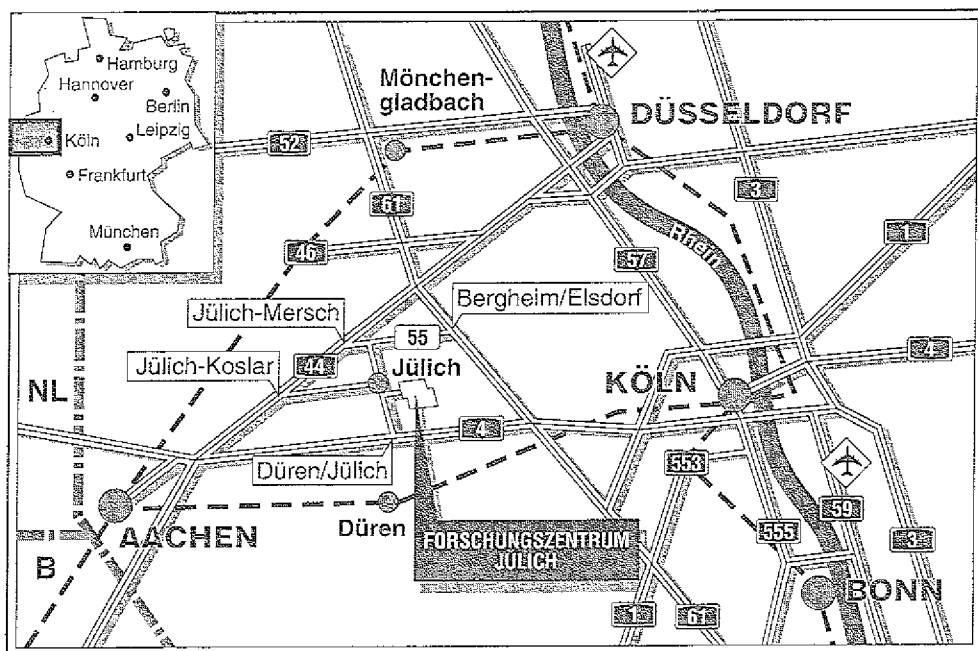


Institut für Schicht- und Ionentechnik

**Abbildung und Charakterisierung
mikromagnetischer Oberflächen-
streufelder mit einem neu entwickelten
Magnetokraft-Mikroskop**

Thomas Göddenhenrich



Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 2442

ISSN 0366-0885

Institut für Schicht- und Ionentechnik Jül-2442

D 26 (Diss. Universität Gießen)

Zu beziehen durch: Forschungszentrum Jülich GmbH · Zentralbibliothek

Postfach 1913 · D-5170 Jülich · Bundesrepublik Deutschland

Telefon: 02461/61-6102 · Telefax: 02461/61-6103 · Telex: 833556-70 kfa d

Abbildung und Charakterisierung mikromagnetischer Oberflächen- streufelder mit einem neu entwickelten Magnetokraft-Mikroskop

Thomas Göddenhenrich

1. The first part of the paper is devoted to the study of the properties of the function $f(x)$ defined by the equation

$$f(x) = \int_0^x \frac{1}{1+t^2} dt$$

for $x \in \mathbb{R}$. It is shown that $f(x)$ is an odd function and that $f(x) \in (-\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2})$ for all $x \in \mathbb{R}$. The function $f(x)$ is also shown to be strictly increasing and concave down on $(0, \infty)$ and strictly decreasing and concave up on $(-\infty, 0)$.

2. The second part of the paper is devoted to the study of the properties of the function $g(x)$ defined by the equation

$$g(x) = \int_0^x \frac{1}{1+t^4} dt$$

for $x \in \mathbb{R}$. It is shown that $g(x)$ is an even function and that $g(x) \in (0, \frac{\pi}{2})$ for all $x \in \mathbb{R}$. The function $g(x)$ is also shown to be strictly increasing on $(0, \infty)$ and strictly decreasing on $(-\infty, 0)$. The function $g(x)$ is also shown to be concave up on $(0, \infty)$ and concave down on $(-\infty, 0)$.

Inhaltsverzeichnis

Seite

Einleitung

1. Abbildungstechniken im Überblick	1
1.1 Abbildungstechniken für magnetische Strukturen	1
1.2 Raster-Sonden-Mikroskopie	2
1.3 Raster-Kraft- und Magnetokraft-Mikroskopie	4
2. Allgemeine Grundlagen der Raster-Kraftmikroskopie	5
2.1 Das Meßprinzip	5
2.2 Die Meßanordnung	9
2.3 Die verschiedenen Meßmodi	9
3. Kraftwechselwirkungen in der Raster-Kraftmikroskopie	11
3.1 Van der Waals Kräfte	11
3.2 Adhäsionskräfte	13
3.3 Elektrostatische Coulombkräfte	19
3.4 Kraftempfindlichkeit	23
4. Allgemeine Grundlagen zur Magnetokraft-Mikroskopie	24
4.1 Ursachen für Streufelder	24
4.2 Streufeld-Simulation	25
4.3 Das Prinzip der magnetischen Raster-Kraftmikroskopie	26
4.4 Kontrastmechanismen in der Magnetokraft-Mikroskopie	28
4.4.1 Dipol-Wechselwirkung	28
4.4.2 Monopol-Wechselwirkung	30
4.4.3 Magnetische Bildinformation und Auflösung	30
5. Aufbau eines Magnetokraft-Mikroskops	32
5.1 Anforderungen an den Detektor für die Hebelarmauslenkung	32
5.1.1 Verschiedene Sensoren zur Detektion der Hebelarmauslenkung	33
5.2 Aufbau eines Detektors mit kapazitivem Auslesemechanismus	34
5.2.1 Kriterien für den Aufbau eines kapazitiven Auslenkungsdetektors	35
5.2.2 Aufbau der C-Meßbrücke und der analogen Regelkreiselektronik	37
5.3 Aufbau von Hebelarm und Sonde	39
5.3.1 Vergleichende Bemerkungen zu unterschiedlichen Hebelarmanordnungen	41
5.3.2 Elektrolytische Präparationsverfahren	42

