu einem gewissen Teil in eine mehrschichtige Flüssigkeit (E, I). Im unteren Teil besteht diese Flüssigkeit aus einem Isolator (I) höherer Dichte und im oberen Teil aus dem Elektrolyten (E) geringerer Dichte. Die Spannung (V) liegt zwischen dem Sondendraht als Elektrode 1 (E1) und der ringförmig um den Sondendraht geführten Elektrode 2 (E2, $\varnothing = 5 \text{ mm}$) an.

Für den Herstellungsprozeß der Spitzen werden ein für den verwendeten Draht geeigneter Elektrolyt und Isolator (siehe Tabelle 3.1) gewählt, und die Isolatorhülle bezüglich der Elektrolyt-Isolatorflüssigkeit-Grenzschicht justiert. Der Isolator bildet dabei eine scharfe Begrenzung des Bereichs in dem der elektrochemische Prozeß stattfindet.

	El1	El2	E	I	Betriebsart	V_{St}/I_{St}
1.	W	Pt	0.5-1M NaOH (RTM-Spitzen)	CCl_4	erst ac dann dc	~2.5V/ 25mA
2.	W	Pt	Entwickler für Fotopos.* (Cantilever)	-	ac	-/ 0.5mA
3.	Ir	Graphit	5M NaCN/ 2M KOH (RTM-Spitzen)	CCl_4	ac	
4.	Pt/Ir	Graphit	5M NaCN/ 2M KOH (RTM-Spitzen)	CCl_4	ac	
5.	Cu	Pt	50% H_3PO_4 (RTM-Spitzen)	CCl_4	dc	
6.	Ni	Pt	75% H_3PO_4 / gesättigt (beides)	CrO_3 $CHBr_3$ -	erst ac dann dc dc	-/5mA -/5mA
7.	Fe	Pt	75% H_3PO_4 / gesättigt (beides)	CrO_3 $CHBr_3$ -	erst ac dann dc dc	

* Geraline 57c, Agfa

Tabelle 3.1:

Anordnungen für verschiedene Sondendrähte (El1). V_{St}/I_{St} : Strom-/Spannungsstartwerte.

Die Bezeichnungen sind entsprechend Abbildung 3.2 gewählt. Für die Fälle, in denen keine V/I-Startwerte (V_{St}/I_{St}) angegeben sind, sind die Strom-/Spannungsparameter so einzustellen, daß gerade keine Blasenentwicklung im Elektrolyten auftritt.

Es hat sich bewährt, den Draht ca. 10 mm in den Isolator einzutauchen (Länge der Sonden), und die Anordnung so zu justieren, daß ein 3 mm breites Stück des Drahts unisoliert bleibt. Die Ringelektrode wird zentrisch justiert. Danach beginnt das elektrochemische Eindünnen des Drahtes. Der üblicherweise verwendete Draht hat einen Durchmesser von 500 μm . In der Regel wird zur Beschleunigung des Prozesses zunächst geätzt, bis eine Dicke von ca. 50 μm erreicht ist. Danach folgt ein sanfter elektrochemischer Polierprozeß (Polierparameter siehe Tabelle 3.1), bis das untere Drahtstück abreißt und vom Spitzenfänger (SF) aufgenommen wird. Als Sonde wird in der Regel das vom Spitzenfänger aufgenommene Stück verwendet. Da es nach dem Abreißen unmittelbar den Stromkreis verlassen hat, ist es wesentlich spitzer als das verbleibende. Außerdem weisen die unteren Sonden eine verminderte Kontamination auf, da sie nach dem Abreißen in die von Elektrolyserückständen freie Isolatorschicht fallen.

Unter dem Lichtmikroskop sind bei ca. 120-facher Vergrößerung etwa 17 % der so hergestellten Wolframspitzen fehlerfrei (bei 83 % erkennt man Verbiegungen). Aus dieser Ausbeute weist dann im Elektronenmikroskop keine Sonde mehr Fehler in bezug auf Geometrie und Kontamination auf.

Bei Verwendung lichtmikroskopischer Qualitätskontrolle ist die Herstellung von Wolframspitzen mit einem minimalen Verrundungsradius von 10 nm bei einer typischen Streuung von ca. 40 nm möglich. Ein für diesen Herstellungsprozeß typisches Ergebnis ist in Abb. 3.3 dargestellt.

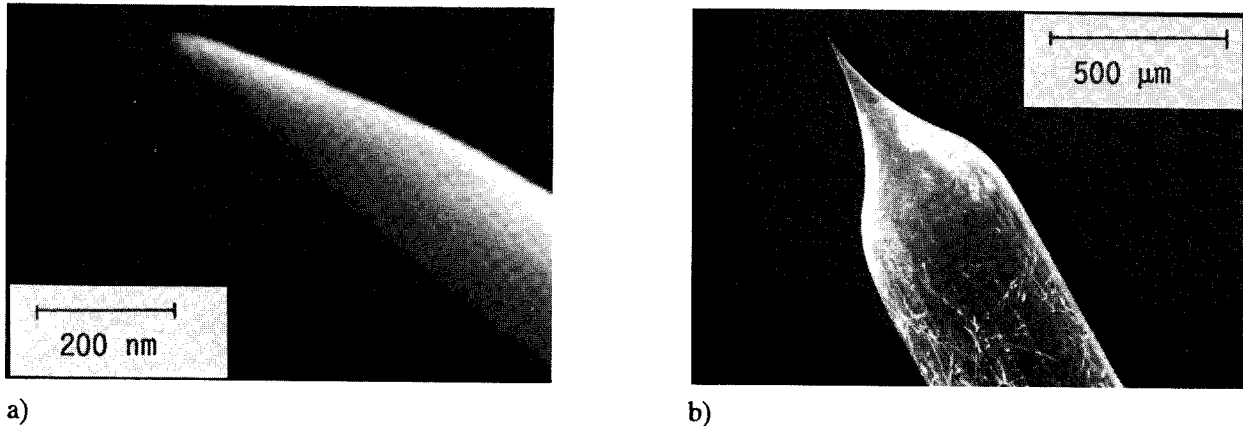


Abbildung 3.3:

REM-Aufnahmen einer Wolframspitze mit einem Verrundungsradius von 10 nm an einem 500 µ-Draht bei hoher Vergrößerung a) und bei geringerer Vergrößerung b).

Nickelspitzen zeigen in der Regel unter dem Lichtmikroskop bei geeigneter Position der Lichtquelle einen Reflex am Spitzenende, resultierend aus einem geometrischen Fehler (Verbiegung durch die geringe Härte des Materials) im Submikrometer-Bereich. Wendet man die unter 3.1.2 beschriebene Nachbehandlung an, so ist eine Herstellung von Nickelspitzen mit einem minimalen Verrundungsradius von 50 nm bei einer typischen Streuung von ca. 150 nm möglich (siehe auch Abb. 3.12b).

3.1.2 Biegeelemente (Cantilever) für die Kraftmikroskopie

Zur Herstellung von Biegeelementen für die Kraftmikroskopie müssen Spitzen an sehr dünnen Drähten angebracht werden. Um dies zu ermöglichen, ohne den Draht zu beschädigen (Knicke), wird ein Lamellen-Polierverfahren angewendet. Das Herstellungsverfahren ist in Abb. 3.4 schematisch dargestellt.

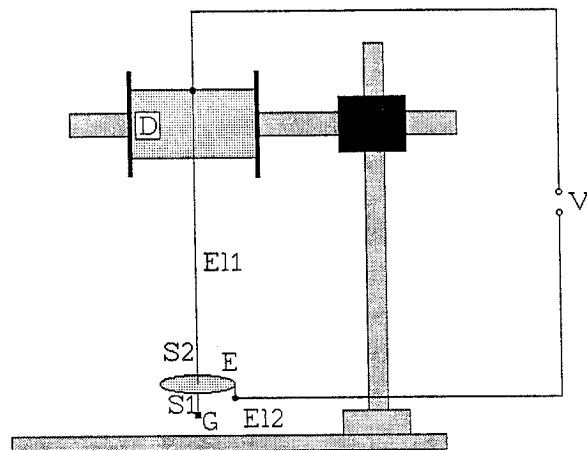


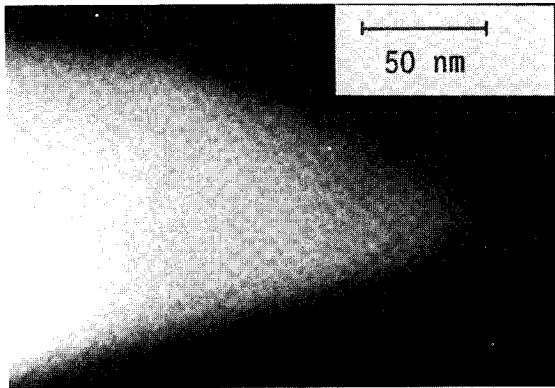
Abbildung 3.4:

Skizze der Apparatur zur Herstellung von spitzen Sonden an dünnen Drähten ($\phi < 100 \mu\text{m}$).

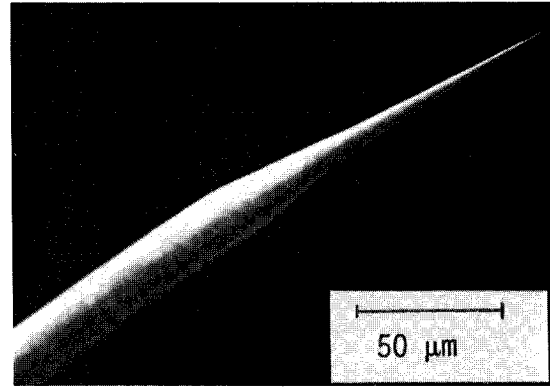
- D: Drahtrolle
- E: Elektrolytfilm
- E11: Elektrode 1, Sondendraht
- E12: Elektrode 2, Ringelektrode
- G: Gewicht (typische Masse 1g)
- S1: Sonde 1, verbleibende stumpfe Sonde
- S2: Sonde 2, zurückbleibende stumpfere Sonde
- V: Spannungsquelle

Ein elektrisch leitender Draht als Elektrode (E11) mit einem Durchmesser $< 100 \mu\text{m}$ taucht durch eine Elektrolyt-Lamelle (E), die in einer weiteren, ringförmigen Elektrode (E12, $\phi = 5 \text{ mm}$) aufgespannt ist. In diesem Fall wirkt die umgebende Luft als Isolator. Die Eindünnung des Drahts erfolgt mittels des elektrochemischen Prozesses. Da der Ausgangsdraht schon eine vergleichsweise geringe Dicke hat, erübrigt sich der Ätzprozeß und es kann sofort zum Polieren übergegangen werden. Allerdings ist der Spielraum für das Einstellen der Polierparameter erheblich geringer als bei Verfahren 3.1.1. Es hat sich weiterhin erwiesen, daß die Verwendung von Natronlauge für die Herstellung von Wolframspitzen hier nicht möglich ist. Offenbar bildet sich beim System Wolfram/Natronlauge, geometrisch bedingt, nicht die für den Polierprozeß nötige Schichtung im Anolyten (siehe 3.1.3) aus. Ein weiterer Grund ist die geringere Viskosität der Natronlauge im Vergleich zu den verwendeten Elektrolyten.

Für die Herstellung besonders spitzer Sonden hat sich folgendes Verfahren bewährt: Zunächst werden lange, schlank zulaufende Spitzen hergestellt. Eine optimierte Geometrie wird unter ständiger lichtmikroskopischer Kontrolle durch wiederholtes Eintauchen in die Lamelle bei Polierbedingungen gewonnen. Ein typisches Ergebnis ist in Abb. 3.5 dargestellt.



a)



b)

Abbildung 3.5:

a) REM-Aufnahmen einer Nickelspitze mit einem Verrundungsradius von 10 nm an einem 25 µm-Draht bei hoher Vergrößerung.

b) REM-Aufnahme der Spitze bei geringer Auflösung.

In einem letzten Schritt entstehen die Cantilever für das RKM dadurch, daß ein 0,1-0,5 mm langes Ende, gemessen von der Spitze der Sonde, um 90° abgewinkelt wird.

Die nach diesem Verfahren hergestellten Wolframsonden aus 25 µm-Drähten (Goodfellow) haben bei Verwendung von Anordnung 2 (Abb. 3.4, Tabelle 3.1), bei einem Startstrom $I_{\text{eff}} = 0,5 \text{ mA}$ einen mittleren Verrundungsradius von 60 nm mit einer typischen Streuung von 50 nm.

Die Nickelsonden aus 25 µm-Drähten (Goodfellow) zeigen bei einem Startstrom $I_{\text{eff}} = 5 \text{ mA}$ einen mittleren Verrundungsradius von 50 nm mit einer Streuung von 60 nm, wobei 78 % einen Verrundungsradius $\leq 50 \text{ nm}$ haben (Abbildung 3.5).

3.1.3 Grundlagen zur Herstellung von Spitzen

Wie dargestellt, bildet ein elektrochemischer Polierprozeß die Grundlage zur Spitzenherstellung. In den meisten Fällen (z.B. bei der Herstellung von Wolfram-Tunnelspitzen mit NaOH als Elektrolyten) wird dieser Prozeß dadurch bewirkt, daß im Gleichspannungsmodus, bei einer gewissen Konzentration des Elektrolyten, ein durch die gewählte Konfiguration bestimmter Spannungs-/Stromwert eingestellt wird.

Trägt man den Strom I gegen die Spannung V - gemessen an der Polierapparatur - auf, so zeigt sich ein charakteristischer Verlauf der Kurve (Abbildung 3.6), der durch den elektrochemischen Vorgang an der Anode geprägt wird /67, 68/.

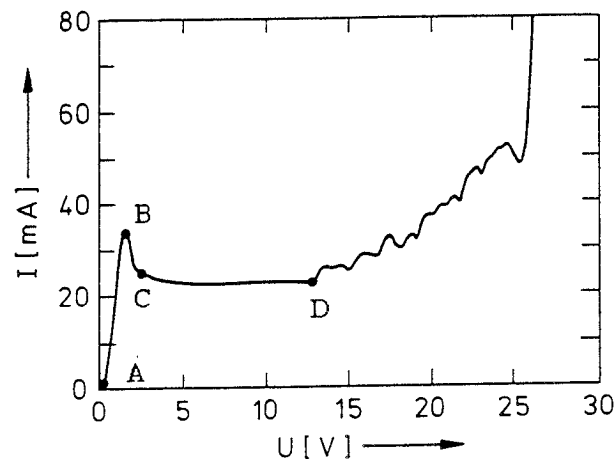


Abbildung 3.6:

An der Polierapparatur (Abb. 3.2) gemessene I(V)-Kennlinie eines als Anode geschalteten Wolframdrahts in 0,7 M Natronlauge. Als Kathode diente, entsprechend Tabelle 3.1, eine Platin-Ringelektrode. Die Bedeutung der charakteristischen Punkte A - D ist im Text beschrieben.

Die einzelnen Kurvenabschnitte lassen sich folgendermaßen erklären /68/:

Im Bereich A-B gehen Metall-Ionen der Anode ungehindert in die Polierlösung; es erfolgt ein Ätzprozeß. Ausgehend von Punkt B unterscheidet sich der Anolyt von der übrigen Lösung. Nunmehr gehen die Metall-Ionen, bedingt durch ihre endliche Beweglichkeit, schneller in Lösung, als bereits bestehende zur Kathode abgeführt werden. Die entstehende Schicht aus Metall-Ionen führt zum Abknicken der Kennlinie in B. Im Bereich B-C führt die zusätzliche Ausbildung einer hochohmigen, passiven Deckschicht zum stetigen Anstieg des Widerstands der Anordnung. In der Kennlinie macht sich dieser Prozeß im Anolyten auch dadurch bemerkbar, daß beim bidirektionalen Durchlaufen der Kurve eine Hysterese auftritt (Abbildung 3.7).

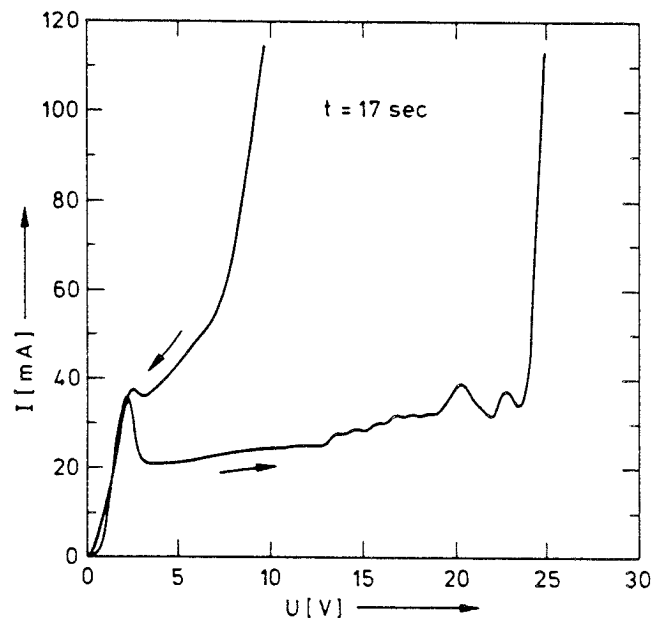


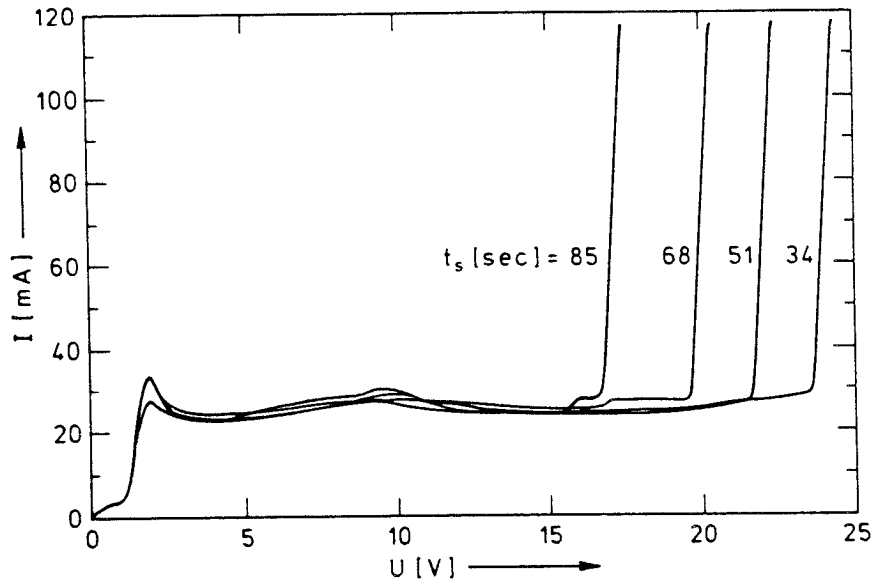
Abbildung 3.7:

$I(V)$ -Kennlinie, die entsprechend derjenigen in Abb. 3.6 aufgenommen wurde. Hier wurde die Kennlinie jedoch bei ansteigender ($\rightarrow$) und zusätzlich bei abfallender Spannung ($\leftarrow$) registriert. Die Dauer für einen Zyklus betrug 17 sec.

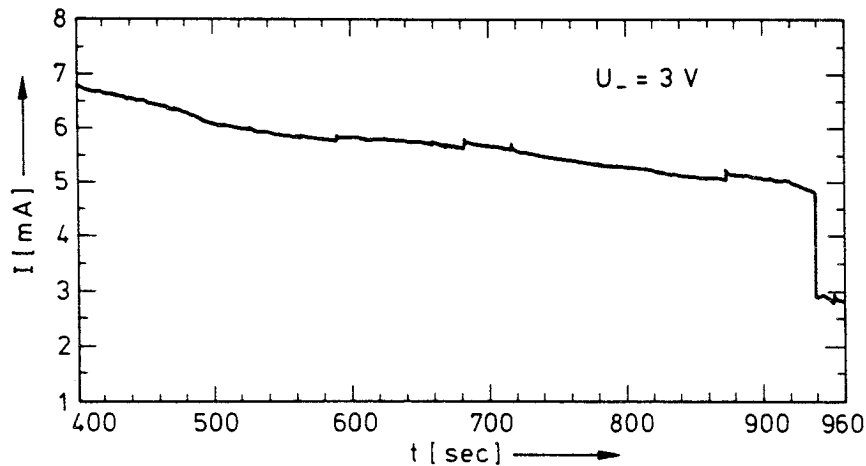
Ab D schließlich, tritt Gasentwicklung (Sauerstoffabscheidung) auf, die zu einer Zerstörung der Deckschichten führt.

Zum Polieren wird der Strom-/Spannungsparameter so eingestellt, daß man sich auf dem Plateau zwischen den Punkten C und D befindet. Das Ablaufen des Polierprozesses in diesem Bereich wird in der Literatur /67, 68/ häufig dadurch erklärt, daß die viskose Anolyt-Schicht über Erhebungen dünner ausgebildet ist als über Vertiefungen. Höher gelegene Punkte auf der Oberfläche werden deshalb schneller abgetragen als tiefer liegende. Die passive Deckschicht bewirkt ein schonendes Abtragen der Oberfläche.

Der Anfangsparameter des Strom-/Spannungswerts bleibt wegen der sich verändernden Anodenfläche während des Poliervorgangs zeitlich nicht konstant. In Abbildung 3.8 sieht man, daß sich die Breite des Plateaus verringert (Abbildung 3.8a), und der eingestellte Stromwert abfällt (Abbildung 3.8b).



a)



b)

Abbildung 3.8:

Versuchsaufbau wie in Abb. 3.2;

a) der Spannungswert, bei dem der charakteristische Anstieg der Kennlinie, bewirkt durch Gasabscheidung (Ätzen), auftritt, erniedrigt sich bei in gewissen Zeitabständen (hier $\Delta t = 17$ sec) aufgenommen Kurven sukzessive.

b) Zeitliches Verhalten des Stroms unter Polierbedingungen ($U = 3$ V). Die Stufe markiert den Punkt in dem der Abreißprozess stattfindet.