	Seite
5.3.3 Magnetkraft-Sonden	44
5.3.4 Sonden mit gezielt beeinflusster Geometrie	48
5.4 Mechanischer Aufbau und Schwingungsdämpfung	49
5.4.1 Piezoelektrische Rastereinheit	50
5.5 Rechnersteuerung und Meßwerterfassung	51
5.5.1 Digitale Rasteransteuerung	51
5.5.2 Aufbau des Meßprogramms mit digitaler Bildverarbeitung	52
5.6 Kerr-Technik als zusätzliche Beobachtungsmethode	56
 6. Kalibrierungsmessungen zum Verfahren	 57
6.1 Kalibrierung der Rastereinheit mit einem Strichgitter	57
6.2 Untersuchungen zum Verhalten des Kapazitätssensors	58
6.2.1 Statischer und dynamischer Einfluß des C-Sensors auf den Hebelarm und das Resonanzverhalten im kontaktlosen Betrieb	 58
6.2.2 Kalibrierung des Kapazitätssensors und des Hebelarmes	61
6.3 Experimentelle Ermittlung der elektrostatischen Hilfskraft und das Verhalten des Kraft-Regelkreises	 63
6.4 Kalibrierung der Magnetkraft-Sonde mit dem Magnetfeld eines stromdurchflossenen Drahtes	 67
 7. Charakterisierung von Leiter- und Nichtleiteroberflächen mit dem Raster-Kraftmikroskop	 72
7.1 Messungen an Graphit	72
7.2 Oberflächenmorphologische Untersuchungen	75
7.2.1 Korngrößenbestimmung von gesputterten Schichten	75
7.2.2 Oberflächenabbildung magnetischer Materialien	77
7.3 Diskussion der Meßergebnisse	81
7.3.1 Abbildungsfehler in der Raster-Kraftmikroskopie	82
7.3.2 Zur Lösung des Konvolutionsproblems	85
7.3.3 Laterale Auflösung des Verfahrens	90
 8. Abbildung und Charakterisierung von lokalen magnetischen Oberflächenstreufeldern	 91
8.1 Messungen der Streufeldverteilung am Spalt eines Miniatur-Videokopfes	91
8.2 Longitudinale und transversale magnetische Aufzeichnungsmedien	94
8.2.1 Diskette als magnetischer Datenträger	94
8.2.2 Magnetooptische Speicherschichten	96
8.3 Melt-Spun Band	100

	Seite
8.4 Untersuchungen der lokalen Streufeldverteilung an der Oberfläche ferromagnetischer Einkristalle	102
8.4.1 Destruktive Wandwechselwirkungen	103
8.4.2 Trennung zwischen Topographie- und Magnetkontrast	105
8.4.3 Unterschiede zwischen 90° - und 180° -Domänenwänden	108
8.4.4 Substrukturen innerhalb von 180° -Wänden	111
8.4.5 Vergleichende Untersuchungen mit verschiedenen Magnetsonden .	112
8.4.6 Vergleich zwischen dem Wandmodell und den Meßdaten einer multipolaren 180° -Wand	113
8.5 Auflösung in der Magnetokraft-Mikroskopie am Beispiel eines Modellfeldes	116

Zusammenfassung

Anhang

- A1 Liste der verwendeten Geräte und Programme
- A2 Berechnung der Kapazitätsmeßbrücke
- A3 Auflistung des Programms zur Berechnung der Auflösung
an einem Modellfeld
- A4 Auflistung des Messdatenerfassungsprogramms mit Bildverarbeitung
- A5 Auflistung des Auswerteprogramms für die Sondenkalibrierung
- A6 Auflistung des Streufeld-Simulationsprogramms

Literaturverzeichnis

Einleitung

Der Trend bei gegenwärtigen und zukünftigen magnetischen Datenspeichermedien führt zu immer höheren Speicherdichten. Hierbei spielen die Grenzen der zu erreichenden Informationsdichte eine wesentliche Rolle: die Ausdehnung von Domänen in einer Größenordnung, die vergleichbar mit der Domänenwandweite wird oder sogar Domänenwände als eigentliche Informationsspeicher. So ist die direkte Beobachtung von mikromagnetischen Feinstrukturen, z.B. Blochlinien [1.1], für eine mögliche Anwendung als Datenspeicher mit extrem hoher Datendichte, sog. "Blochlinememory" [1.2], von großem Interesse.

Neben Abbildungstechniken, welche die Oberflächenmagnetisierung direkt abbilden, sind die Methoden von Bedeutung, die das lokale, oberflächennahe magnetische Streufeld erfassen. Im Vergleich zu den direktabbildenden Methoden mit einer Ortsauflösung bis hinab zu einigen 10nm, ist die laterale Feldauflösung dieser Verfahren mit etwa $1\mu\text{m}$ aber deutlich geringer.

Die vorliegende Arbeit beschreibt die Entwicklung einer magnetfeldempfindlichen Meßanordnung, welche eine einfache Abbildung von lokalen Oberflächen-Streufeldstrukturen mit einer verbesserten Orts- und Feldauflösung gegenüber herkömmlichen Methoden, in einer vertretbaren Meßzeit gestattet. Bei dieser neuen Rastertechnik ist es möglich, basierend auf dem von BINNIG et al. [1.3] entwickelten Prinzip des Raster-Kraftmikroskops, die Kraftwechselwirkung zwischen dem lokalen, oberflächennahen Magnetfeld und einer ferromagnetischen Sonde zu messen. Am Beginn dieser Arbeit (August 1987) lagen hierzu erste Hinweise aus Raster-Tunnelexperimenten [1.4] vor.

Zusätzlich zur eigentlichen Geräteentwicklung wurden Verfahren zur Herstellung, Präparation und Charakterisierung der Sonden erarbeitet. An der Streufeldstruktur eines einfachen Testfeldes wurde dann über die gemessene Kraftverteilung mit einer Modellrechnung auf die Magnetisierungsstruktur der Sonde geschlossen.

Neben rein oberflächenmorphologischen Messungen wurde das lokale Magnetfeld an der Oberfläche ferromagnetischer Proben untersucht. Um überschaubare experimentelle Randbedingungen zu erhalten, wurden diese Messungen hauptsächlich an einkristallinen Eisenwhiskern mit einer einfachen magnetischen Bereichsstruktur durchgeführt. Die experimentellen Ergebnisse verdeutlichen den bislang unterschätzten Einfluß des Eigenstreufeldes der Magnetsonde. Darüberhinaus werden die Messungen im Zusammenhang mit Ergebnissen aus mikromagnetischen

Modellrechnungen und anderen Abbildungstechniken diskutiert. Hieraus ergeben sich Konsequenzen für die praktische Anwendung dieser relativ neuen Sonden-Technik.

Kapitel 1

Abbildungstechniken im Überblick

1.1 Abbildungstechniken für magnetische Strukturen

Die magnetischen Abbildungstechniken lassen sich grob in indirekte und direkte Verfahren aufteilen. Bei den indirekt abbildenden, magnetfeldempfindlichen Methoden wird die zu untersuchende Probe mehr oder weniger stark gestört und diese Veränderung dann beobachtet. Ein Beispiel hierfür ist die Bitter'sche Kolloidtechnik [1.5-1.7]. Wenige 10nm kleine Ferrofluidteilchen (Eindomänen-
teilchen) lagern sich am Ort des größten Magnetfeldgradienten an und bilden Kluster, die sich z. B. mit einem optischen Mikroskop leicht abbilden lassen. HARTMANN und MENDE [1.8,1.9] verwendeten hierzu die Interferenz-Kontrast-Technik und erreichten, in Verbindung mit einem Öl-Immersionsobjektiv, eine laterale Auflösung von etwa 800nm. Andere Magnetfeld abbildende Techniken, wie etwa die Verwendung einer Hall-Sonde [1.10] oder eines Schwingschleifen-magnetometers [1.11] scheiden Aufgrund der geringen Ortsauflösung (einige 10 μ m) für hochauflösende Untersuchungen im Submikronbereich bis hinab zu wenigen 10 Nanometern aus.

Verfahren, welche die Magnetisierung der Oberfläche direkt abbilden, verwenden elektromagnetische Wellen, deren Eigenschaften durch die magnetische Struktur beeinflusst werden. Dies können sowohl sichtbare Photonen, bei denen über dem magneto-optischen Kerreffekt [1.12] die Polarisation beeinflusst wird, als auch Elektronen mit einer korrespondierenden Spin-Wechselwirkung sein [1.13]. Die Information über die Oberflächenmagnetisierung ist dann direkt über eine anschließende Polarisationsanalyse zugänglich.

Für den magneto-optischen longitudinalen Kerreffekt konnte SCHMIDT et al. [1.14] mit einem videounterstützten Kermikroskop mit digitaler Bildverarbeitung, basierend auf dem Differenzbildverfahren zur Trennung zwischen Topographie- und Magnetkontrast, Auflösungen von $< 1\mu$ m erzielen. Die Auflösung ist hierbei prinzipiell durch die optische Auflösung begrenzt. Für die Zukunft zeichnet sich allerdings ab, daß der Einsatz der optischen Nahfeld-Mikroskopie (siehe Kap. 1.2) bei der Beobachtung magneto-optischer Kontraste zu einer deutlichen Steigerung der Auflösung führen wird.

Die auf der Sekundärelektronenemission mit anschließender Spinpolarisationsanalyse basierende Technik (UNGURIS et al. [1.15]) liefert in der Praxis eine laterale Auflösung von etwa 50nm. Die Information über die Magnetisierung wird hierbei aus einer wenige Nanometer tiefen Schicht gewonnen: Der Elektronenstrahl eines Raster-Elektronenmikroskops fällt auf die Oberfläche einer ferromagnetischen Probe. Die emittierten Sekundärelektronen bilden in der Spinpolarisation den Spin der Valenzelektronen in der Oberfläche ab. Diese Methode ist sehr oberflächenempfindlich und setzt saubere Oberflächen und Ultrahochvakuum voraus. Dafür liegt aber der Magnetkontrast simultan und unabhängig von der Topographieinformation vor.

Bei den wichtigsten hochauflösenden Methoden (wenige Nanometer) der Transmissions-Elektronenmikroskopie (Integraler Effekt des Magnetfeldes auf die Ablenkung des Elektronenstrahls [1.16,1.17], differentieller Phasenkontrast [1.18], Elektronen-Holographie [1.19]) können nur genügend dünne Proben (<100nm) verwendet werden. Die Untersuchungen an Bulkmaterialien beschränken sich auf die Abbildung der Magnetfelder an der Oberfläche von Ecken und Kanten.

Der Typ-II Magnetkontrast im Rasterelektronenmikroskop [1.20] basiert ebenfalls auf der Ablenkung der Elektronen bei der Rückstreuung durch die Lorenzkraft. Die Auflösung des Verfahrens ist auf etwa 500nm begrenzt. Andere Verfahren wie etwa die Röntgentopographie [1.21] oder die Neutronenstreuung [1.22] liefern nur eine unzureichende Ortsauflösung.

1.2 Raster-Sonden-Mikroskopie

Etwa ein Jahrzehnt vor der Erfindung des Raster-Tunnelmikroskops (RTM) durch BINNIG und ROHRER [1.23] existierte bereits ein Vorläufer des RTM, der sogenannte "Topografier" [1.24]. Bei einem fast identischen mechanischen und elektrischen Aufbau wurde bei diesem Gerät aber nicht der Tunnelstrom, sondern bei Spannungen zwischen Spitze und Oberfläche im Bereich von 50-100V, der Feldemissionsstrom gemessen. Die Auflösung betrug dabei etwa 3nm vertikal und 400nm lateral zur Oberfläche.

Durch das RTM stimuliert, entwickelte sich eine ganz neue Klasse von Nahfeldmikroskopen. Diese haben die Eigenschaft, daß die Auflösung nicht von der Wellenlänge λ der verwendeten Strahlung abhängt, sondern nur vom Durchmesser

der verwendeten Sonde und deren Abstand zur Oberfläche [1.25]¹. Im Fall des RTM wirkt das Atom am Sondenapex als Aperturblende mit einem Durchmesser von etwa 0,2nm für den bilderzeugenden Tunnelstrom der Elektronen ($U=1V$, $\lambda \approx 1nm$ [1.36]) zwischen Sonde und Oberfläche. Die atomare Auflösung läßt sich aber nur dann erreichen, wenn auch die Rastereinheit für die Sonde (x,y) und die Regelung für den Abstand zwischen Sonde und Oberfläche (z) eine Genauigkeit im Sub-Ångström Bereich aufweist. Ermöglicht wurde diese präzise Sonden-Positionierung erst durch den Einsatz piezoelektrischer Stallelemente.