Es wird deshalb ein Spannungswert am Anfang des Polierplateaus eingestellt. In der Praxis wird zur Beschleunigung des gesamten Prozesses anfänglich im Wechselspannungs-Modus gearbeitet. Hierbei findet ein grober Abtrag der Oberflächenschichten bei Gasentwicklung [$I(t)$ -Kurve, Abbildung 3.9] statt. Die $I(t)$ Kurve

des Gleichspannungs-Polierprozesses (Abbildung 3.8b) hat im Vergleich zu derjenigen des Wechselspannungs-Ätzprozesses einen "glatteren" Verlauf.

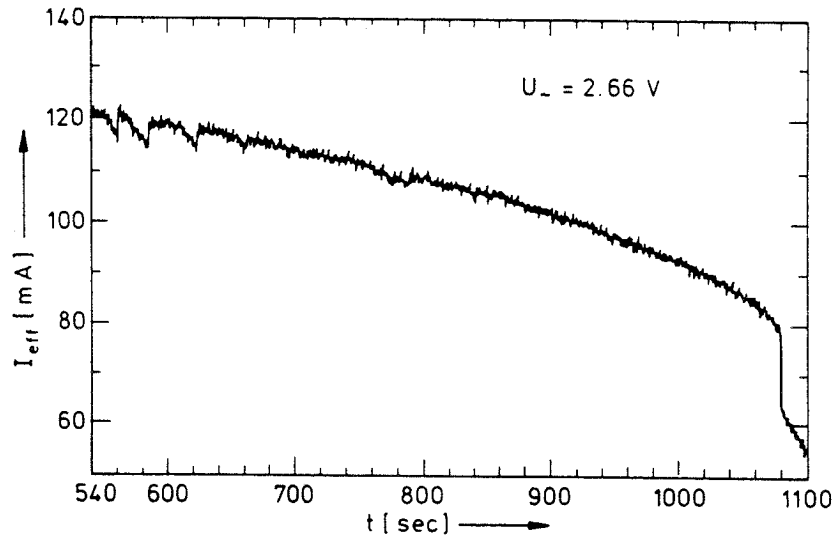


Abbildung 3.9:

Zeitliches Verhalten des Stroms bei einer angelegten Wechselspannung ($U_{eff} = 2,66 \text{ V}$). Die Stufe markiert den Punkt, in dem der Abreißprozeß stattfindet. In der Praxis wird dieser Punkt nicht erreicht.

Trotz des nivellierenden Abtrags der Oberflächen beim Gleichspannungs-Polieren führen Material-Inhomogenitäten zu einem Einfluß auf die anodische Behandlung.

Inhomogenitäten sind dabei:

- a) Einschlüsse im Material, wie z.B. Poren, Risse und Hohlräume;
- b) örtliche Unterschiede der chemischen Zusammensetzung;
- c) physikalische Unterschiede im kristallinen Aufbau.

Bei der Herstellung der Spitzen zeigte sich, daß vor allem a) und c) der obigen Aufstellung von Bedeutung sind. Einerseits führen die Korngrenzen (Körner mit Durchmessern von der Größenordnung einiger Mikrometer) zu einer Furchung der Oberfläche (Abbildung 3.10d). Andererseits sind Materialverzerrungen resultierend aus der Zugvorbehandlung des Materials (Abbildung 3.10a,b) von Bedeutung. Bisweilen sind auch Ätzspuren durch uneinheitliche Elektrolyse (Abbildung 3.10e) erkennbar.

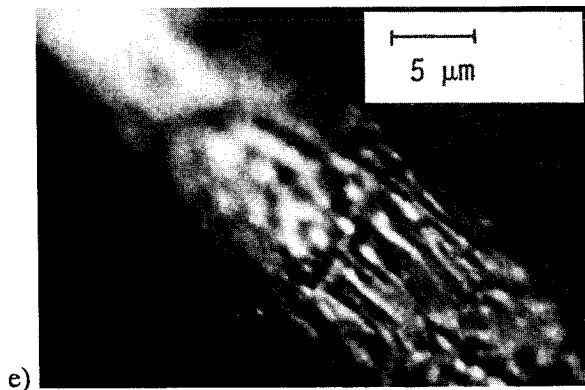
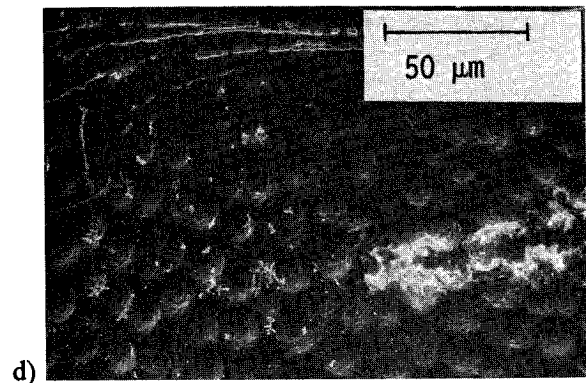
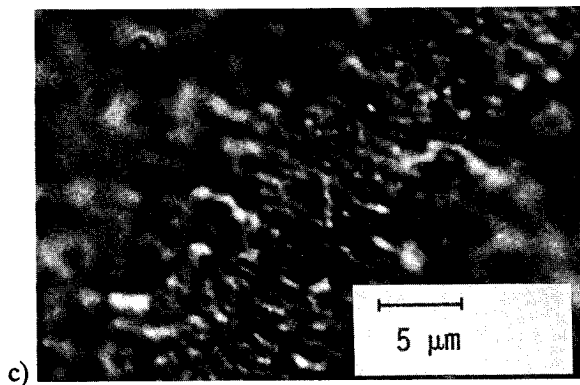
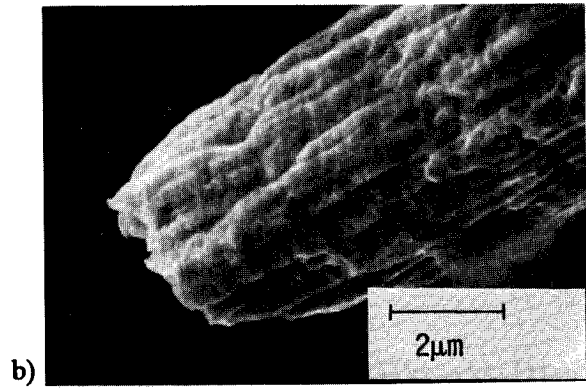
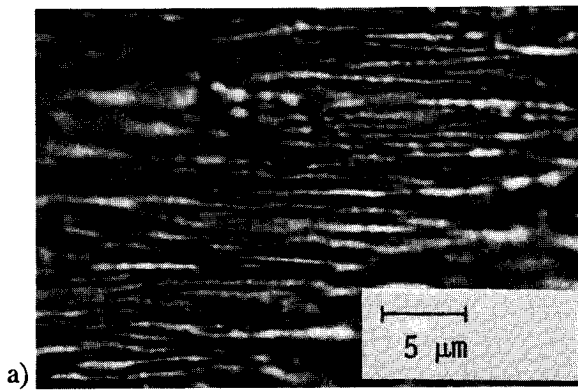


Abbildung 3.10:

a), c), e) Interferenzkontrast-Bilder nach Nomarski und b), d) REM-Bilder einer Wolframspitze nach dem elektrochemischen Ätzen in Natronlauge.

Die Seitenansichten a) und b) zeigen entlang des Drahtes Inhomogenitäten, bedingt durch die Zugvorbehandlung.

Die Aufsicht c) und d) zeigt die ursprünglichen Körner (Durchmesser einige Mikrometer).

e) Kreisförmige Ätzspur durch uneinheitliche Elektrolyse.

Der Zustand des äußersten, für die Raster-Sonden-Mikroskopie relevanten Apex-Bereiches der Spitze ist jedoch in der Regel von diesen Phänomenen nicht beeinflusst.

Nach der Elektrolyse ist eine Nachbehandlung der Spitzen mit deionisiertem Wasser und reinem Methanol nötig, um Elektrolytreste (Abbildung 3.11) zu entfernen.

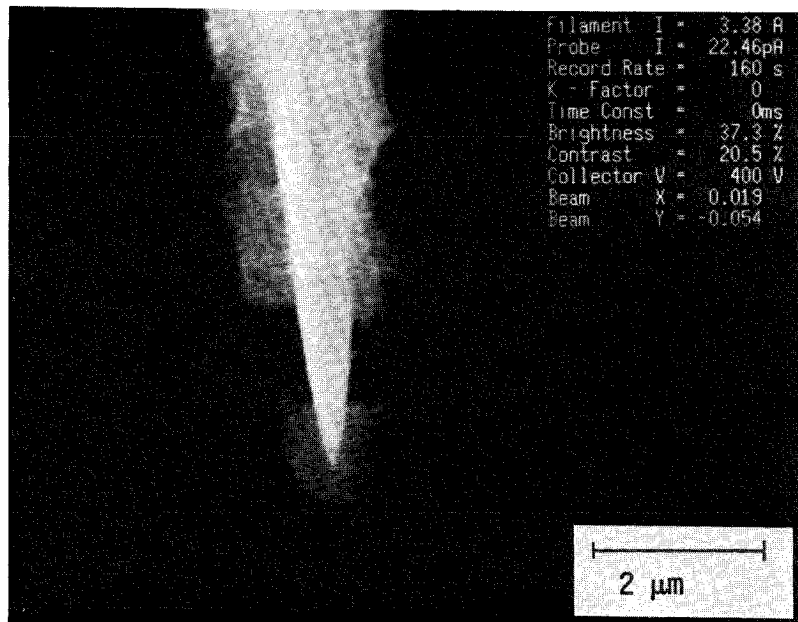


Abbildung 3.11:

Sonde, die nicht in deionisiertem Wasser und reinem Methanol nachbehandelt wurde.

Nach diesem Herstellungsprozeß weisen frisch präparierte Spitzen einen kontaminationsfreien Scheitelbereich auf (Abbildung 3.12, siehe aber auch D.K. Biegel-sen et al. /69/ und J. Garnaes et al. /70/).

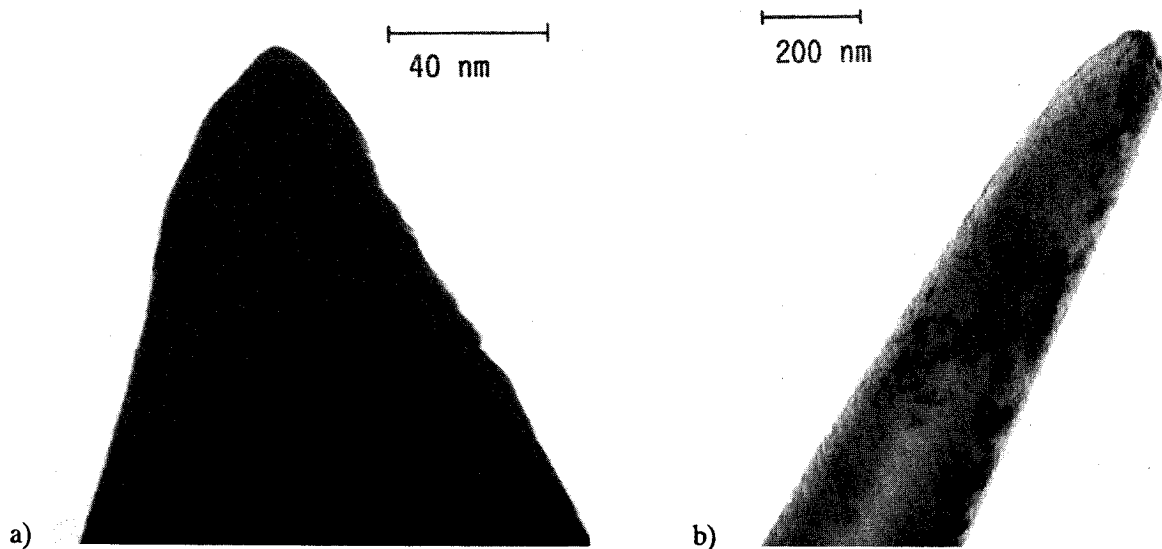


Abbildung 3.12:

a) TEM-Aufnahme einer Wolframspitze.

b) TEM-Aufnahme einer Nickelspitze.

Die Aufnahmen zeigen keine Kontaminationen auf frisch präparierten, gereinigten Spitzen.

Allerdings unterliegen die Spitzen an Luft einem raschen Alterungsprozeß (Abbildung 3.13). Eine detaillierte Darstellung der Korrosionsmechanismen findet man z.B. bei Masing /71/.

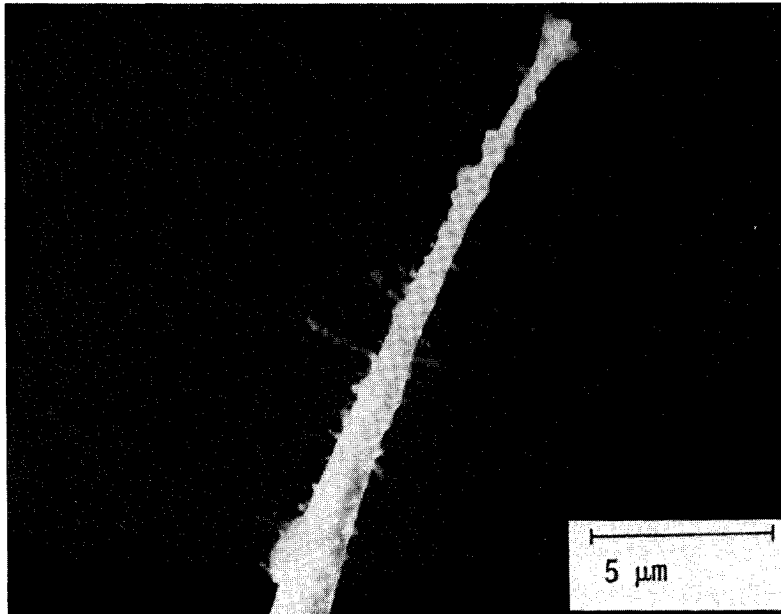


Abbildung 3.13:
Wolframspitze nach sechsmonatiger Lagerung an Luft. Die Spitze weist Dendriten auf.

3.2 Sonden mit gezielt beeinflusstem Scheitelbereich für die Magnetfeldmikroskopie

Unter "Sonden mit gezielt beeinflusstem Scheitelbereich" sollen im folgenden speziell die nach dem unter 3.2.2ff beschriebenen Schmelzverfahren hergestellten Sonden verstanden werden, da die unter 3.2.1 aufgezeigten Alternativverfahren Mängel aufweisen, die gegenwärtig eine reproduzierbare Herstellung der Sonden unmöglich machen.

Die Sondenherstellung mit dem Schmelzverfahren hat folgende Vorteile:

- Die kugelige Gestalt des Apexbereichs dieser Sonden (deshalb im folgenden Kugelsonden genannt) bewirkt, daß die Sonden eine definierte Orientierung in bezug auf die Probenoberfläche besitzen, was für den Einsatz in allen RKM-Verfahren günstig erscheint.

- Die günstige Geometrie bewirkt ein vermindertes Eigenstreufeld der magnetischen Sonden. Dies minimiert die destruktive Einwirkung der Sonden auf die Probe.
- Die Minimierung des Volumens des magnetisch relevanten Bereichs bei zweikomponentigen Sonden (bestehend aus einer unmagnetischen Nadel mit einer ferromagnetischen Nickelkugel am Ende) ermöglicht es, die effektive Länge und Breite (siehe auch Kapitel 2.4) der Sonden zu verkleinern und folglich die Auflösung zu erhöhen.

3.2.1 Gegenüberstellung verschiedener Verfahren

Auf eine Eignung zur gezielten Beeinflussung des Apexbereiches einer Spitze wurden folgende drei Verfahren untersucht:

1. Aufdampfverfahren,
2. elektrolytisches Abscheideverfahren,
3. Schmelzverfahren.

Zu 1:

Das Aufdampfverfahren (Abbildung 3.14) hat den Nachteil, daß die Beeinflussung des Apexbereiches nicht sonderlich gezielt ist. Auch im Schaftbereich der Sonde werden mit diesem Verfahren erhebliche Mengen Materials aufgebracht. Damit verfügt die Sonde nicht über ein lokalisiertes, magnetisch aktives "Detektor-Volumen".

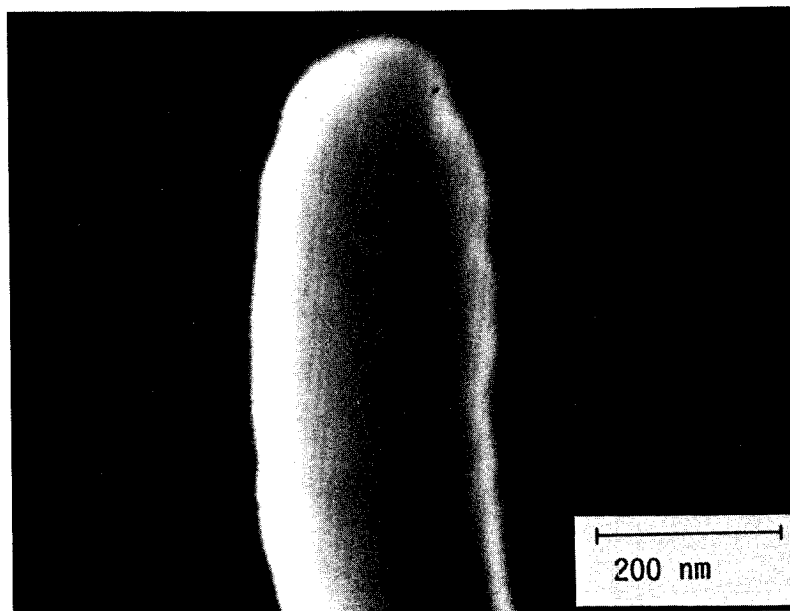


Abbildung 3.14:

Mit Nickel bedampfte Wolframspitze. Die Nickelschicht bildet eine gleichmäßige, ca. 100 nm dicke Deckschicht über der Spitze, die ursprünglich einen im REM gemessenen Verrundungsradius von ca. 10 nm hatte.

Zu 2:

Ein elektrolytisches Auftragen von Nickel auf einer Wolframspitze ist durch galvanisches Abscheiden von metallischem Nickel aus einer mit Phosphorsäure versetzten, wässrigen NiSO_4 -Lösung möglich. Die Wolframspitze wird hierbei als Kathode und eine Graphit-Elektrode als Anode geschaltet. Bei einer Spannung von 5V wächst das metallische Nickel in dieser Anordnung dendritisch an der Wolframkathode auf (siehe Abbildung 3.15).

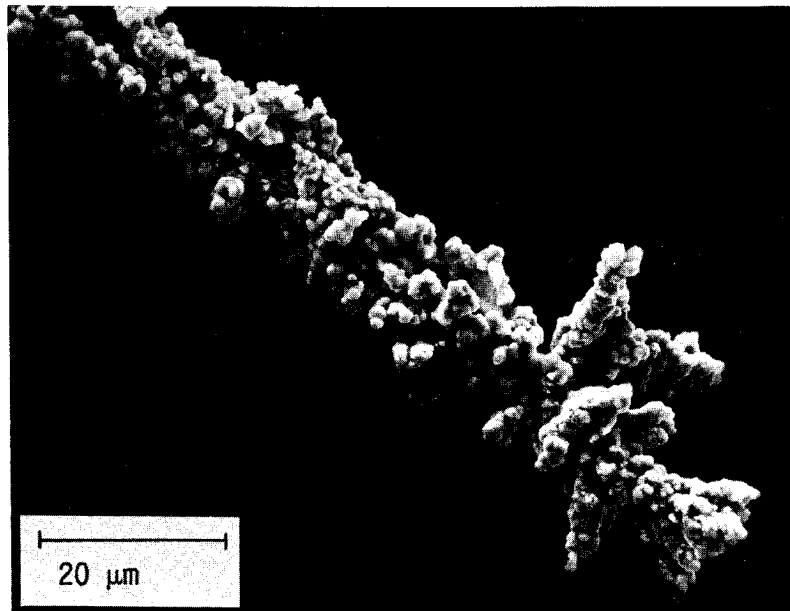


Abbildung 3.15:

Bei großen Abscheidungsmengen ist deutlich die dendritische Gestalt des abgeschiedenen Nickels zu erkennen.

Eine Variation der Abscheidemenge ist durch Variation des Zeitraums, in dem Spannung anliegt, möglich. Ein sehr gezieltes Auftragen von Material am Apex der Spitze erreicht man durch eine spezielle geometrische Anordnung der Elektroden, die in Abb. 3.16 dargestellt ist.

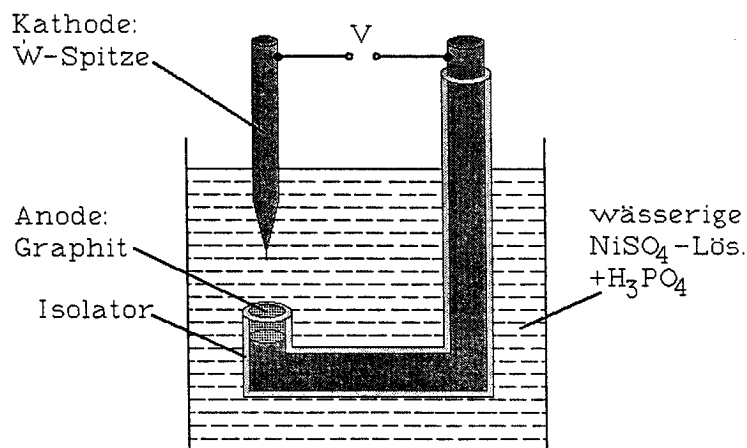


Abbildung 3.16:

Skizze der Apparatur zur galvanischen Vernickelung.

An der Spitze der Nadel herrscht bei der obigen Anordnung die höchste Feldstärke, so daß sich bevorzugt am Apexbereich Material abscheidet (siehe Abbildung 3.17).