In der Folgezeit entstanden ganz neue, hochauflösende Nahfeld-Rastermikroskope: Das optische Nahfeld-Rastermikroskop [1.26] verwendet eine zu einer feinen Kapillare ausgedünnte Glaspipette, deren ringförmiges Sondenende mit einem lichtabsorbierenden Metallfilm bedampft wurde. Das wenige 10nm kleine Loch am Sondenapex bildet dann die Aperturblende. Mit solch einer Anordnung wurde eine Auflösung erreicht, die mit 50nm etwa $1/10$ der verwendeten Wellenlänge ($\lambda=550nm$) entspricht. Eine feine Mikrokapillare wird ebenfalls im Raster-Ionenleitfähigkeitsmikroskop [1.27] verwendet. Dabei befinden sich die Kapillare und die Probe in einer Elektrolytlösung. Sobald eine Spannung zwischen der Elektrode in der Kapillare und einer weiteren Elektrode in der Lösung anliegt, fließt ein Ionenstrom durch die enge Öffnung der Kapillare. Mit abnehmendem Abstand zwischen Kapillarenöffnung und Probenoberfläche verringert sich dieser Ionenstrom. Im Raster-Wärmemikroskop [1.28] bildet ein nur wenige 10nm großes Thermoelement die Sonde: Eine feine Wolframspitze ist mit einer dünnen Nickelschicht überzogen. Bis auf einen kleinen Bereich am Sondenapex sind beide Metalle durch eine Isolierschicht voneinander getrennt. Der Wolfram-Nickel-Kontakt fungiert dann als Thermoelement.

Das neben dem RTM wohl bedeutenste Raster-Sonden-Mikroskop ist das von BINNIG et al. entwickelte Raster-Kraftmikroskop [1.3] und eine Variante, das Magnetokraft-Mikroskop [1.29,1.30].

1 Aus dem Abbe-Kriterium für die Fernfeldmikroskopie folgt, daß durch Beugungseffekte im abbildenden System die Auflösung auf den Wert der Wellenlänge beschränkt ist [3.8]. Für den optischen Bereich an Luft (Brechzahl $n=1$) bedeutet das als untere Grenze der Auflösung etwa $\lambda \approx 500nm$. Durch den Einsatz von Medien mit einer Brechzahl $n>1$ (Öl-Immersionsobjektiv) läßt sich die Auflösung noch etwas steigern.

1.3 Raster-Kraft- und Magnetokraft-Mikroskopie

Im Gegensatz zum RTM lassen sich mit dem Raster-Kraftmikroskop (RKM) auch nichtleitende Oberflächen mit bis zu atomarer Auflösung abrastern [1.31]. Hierbei wird die auf eine spitze Sonde wirkende Kraft auf einen flexiblen Hebelarm übertragen. In der ursprünglichen Version des RKM von BINNIG [1.3] wurde die Hebelarmauslenkung mit einem Tunnelmikroskop detektiert. Trotz der prinzipiell hohen Ausleseempfindlichkeit ($<0,1\text{\AA}$) hat dieses Verfahren bei einem Betrieb an Luft Nachteile aufzuweisen (siehe Kapitel 5.1). In der Folgezeit wurden deshalb andere Verfahren zur Hebelarmauslenkungsdetektion entwickelt (Kapitel 5.1.1). Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein neues Ausleseverfahren entwickelt, welches die Hebelarmauslenkung kapazitiv detektiert (Kapitel 5.2).

Neben rein profilometrischen Anwendungen (siehe Kapitel 7) lassen sich mit dem RKM bei einer geeigneten Wahl der Sonde eine Vielfalt von lokalen Oberflächenkräften messen, wie z. B. Reibungs- und Adhäsionskräfte [1.32,1.33] oder elektrostatische [1.34,1.35] und magnetostatische Kräfte (s. Kapitel 8). Das letzte Beispiel, die Anwendung des RKM als Magnetokraft-Mikroskop (MKM) setzt eine ferromagnetische Sonde voraus. Die weitergehenden Anforderungen an den Aufbau eines MKM und die damit verbundenen Betriebsarten sowie die speziellen Anforderungen an die Sonde und den Hebelarm, werden in Kapitel 5 erarbeitet.

In wieweit sich der Begriff der Nahfeldmikroskopie auch dann auf die Raster-Kraft- bzw. die Magnetokraft-Mikroskopie übertragen läßt, wenn die zu messenden Kräfte langreichweitig sind, ist im Zusammenhang mit der Sonde und der Auflösung des Verfahrens zu diskutieren (Kapitel 4, 7.3.3 und 8.5).

Kapitel 2

Allgemeine Grundlagen der Raster-Kraftmikroskopie

In diesem Kapitel werden speziell die grundlegenden Aspekte der Kraftmikroskopie behandelt, die im Hinblick auf die Anwendung des RKM in der Magnetkraft-Mikroskopie von Bedeutung sind.

2.1 Das Meßprinzip

Ein flexibler Hebelarm der Länge l ist an einem Ende so befestigt, daß die Längsachse parallel zur Probenoberfläche liegt (Abb. 2.1). Die an dem freien Ende des Hebelarmes befestigte spitze Sonde dient als Kraftaufnehmer.

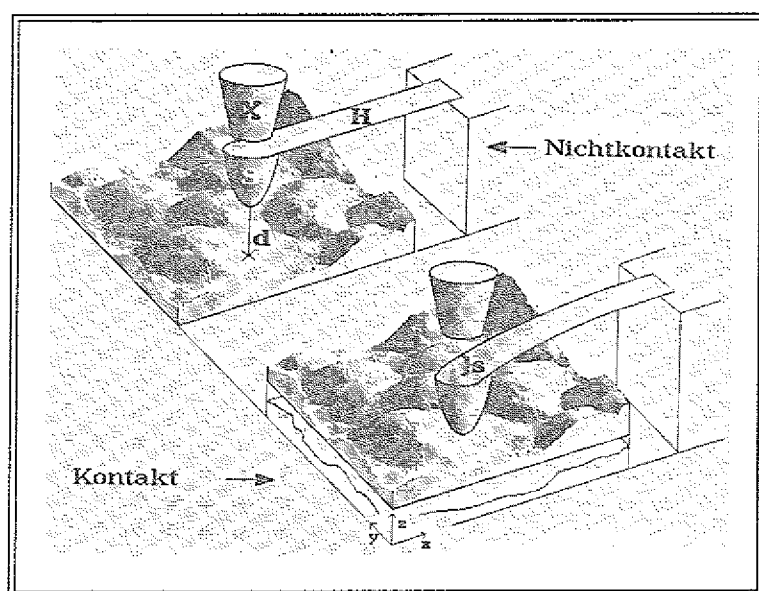


Abb 2.1:

Schematische Anordnung des Sonden-Hebelarm-Systems (Kraft-Sensor) zur Probenoberfläche in Bezug auf die in Abb. 2.2 gekennz. Positionen (1-2 oberes Teilbild) und (3-6 unteres Teilbild) wenn die Sonde im Kontakt bzw. Nichtkontakt mit der Oberfläche ist.

d: Abstand Sonde-Oberfläche

s: Hebelarmauslenkung aus der Ruhelage

X: Auslenkungsdetektor

H: Hebelarm

S: Sonde

Die auf die Sonde wirkende Kraft F führt bei dem Hebelarm zu einer proportionalen Auslenkung s , wenn diese klein gegenüber der Länge l des Hebelarmes ist. Der Absolutwert der Auslenkung hängt dann nur noch von der Größe der Federkonstanten D des verwendeten Hebelarmes ab (Hook'sches Gesetz). Wird die Hebelarmordnung (siehe Kapitel 5.3.1) so gewählt, daß die lateralen Komponenten der Federkonstanten D_x und D_y groß gegenüber D_z sind, dann läßt sich die Kraft-Komponente F_z bei bekannter Federkonstante D_z aus der Hebelarmauslenkung s senkrecht zur Oberfläche ermitteln:

$$F_z = D_z \cdot s . \quad (2.1)$$

Der hierzu verwendete Auslenkungsdetektor mit einer genügend hohen Ausleseempfindlichkeit (typ. 0,1. . . 1 Å) wird in Kapitel 5.1 behandelt. Die für die Umrechnung auf die Kraft F_z benötigte Federkonstante D_z läßt sich aus dem Elastizitätsmodul E , dem Flächenträgheitsmoment J und der Länge l des verwendeten Hebelarmes berechnen [2.1]. So ergibt sich D_z für einen zylinderförmigen Draht der Länge l und Durchmesser d zu

$$D_z = D_x = \frac{3 J_0 E}{l^3} \quad (2.2)$$

mit dem Flächenträgheitsmoment J_0 für einen kreisförmigen Querschnitt

$$J_0 = \frac{\pi r^4}{4} \quad (2.3)$$

Wird der Hebelarm nahe seiner Resonanzfrequenz

$$\begin{aligned} \omega_0 &= c \sqrt{D_z} \quad (c = \text{Funktion der Masse } m \text{ des Hebelarmes}) \\ &\approx \sqrt{\frac{D_z}{0,23m}} \quad (\text{nach [2.2]}) \end{aligned} \quad (2.4)$$

zu Schwingungen angeregt, so läßt sich zusätzlich über die Resonanzverschiebung

$$\omega_0 - \Delta\omega = c \sqrt{D_z - F_z'} \quad (2.5)$$

der Kraftgradient $F_z' = \partial F_z / \partial z$ zwischen Sonde und Oberfläche bestimmen [1.30]. Auf diese, von einigen Autoren [1.30, 1.32-35] ausschließlich verwendete Meßmethode in der Magnet- und Raster-Kraftmikroskopie, wird hier nicht näher eingegangen, da dieses dynamische Resonanzverfahren bei der quantitativen Magnetfeldbestimmung gegenüber der quasi statischen Kraftmessung einige Nachteile aufweist (siehe dazu Kapitel 4.4.2)¹.

¹ Die Vorteile der dynamischen Resonanzmethode liegen in der geringeren Störanfälligkeit gegenüber einer thermischen Drift zwischen Hebelarm und Auslenkungsdetektor und der höheren Empfindlichkeit aufgrund des prinzipbedingten besseren Signal-zu-Rausch-Verhältnisses [2.2].

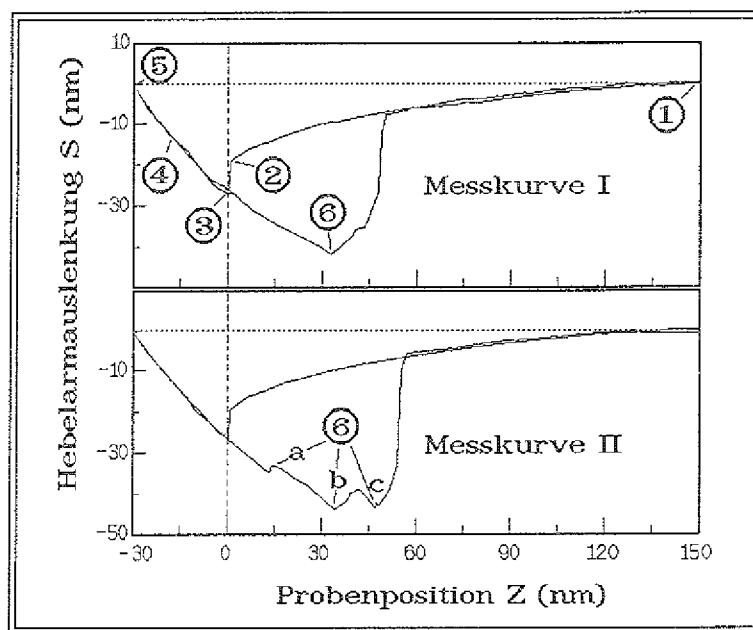


Abb. 2.2: Zwei sukzessive Hebeldarmauslenkungen als Funktion des Probenortes. Der Abszissen-Nullpunkt wurde auf den 1. Kontaktpunkt zur Oberfläche gelegt. Der Ordinaten-Nullpunkt ist durch die Ruhelage des Hebeldarms bei großen Abständen festgelegt. Oberflächenmaterial: Graphit. Sondenmaterial: Wolfram. Die Richtung der wirkenden Kraft wird über die Hebeldarmauslenkung definiert: Anziehende Kräfte führen zu einer Hebeldarmauslenkung hin zur Probe ($s < 0 \Rightarrow F < 0$) und werden mit neg. Vorzeichen versehen.

Der störungsfreie Betrieb des RKM an Luft setzt eine genaue Kenntnis der auftretenden Kräfte zwischen der Oberfläche und dem Sonden-Hebeldarm System voraus. Kraft-Abstandsmessungen eignen sich hierzu besonders, um das Verhalten der Sonden-Hebeldarm Anordnung auf die unterschiedlichen Kraftwechselwirkungen zu verstehen. Hierzu wird die Probe in einem Bereich von mehreren 100nm zwischen dem Nichtkontakt und dem mechanischen Kontakt der Sonde zur Oberfläche positioniert (vergl. dazu Abb. 2.1). Per Definition ist der Festkörper-Oberflächenkontakt dann erreicht, wenn sich die Position der Sonde annähernd vertikal um den gleichen Wert der Probenposition ändert (linearer Kontaktzweig (3)-(5) in Abb. 2.2 mit der Steigung ≤ 1).