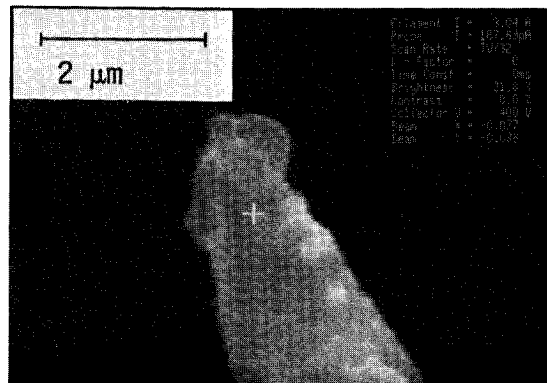


Abbildung 3.17:

In der Apparatur nach Abbildung 3.16 vernickelte Wolframspitze nach einer für ca. 100 msec angelegten Spannung von 5 V. Die Markierung liegt direkt unterhalb des abgeschiedenen Nickels.

Nachteile dieses Verfahrens sind das unregelmäßige Aufwachsen (geringe Dichte; kleine Kristallite, Hohlräume) des Nickels und die Tatsache, daß Verunreinigungen der Aufwachsschichten (siehe Spektrum in Abbildung 3.18) nur schwer vermeidbar sind.

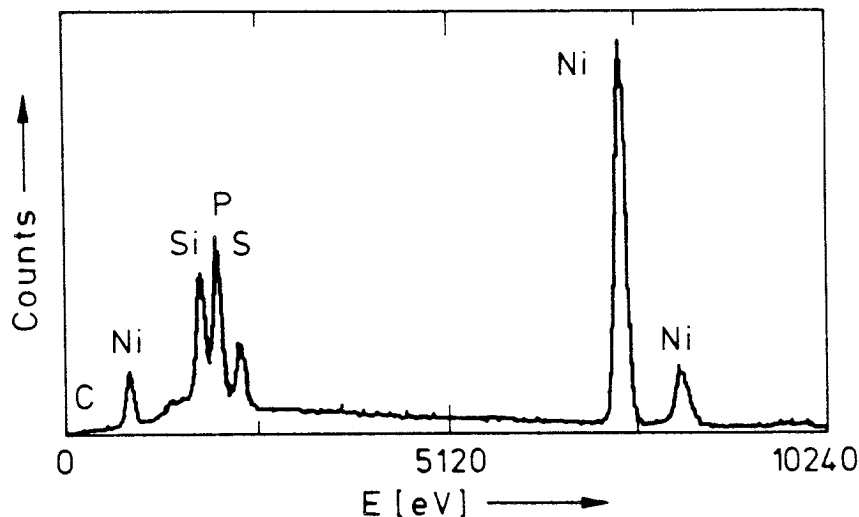


Abbildung 3.18:

Typisches Röntgenspektrum (EDX-Verfahren) einer vernickelten Wolframspitze. Die Peaks der Elemente C, P und S resultieren aus Verunreinigungen vom galvanischen Prozeß. Der Si-Peak wird durch den Detektor verursacht.

Zu 3:

Eine Lösung der bei den bisher diskutierten Verfahren auftretenden Probleme stellt das im folgenden beschriebene Schmelzverfahren dar. Bei diesem Verfahren wird ein elektrischer Kontakt zwischen einer Metallfolie und einer Spitze hergestellt. Nach Anlegen einer Spannung wird dann ein Schmelzprozeß ausgelöst, bei dem Material der Folie und/oder der Spitze geschmolzen wird und eine Kugelsonde entsteht.

3.2.2 Experimenteller Aufbau des Schmelzverfahrens

Es wurde im Rahmen dieser Arbeit eine Apparatur konzipiert und aufgebaut, die es gestattet, durch einen Schmelzprozeß den Scheitelpunkt einer Spitze im Nanometerbereich gezielt zu beeinflussen. Speziell soll es die Apparatur ermöglichen, am Scheitel einer metallischen Spitze Kugeln aus Metall mit einer minimalen Größe von einigen 10 nm anzubringen. Dieses Schmelzverfahren erfolgt nach dem unter 3.2.1 beschriebenen Konzept.

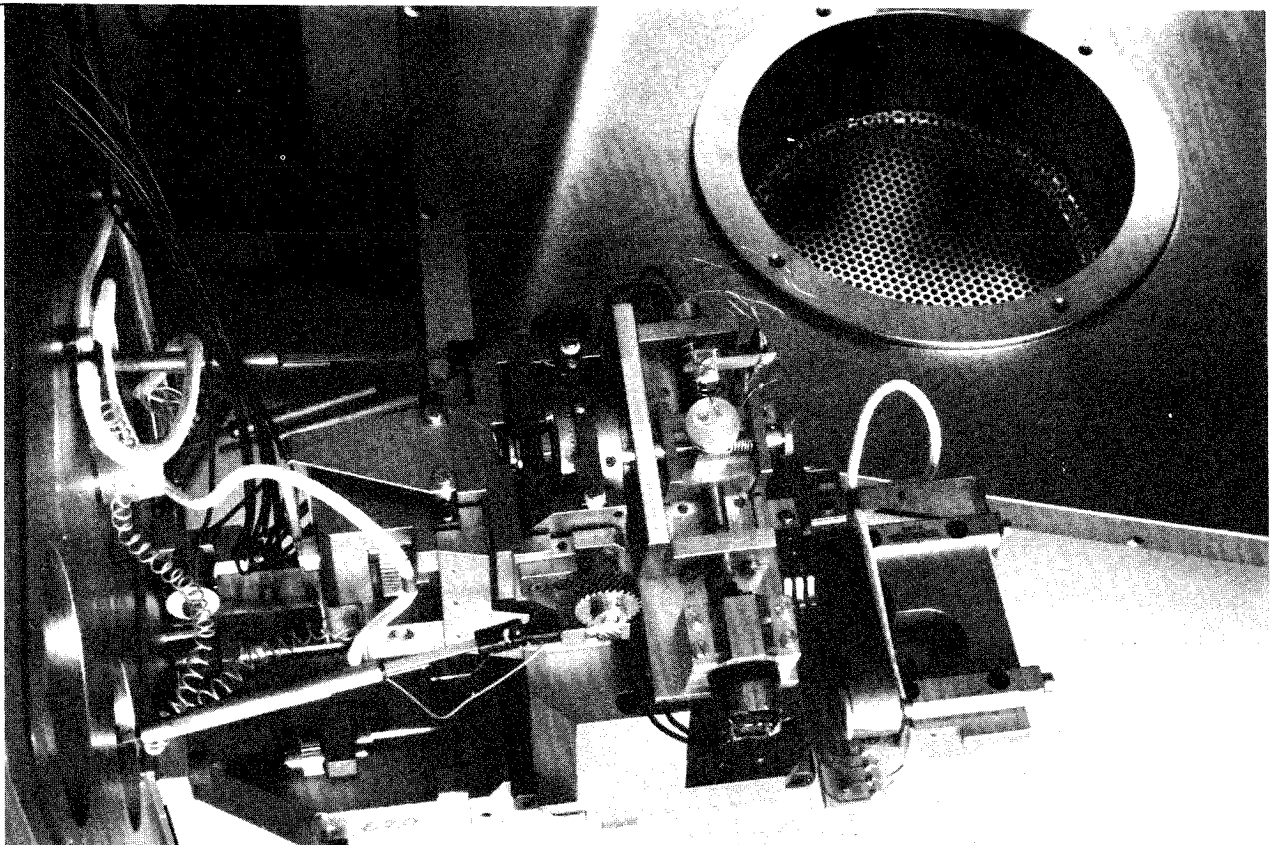
Die Apparatur muß folgende Kriterien erfüllen:

1. Saubere Bedingungen (Vakuum), um die Deposition von reinem, metallischem Material zu ermöglichen.
2. Zerstörungsfreie Vertikal(z)-Positionierbarkeit der Spitze.
3. Lateral(y)-Positionierbarkeit, so daß mehrere Schmelzexperimente möglich sind.
4. In situ Kontrollmöglichkeit des Positionier- und Schmelzvorganges.
5. Qualitative Kontrollmöglichkeit bezüglich des Ergebnisses des Schmelzvorganges.

Abbildung 3.19 zeigt die Gesamtansicht der hierzu verwendeten Apparatur sowie Details des mechanischen Aufbaus.



a)



b)

Abbildung 3.19:

Konzeption der Mikroschmelzapparatur:

- a) Elektronenmikroskop, Ansteuerungseinrichtungen für die Positionierer sowie die Spannungsquelle und die Meßgeräte zur Steuerung des Schmelzprozesses.
- b) Mechanische Komponenten der Mikroschmelzapparatur im Elektronenmikroskop.

Der prinzipielle Aufbau der Apparatur ist in Abb. 3.20 dargestellt.

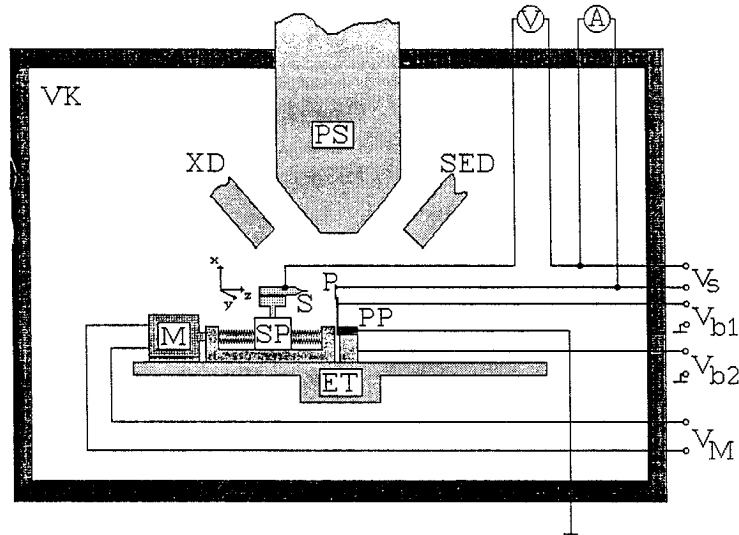


Abbildung 3.20:

Aufbau der im Elektronenmikroskop installierten Mikroschmelzapparatur:

- ET: REM-Probenhalter
- M: Motorantrieb für den Mikrometer-Positionierer
- P: Filmelektrode
- PP: Bimorph-Piezo-Positionierer
- S: Sondenelektrode
- SP: mechanischer Grobpositionierer für die Sonde
- V_s, V_{b1}, V_{b2}, V_M : Spannungszuführungen für die elektronischen Komponenten der Apparatur
- PS: Polschuh des REM
- SED: Sekundärelektronen-Detektor
- XD: Röntgendetektor
- VK: Vakuumkammer

Installiert wurde die Apparatur auf einem gewöhnlichen REM-Probenhalter (ET). Durch Kombination mit der elektronenmikroskopischen Beobachtungsmöglichkeit (REM vom Typ Cambridge Instruments, Stereoscan 360) sind die Kriterien 1, 4 und 5 der obigen Aufstellung erfüllt.

Die integrierte Mikroanalyse-Einrichtung (Tracor Northern, Micro-ZII) des Elektronenmikroskops ermöglicht eine nachträgliche Untersuchung der Materialzusammensetzung der hergestellten Sonde. In der Probenkammer (VK) des REM wird ein Vakuum von 10^{-3} Pa erreicht.

Die Positioniereinrichtung (Abbildung 3.20) besteht aus einer mechanischen y-Positionierung, die vor dem Einbau in das Mikroskop stattfinden kann, und einer motorgetriebenen (M) z-Positionierung, mit der minimale Schrittweiten von $10\text{ }\mu\text{m}$ möglich sind und ein Bereich von maximal ca. 2 cm überstrichen werden kann. Neben dieser groben Positionierung der Sondenelektrode (S) ermöglicht ein z-y-Bi-

morph-Piezo-Positionierer (PP) die feine Endpositionierung der Filmelektrode (P) in bezug auf die Spitze (S).

Bei der maximal zulässigen Spannung von ± 150 V für die verwendeten Bimorph-Piezoelemente (Typ PXE-5, Fa. Philips) erreicht man nach Firmenangaben eine Auslenkung von 215-280 μm (Peak-to-Peak), so daß ein ausreichender Überlapp der jeweiligen Arbeitsbereiche von Grob- und Feinpositionierung besteht. Eine Positionierung der gesamten Apparatur in bezug auf die elektronenmikroskopischen Komponenten erfolgt mittels der dreidimensionalen Positioniereinrichtung des Standard-Probentisches.

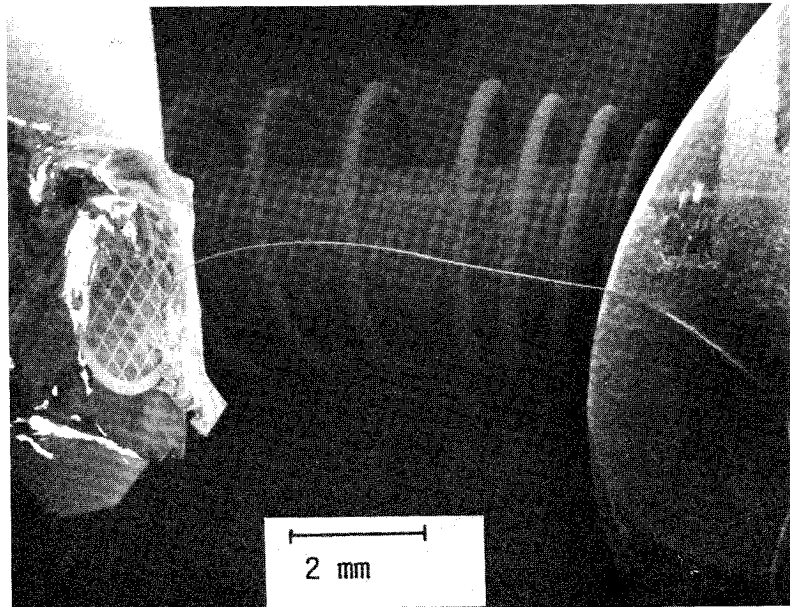
Neben dieser Positioniermechanik besteht die Apparatur aus elektronischen Komponenten für die Steuerung des Schmelzprozesses. Entsprechend der in 3.2.1 beschriebenen Konzeption werden Sondenelektrode und Filmelektrode durch ein regelbares Netzteil (HP 6205B Dual DC Power Supply) mit einem Spannungsbereich 0-60 V ($I_{\text{max.}} = 2\text{A}$) betrieben (V_s). Mittels eines Pulsgenerators (Anhang VIII) ist zusätzlich eine pulsförmige Stromzufuhr möglich. Strom und Spannung werden mittels entsprechender Meßinstrumente überwacht.

3.2.3 Durchführung des Schmelzexperiments

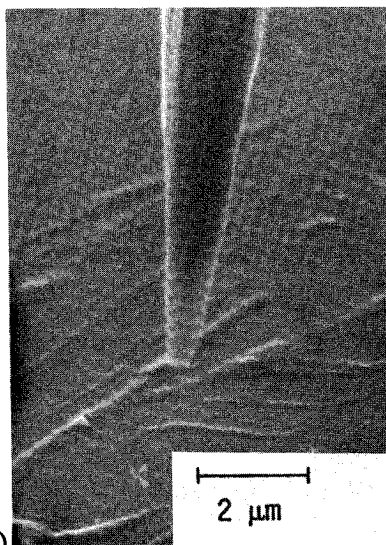
In einem ersten vorbereitenden Schritt wird die metallische Folienelektrode hergestellt. Dazu wird ein Objektträger, wie in der Lichtmikroskopie verwendet, mit einer abschwemmbar Substanz (z.B. Schmierseife) versehen. Mittels eines Aufdampfprozesses wird eine dünne Metallschicht aufgetragen. Die Metallschicht wird sodann durch Eintauchen in eine geeignete Flüssigkeit (i.a. Wasser) entfernt und mit einem TEM-Netz ($\varnothing = 3$ mm, Maschenweite ca. 300 μm) aufgefangen. Die nach diesem Verfahren hergestellten Nickel-Filme hatten typischerweise Filmdicken von einigen 10 nm bis 100 nm. Alternativ wurden auch Filme hergestellt, indem in TEM-Netzen eingespannte Formvar-Lackfilme mit Metall bedampft wurden. Diese Folien bewährten sich jedoch nicht im Schmelzverfahren, da an den hergestellten Kugeln in der Regel Lackfilmreste verblieben.

Im zweiten vorbereitenden Schritt findet unter einer Stereolupe der Einbau der mit Leitsilber auf einem Probenteller aufgeklebten Sondenelektrode in die Positioniereinrichtung statt. Mit der mechanischen y-Positionierung und der motorgetriebenen z-Positionierung erfolgt eine grobe Vorpositionierung in bezug auf die mit Leitsilber befestigte Filmelektrode. Der eigentliche Schmelzprozeß findet in der REM-Probenkammer unter elektronenmikroskopischer Kontrolle statt. Mit der motorgetriebenen z-Positionierung stellt man grob einen Abstand von ei-

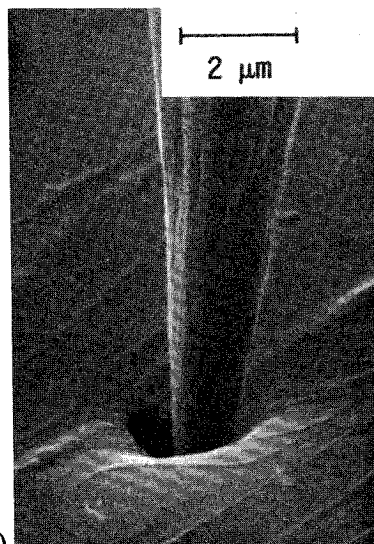
nigen $10\text{ }\mu\text{m}$ ein. Für die verbleibende Abstandsverminderung bis zum Kontakt zwischen Spitze und Filmelektrode verwendet man den Bimorph-Positionierer. Ist ein elektrischer Kontakt hergestellt, so schmilzt bei Anlegen einer elektrischen Spannung das Spitzen- und/oder Folienmaterial, bis der elektrische Kontakt unterbrochen ist (siehe Abbildung 3.21). Bedingt durch die Oberflächenspannung des flüssigen Metalls erstarrt die Schmelze in Form einer mehr oder weniger regelmäßigen Kugel. Die Schmelzexperimente sind in der Regel bei einer Spannung zwischen 1 V und 10 V durchgeführt worden.



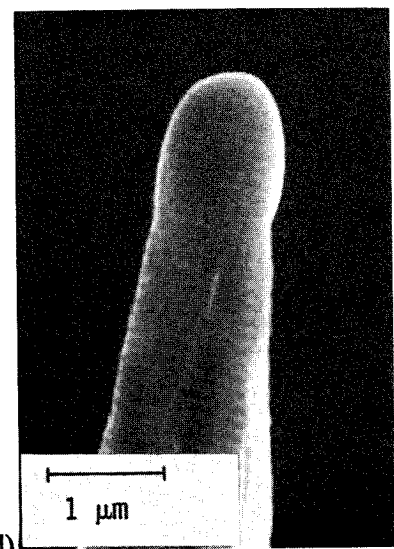
a)



b)



c)



d)

Abbildung 3.21:

Bildfolge, die den Verlauf des Schmelzexperiments (Materialien: Nickelfolie, Wolframspitze) dokumentiert:

- a) die Sondenelektrode wird an die Folienelektrode angenähert (links befindet sich die, in einem Kupfernetz eingespannte Folienelektrode, rechts der Sondendraht);
- b) es entsteht ein mechanischer Kontakt; c) nach dem Anlegen einer Spannung schmilzt Folienmaterial auf die Sonde; d) das Folienmaterial erstarrt annähernd kugelförmig.

Mit der Mikroanalyseeinrichtung des REM kann eine selektive Materialuntersuchung des Sondenscheitelbereichs im Anschluß an den Schmelzprozeß durchgeführt werden. Dazu wird die Sonde vorher mit dem Motorpositionierer zurückgefahren, so daß die Analyse nicht durch die Gegenwart der Folie verfälscht wird.

Für ein weiteres Schmelzexperiment fährt man mit der y-Bimorph-Positioniereinrichtung eine neue Position auf der Filmelektrode an.

Physikalisch läßt sich dieses Experiment analysieren, wenn man den Kontakt zwischen Sonden- und Filmelektrode als Ohm'schen Kontakt betrachtet und die Bilanz der zu- und abgeführten Wärmeenergie aufstellt (die im folgenden verwendeten Materialkonstanten sind in Anhang VI zusammengefaßt).

Die Energie, um eine Nickelkugel mit einem Radius von beispielsweise $r = 500 \text{ nm}$ zu schmelzen, ist vergleichsweise gering. Mit der Schmelzwärme und Dichte von Nickel ($Q/m=292 \text{ kJ/kg}$, $\rho=8,9 \text{ g/cm}^3$) ergibt sich eine für den Schmelzvorgang nötige Energiemenge von $Q = 1,4 \cdot 10^{-9} \text{ J}$. Die tatsächlich im Experiment zugeführte Energie ist höher zu veranschlagen (Abbildung 3.22).

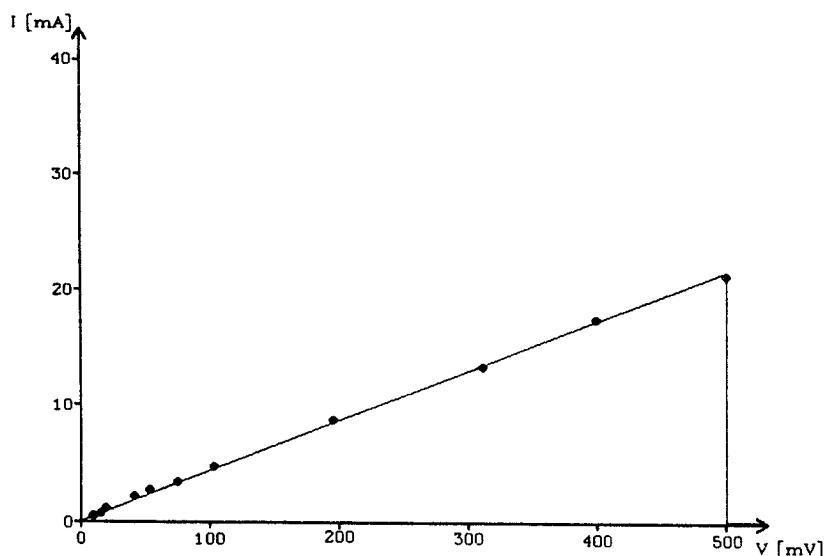


Abbildung 3.22:

Statisch gemessene $I(V)$ -Kennlinie für die Schmelzanordnung (Materialien: Nickelfolie, Wolframspitze). Der Abfall des Stromwerts bei $V \approx 500 \text{ mV}$ resultiert aus der Unterbrechung des elektrischen Kontakts durch den Schmelzprozeß. Hier beträgt der Kontaktwiderstand $R=22\Omega$.

Aus den Messungen ergibt sich ein Kontaktwiderstand von ca. $10 \, \Omega$ und eine Schmelzspannung von ca. $500 \, \text{mV}$. Daraus resultiert nach $P = V^2/R$ eine aufgewendete Leistung von $P = 25 \, \text{mW}$.

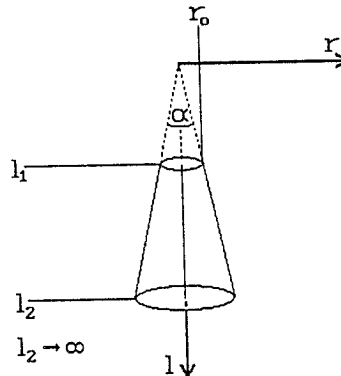


Abbildung 3.23:

Zum Zusammenhang zwischen dem Radius r_0 der Kontaktfläche und dem Kontaktwiderstand R einer Wolframsonde.

Mit dem Kegelstumpfmodell (Abbildung 3.23) für die Spitze ergibt sich folgender Zusammenhang zwischen dem Widerstand R des unendlich langen Kegelstumpfes und dem Radius r_0 der Kontaktfläche:

$$r_0 = \frac{\rho}{\pi \tan(\alpha/2)} \cdot \frac{1}{R} \quad (3.1)$$

Mit dem spezifischen Widerstand $\rho_W = 5,4 \cdot 10^{-8} \, \Omega\text{m}$, dem Öffnungswinkel $\alpha \approx 10^\circ$ des Kegels und $R \approx 10 \, \Omega$ erhält man $r_0 = 20 \, \text{nm}$. Für die im Schmelzexperiment verwendeten Spitzen erscheint dieser Wert vernünftig. Der Widerstand der Folie wurde in dieser Rechnung vernachlässigt. Die Berechnung des Zuleitungswiderstandes der Folie nach der Definitionsgleichung für ρ ergibt einen Wert in der Größenordnung von $0,1 \, \Omega$. Dies ist lediglich 1% des gemessenen Gesamtwiderstands. Aus dieser Betrachtung folgt, daß der wesentliche Teil der Wärmeentwicklung aus der Joule'schen Wärme (resultierend aus dem Ohm'schen Widerstand) der Spitze stammt. Dieser Zufuhr von Wärmeenergie steht in der Energiebilanz die abgeführte Wärmeenergie durch Wärmestrahlung und Wärmeleitung gegenüber. Legt man für die Abschätzung der Wärmestrahlung die Größe der Schmelzlöcher, die eine Fläche der Größenordnung $A = \pi r_i^2$ mit $r_i = 1 \, \mu\text{m}$ haben, zugrunde und schreibt dieser Fläche beim Schmelzvorgang eine Temperatur von $T = 1800 \, \text{K}$ ($\text{Sp}_{\text{Ni}} = 1726 \, \text{K}$) zu, so ergibt sich für $P = \sigma AT^4$, mit $\sigma = 5,66961 \cdot 10^{-8} \, \text{W/m}^2\text{K}^4$, eine Strahlungsleistung im μW -Bereich.

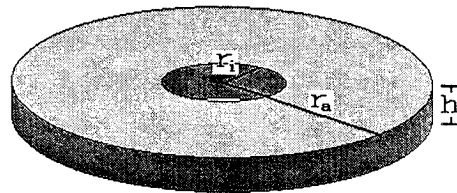


Abbildung 3.24:
Zum Wärmeleitungsbeitrag in der Folie.

Resultierend aus der Wärmeleitung in der Folie leitet man nach Abbildung 3.24 folgende Beziehung für die abgeführte Leistung her (im folgenden wird immer $\lambda(T) \approx \text{constant}$ angenommen):

$$P_{\text{Zyl}} = 2\pi h \lambda \frac{\Delta T}{\ln(r_a/r_i)} \quad , \quad (3.2)$$

wobei die detaillierte Rechnung unten ausgeführt wird. Mit der Wärmeleitfähigkeit $\lambda_{\text{Ni}} = 90,9 \text{ W/Km}$ und dem der Schmelztemperatur für Nickel entsprechenden Temperaturunterschied $\Delta T = 1500 \text{ K}$ ergibt sich für die abgeführte Leistung $P_{\text{Zyl}} = 13 \text{ mW}$.

Der Anteil der Wolframspitze an der Wärmeleitung läßt sich nach dem Modell in Abbildung 3.23 mit der Formel $P = \lambda \pi \tan(\alpha/2) \Delta T r$ zu größenordnungsmäßig $0,2 \text{ mW}$ abschätzen ($\lambda_w = 173 \text{ W/Km}$).

Nach diesen Vorbetrachtungen läßt sich nun mit Hilfe der Wärmeleitungsgleichung die Temperaturverteilung auf der Nickelfolie berechnen:

$$\Delta f - \frac{1}{k} \frac{\partial}{\partial t} f = 0 \quad \text{mit } k = \frac{\lambda}{\rho c} \quad , \quad (3.3)$$

wobei f die orts- und zeitabhängige Temperaturverteilungsfunktion ist. Zur Lösung des Problems werden folgende Voraussetzungen zugrundegelegt (siehe auch Abbildung 3.21):

- Aus Symmetriegründen werden Zylinderkoordinaten gewählt ($\partial f / \partial \varphi = 0$).
- Der stationäre Fall ($\partial f / \partial t = 0$) für das Aufheizen der ungeschmolzenen Folie wird betrachtet.
- Der Kontakt mit der Spitze, die nur ca. 1% des Wärmeleitungsvermögens der Folie besitzt, sowie die Wärmestrahlung werden vernachlässigt.

- Es liegt der Fall einer sehr dünnen Platte mit schlechtem Wärmeübertrag an Ober- und Unterseite vor: $\partial f / \partial z \approx 0$.

Zu lösen ist:

$$\frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} = 0, \quad (3.4)$$

mit den Randbedingungen:

a) $T = T_0$ für $r = r_i$ (I).

Beim Schmelzprozeß entstehen Schmelzlöcher der Größe $r_i \approx 1 \mu\text{m}$. In dieser Entfernung von der Mitte des Kontaktpunkts muß die Folie, wenn die Schmelzleistung aufgebracht wird, eine Temperatur von 1726 K haben.

b) $-\left. \frac{\partial T}{\partial r} \right|_{r_i} \cdot 2\pi r_i h \cdot \lambda = P$ (II).

Die Folie muß am Lochrand, $r_i \approx 1 \mu\text{m}$, die zugeführte Leistung P ableiten.

Die Lösung der Differentialgleichung ist

$$T = T' + A \ln(r/r_0). \quad (3.5)$$

Mit den Randbedingungen ergibt sich

(I): $T(r=r_i) = T' + A \ln(r_i/r_0) = T_0 \Rightarrow T' = T_0$ und $r_0 = r_i$.

(II): $\left. \frac{\partial T}{\partial r} \right|_{r_i} \cdot 2\pi r_i h \cdot \lambda = \left. \frac{\partial}{\partial r} \left(T_0 + A \ln \frac{r}{r_i} \right) \right|_{r_i} \cdot 2\pi r_i h \cdot \lambda = -P$.

$$\Rightarrow A = -\frac{P}{2\pi r_i h}. \quad (3.6)$$

Damit ergibt sich

$$T(r) = T_0 - \frac{P}{2\pi r_i h} \ln \left(\frac{r}{r_i} \right) \quad \text{mit } T_0 = 1726 \text{ K}. \quad (3.7)$$

Die Lösung ist eine rotationssymmetrische, vom Kontaktpunkt nach außen logarithmisch abfallende Temperaturverteilung in der Folie. Nimmt man als realistische Werte $h = 70 \text{ nm}$, $r_i = 1 \text{ }\mu\text{m}$ und $P = 25 \text{ mW}$ an, so erhält man für den Abstandsbereich $r = 100 \text{ nm}$ bis $r = 1 \text{ }\mu\text{m}$ die Temperaturverteilung von Abbildung 3.25 und für den Kontaktpunkt eine Temperatur $T(r = 20 \text{ nm}) = 3918 \text{ K}$. Das bedeutet, daß in diesem Fall die Schmelztemperatur der Wolframspitze ($Sp_W = 3683 \text{ K}$) überschritten wird. Um diesen unerwünschten Effekt zu vermeiden, sind die Versuchsparameter entsprechend abzuändern (siehe Kapitel 3.2.4).

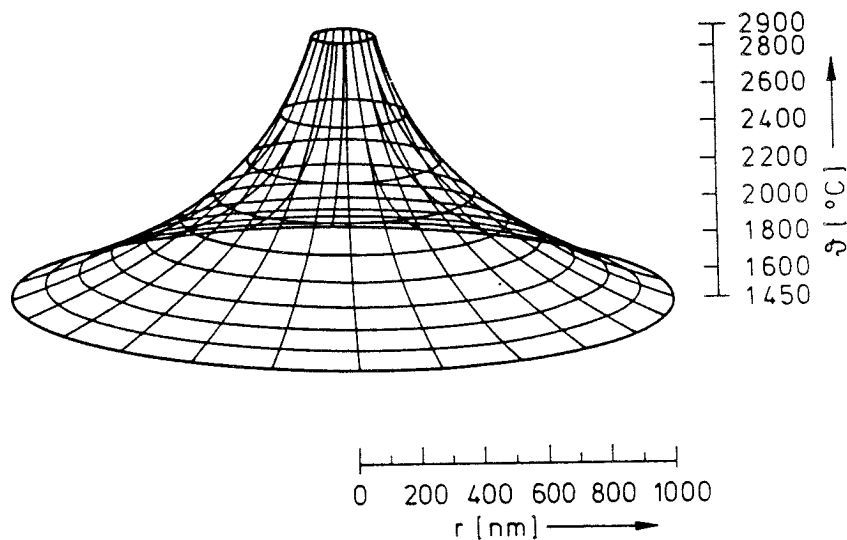


Abbildung 3.25:

Rotationssymmetrische, logarithmisch vom Kontaktpunkt abfallende Temperaturverteilung in der Folie beim Schmelzprozeß.

3.2.4 Ergebnisse der Schmelzexperimente

Im Rahmen dieser Arbeit wurden nach den oben geschilderten Verfahren verschiedene magnetische Sonden mit kugelförmigem Abschluß hergestellt.

- a. An Nickelspitzen mit einem ursprünglichen Verrundungsradius von 30 nm konnten bei einer angelegten Spannung von 2 V mit Nickelfilmen von 30 nm Dicke Kugeln mit Radien bis hinab zu 50 nm deponiert werden. Abbildung 3.26 zeigt eine Nickel-Kugelsonde (bei $V_s = 10 \text{ V}$ hergestellt), deren Apex einen Radius von 250 nm besitzt.

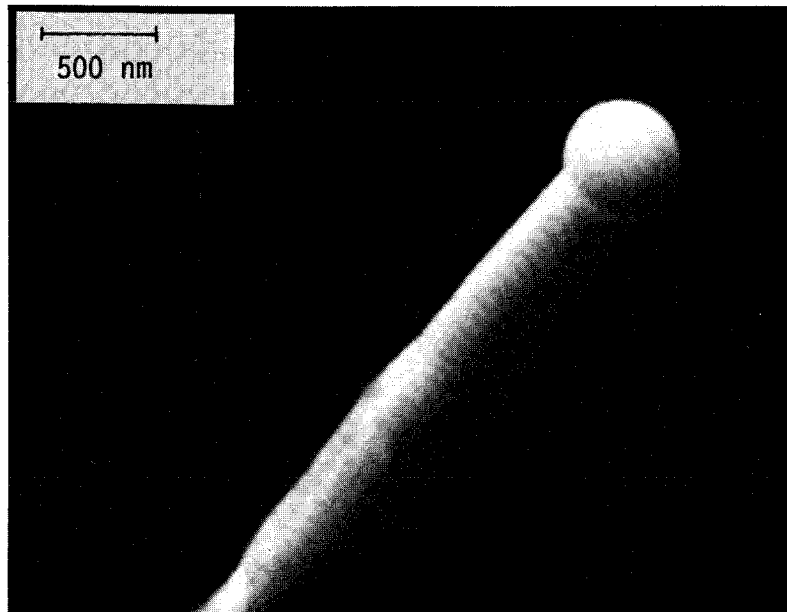
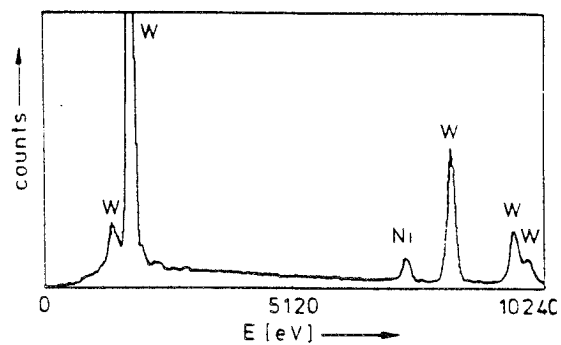
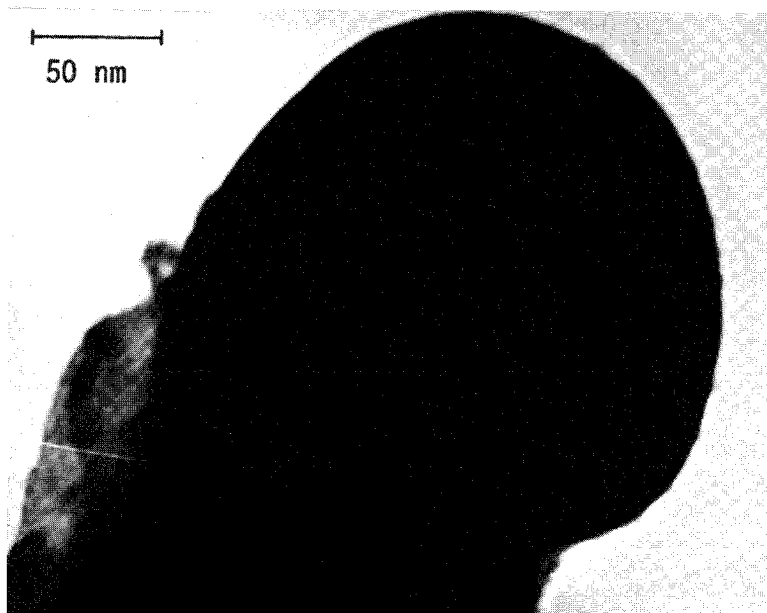


Abbildung 3.26:

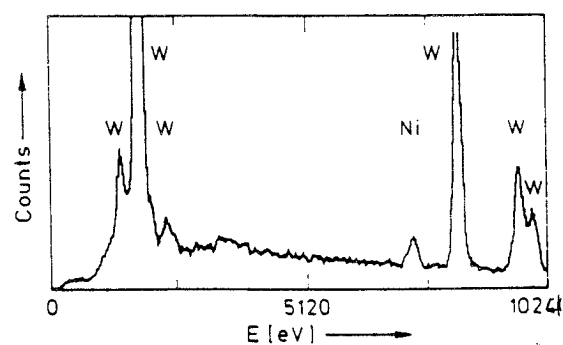
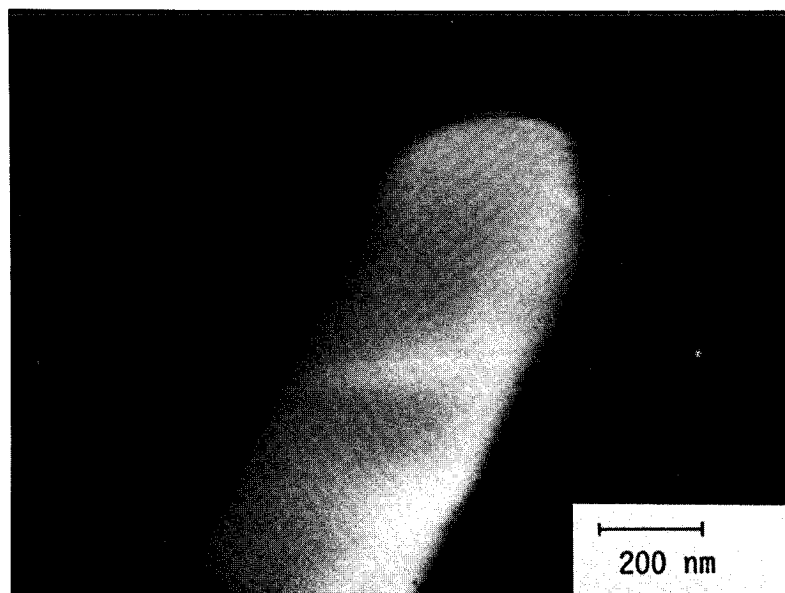
REM-Bild einer Nickel-Kugelsonde mit einem Radius von 250 nm.

- b. An Wolfram-Sonden wurden Nickelkugeln verschiedener Größe deponiert. Es zeigte sich dabei eine Abhängigkeit der Größe der resultierenden Kugel von verschiedenen Parametern, nämlich
- vom Verrundungsradius (VR) der ursprünglichen Spitze,
 - von der angelegten Spannung (V_s),
 - von der Foliendicke (FD).

Einen weiteren, schwer kontrollierbaren Einfluß hatten Kontaminationen, resultierend aus dem Abschwemm-Prozeß (Folien) und dem Polierprozeß (Spitzen). Im folgenden werden einige Ergebnisse bei Variation der oben angeführten Parameter dargestellt (Abbildung 3.27):

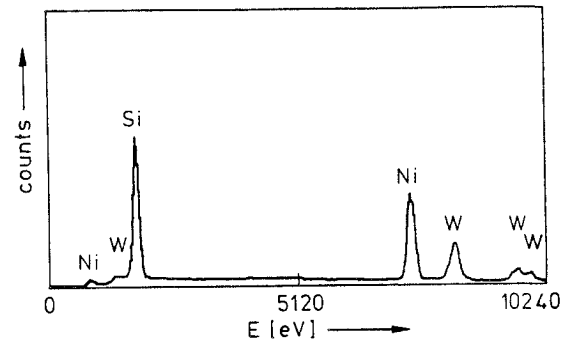
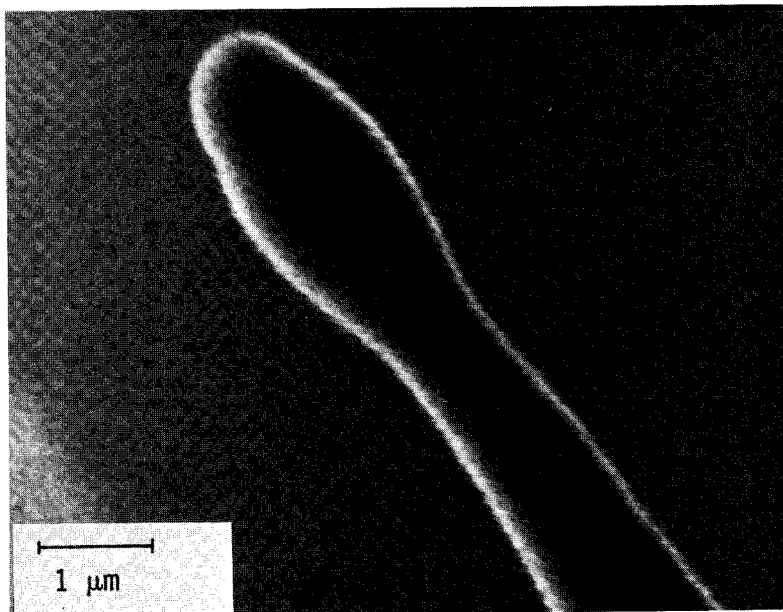


i)
 VR: 40 nm
 V_c : 20 V
 δ : 30 nm
 resultierender Kugelradius: 95 nm



ii)
 VR: 50 nm
 V_c : 10 V
 δ : 30 nm
 resultierender Kugelradius: 200 nm

(Bildunterschrift s. S.52)



iii)

VR: 10 nm

V_s : 35 V

FD: 70 nm

resultierender Kugelradius: 500 nm

(Offenbar durch Haftspannung ist hier der Abschlußbereich der Sonde ellipsoidförmig ausgebildet. Dieser Effekt tritt bei einer geringen Zahl der Kugelsonden auf)

Abbildung 3.27:

Ergebnisse der Schmelzexperimente an Wolframsonden unter Verwendung von Nickelfilmen. Die Schmelzexperimente werden jeweils durch ein REM-Bild, ein Röntgenspektrum sowie die zugehörigen Schmelzparameter dokumentiert.