Ausgehend von einem großen Sonden-Oberflächen Abstand (1) biegt sich der Hebeldarm bei Verringerung des Abstandes unter dem Einfluß einer langreichweitigen, attraktiven Kraft auf die Sonde (z. B. elektrostatische Coulombkraft wie in Abb. 2.2, wenn Probe und Sonde nicht elektrisch kurzgeschlossen sind) hin zur Oberfläche (1)-(2) bis an den Punkt (2), wo der Kraftgradient größer als die Federkonstante des Hebeldarms wird. Dann springt der Hebeldarm plötzlich in Richtung Probe, bis die Sonde die Oberfläche berührt (3).

Dieser Übergang von Nichtkontakt (2) zu Oberflächenkontakt (3) tritt auch ohne langreichweitige elektrostatische Kräfte — Probe und Sonde sind kurzgeschlossen — spontan an Luft in einer Distanz von wenigen nm auf. Die am Sondenapex auftretende Adhäsion [2.4] führt beim Zurückziehen der Probe zu einem Mitziehen

von Sonde und Hebelarm und damit zu der beobachteten Hysterese. Eine genaue Diskussion der Adhäsionskräfte und den Einfluss der Kapillaradhäsion eines Flüssigkeitsfilmes auf die Adhäsionskraft erfolgt in Kap. 3. Die Größe der Adhäsionskraft läßt sich aus der maximalen Hebelarmauslenkung am Abreißpunkt (6) (Federkraft=Adhäsionskraft) und der Federkonstanten nach Gl. (2.1) bestimmen. Wie eigene Messungen zeigen, weisen stumpfe Sonden mit einem großen Apexradius ($r \approx 500\text{nm}$) eine größere Hysterese mit einer maximalen Kraft $F_{\text{max}} \approx 1 \cdot 10^{-7} \text{ N}$ auf, als spitze Sonden mit einem kleinen Apexradius ($r \approx 50\text{nm}$; $F_{\text{max}} \approx 1 \cdot 10^{-8} \text{ N}$). Am Punkt (5) ist die auf den Hebelarm wirkende Netto-Gesamtkraft=0, d.h. die an der Kontaktstelle wirkende abstoßende Kraftkomponente ist gleich groß der Adhäsionskraft.

Um aber Oberflächen im Kontaktbetrieb zerstörungsfrei abrastern zu können, muß die an dem Kontaktpunkt zwischen einem oder mehreren Atomen der Sonde und der Oberfläche wirkende abstoßende Kraftkomponente möglichst klein sein. Die kleinste einzustellende repulsive Kraft liegt, unter sauberen Bedingungen ohne zusätzliche Kapillaradhäsion, sehr nahe am Abreißpunkt (6). Unter normalen Umgebungsbedingungen an Luft ist der Abreißpunkt aber instabil (vergl. Abb 2.2 Meßkurve I und II), so daß an diesem Punkt ein sicherer Raster-Betrieb des RKM im Kontaktbetrieb nicht gegeben ist. Erst bei einer größeren repulsiven Kraft im Bereich (3) - (4) ist an Luft ein stabiler Betrieb möglich.

WEISENHORN *et al.* [2.5] konnte zeigen, daß der Sprung und die Hysterese fast vollständig unterdrückt werden, wenn das gesamte RKM (Probe, Hebelarm und Sonde) in einer Flüssigkeit betrieben wird. Der minimale repulsive Kraftanteil ließ sich dadurch auf etwa 10^{-9}N verringern.

Aus dieser ersten allgemeinen Betrachtung der Annäherungshysterese erkennt man: die meßbare Gesamtwechselwirkungskraft ist aus Einzelkraft-Beiträgen ganz unterschiedlicher Natur zusammengesetzt. Sehr kleine, magnetostatische Kräfte lassen sich deshalb mit hoher Genauigkeit nur im Nichtkontakt-Bereich (1)-(2) messen. Dabei bestimmt die Federkonstante D_z des Hebelarmes, neben dem lokalen Kraftgradienten an der Oberfläche, den minimalen Arbeitsabstand der Sonde zur Oberfläche. Für eine quantitative Auswertung müssen dann zusätzlich noch alle wirksamen Kraftbeiträge berücksichtigt werden. Eine eingehende Diskussion der Einzelkraft-Beiträge am Beispiel der Annäherungshysterese erfolgt in Kap3.

2.2 Die Meßanordnung

Die Abbildung 2.4 zeigt schematisch die Meßanordnung des RKM bzw. MKM für die lokale, statische Kraftmessung.

Die X-Y-Rasteransteuerung bildet zusammen mit den piezoelektrischen Stellelementen die Rastereinheit des Systems. Die Rasteransteuerung, wie auch die Datenerfassung und -verarbeitung läßt sich zweckmäßigerweise mit einem Mikrocomputer und einem geeigneten Meßprogramm vornehmen (s. dazu Kap. 5.5). Um die Sonde ohne die Gefahr einer ungewollten Probenberührung in einem definierten Abstand zur Oberfläche (ca. 50nm bis einige 100nm) über relativ große Raster-Bereiche von mehreren μm zu führen, wird ein Regelmechanismus benötigt,

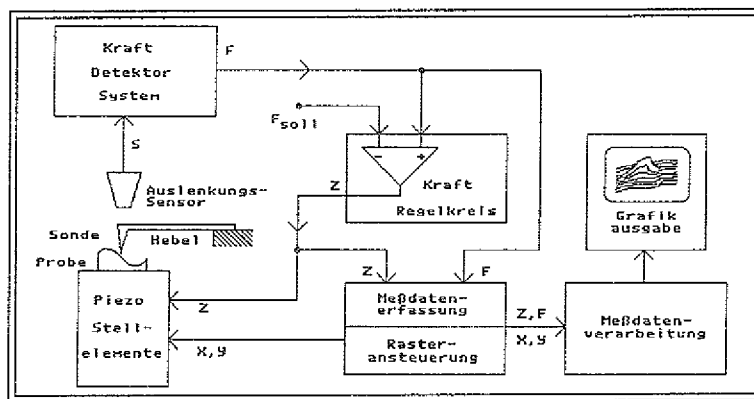


Abb. 2.3:

Schematische Meßanordnung des RKM/MKM (Einzelheiten siehe Text)

der den Abstand zwischen Sonde und Probenoberfläche konstant hält. Als Regelgröße wird hierzu die zur Gesamtkraft proportionale Hebelarmauslenkung S mit einem Sollwert verglichen und jede Abweichung davon über den Sonden-Proben Abstand Z ausgeregelt. Dies ist sowohl für Kraftänderungen mit $\Delta S/\Delta Z < 0$ als auch, nach Invertierung des Z -Signales, für $\Delta S/\Delta Z > 0$ möglich.