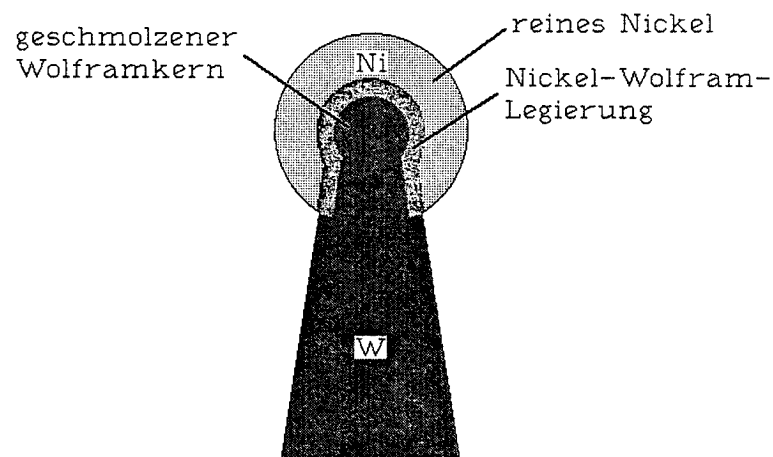
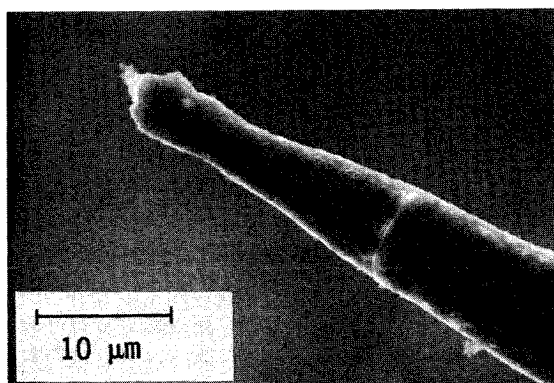


Abbildung 3.28:

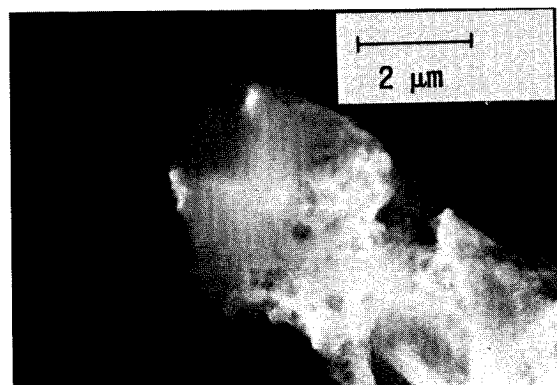
Modell zur Entstehung einer Nickel-Wolfram-Legierung bei der Herstellung von Kugel-Sonden.

Da von relativ spitzen Sonden ausgegangen wurde, ist der Wärmeableitungsbeitrag der Sonde relativ gering (siehe Kapitel 3.2.3) und die, während des Kurzschlusses auftretenden Temperaturen sind bei der üblicherweise angelegten Spannung so hoch, daß es trotz des hohen Schmelzpunkts von Wolfram ($Sp = 3683 \text{ K}$) zu einem Anschmelzen der Wolframsonde kommen sollte (siehe vorausgegangene Abschätzungen). Da Wolfram und Nickel unter den vorliegenden Bedingungen legieren, ist mit einem mehr oder minder ausgeprägten Bereich einer Wolfram-Nickel-Legierung zu rechnen. Eine Hypothese bezüglich der resultierenden Konfiguration ist in Abb. 3.28 dargestellt. Um den Legierungseffekt zu verhindern, bieten sich zwei Methoden an.

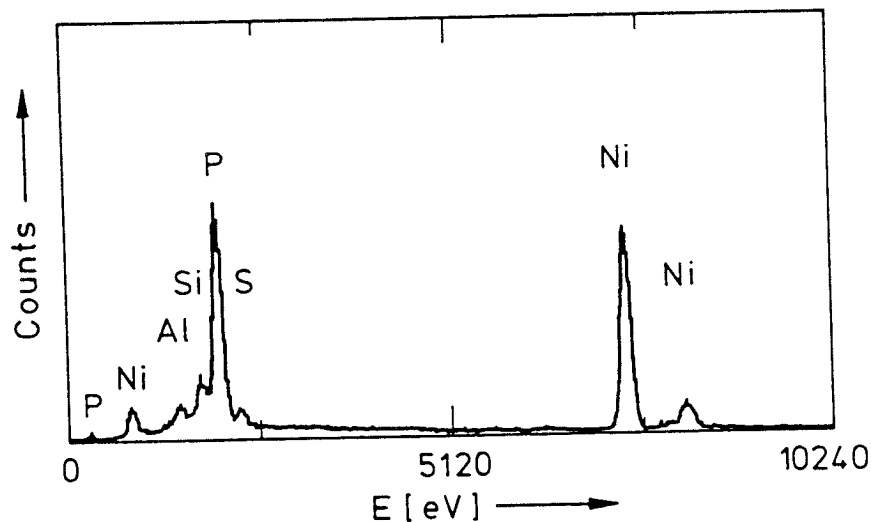
1. Wie in 3.2.1 dargestellt, wird zunächst eine dünne Schicht des unregelmäßig aufgewachsenen Nickels elektrolytisch abgeschieden. Mit dem Schmelzverfahren wird dieses zu einer kugeligen Gestalt mit wesentlich höherer Dichte umgeschmolzen (Abbildung 3.29).



a)



b)



c)

Abbildung 3.29:

a) Elektrolytisch vernickelte Wolframsonde.

b) Dieselbe Sonde, nachdem die Vernickelung im Apexbereich zu einer sphärischen Geometrie geschmolzen wurde.

c) Zugehöriges Röntgenspektrum des Sondenscheitels.

Nachteil dieser Methode ist, daß die Vernickelung generell Verunreinigungen enthält, die aus dem Elektrolyten stammen (siehe Abbildung 3.29c).

2. Nach den in 3.2.3 durchgeführten Abschätzungen sollte bei Kontakten zwischen einer Spitze mit $r_0 > 350$ nm und einer Folie mit $h = 70$ nm der überwiegende Teil der entstehenden Wärme über die Sonde abgeleitet werden. Für Spitzen mit r_0 zwischen 450 nm und 1 μ m sollte das Wärmeleitungsvermögen so groß sein, daß die entstehenden Temperaturen in einem Bereich liegen, in dem nur Nickel schmilzt, nicht aber Wolfram.

Entsprechend diesen Überlegungen wurde das Verfahren mit einer stumpf geätzten W-Spitze durchgeführt. Durch mehrmaligen Kontakt mit Folienmaterial wurden sukzessive Nickelschichten aufgeschmolzen und zum Abschluß eine Kugel vom Folienrand am Sondenende aufgeschmolzen. Das Resultat ist in Abbildung 3.30 zu sehen.

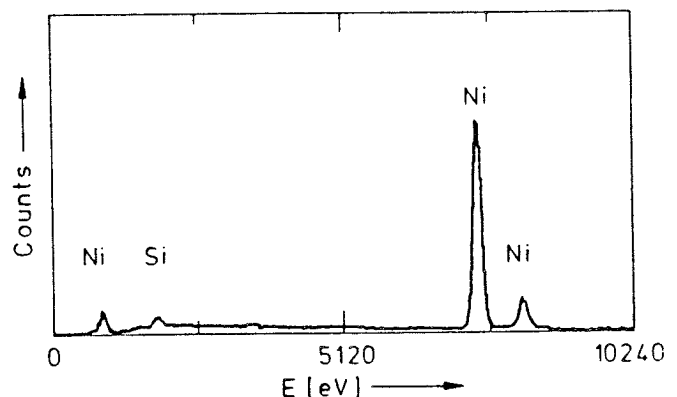
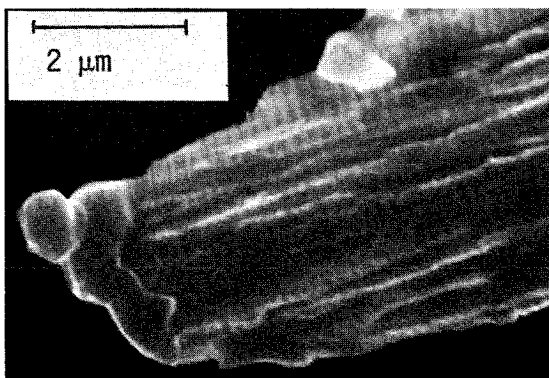


Abbildung 3.30:

Resultat eines Schmelzexperiments mit einer stumpfen Wolframsonde. REM-Bild und Ergebnis der Mikroanalyse der entstandenen Kugel.

Die Resultate zeigen, daß mit (2) die optimale Auslegung des Verfahrens im Hinblick auf eine Deposition von reinen Nickelstrukturen an Wolframsonden gefunden ist.

4. Experimentelle Verifikation der Sondeneigenschaften

In den vorhergehenden Kapiteln sind einfache Gesetzmäßigkeiten für verschiedene WW zwischen Probe und Sonde abgeleitet worden und der Einfluß der Sondeneigenschaften auf die WW wurde diskutiert (siehe Kapitel 2). In Kapitel 3 wurden aufbauend auf den theoretischen Erkenntnissen, Präparationsverfahren für Sonden entwickelt. Im folgenden Kapitel werden einerseits die postulierten

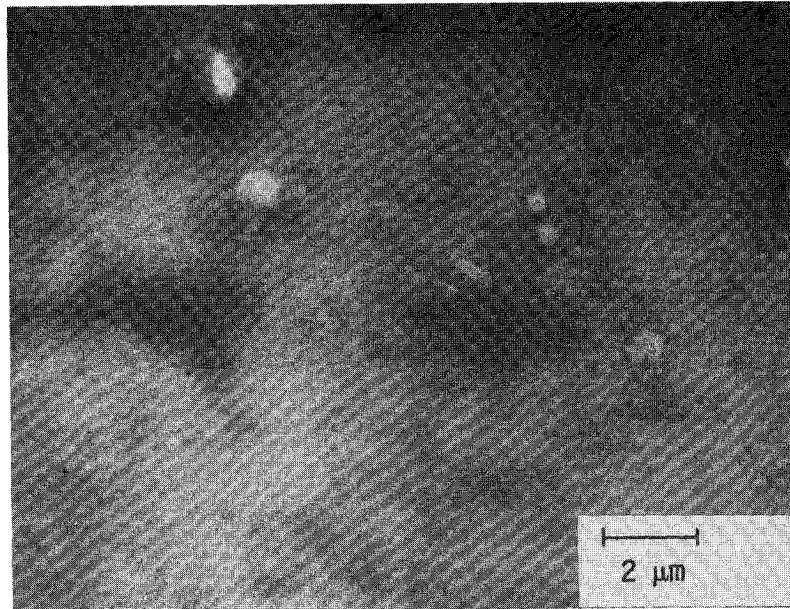
Gesetzmäßigkeiten der WW experimentell untersucht und andererseits die Eigenschaften der Sonden in der Raster-Sonden-Mikroskopie mit geeigneten Methoden verifiziert.

4.1 Tunnelmikroskopie an Teststrukturen

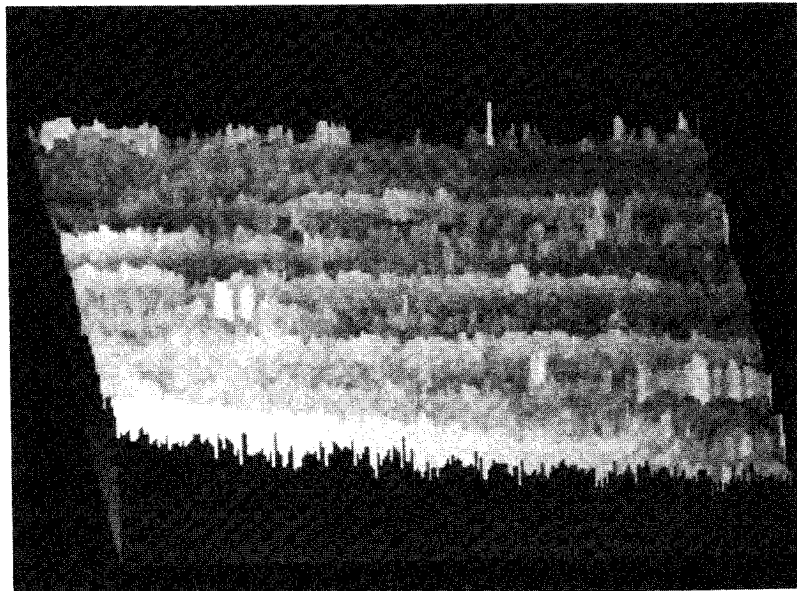
Während zur Realisation atomarer Auflösung auf extrem ebenen Proben häufig ein stumpfer Draht als Sonde ausreicht, werden bei der Untersuchung unpräparierter, technischer Proben in der Regel hohe Anforderungen an die Sondereigenschaften gestellt: Auf der Probe vorhandene, schlecht leitende Kontaminationen erfordern eine hohe mechanische Stabilität der Sonden. Der Abstand zwischen Sonde und Probe wird vom Regelkreis des Tunnelmikroskops so lange justiert, bis die Kontaminationsschicht durchstoßen ist und ein Tunnelkontakt mit der Probe hergestellt ist. Die verwendeten Sonden müssen, um diesen mechanischen Belastungen verbiegungsfrei standzuhalten, eine kurze, scharf zulaufende Gestalt haben. Andererseits erfordern steil ansteigende oder absteigende Strukturen Sonden mit einer "schlanken" Gestalt (geringer Öffnungswinkel), da der endliche Öffnungswinkel der Sonde bewirkt, daß (positive oder negative) Steigungen auf der Probenoberfläche maximal als eine dem Öffnungswinkel entsprechende Schräge dargestellt wird /59, 63/.

Mit einem Tunnelmikroskop wurden zwei technische Proben untersucht, welche die erwähnten Anforderungen für die Sonden aufweisen. Als Tunnelmikroskop diente das von R. Berthe /72/ aufgebaute Raumtemperatur-System.

Zunächst wurde ein ferromagnetisches Meltspun-Band (Charge E7348, Vakuum Schmelze Hanau) untersucht. Die Probe besteht aus einer nanokristallinen Legierung mit der Zusammensetzung $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ (Angaben in Atomprozent). Im Verlauf des Herstellungsprozesses wurde die Probe eine Stunde bei 810 K unter H_2 -Atmosphäre angelassen. Sie besitzt ein Korngefüge aus α -FeSi mit typischen Korndurchmessern von 10-15 nm (Firmenangaben). Wie auf dem rasterelektronenmikroskopischen Bild (Abbildung 4.1a) zu sehen ist, weist die Probe auf einer Skala im Mikrometerbereich fast lückenlos Kontaminationen (graue Schattierungen), sowie "clusterartige" Erhebungen auf. Die Kontaminationen sind zähe, schlecht leitende Rückstände vom Herstellungsprozeß. Mit dem Tunnelmikroskop ist zwar das Abrastern der Probe möglich (Abbildung 4.1b), die Oberfläche wird jedoch eben, mit einem relativ hohen Signalrauschen wiedergegeben.



a)



b)

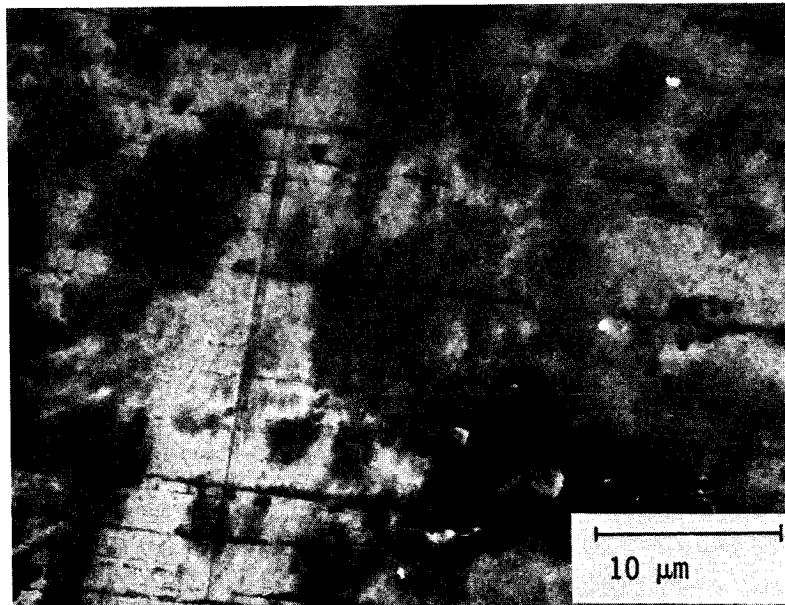
Abbildung 4.1:

- a) REM-Aufnahme eines ferromagnetischen Meltspun-Bandes,
b) RTM-Aufnahme der gleichen Probe (Maßstab: 750 × 500 nm).

Als weitere Probe wurde eine gewalzte Videorekorder-Achse aus austenitischem Stahl (Material-Nr. 4305, Fa. Philips, Wien) abgebildet. Die REM-Aufnahmen (Abbildung 4.2a,b) zeigen hier tiefe Riefen (Herstellungsprozeß) sowie inselartige Kontaminationen. In diesem Fall konnten die Kontaminationen mit der Tunnelspitze relativ problemlos durchstoßen werden. Auf dem RTM-Bild (Abbildung 4.3) erkennt man, daß sich die Riefung, die sich im REM im Mikrometerbereich zeigt (Pfeil), im Sub-Mikrometerbereich fortsetzt.



a)



b)

Abbildung 4.2:

a), b) REM-Aufnahmen einer gewalzten Videorekorder-Achse. Entlang der Achse läuft eine tiefe Riefe, senkrecht dazu ist eine Riefung entlang der gesamten Probe vorhanden.

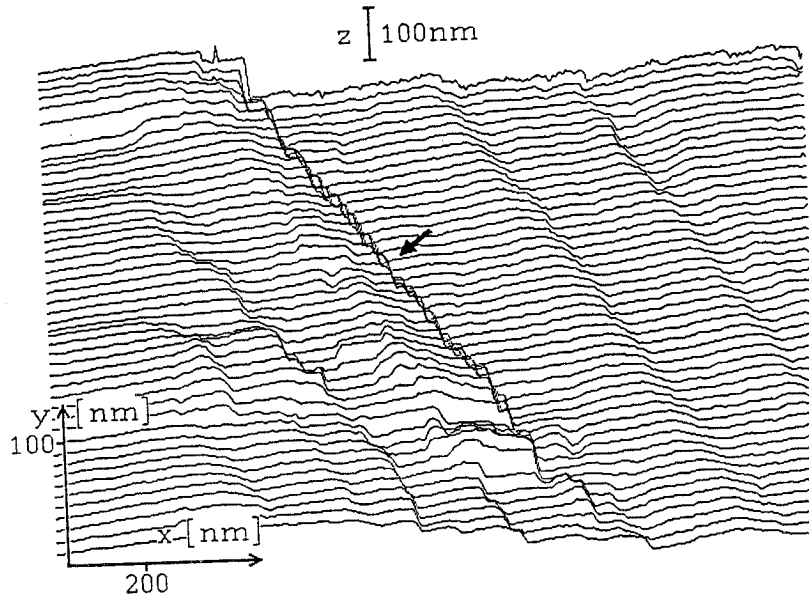


Abbildung 4.3:
RTM-Aufnahme der Videorekorder-Achse. Die Riefung entsprechend Abb. 4.2 lässt sich verifizieren.

4.2 Wechselwirkung von Sonde und Probe im RKM

Zur Messung anziehender Kräfte zwischen einer Sonde und einer ebenen Probe wurde das in der Arbeitsgruppe entwickelte kapazitiv ausgelesene RKM /66/ verwendet. Als Biegeelement dient in diesem Mikroskop ein Draht mit einem Durchmesser von $25\ \mu\text{m}$, an dessen Ende sich eine um 90° abgewinkelte Spitze befindet. Das Biegeelement selbst sowie eine in gewissem Abstand hierzu positionierte stumpfe Nadel dienen als die beiden Kondensatorelektroden (Abbildung 3.1). Die Auslenkungen des Hebelarms werden über Kapazitätsänderungen detektiert, die durch Abstandsveränderungen der beiden Elektroden auftreten. Die Kapazitätsänderungen werden über eine Kapazitätsmeßbrücke in eine Spannung konvertiert. Die Kraftauflösung dieses Mikroskops liegt in der Größenordnung $100\ \text{pN}$. Diese Kraftauflösung reicht aus, um die in Kapitel 2 vorgestellten "fundamentalen" WW in der Kraftmikroskopie mit ausreichender Auflösung zu messen. Um die Gesetzmäßigkeiten der Kraftwechselwirkungen zu ermitteln, wurden Annäherungsmessungen in einem Bereich durchgeführt, der zwischen dem Punkt, in dem ein plötzlicher Sprung der Sonde an die Oberfläche auftritt, bis zu dem Punkt, wo keine Kraftwechselwirkung mehr meßbar ist, liegt. Der Abstand, bei dem der Sprung stattfindet, ist abhängig von der Federkonstanten (ca. $1\ \text{N/m}$) des Biegeelements und der gemessenen WW. Er tritt dann auf, wenn der Kraftgradient der WW die Federkonstante des Hebelarms überschreitet. Abbildung 4.4 zeigt eine typische Annäherungskurve /16, 73-75/. Aufgetragen sind Probenposition (als Nullpunkt wurde die Ruhe-Hebelarmauslenkung im Kontaktbereich definiert) und Hebelarmverbiegung. Aufgezeichnet wurden dabei

die anfängliche Annäherung und das anschließende Wegziehen. Die jeweiligen Auslenkungen wurden mittels kalibrierter Piezo-Stellglieder gemessen.

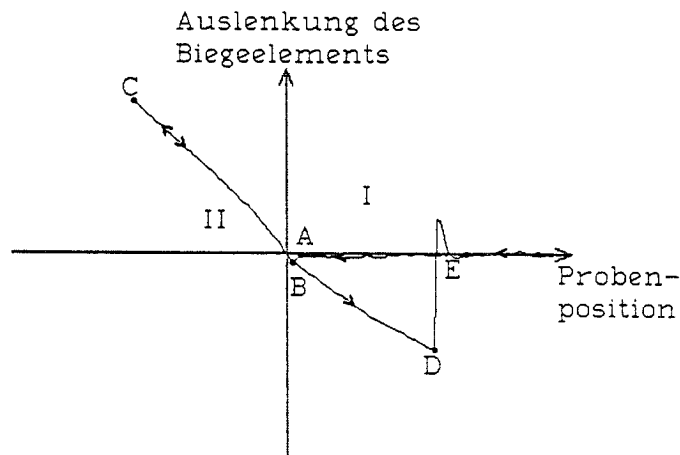


Abbildung 4.4:

Aus einer Meßkurve in Bereich I und der entsprechenden in Bereich II zusammengesetzte typische Annäherungs-Hysteresekurve für eine Wolframspitze und eine Niobprobe bei geringer Kraftauflösung. Hier resultiert die Verbiegung in Bereich (I) aus einer Drift. Zu den charakteristischen Bereichen (I, II) und charakteristischen Punkten (A,...,D) siehe Text.

Im ersten Bereich (I), während der Annäherung, wird die Hebelarm-Verbiegung durch eine anziehende Kraft bewirkt. Im Punkt A findet der erwähnte Sprung an die Oberfläche (Punkt B, Bereich II) statt. Während des Wegziehens - ab Punkt C - besteht Kontakt zwischen Sonde und Oberfläche bis Punkt D erreicht ist. In diesem Punkt ist die Zugkraft groß genug, um die Sonde von der Oberfläche zu trennen, so daß Punkt E erreicht wird. Die Hysteresekurve resultiert aus Oberflächenkontaminationen (Kapillarkräfte) [11, 74, 75], die in umgebender Luft im allgemeinen auftreten.

Relevant für die folgenden Meßkurven ist der Bereich I bis zum Punkt B. Die gemessene Proben-Position und die Hebelarmverbiegung werden rechnerisch in den Abstand d zwischen Sonde und Probe und die Kraft F umgewandelt.

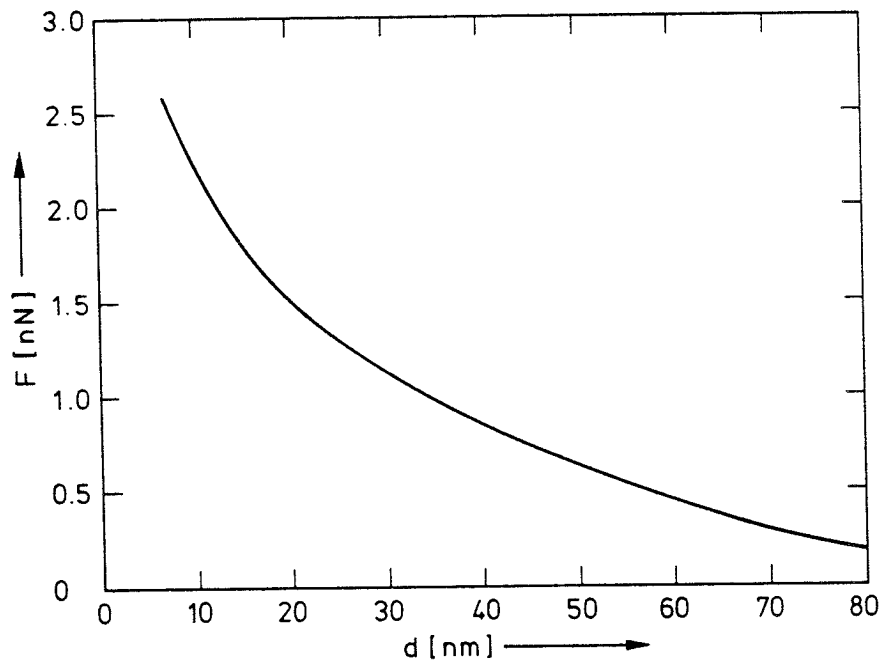
4.2.1 Messung der Abstandsabhängigkeit der Kraft an Graphit

Zur Detektion der van der Waals WW wurde der in Kapitel 4.2 beschriebene Versuch mit einer Wolframspitze an hochgradig orientiertem pyrolytischem Graphit (HOPG) durchgeführt. Wolframspitze und Graphitprobe wurden dabei sorgfältig elektrisch kurzgeschlossen, um elektrostatische WW zu unterbinden.

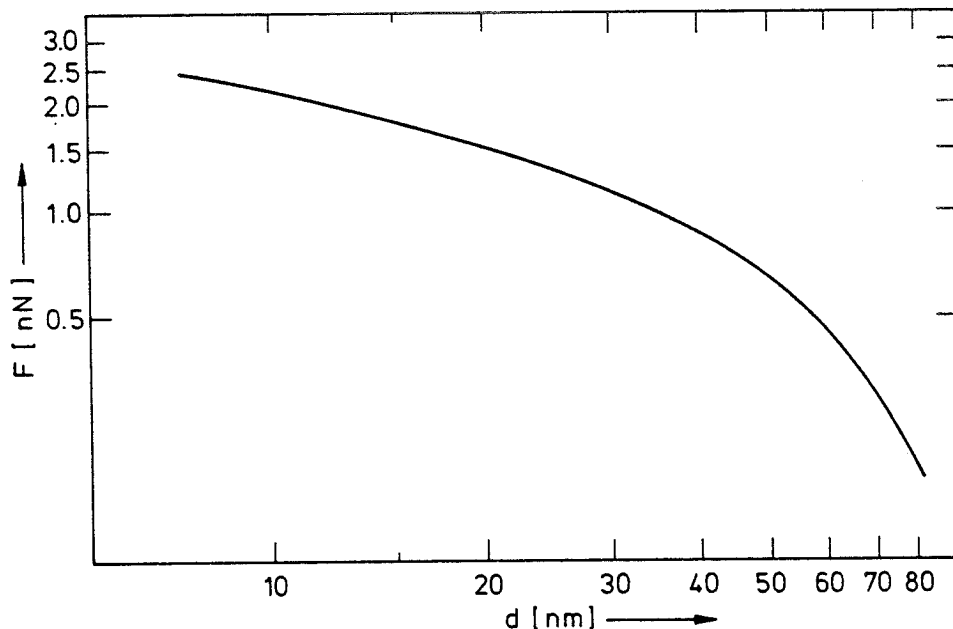
Graphit bietet sich als Probe an, da es, bedingt durch seinen geschichteten Aufbau die Möglichkeit bietet, an Luft nach dem "Abziehen" einiger Atomlagen an re-

lativ kontaminationsfreien Oberflächen zu messen. Ferner sind die so erzeugten Oberflächen in reaktiv großen Bereichen atomar glatt und zeigen auf einer lateralen Skala von Mikrometern lediglich einige scharfe vertikale Stufen /40, 72/.

Mit dem verwendeten Mikroskop (Kraftauflösung ca. 0,1 nN bei einer Federkonstanten von 1 N/m) konnten Kräfte von 2,5 nN bis hinunter zu 0,2 nN über einen Abstandsbereich von 7 bis 80 nm gemessen werden (Abbildung 4.5).



a)



b)

Abbildung 4.5:

Gemessene van der Waals-Kraft F als Funktion des Abstands d zwischen einer Wolframspitze und einer Graphitprobe in

a) linearer Auftragung und

b) doppelt logarithmischer Auftragung zum Vergleich mit der Theorie.

4.2.2 Vergleich von Messung und Theorie

Die Betrachtungen zur van der Waals WW in Kap. 2.2.2 haben gezeigt, daß die Kräfte bei parabolischer Approximation, Approximation durch eine Funktion $z_2 = a \cdot \rho_2^{1,5}$ und zylindrischer Approximation der Sonde betragsmäßig nur einen geringen Unterschied aufweisen. Ein relativ großer Unterschied existiert im Vergleich zu einer kegelförmigen Approximation. Dies resultiert allerdings daraus, daß der Kegel im Krümmungsverhalten seiner Oberfläche (Krümmung Null in Längsrichtung) einen Sonderfall darstellt. Experimentell sollten die Kräfte daher hinsichtlich ihres Potenzgesetzes untersucht werden.

Im nicht-retardierten Grenzfall und im retardierten Grenzfall sollte ein Anpassen des entsprechenden Kraftgesetzes bei konsistenter Theorie den Rückschluß auf die gleiche geometrische Approximation der Sonde liefern.

Die in Kap. 4.2.1 dokumentierte Messung weißt bei doppelt-logarithmischer Auftragung weder links noch rechts einen linear verlaufenden Grenzfall auf. Dies hat mehrere Gründe:

Die Lage des Übergangs zwischen nicht-retardierter und retardierter WW hängt nach der zugrunde gelegten Theorie mit den optischen Absorptionseigenschaften des Systems Graphit/Wolfram zusammen. Nach der atomaren Theorie Casimirs /45/ sind die Übergangsabstände d_n gerade die charakteristischen atomaren Wellenlängen λ_n . Die reine retardierte WW tritt nach dieser Theorie jeweils für einen Abstand $d < d_n$ und die reine nicht-retardierte WW für einen Abstand $d > d_n$ auf. Dazwischen liegt im allgemeinen ein Übergangsbereich.

Für einen Festkörper mit einer ausgeprägten Absorptionskante bei einer Wellenlänge λ_0 kann man in erster Näherung annehmen, daß die nicht-retardierte und die retardierte WW für den Abstand $d_0 = \lambda_0$ ineinander übergehen /36/. Für die meisten Materialien kann man eine Absorptionswellenlänge von größenordnungsmäßig $\lambda_0 = 100 \text{ nm}$ /49/ ansetzen. Das heißt für das durchgeführte Experiment, daß der überwiegende Teil der Meßsonde für das ganze Meßintervall in einem Abstand $d > d_0$ liegt, so daß die Messung mit den verwendeten makroskopischen Sonden (keine Punktsonden) eine Mittelung über die verschiedenen van der Waalsschen WW darstellt.

Einen weiteren Einfluß auf die Kräfte bilden kontaminationsinduzierte Effekte. Der große Unterschied der Steigung (S) der Meßkurve für kleine Abstände ($S < 1$) im Vergleich zu großen Abständen ($S > 2,5$) (siehe Abb. 4.5b)) läßt sich nicht mit der Casimirschen Theorie erklären. Nach Weisenhorn et al. /75/ (Messung der Absolutkraft zwischen Sonde und Probe) haben insbesondere für geringe Abstände Oberflächenkontaminationen (Kapillarkräfte) bestimmenden Einfluß auf die WW zwischen Sonde und Probe, so daß an Luft für geringe Abstände eine Übereinstimmung mit der Casimirschen Theorie nicht zu erwarten ist.

4.2.3 Elektrostatische Wechselwirkungen im RKM

In diesem Abschnitt wird die elektrostatische WW untersucht, die man erhält, wenn man eine metallische Sonde und eine metallische Probe auf unterschiedliches Potential legt (Kondensator-WW). Die Kondensatorkraft spielt in der Kraftmikroskopie eine bedeutende Rolle, da man die Stärke der WW durch einen von außen regelbaren Potentialunterschied vorgeben kann, und diese WW nur eine schwache laterale Auflösung (siehe auch Kapitel 2.4) liefert. Sie dient daher als "Servokraft", insbesondere in der Magnetfeldmikroskopie, um eine globale Kraftvorgabe zu erzeugen.

Nach Kapitel 2.2.1 ist zu erwarten, daß die Kondensatorkraft quadratisch von der Spannung V zwischen Sonde und Probe und umgekehrt proportional vom Quadrat des Abstandes r abhängig ist. Es sind daher Messungen in einem Abstandsbereich von 55 nm bis 750 nm bei Potentialunterschieden von 5, 10, 15 und 20 V durchgeführt worden. Die Meßpunkte wurden durch die Funktionen $F(r) = c/r^2$ (siehe Kapitel 2.2.1) angenähert.

Es zeigt sich dabei ein interessantes Verhalten der Abstandsabhängigkeit der Kraft (Abbildung 4.6):

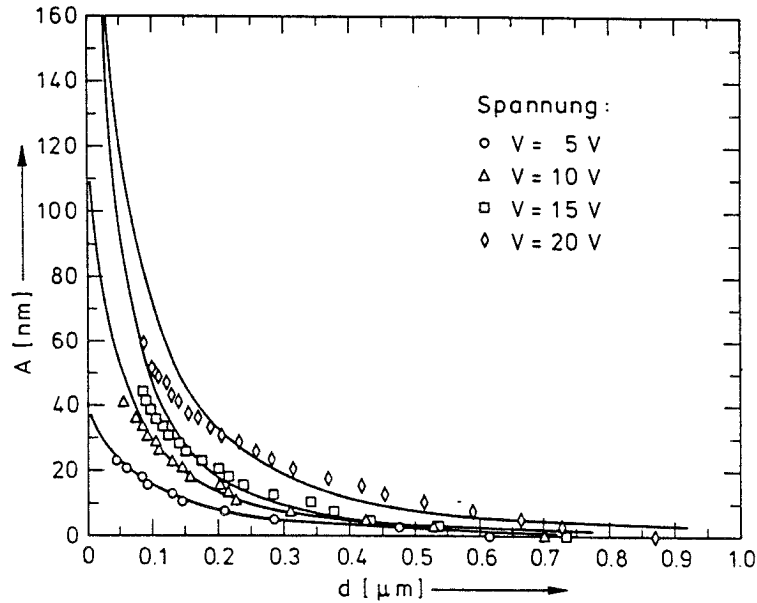


Abbildung 4.6:

Gemessene Biegeelement-Auslenkung A im Abstand d von der Probe sowie berechnete Kurven (Fitparameter siehe Tabelle 4.1) bei den Spannungen $V = 5, 10, 15$ und 20 V.

V [V]	c [10^{-21}Nm^2]	a [nm]	rel. Fehler $\Delta F/F$	Kraftgesetz
5	1.05	163.2	3.1%	$F=c/(a+d)^{2.0}$
10	1.20	99.9	8.7%	$F=c/(a+d)^{1.7}$
15	1.23	62.8	12.7%	$F=c/(a+d)^{1.5}$
20	3.05	107.7	15.5%	$F=c/(a+d)^{1.4}$

Tabelle 4.1:

Konstanten c und a sowie der relative Fehler $\Delta F/F$ für die durch die Funktionen $F(d) = c/(d+a)^2$ angenäherten Meßwerte bei den Spannungen $V = 5, 10, 15$ und 20 V.

Entsprechend Kap. 4.2. wurde der Nullpunkt der Graphen durch den Punkt definiert, in dem nach dem Eindringen der Sonde in die Oberfläche die Hebelarm-Ruheauslenkung erreicht ist. Wegen der bei der Annäherung an die Oberfläche auftretenden mechanischen Belastung der Sonde ist die Festlegung des Nullpunkts mit einer gewissen Ungenauigkeit behaftet. Dies wurde beim Anpassen der Meßergebnisse berücksichtigt indem die Größe a variabel belassen wurde (siehe Tabelle 4.1).

Die Auswertung der Messung (Tabelle 4.1) ergibt jedoch immer $a \gg 0$ im Ansatz für das Kraftgesetz $F(d)=c/(d+a)^2$. Das heißt, daß Näherung (a) für die Kondensatorkraft in Kapitel 2.2.1 die beste Übereinstimmung mit den Messungen liefert. Die Abweichung vom erwarteten Kraftgesetz nimmt mit zunehmender

Spannung zu. Für Spannungen $V > 15 \text{ V}$ ist das Kraftgesetz nicht mehr gültig. Die Konstante c ist für die Spannungen 5 V, 10 V und 15 V etwa gleich.

Das Kraftgesetz aus Kapitel 2.1.1 ist nach diesen Messungen folglich nur für kleine Spannungen anwendbar. Für große Spannungen kann prinzipiell ein effektiver spannungsabhängiger Radius a eingeführt werden.

4.3 Untersuchung von Sonden mit magnetischen Eigenschaften

Bei den bislang in Kapitel 4 diskutierten Eigenschaften metallischer Sonden bei verschiedenen Sonden-Proben-WW waren die Eigenschaften im wesentlichen durch die Geometrie der Sonde gegeben (Kapitel 4.2). In der Magnetfeldmikroskopie ist ein wirksamer magnetischer Bereich der Sonde von Bedeutung, der unter anderem durch die Geometrie der üblicherweise ferromagnetischen Sonden beeinflusst wird, daneben aber wesentlich durch die spezifischen magnetischen Materialeigenschaften bestimmt wird /76-78/.

Neben den magnetfeldmikroskopischen Messungen wurden Suszeptibilitätsmessungen an polykristallinem Nickel zur Untersuchung der Sondereigenschaften durchgeführt.

4.3.1 Konstant-Kraft-Kurven über Domänenwänden unter Verwendung unterschiedlicher Sonden

Mit unterschiedlichen, nach den Präparationsverfahren in Kapitel 3 hergestellten Nickelsonden wurden Konstant-Kraft-Kurven über einer Domänenwand /78/ in einem Eisenwhisker-Einkristall aufgenommen. Eisenwhisker-Einkristalle besitzen eine fadenförmig gewachsene Geometrie und eine hohe Gitterperfektion /79-81/. Sie stellen ideale Modellsubstanzen für magnetische Untersuchungen dar. $\langle 100 \rangle$ - $\{100\}$ -Eisenwhisker besitzen häufig eine quadratische Querschnittsfläche. Aufgrund der kristallographischen Orientierung weisen sie eine einfache magnetische Bereichsstruktur, die sogenannte Landau-Struktur /78/ auf.

Zunächst wurden zwei Kurven mit einer scharfen Sonde (Verrundungsradius 10 nm, Abbildung 3.5) und einer stumpfen Sonde (am Ende annähernd zylinderförmig) mit einem Radius der Grundfläche von 4-5 μm (Abbildung 4.7) aufgenommen.



Abbildung 4.7:

REM-Aufnahme der für die Messung in Abbildung 4.8 verwendeten stumpfen Nickelsonde. Die Sonde ist am Ende annähernd zylinderförmig.

Beim Vergleich der Meßkurven (Abbildung 4.8) offenbart sich ein nicht-trivialer Zusammenhang zwischen der "Schärfe" der Sonden und der Abbildungsbreite der Wandstreufelder. Während die Peakhöhe in beiden Fällen etwa 250 nm beträgt, ist die Halbwertsbreite des durch die scharfe Sonde abgebildeten Wandstreufelds ca. $1,6 \mu\text{m}$ während sich für die stumpfe Sonde ca. $3 \mu\text{m}$ ergibt.

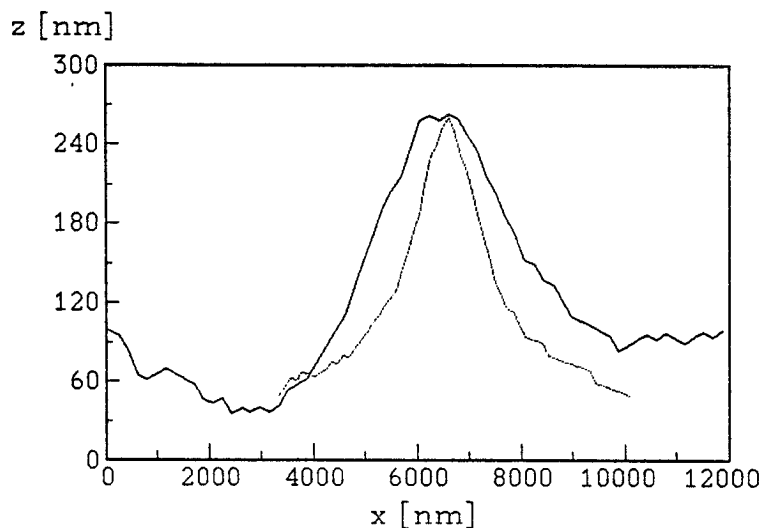


Abbildung 4.8:

Gemessene Konstant-Kraft-Kurven mit einer stumpfen (dicke Linie) und einer scharfen Nickelsonde über einer 90° -Domänenwand, nach Göddenhenrich /40/.

Die Halbwertsbreite des durch die stumpfe Sonde abgebildeten Streufeldes erscheint zunächst überraschend, da sie weitaus geringer als der Durchmesser der Sonden-Grundfläche ist. Dies steht jedoch in Einklang mit der mikromagnetischen Theorie nach Hartmann /26/.

Um detaillierte Aussagen über die abgebildete magnetische Struktur zu treffen (beispielsweise über die tatsächliche Streufeld-Wandbreite) müssen die Sonden insbesondere ein geringes Eigenstreufeld besitzen, um eine Beeinflussung der Probenmagnetisierung zu verhindern /65, 82/, und eine definierte Geometrie aufweisen. Einen entscheidenden Schritt in dieser Richtung stellen die Kugelsonden (siehe Kapitel 3.2) dar. Mit einer solchen, streufeldarmen Nickel-Kugelsonde (entsprechend Abb. 3.26) mit einem Kugelradius von 500 nm wurde eine 180°-Domänenwand abgebildet (Abbildung 4.9).

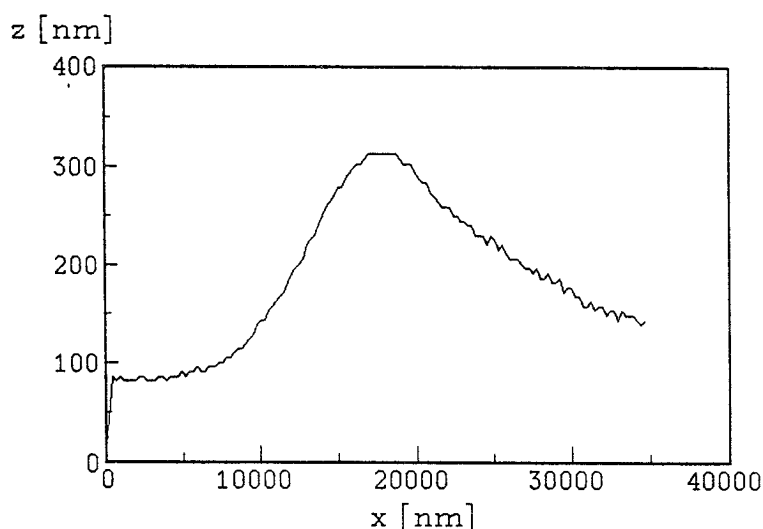


Abbildung 4.9:

Gemessene Konstant-Kraft-Kurve mit einer Nickel-Kugelsonde über einer 180°-Domänenwand, nach Göddenhenrich /40/.

Erste Ergebnisse mit zweikomponentigen Sonden liegen aus Messungen am Streufeld einer stromdurchflossenen Zweidrahtleitung vor (siehe Göddenhenrich /40/).

4.3.2 Messung der Suszeptibilität an polykristallinen Nickeldrähten

Zur Aufnahme der Magnetisierungskurven von ferromagnetischen Drähten wurde ein Induktionsmagnetometer aufgebaut (Abbildung 4.11).