2.3 Die verschiedenen Meßmodi

Mit der in Abb. 2.4 gezeigten Meßanordnung des RKM können im Nichtkontaktmodus sowohl anziehende als auch abstoßende Kräfte (s. Kap. 2.1) gemessen werden. Befindet sich die Sonde im direkten mechanischen Kontakt mit der Oberfläche, dann lassen sich in diesem Profilometrie-Modus sowohl Leiter- als auch Nichtleiteroberflächen mit bis zu atomarer Auflösung zerstörungsfrei abbilden (s. Kap. 7).

Bei abgeschaltetem Regelkreis im **Hebelarmauslenkungs-Modus** wird die zur Kraft proportionale Hebelarmauslenkung direkt aufgezeichnet. Dieser Modus eignet sich nur für den Profilometriebetrieb und im Nichtkontakt-Modus für kleine Rasterbereiche auf sehr glatten Oberflächen. Weil die Sonde nicht im konstanten Abstand zur Oberfläche geführt wird, besteht die Gefahr einer Sonden-Proben Berührung.

Vermieden wird dies durch den Regelkreis. Im **Konstant-Kraft-Modus** wird dabei über die Z-Variation des Sonden-Proben Abstands eine Fläche konstanter Kraft abgerastert. Die mit dem Ort aufgezeichnete Z-Aussteuerung des Stellelementes (=Abstandsvariation zwischen Sonde und Probenoberfläche) ist dann eine Funktion der lokalen Kraft. Bei bekannter Kraft-Abstandsabhängigkeit läßt sich das Kraftbild aus der Z-Variation zurückrechnen (s. dazu Kap. 4.3). Diese Betriebsart hat außerdem den Vorteil, daß bei konstanter Kraft der Abstand von Hebelarm zum Auslenkungsdetektor ebenfalls konstant ist und eine mögliche Nichtlinearität des Detektorsystems nicht zu einem Abbildungsfehler führt.

Für die Anwendung des RKM als Magnetkraft-Mikroskop, mit dem empfindlich sowohl abstoßende als auch anziehende magnetostatische Kräfte lokal detektiert werden sollen, kommt deshalb nur der **Konstant-Kraft-Modus** in Betracht, bei dem sich die Sonde nicht im Kontakt mit der Oberfläche befindet.

Kapitel 3

Kraftwechselwirkungen in der Raster-Kraftmikroskopie

In der magnetischen Raster-Kraftmikroskopie treten, neben magnetostatischen Kraftwechselwirkungen (s. dazu Kap. 4), zusätzliche Kräfte auf, wie die der fundamentalen van der Waals Wechselwirkung oder die langreichweitige¹ elektrostatische Wechselwirkung beinhaltet.

Darüberhinaus treten im Oberflächenkontakt kurzreichweitige interatomare Abstoßungskräfte [3.1], und bei einem Betrieb an Luft langreichweitige Adhäsions- und Kapillarkräfte [2.5] auf. Letztere sind als parasitäre Kräfte auf Oberflächen an Luft durch Verunreinigungen — bestehend aus einem Adsorbatfilm bzw. einem Kondensatfilm aus Wassertropfchen [3.1] — allgegenwärtig und können die fundamentale Wechselwirkung (WW) vollständig maskieren.

Bei einer lateralen Sondenbewegung auf der Oberfläche sind zusätzlich sekundäre Reibungskräfte [1.32, 3.2] meßbar. Die im dynamischen Vibrationsmodus auftretenden viskosen Bremskräfte [3.3] werden im folgenden nicht explizit diskutiert.

Um die verschiedenen Kraftwechselwirkungen zwischen einer Sonde und einer Oberfläche miteinander vergleichen zu können, wird ein einheitliches Sondenmodell verwendet. Als geometrisches Modell für die Sonde wird hierzu vereinfachend eine Kugel mit dem Radius R im Abstand z über einer ebenen Fläche angenommen, weil dieses Modell den Apexbereich einer realen Sonde relativ gut beschreibt.

3.1 Van der Waals Kräfte

Die van der Waals Kraft kann in verschiedene Wechselwirkungstypen aufgeteilt werden. Tritt z.B. der Effekt auf, daß permanent polarisierte Moleküle eine Polarisation benachbarter, neutraler Moleküle bewirken, so spricht man von Induktions-WW. Das Dipolfeld der Größenordnung $E \approx \mu_1 / (4\pi\epsilon_0 r^3)$ läßt erkennen, daß die Abstandsabhängigkeit der WW-Energie $W(r) \approx -\alpha E^2$ proportional $1/r^6$ verläuft [3.1]:

¹ Der Begriff Lang- und Kurzreichweitigkeit von Kräften bezieht sich hier auf interatomare Abstände im Å-Bereich. Die Reichweite der WW ist dabei sinnvollerweise über die Distanz definiert, bei der die WW-Energie den thermischen Energiepegel kT erreicht.

$$W \approx - \frac{1}{(4\pi\epsilon_0)^2} \frac{\alpha\mu_1}{r^6} \quad (3.1)$$

(α bezeichnet die elektronische Polarisierbarkeit der Moleküle)

Neutrale Moleküle besitzen im zeitlichen Mittel kein elektrisches Dipolmoment. Betrachtet man aber zu einem beliebigen Zeitpunkt das von Kern und Elektronen eines Moleküls mit dem Dipolmoment μ_1 aus der momentanen Ladungsverteilung gebildete Dipolfeld das nun ein Dipolmoment in einem benachbarten Molekül induziert, so bewirken die fluktuierenden Momente eine anziehende Kraft-WW.

Die nachfolgenden Betrachtungen beziehen sich auf diese dispersive van der Waals WW von quasi neutralen Molekülen, die bei einer Reichweite der WW in Abständen von wenigen Å bis zu einigen Nanometern eine bedeutende Rolle im Bereich der Adhäsion von Festkörpern und Partikeln, sowie der Oberflächenspannung von Flüssigkeiten spielt (s. nächsten Abschnitt).