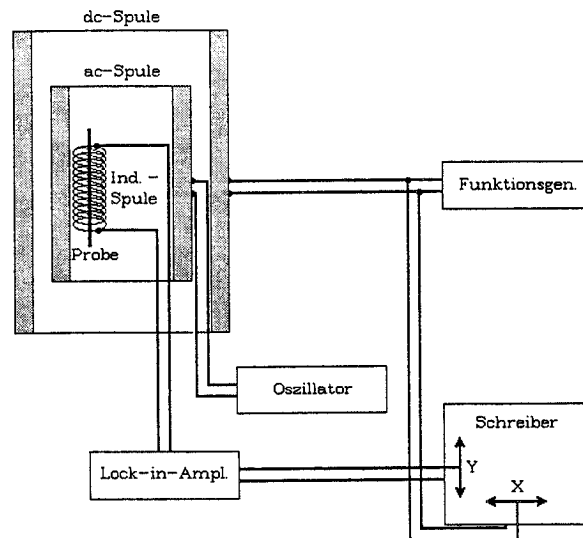


Abbildung 4.10:
Blockschaltbild des Induktionsmagnetometers.
Technische Daten siehe Anhang VII.

Nach dem Induktionsgesetz gilt für die in einer Spule mit n Windungen induzierte Spannung (U_{ind}) folgende Abhängigkeit von der magnetischen Induktion (B):

$$U_{\text{ind}} = -n \frac{\partial}{\partial t} \int_A B \, dA . \quad (4.1)$$

A ist die Querschnittsfläche der Spule. Die magnetische Induktion hängt mit der Meßgröße Magnetisierung (M) zusammen.

Formal gilt:

$$B = \mu_0 (H+M) , \quad (4.2)$$

mit $\mu_0 = 4 \pi \cdot 10^{-7} \text{ Vs/Am}$. Das Feld H setzt sich zusammen aus H_F , dem Magnetfeld der Spule und H_E , dem entmagnetisierenden Feld, das aus der endlichen Probengeometrie resultiert /78/:

$$H = H_F + H_E = H_F - N M . \quad (4.3)$$

N nennt man den Entmagnetisierungsfaktor, der sich aus dem geometrischen Entmagnetisierungsfaktor eines langgestreckten Rotationsellipsoids $N_g = 1/p^2 (\ln(2p)-1)$ (p : Achsenverhältnis, hier $N_g = 1/10^2 (\ln(2 \cdot 10)-1) \approx 0,02$) und dem inneren Entmagnetisierungsfaktor N_i zusammensetzt, der sich rechnerisch nicht ermitteln läßt. Der innere Entmagnetisierungsfaktor spielt bei heterogenen ferromagnetischen Werkstoffen (Vielkristalle, Stoffe mit unmagnetischen Ein-

schließen etc.) eine Rolle /78/. Befindet sich ein Draht im Innern der Meßspule, wird folglich die Spannung

$$U_{\text{ind}} = -\mu_0 n \frac{\partial}{\partial t} \left(\int_A H_F dA - N \int_{A_S} M dA_S + \int_{A_S} M dA_S \right) \quad (4.4)$$

induziert. A_S ist die Querschnittsfläche des Drahtes. Der erste Term bildet einen konstanten Offset und wurde bei den Experimenten kompensiert. Um den Versuchsaufbau einfach zu halten, wurde auf den Aufbau eines Integrators verzichtet. Die Meßkurven stellen daher den Verlauf der differentiellen Suszeptibilität ($\partial M / \partial H|_H = \chi_H$) in Abhängigkeit von einem quasistatischen äußeren Feld H dar. In vielen Fällen reicht eine solche Kurve zur Charakterisierung magnetischer Materialien aus.

Wird die Magnetisierung über den Drahtquerschnitt als homogen angenommen und ist $N \ll 1$ (langgestrecktes Ellipsoid) so gilt:

$$\frac{\partial M}{\partial t} = - \frac{1}{n\mu_0 A_S} U_{\text{ind}} = \chi \frac{\partial H}{\partial t} \quad (4.5)$$

Ist der Entmagnetisierungsfaktor nicht vernachlässigbar, so gilt

$$\chi = \chi_S / (1 - N) \quad (4.6)$$

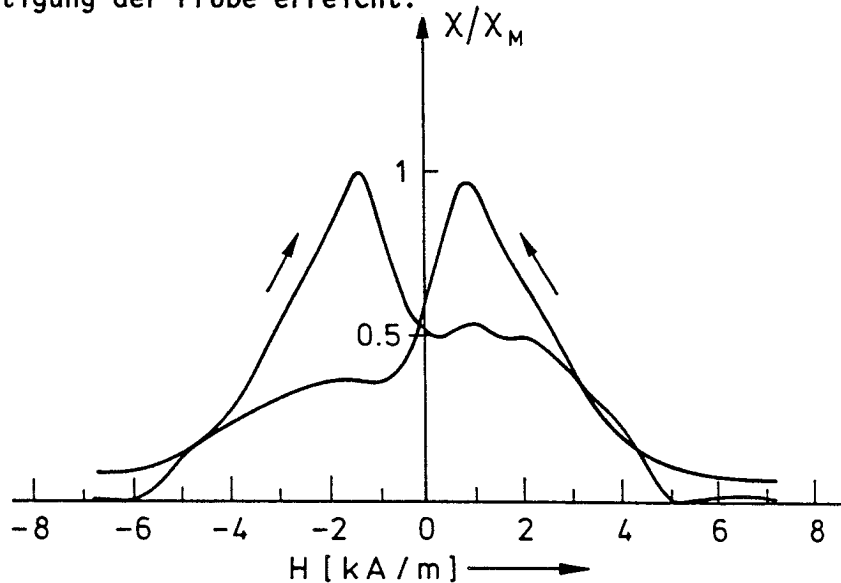
χ_S ist dabei die scheinbare, gemessene Suszeptibilität.

Hartmann /79, 83/ (siehe auch Berthe /80/) zeigte mit seinen Untersuchungen an Eisenwhisker-Einkristallen, daß der Probengeometrie eine entscheidende Bedeutung bei der Keimbildung magnetischer Bereiche zukommt. Mit der ICC-Technik und durch Magnetisierungsmessungen konnte er an idealen Proben (siehe auch Kapitel 4.3.1) zeigen, daß die Magnetisierungskeime in den Whiskerecken permanent vorhanden sind. Durch die Verwendung der idealen Proben konnten insbesondere Störstellen für die Keimbildung in den verwendeten Proben ausgeschlossen werden.

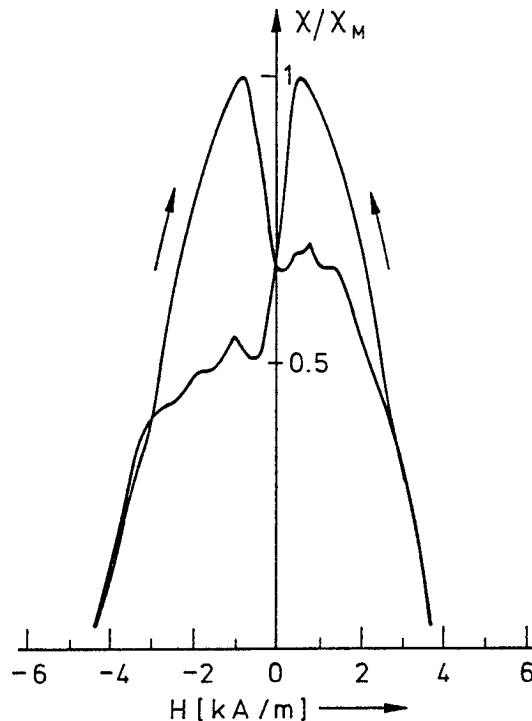
Mit dem beschriebenen, einfachen Induktionsmagnetometer wurden Untersuchungen an polykristallinen Nickeldrähten durchgeführt. Folgender Gedanke liegt diesem Experiment zugrunde: Für Nickel kann $H_K = 2K_1 / \mu_0 M_S = 14,32 \text{ kA/m}$ als Anisotropiefeldstärke angegeben werden. Ein fehlerfreier Nickel-Einkristall sollte daher bei Abwesenheit entmagnetisierender Felder eine Koerzitivfeldstärke $H_C = 14,32 \text{ kA/m}$ haben (siehe Hartmann /79/). Existieren bereits Magnetisierungskeime, so ist diese kleiner. Es wurden Suszeptibilitätskurven an

Nickeldrähten von 1 cm Länge ($\varnothing = 500 \mu\text{m}$) mit zwei abgerundeten Enden (Drahtstücke) und an solchen mit einem abgerundeten Ende und einem mit einer Spitze versehenen (Sonden) aufgenommen.

Bei den Messungen zeigte sich ein ähnliches Verhalten wie an den einkristallinen Proben. Die Drahtstücke weisen eine deutliche Hysterese der differentiellen Suszeptibilität auf (Abbildung 4.12a). Bei $H = -1,2 \text{ kA/m}$ zeigt die Kurve beim Durchlaufen von links nach rechts und bei $H = 1 \text{ kA/m}$ beim Durchlaufen in entgegengesetzter Richtung ein deutliches Maximum. Bei $H = -6 \text{ kA/m}$ bzw. $H = 5 \text{ kA/m}$ ist die Sättigung der Probe erreicht.



a)



b)

Abbildung 4.11:

$\chi(H)$ -Kurve, gemessen an einem Drahtstück (polykristallines Nickel) bei bis zur Sättigung gefahrenem Feld a) und nicht vollständig ausgefahrenem Feld b).

Die Sonden zeigen hingegen eine verschwindende Hysterese (Abbildung 4.13). Die in beiden Durchlaufrichtungen aufgenommene Meßkurve kommt weitestgehend zur Deckung. Außerdem wird die zur Sättigung nötige Feldstärke mit der verwendeten Apparatur nicht mehr erreicht. Wie man durch Vergleich mit Abbildung 4.12 sieht, läßt sich die verminderte Hysterese nicht mit dem zu geringen Ausfahren des Feldes erklären.

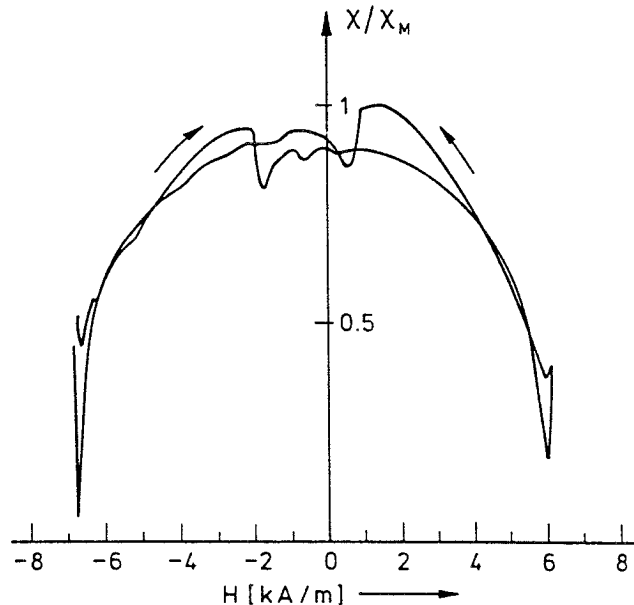


Abbildung 4.12:

Gemessene $\chi(H)$ -Kurve einer Sonde (polykristallines Nickel). Die Sättigungsfeldstärke wurde mit der Versuchsanordnung nicht erreicht.

Auch bei weniger idealen, polykristallinen Materialien tritt also offenbar das Phänomen auf, daß der Geometrie eine besondere Bedeutung für die magnetischen Keimbereiche zukommt. Der im Experiment beobachtete Effekt, daß mit der Erzeugung einer nadelförmigen Geometrie eine Verminderung der Hysterese bewirkt wird ist qualitativ identisch mit den Beobachtungen von Hartmann /79, 83/ an Eisenwhiskern. Der Anisotropie-Effekt läßt erwarten, daß sich insbesondere im vorderen Teil der Nadel die geometrisch günstigste, longitudinale Magnetisierungsrichtung einstellt. Die nicht-idealen Eigenschaften - die hier verwendeten Nickeldrähte sind Vielkristalle mit Kristalliten von Durchmessern der Größenordnung $1 \mu\text{m}$ und enthalten entlang der Achse säulenartig verzerrte Kristallstrukturen (Abbildung 3.10) - können sich jedoch störend auswirken. Nach Goodenough /77/ müssen hier als Störungen insbesondere die Korngrenzen und granulare Einschlüsse genannt werden. Diese können als Pinning-Zentren für unterschiedlich magnetisierte Bereiche wirken.

Zusammenfassend kann aber gesagt werden, daß dieses Experiment ein Indiz dafür ist, daß bevorzugt entlang der Sondenachse eine Ausrichtung der magnetischen Bereiche zu erwarten ist. Dieser Sachverhalt ist eine wünschenswerte Eigenschaft, da mit solchen Sonden eine definierte Abbildung der z-Komponente des magnetischen Streufelds in der Magnetfeldmikroskopie erreicht wird (siehe Kap. 2.1).

5. Zusammenfassung

In der Rasterkraftmikroskopie (RKM) und der Rastertunnelmikroskopie (RTM) ist eine Vielzahl von Wechselwirkungen von Bedeutung, darunter fallen insbesondere auch magnetische, elektrostatische und solche vom van der Waals-Typ. Alle WW hängen stark von den detaillierten Sonden- und Probeneigenschaften ab. Im Rahmen dieser Arbeit wurden Modelle zu denjenigen WW, die neben den magnetostatischen im kontaktlosen Betrieb auftreten (speziell: elektrostatische WW und van der Waals-WW), erstellt. Elektrostatische WW wurden für den Fall der kapazitiven Kraft mit Hilfe einer sphärischen Sondenapproximation diskutiert. Im Falle lokalisierter Ladungen wurde die WW einer Punktsonde mit einer kreisförmigen, homogenen Flächenladung sowie die WW mit einem flächenzentrierten, quadratischen, alternierenden Ladungsgitter behandelt. Für die van der Waals-WW in der RKM wurde eine möglichst allgemeine geometrische Approximation als Sondenmodell eingeführt und die nicht-retardierte WW sowie die Casimir-WW diskutiert. Mit dem Modell konnte gezeigt werden, daß der Casimir-Effekt in der RKM relevant ist. Allen diskutierten WW gemein ist in gewissen Grenzen ein $1/r^n$ -Verlauf des Kraftgesetzes, im elektrostatischen Falle speziell ein $1/r^2$ -Verlauf.

Aufbauend auf der Kenntnis der diskutierten geometrischen Anforderungen sowie auf den Forderungen bezüglich struktureller Eigenschaften wurden elektrochemische Sondenherstellungsverfahren entwickelt und so verfeinert, daß die Herstellung von Sonden für die RKM und RTM mit Verrundungsradien bis hinab zu 10 nm erreicht wird. Mit einer einfachen Methode werden aus den Sonden Biegeelemente für die RKM hergestellt. Durch die Untersuchung äußerer Einflüsse sowie des Einflusses der einzelnen Parameter im Herstellungsprozeß wurden die Herstellungsverfahren so angepaßt, daß eine reproduzierbare Qualität der präparierten Sonden sichergestellt wird.

Die Untersuchung verschiedener Methoden zur weiteren Strukturierung von Sonden im Submikrometer-Bereich führte zur Entwicklung eines Mikropräparationsverfahrens für die Herstellung neuartiger Kugelsonden. Die nach diesem Mikropräparationsverfahren hergestellten Sonden bestehen aus einer Kugel mit einem Radius zwischen 50 nm bis zu einigen 100 nm aus beliebigem Metall am Ende eines metallischen Sondenschafts. Erste Messungen zeigen Vorteile der Kugelsonden in bestimmten Bereichen der van der Waals- und der magnetischen RKM.

Der Einfluß der Sondereigenschaften in der RTM wurde an technisch relevanten Teststrukturen untersucht. Auf diesen Proben erwies sich insbesondere die mecha-

nische Stabilität und eine wohlgeformte, scharf zulaufende Geometrie als bedeutsam.

Im Falle der van der Waals- und der elektrostatischen WW wurden Messungen des Kraft-Abstand-Verhaltens auf ebenen Proben an Luft durchgeführt. Ein Vergleich der Meßergebnisse mit den theoretischen Vorhersagen wurde versucht.

Für die Sonden in der magnetischen RKM wurde an Domänenwand-Strukturen experimentell gezeigt, daß ein nicht-trivialer Zusammenhang zwischen der Auflösung und der Sondengeometrie besteht. Tendenziell liefern dabei geometrisch scharfe Sonden die höchste Auflösung.

Durch geeignete Suszeptibilitätsmessungen wurden Untersuchungen bezüglich der Magnetisierungseigenschaften der Sonden durchgeführt.

Literaturverzeichnis

- /1/ G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber und E. Weibel, Appl. Phys. Lett. 40, 178 (1982)
- /2/ G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber und E. Weibel, Phys. Rev. Lett. 49, S7 (1982); G. Binnig und H. Rohrer, Surf. Sci. 126, 236 (1983)
- /3/ G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber und E. Weibel, Phys. Rev. Lett. 50, 120 (1983)
- /4/ G. Binnig, C.F. Quate und Ch. Gerber, Phys. Rev. Lett. 56, 930 (1986)
- /5/ G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, und E. Weibel, Surf. Sci. 131, L379 (1988)
- /6/ Y. Martin und H.K. Wickramasinghe, Appl. Phys. Lett. 50, 1455 (1987)
- /7/ B.D. Terris, J.E. Stern, D. Rugar, und H.J. Mamin, Phys. Rev. Lett. 63, 2669 (1989)
- /8/ H.K. Wickramasinghe, Spektrum der Wissenschaft (Dez. 1989)
- /9/ D.W. Pohl, W. Denk und M. Lanz, Appl. Phys. Lett. 44, 651 (1984)
- /10/ C.C. Williams, J. Slinkman, W.P. Hough und H.K. Wickramasinghe, Appl. Phys. Lett. 55, 1662 (1989)
- /11/ P.K. Hansma, B. Drake, O. Marti, S.A.C. Gould und C.B. Prater, Science 243, 641 (1989)
- /12/ Y. Kuk und P.J. Silverman, Rev. Sci. Instrum. 60, 165 (1989)
- /13/ Y.N. Moiseev, V.M. Mostepanenko, V.J. Panov und I.Y. Sokolov, Sov. Phys. Dokl. 34, 147 (1989)
- /14/ F.F. Abraham und I.P. Batra, Phys. Rev. Lett. 60, 1314 (1988)
- /15/ G. Neubauer, S.R. Cohen, G.M. McClelland, Surf. Sci.
- /16/ R. Erlandsson, G.M. McClelland, C.H. Mate und S. Chiang, J. Vac. Sci. Technol. A 6, 266 (1988)
- /17/ U. Dürig, O. Züger und D.W. Pohl, J. Microsc. 152, 259 (1988)
- /18/ U. Hartmann, T. Göddenhenrich, H. Lemke und C. Heiden, IEEE Trans. Magn., Proceedings der Intermagn. Conf. 1990, im Druck
- /19/ D. Rugar, H.J. Mamin, P. Guethner, S.E. Lambert, J.E. Stern, J. McFadyem und T. Yogi, J. Appl. Phys., im Druck
- /20/ J.J. Sáenz, N. Garica, P. Grütter, E. Meyer, H. Heinzelmann, R. Wiesendanger, L. Rosenthaler, H.R. Hidber und H.-J. Günterodt, J. Appl. Phys. 62, 4293 (1987)
- /21/ A. Wadas, J. Magn. Magn. Mater 71, 147 (1988)
- /22/ A. Wadas, J. Magn. Magn. Mater. 72, 295 (1988)
- /23/ U. Hartmann, J. Appl. Phys. 64, 1561 (1988)
- /24/ J.J. Sáenz, N. Garcia und J. C. Slonczewski, Appl. Phys. Lett. 53, 1449 (1988)

- /25/ U. Hartmann, J. Microsc. 152, 281 (1988)
- /26/ U. Hartmann, Phys. Lett. A 137, 475 (1989)
- /27/ U. Hartmann, J. Vac. Sci. Technol. A8, 411 (1990)
- /28/ U. Hartmann, Phys. Rev. B40, 7421 (1989)
- /29/ A. Wadas und P. Grütter, Phys. Rev. B39, 12013 (1989)
- /30/ A. Wadas, P. Grütter und H.-J. Güntherodt, J. Vac. Sci. Technol. A8, 416 (1990)
- /31/ L.W. McKeehan, Phys. Rev. 57, 1177 (1940)
- /32/ C.W. Heaps, Phys. Rev. 57, 528 (1940)
- /33/ C. Kittel, Phys. Rev. 76, 1527 (1949)
- /34/ C. Kittel, Rev. Mod. Phys. 21, 569 (1957)
- /35/ U. Hartmann, J. Magn. Magn. Mater. 68, 298 (1987)
- /36/ J.N. Israelachvili, "Intermolecular and Surface Forces" (Academic Press, London, 1985)
- /37/ W.R. Smythe, "Pure and Applied Physics" (McGraw-Hill Book Company, Inc., New York, 1950)
- /38/ E. Durand, "Électrostatique et magnétostatique" (Masson, Paris, 1953)
- /39/ H. Buchholz, "Elektrische und magnetische Potentialfelder" (Springer-Verlag, Berlin, 1957)
- /40/ T. Göddenhenrich, Dissertation, KFA-Jülich (in Vorbereitung)
- /41/ J.E. Stern, B.D. Terris, H.J. Mamin und D. Rugar, Appl. Phys. Lett. 53, 2717 (1988)
- /42/ J.D. Jackson, "Klassische Elektrodynamik" (Walter de Gruyter, Berlin, 1981)
- /43/ G. Cox, IFF der KFA-Jülich (private Mitteilung)
- /44/ J.N. Israelachvili, Proc. Roy. Soc. Lond. A331, 19 (1972)
- /45/ H.B.G. Casimir und D. Polder, Phys. Rev. 73, 360 (1948)
- /46/ E.M. Lifshitz, Sov. Phys. 2, 73 (1956)
- /47/ I.E. Dzyaloshinskii, E.M. Lifshitz und L.P. Pitaevskii, Adv. Phys. 10, 165 (1961)
- /48/ D. Langbein, J. Phys. Chem. Solids 32, 1657 (1971)
- /49/ J.N. Israelachvili, Proc. Roy. Soc. Lond. A331, 39 (1972)
- /50/ F. London, Z. Phys. 63, 245 (1930)
- /51/ L.D. Landau und E.M. Lifshitz, "Lehrbuch der theoretischen Physik", Bd. VIII" (Akademie-Verlag-Berlin, 1980)
- /52/ A. van Silfhout, Phys. Chem. B33, 501 (1966)
- /53/ Y.N. Moiseev, V.M. Mostepanenko, V.J. Panov und I.Yu. Sokolov, Phys. Lett. A132, 354 (1988)
- /54/ J. Tersoff und D.R. Hamann, Phys. Rev. Lett. 50, 1998 (1983)
- /55/ J. Tersoff und D.R. Hamann, Phys. Rev. B31, 805 (1985)

- /56/ N. Garcia and F. Flores, Physica 127B, 137 (1984)
- /57/ C.J. Chen, J. Vac. Sci. Technol. A6, 319 (1988)
- /58/ J.G. Simmons, J. Appl. Phys. 34, 1793 (1963)
- /59/ M. Anders, Dissertation, Justus Liebig: Universität Gießen (1990)
- /60/ H. Lemke, T. Göddenhenrich, H.-P. Bochem, U. Hartmann und C. Heiden, Rev. Sci. Instrum. (Oktober 1990)
- /61/ H. Lemke, T. Göddenhenrich, U. Hartmann und C. Heiden, Frühjahrstagung der DPG, Regensburg, 1990
- /62/ H. Lemke, T. Göddenhenrich, H.P. Bochem und U. Hartmann, Deutsche Patentanmeldung Nr. P 40 07 291.6 und 40 07 292.4 der KFA Jülich (1990)
- /63/ Y. Akama, E. Nishimura und A. Sakai, J. Vac. Sci. Technol. A8, 429 (1990)
- /64/ P.J. Bryant, H.S. Kim, Y.C. Zheng und R. Yang, Rev. Sci. Instrum. 58, 1115 (1987)
- /65/ T. Göddenhenrich, U. Hartmann, M. Anders und C. Heiden, J. Microsc. 152, 527 (1988)
- /66/ T. Göddenhenrich, H. Lemke, U. Hartmann, und C. Heiden, J. Vac. Sci. Technol. A8, 383 (1990)
- /67/ H.W. Dettner und J. Elze, "Elektrolytisches Polieren", Sonderdruck aus "Handbuch der Galvanotechnik", Friedrich Blasberg G.m.b.H.
- /68/ T. Göddenhenrich, Diplomarbeit, Westfälische Wilhelms-Universität Münster (1987)
- /69/ D.K. Biegelsen, F.A. Ponce J.C. Tramontana und S.M. Koch, Appl. Phys. Lett. 50, 696 (1987)
- /70/ J. Garnaes, F. Kragh, K.A. Morch und A.R. Thölén, J. Vac. Sci. Technol. A8, 441 (1990)
- /71/ G. Masing, "Lehrbuch der allgemeinen Metallkunde" (Springer-Verlag, Berlin, 1950)
- /72/ R. Berthe, Dissertation, KFA-Jülich (in Vorbereitung)
- /73/ H. Heinzelmann, E. Meyer, P. Grütter, H.-R. Hidber, L. Rosenthaler und H.-J. Güntherodt, J. Vac. Sci. Technol. A6, 275 (1988)
- /74/ E. Meyer, H. Heinzelmann, P. Grütter, TH. Jung, TH. Weisskopf, H.-R. Hidber, R. Lapka, H. Rudin und H.-J. Güntherodt, J. Microsc. 152, 269 (1988)
- /75/ A.L. Weisenhorn, P.K. Hansma, T.R. Albrecht und C.F. Quate, Appl. Phys. Lett. 54, 2651 (1989)
- /76/ H. Schäfer, Dissertation, Westfälische Wilhelms-Universität Münster (1987)
- /77/ J.B. Goodenough, Phys. Rev. 95, 917 (1954)
- /78/ E. Kneller, "Ferromagnetismus" (Springer-Verlag, Berlin, 1962)
- /79/ U. Hartmann, Dissertation, Westfälische Wilhelms-Universität Münster (1986)
- /80/ R. Berthe, Diplomarbeit, Westfälische Wilhelms-Universität Münster (1986)

- /81/ A. Birkner, Diplomarbeit, Westfälische Wilhelms-Universität Münster (1988)
- /82/ T. Göddenhenrich, H. Lemke, U. Hartmann und C. Heiden, Appl. Phys. Lett. 56, 2578 (1990)
- /83/ U. Hartmann, Phys. Rev. B36, 2331 (1987)
- /84/ I.N. Bronstein und K.A. Semendjadjew, "Taschenbuch der Mathematik" (Verlag Harri Deutsch, Thun, 1984)
- /85/ Courant, "Vorlesungen über Differential- und Integralrechnung I" (Springer-Verlag, Berlin, 1985)
- /86/ W. Walter, "Analysis I" (Springer-Verlag, Berlin, 1985)
- /87/ J. Stoer, "Einführung in die Numerische Mathematik I" (Springer-Verlag, Berlin, 1983)

Anhang I

Näherungen für die Summe in Gl. (2.8)

a) $z \gg a$

$$\zeta = \operatorname{arcosh} (R/a) \approx \ln(2R/a) \gg 1$$

$$\Rightarrow \sum \frac{\sinh \zeta}{\sinh (n\zeta)} \approx \sum_{n=1}^{\infty} e^{-(n-1)\zeta} \approx 1 + a/2R$$

b) $z \ll a$

$$\zeta = \operatorname{arcosh} (R/a) \ll 1$$

Für kleine ζ ergibt sich nach dem Satz von Moivre /84/

$$\sinh n\zeta \approx n \cosh^{n-1} \zeta \sinh \zeta$$

$$\Rightarrow \sum \frac{\sinh \zeta}{\sinh n\zeta} \approx \sum \frac{a^{n-1}}{n(a+z)^{n-1}} .$$

Mit Hilfe der Z-Transformation /84/ ergibt sich

$$\mathcal{Z} \left\{ \frac{a^{n-1}}{n(a+x)^{n-1}} \right\} = \frac{a+x}{a} \ln \left(\frac{z}{z - za/(a+x)} \right) \Big|_{z=1} = \frac{a+x}{a} \ln \left(\frac{a+x}{x} \right)$$

als Näherung für die Summe.

Anhang II

Berechnung der elektrostatischen WW mit einem Ladungsgitter

Nach der Euler-Mac Laurin-Formel /85-87/ gilt, falls $f(n) \rightarrow 0$ ($n \rightarrow \infty$),

$$\sum_{n=0}^{\infty} f(n) = \int_0^{\infty} f(x) dx + \frac{1}{2} f(0) - \sum_{\mu=1}^{\infty} b_{2\mu} \partial_x^{(2\mu-1)} f(0) + R_K \quad (A1)$$

$$= \int_0^{\infty} f(x) dx + \frac{1}{2} f(0) - \frac{1}{12} f'(0) + \frac{1}{720} f'''(0) - \frac{1}{30240} f^{(5)}(0) \dots$$

$b_{2\mu} = B_{2\mu} / (2\mu)!$ (die $B_{2\mu}$ sind die Bernoullizahlen) und R_K ist das Restglied. Eine Darstellung für R_K findet man beispielsweise bei Courant /85/.

Im vorliegenden Fall ist

$$f(n, k) = \{ [z^2 + r_0^2 \cdot (k^2 + n^2)]^{-1/2} - [z^2 + r_0^2 \cdot (k^2 + n^2 + 1/2)]^{-1/2} \} \quad (A2)$$

Die Doppelsumme kann nun berechnet werden, indem man

$$\sum_{n,k} f(n, k) = \sum_k \left\{ \int_0^{\infty} f(x, k) dx + \frac{1}{2} f(0, k) - \sum_{\mu=1}^{\infty} b_{2\mu} \partial_x^{(2\mu-1)} f(0, k) \right\}$$

$$= \int_0^{\infty} \int_0^{\infty} f(x, y) dx dy + \frac{1}{2} \int_0^{\infty} f(0, y) dy +$$

$$\frac{1}{2} \int_0^{\infty} f(x, 0) dx + \frac{1}{4} f(0, 0) + R_1$$

bildet. R_1 ist folgendermaßen gegeben:

$$R_1 = - \sum_{\mu=1}^{\infty} b_{2\mu} \partial_x^{(2\mu-1)} \left[\int_0^{\infty} dy f(0, y) + \frac{1}{2} f(0, 0) \right] +$$

$$- \sum_{\nu=1}^{\infty} b_{2\nu} \partial_y^{(2\nu-1)} \left[\int_0^{\infty} dx f(x, 0) + \frac{1}{2} f(0, 0) \right] +$$

$$+ \sum_{\mu, \nu=1}^{\infty} b_{2\mu} b_{2\nu} \partial_x^{(2\mu-1)} \partial_y^{(2\nu-1)} f(0, 0) \quad .$$

Für R_1 gilt: $R_1 \equiv 0$, da jeder einzelne Term an der Stelle $x, y = 0$ verschwindet.

Analog berechnet man die Summation über die Glieder $f(n) = f(n, 0)$:

$$\sum_{n=0}^{\infty} f(n) = \int_0^{\infty} f(x) dx + \frac{1}{2} f(0) + R_2 .$$

Für R_2 gilt wiederum $R_2 \equiv 0$.

Zu berechnen ist schließlich

$$\sum_{n,k} f(n,k) - \sum_n f(n,0) + \frac{1}{4} f(0,0) = \int_0^{\infty} \int_0^{\infty} f(x,y) dx dy . \quad (A3)$$

Die Kraft F ist danach durch

$$F = -\frac{e^2}{\epsilon_0} \left\{ \frac{1}{2r_0^2} - \frac{z}{2r_0^2 \sqrt{z^2 + r_0^2/2}} \right\} \quad (A4)$$

gegeben. Das Näherungsergebnis Gl. (2.16) ergibt sich schließlich, wenn man Gl. (A4) für $z \gg r_0$ entwickelt und danach z durch $2z$ ersetzt.

Anhang III

Berechnung der makroskopischen van der Waals-Kraft mit der eingeführten geometrischen Approximation

Nach Gl. (2.26) ergibt sich

$$\phi(d) = -n_1 n_2 b \int d^3 x_2 \int_{d+z_2}^{\infty} \int_0^{2\pi} \int_0^{\infty} \frac{1}{(\rho_1^2 + z_1^2)^{\mu/2}} \rho_1 d\rho_1 d\varphi_1 dz_1 \quad (A5)$$

$$= - \frac{2\pi b n_1 n_2}{(\mu-2)(\mu-3)} \int_0^L \int_0^{2\pi} \int_0^{(z_2/a)^{1/\kappa}} \frac{1}{(d+z_2)^{(\mu-3)}} \rho_2 d\rho_2 d\varphi_2 dz_2 \quad (A6)$$

$$= -n_1 n_2 \frac{b}{a^{2/\kappa}} \frac{2\pi^2}{(\mu-2)(\mu-3)} \int_0^L \frac{z_2^{2/\kappa}}{(d+z_2)^{(\mu-3)}} dz_2 \quad (A7)$$

Aus Gleichung (A7) erhält man Gl. (2.27) für die Kraft F , indem man $F = -\partial\phi/\partial d$ bildet.

Für $L \rightarrow \infty$ erhält man durch elementare Integration als allgemeine Lösung (siehe Gl. 2.32)

$$F = \frac{1}{a^{2/\kappa}} \cdot \frac{2\pi^2 b}{(\mu-2)(\mu-3)} \cdot \left[4 + \frac{2}{\kappa} - \mu \right] \cdot \frac{\Gamma((2/\kappa)+1) \Gamma(\mu-(2/\kappa)+4)}{\Gamma(\mu-3)} \times \\ n_1 n_2 \cdot d^{[3+(2/\kappa)-\mu]} \quad (A8)$$

mit der Gammafunktion $\Gamma(x)$ und $\kappa \geq 1$. Für den nicht-retardierten sowie den retardierten Grenzfall ist $\mu=6$ bzw. $\mu=7$ anzusetzen. Die Lösungen für einen Kreiskegel erhält man für $\kappa=1$ und diejenigen für ein rotationssymmetrisches Paraboloid für $\kappa=2$. Mit diesen Parametern ergeben sich Gl.n. (2.28)-(2.30) unmittelbar aus Gl. (A8).

Anhang IV

Berechnung der Konstanten b_{nr} (nicht-retardiert) und b_r (retardiert).

a) Durch Vergleich von Gl. (2.21) und (2.25) ermittelt man

$$b_{nr} = \frac{3h}{64\pi^3 \epsilon_0^2} \sum_{l,m} \frac{\omega_l \omega_m}{\omega_l + \omega_m} \alpha_l(\omega_l) \alpha_m(\omega_m) . \quad (A9)$$

Betrachtet man jeweils einen charakteristischen angeregten Zustand der Atome (1) und (2) so ergibt sich mit den charakteristischen Anregungsfrequenzen $\omega_{1,2}$ und den zugehörigen Polarisierbarkeiten $\alpha_{1,2}$ näherungsweise

$$b_{nr} = \frac{3h}{64\pi^3 \epsilon_0^2} \cdot \frac{\omega_1 \omega_2}{(\omega_1 + \omega_2)} \cdot \alpha_{10} \alpha_{20} . \quad (A10)$$

Die mikroskopischen elektronischen Polarisierbarkeiten $\alpha_{1,2}$ sind mit den makroskopischen dielektrischen Konstanten $\epsilon_{1,2}$ über die Clausius-Mossotti-Relation verknüpft. Es gilt danach

$$\frac{\epsilon_{1,2} - 1}{\epsilon_{1,2} + 2} = \frac{1}{3\epsilon_0} n \alpha(\omega) . \quad (A11)$$

Setzt man Gl. (A11) in Gl. (A10) ein, so erhält man Gl. (2.33).

b) Vergleicht man die beiden Gl. (2.22) und (2.25), so erhält man

$$b_r = \frac{23hc}{128\pi^4 \epsilon_0^2} \cdot \alpha_{10} \alpha_{20} , \quad (A12)$$

wobei α_{10}, α_{20} die statischen Polarisierbarkeiten der beteiligten Medien sind. Mit Gl. (A11) ergibt sich daraus Gl. (2.34).

Anhang V

Berechnung von F_{nr} und F_r für zwei Platten im Abstand d voneinander.

Zur Lösung des Problems werden die Platten durch Zylinder approximiert: Führt man in Gl. (A6) die Integration über ρ_2 in den Grenzen 0 und R aus, wobei R der Radius des Zylinders ist, so ergibt sich statt Gl. (A7)

$$\phi(d) = \frac{2\pi^2 n_1 n_2}{(\mu-2)(\mu-3)} b R^2 \int_0^L \frac{1}{(d+z_2)^{(\mu-3)}} dz_2 . \quad (A13)$$

Aus Gl. (A13) erhält man analog zu Anhang III für $L \rightarrow \infty$ und $\mu=6,7$

$$F = -\frac{2\pi^2 n_1 n_2}{(\mu-2)(\mu-3)} b \cdot \frac{A}{d^{(\mu-3)}} \quad (A14)$$

für die Kraft. $A = \pi R^2$ ist hierbei die Plattenfläche. Für $\mu = 6$ und $\mu = 7$ ergeben sich Gln. (2.36) und Gl. (2.38).

Anhang VI

Konstanten der reinen Materialien der zur Sondenherstellung verwendeten Drähte nach Goodfellow (Goodfellow GmbH, Eschborn; Katalog 1990).

Nickel (Ni):

Ordnungszahl	28				
Atomgewicht amu	58,69				
Atomradius n. Goldschmidt, nm	0,125				
Natürliche Isotopen Verteilung, Massenzahl	58	60	61	62	64
%	68,27	26,10	1,13	3,59	0,91
Ionisationspotential	1	2	3	4	5
eV	7,63	18,2	35,2	54,9	75,5
108					
Thermaler Neutronenabsorptionsquerschnitt	4,54	Barns			
Photoelektrische Arbeitsfunktion, eV	4,9				
Elektronenstruktur	Ar	3d ⁸	4s ²		
Kristallstruktur	Kubischflächenzentriert				
angegebene Wertigkeit	0, 1, 2, 3				
Schmelzpunkt, °C	1453				
Siedepunkt, °C	2732				
Dichte bei 20°C, g cm ⁻³	8,9				
Spezifische Wärme bei 25°C, H K ⁻¹ g ⁻¹	444				
Latente Schmelzwärme, J g ⁻¹	292				
Latente Verdampfungswärme, J g ⁻¹	6378				
Spezifische Wärmeausdehnung bei 0-100°C	13,3	x 10 ⁻⁶	K ⁻¹		
Wärmeleitfähigkeit bei 0-100°C, W m ⁻¹ K ⁻¹	90,9				
Elektr. spez. Widerstand bei 20°C, µΩcm	6,9				
Temperaturkoeffizient bei 0-100°C	0,0068	K ⁻¹			
Thermale EMF gegenüber Platin					
Kalte Verbindung bei 0°C, heiße bei 100°C	1,48	MV			
Materialzustand	Weich	Hart	Polykristallin		
Young's Modul, GPa			199,5		
Poisson's Verhältnis			0,312		
Grössen Modul, GPa			177,3		
Zugfestigkeit, MPa	400	660			
Fließspannung, MPa	150	480			
Izod Zähigkeit, J m ⁻¹	160	160			
Brinell Härte	100	190			

Wolfram (W):

Ordnungszahl	74				
Atomgewicht amu	183,85				
Atomradius n. Goldschmidt, nm	0,141				
Natürliche Isotopen Verteilung, Massenzahl	180	182	183	184	186
%	0,1	26,3	14,3	30,7	28,6
Ionisationspotential	1	2			
eV	7,98	17,7			
Thermaler Neutronenabsorptionsquerschnitt	18,5	Barns			
Photoelektrische Arbeitsfunktion, eV	4,55				
Elektronenstruktur	Xe 4f ¹⁴ 5d ⁴ 6s ²				
Kristallstruktur	Kubischraumzentriert				
angegebene Wertigkeit	2, 3, 4, 5, 6				
Schmelzpunkt, °C	3410				
Siedepunkt, °C	5660				
Dichte bei 20°C, g cm ⁻³	19,3				
Spezifische Wärme bei 25°C, H K ⁻¹ g ⁻¹	133				
Latente Schmelzwärme, J g ⁻¹	192				
Latente Verdampfungswärme, J g ⁻¹	4009				
Spezifische Wärmeausdehnung bei 0-100°C	4,5 x 10 ⁻⁶	K ⁻¹			
Wärmeleitfähigkeit bei 0-100°C, W m ⁻¹ K ⁻¹	173				
Elektr. spez. Widerstand bei 20°C, µΩcm	5,4				
Temperaturkoeffizient bei 0-100°C	0,0048	K ⁻¹			
Thermale EMF gegenüber Platin					
Kalte Verbindung bei 0°C, heiße bei 100°C	1,12	MV			
Leitfähigkeit kritische Temperatur, K	0,0154				
Materialzustand	Weich	Hart	Polykristallin		
Young's Modul, GPa			411		
Poisson's Verhältnis			0,28		
Grössen Modul, GPa			311		
Zugfestigkeit, MPa	550-620		1920		
Fließspanung, MPa	550				
Vickers Härte	360	500			

Anhang VII

Technische Daten der Magnetometerspulen

Induktionsspule:

Länge:	$l = 33 \text{ mm}$
Außenradius des Spulenkörpers:	$r_a = 1,05 \text{ mm}$
Innenradius des Spulenkörpers:	$r_i \approx 500 \text{ } \mu\text{m}$
Drahtdicke:	$d = 40 \text{ } \mu\text{m}$
Windungszahl:	$n = 550$
Ohmscher Widerstand:	$R = 31,6 \text{ } \Omega$
magnetische Feldstärke:	$H = 16\,633 \text{ m}^{-1} \cdot I$

Felderzeugende Spule:

Länge:	$l = 36,2 \text{ mm}$
Außenradius des Spulenkörpers:	$r_a = 3 \text{ mm}$
Innenradius des Spulenkörpers:	$r_i = 1,5 \text{ mm}$
Drahtdicke:	$d = 40 \text{ } \mu\text{m}$
Windungszahl:	$n = 600$
Ohmscher Widerstand:	$R = 104,6 \text{ } \Omega$
magnetische Feldstärke:	$H = 16\,352 \text{ m}^{-1} \cdot I$

Die magnetischen Feldstärken wurden nach der Formel $H = (n/2) \cdot (r^2 + l^2/4)^{-1/2} \cdot I$ berechnet /78/. Alle anderen Daten sind gemessene Werte.

Diese Arbeit wurde am Institut für Angewandte Physik der Justus-Liebig-Universität Gießen und am Institut für Schicht- und Ionentechnik des Forschungszentrums KFA-Jülich GmbH angefertigt.

Herrn Professor Dr. C. Heiden danke ich für die interessante Themenstellung, seine Unterstützung und sein Interesse am Fortgang dieser Arbeit.

Herrn Dr. U. Hartmann danke ich für sein großes Engagement und die vielen klärenden Gespräche.

Neben allen anderen Mitgliedern der Arbeitsgruppe danke ich besonders Herrn Dipl.-Phys. T. Göddenhenrich für seine Unterstützung und stete Diskussionsbereitschaft. Herrn Dipl. Ing. H.-P. Bochem danke ich für die gute Zusammenarbeit auf dem Gebiet der Rasterelektronenmikroskopie. Ich bedanke mich bei Herrn Dr. M. Mück und Herrn Dr. M. Grimm für die Herstellung dünner Aufdampfschichten.

Ferner möchte ich den Mitarbeitern der feinmechanischen Werkstätten für ihre sorgfältige Arbeit, Frau Bartels für die Anfertigung der Fotografien und Frau Hick für die Anfertigung der Zeichnungen danken. Den Mitarbeitern aus den beiden elektronischen Werkstätten danke ich für die Hilfe bei der Entwicklung und Anfertigung elektronischer Geräte.

Frau E. Brauweiler danke ich für das Erstellen des Bildmaterials.