Eine genauere Betrachtung, die auch Retardierungseffekte des Strahlungsfeldes berücksichtigt (CASIMIR [3.4]), liefert für die nicht-retardierte v.d.W. WW Energie $W(r \rightarrow 0)$

$$W(r) = \frac{-3\hbar}{2} \left[\sum_{l,m} \frac{\omega_l \omega_m}{\omega_l + \omega_m} \alpha_l \alpha_m \right] \frac{1}{r^6} = - C/r^6 \quad (3.2a)$$

und für die retardierte v.d.W. WW Energie ($z \rightarrow \infty$), also für Abstände, die groß gegenüber der charakteristischen Fluktuationswellenlänge $\chi = c/\omega$ sind, den Ausdruck

$$W(r) = \frac{-23\hbar c}{4\pi} \alpha_1 \alpha_2 \frac{1}{r^7} \quad (3.3b)$$

(α_1, α_2 bezeichnen die statische Polarisierbarkeit)

Weiterführende Theorien für makroskopische Systeme wurden unter anderem von LIFSHITZ [3.13] und ISRAELACHVILI [3.1] entwickelt.

Für die nachfolgenden Betrachtungen wird der mit $1/r^7$ stärker abfallende retardierte Anteil vernachlässigt. Des weiteren wird jeglicher Einfluß von benachbarten Molekülen auf die WW zwischen zwei Molekülen vernachlässigt, wodurch sich für beliebige makroskopische Körper bestimmter Geometrie die WW-Energie durch einfache paarweise Summation des v.d.W. Paarpotentials ergibt [3.1].

Für zwei Halbräume im Abstand z ergibt sich die nicht-retardierte v.d.W. WW zu

$$W_{HH} = -A/12\pi z^2 \quad (\text{pro Einheitsfläche}) \quad (3.4)$$

und für eine Kugel mit dem Radius R im Abstand z über einem Halbraum zu [3.1]

$$W_{KH} = -AR/6z. \quad (3.5)$$

A ist hierbei die Hamaker-Konstante mit $A = \pi^2 C \rho_K \rho_H$ wobei ρ die Anzahl der Teilchen pro Volumen in den jeweiligen Körpern bezeichnet, und C der Koeffizient im v.d.W. Paarpotential der Gl. 3.2a ist.

3.2 Adhäsionskräfte

Freie Oberflächen, d.h. ideal saubere Festkörperoberflächen, die möglichst noch einer definierten Gitterebene entsprechen sollen, lassen sich experimentell am einfachsten durch Spalten von Einkristallen im Hochvakuum verwirklichen. Andere Möglichkeiten bilden das Aufdampfen frischer Schichten oder die Reinigung mittels Ionen- oder Elektronenstrahlbeschuß. Die Bindungsverhältnisse der Oberflächenatome bei angrenzendem Vakuum — die Bindungsenergie ist durch die fehlenden äußeren Nachbarn kleiner als die von Volumenatomen — führen zu einer um die Oberflächenenergie verringerte Gesamtenergie des Festkörpers.

Die Adhäsionsenergie W_{12} , die als Arbeit aufzuwenden ist um zwei Medien 1 und 2 vom Kontaktabstand $z_0 = \epsilon \approx 2\text{\AA}$ nach $z = \infty$ zu trennen ist [3.1]

$$\Delta W_{12} = \gamma_1 + \gamma_2 - \gamma_{12} \quad (3.6)$$

γ_1 bzw. γ_2 ist die auf die Festkörperhälfte und Flächeneinheit bezogene Oberflächenenergie und γ_{12} die des Kontaktinterfaces. Für zwei identische Festkörper mit $\gamma_1 = \gamma_2 = \gamma$ und $\gamma_{12} = 0$ reduziert sich Gl. 3.6 zu

$$\Delta W = 2\gamma. \quad (3.7)$$

Mit der nicht-retardierte v.d.W WW nach Gl. 3.4 ergibt sich [1.3]

$$\Delta W = \frac{A}{12\pi} \left(1/\epsilon^2 - 1/z^2 \right) \Big|_{z \rightarrow \infty} = -\frac{A}{12\pi\epsilon^2}. \quad (3.8)$$

Mit der so ausgedrückten Oberflächenenergie

$$\gamma = \frac{A}{24\pi\epsilon^2} \quad (3.9)$$

läßt sich die resultierende anziehende Kraft zwischen einer Kugel und einer Oberfläche nach Gl. 3.5 $F_{\text{attr}} = -AR/6z^2$ (3.10)

im Kontakt $z=\epsilon$ mit Gl. 3.9 ausdrücken durch

$$F_{\text{attr}} = -4\pi R\gamma . \quad (3.11)$$

Typische Werte für γ liegen bei $\approx 100\text{mJ/m}^2$ (Graphit) [2.4]; 73mJ/m^2 (H_2O) [3.1]; $\approx 25\text{mJ/m}^2$ (Kohlenwasserstoffe) [3.1]. Für eine Kugelsonde mit $R=50\text{nm}$ und $\gamma=100\text{mJ/m}^2$ beträgt die Adhäsionskraft dann $F_{\text{adh.}} \approx 6 \cdot 10^{-8}\text{N}$. Die Hamaker-Konstante läßt sich mit dem Wert für γ und $\epsilon=2\text{\AA}$ nach Gl. 3.7 berechnen zu $A=3 \cdot 10^{-19}\text{ J}$.

Gl. 3.11 gilt streng aber nur für starre Körper. Eine reale Sonde und Oberfläche wird sich, abhängig von den Elastizitätseigenschaften, elastisch oder plastisch so verformen, daß eine endliche Kontaktfläche entsteht. Durch Messungen der Adhäsion zwischen zwei glatten Oberflächen mit einer bekannten Oberflächenenergie in einer inerten Atmosphäre konnte ISRAELACHVILI [3.1] experimentell zeigen, daß eine Vergrößerung der Kontaktfläche eine nur geringfügige Änderung der Adhäsionskraft bewirkt, die für starre Körper durch Gl. 3.11 gegeben ist.

Mit einer Theorie zur Kontaktdeformation von Teilchen durch Adhäsion, konnte DERJAGUIN *et al.* [3.6] durch eine analytische Rechnung zeigen, daß die Adhäsionskraft einer elastisch deformierten Kugel (die Oberfläche wurde als ideal hart angenommen) identisch mit der anziehenden Kraft der noch undeformierten Kugel in der Nähe des Kontaktpunktes $z \approx \epsilon$ ist. Das bedeutet aber auch, daß die Berechnung der Adhäsionskraft einer starren Kugel die durch Gl. 3.11 gegeben ist, ebenfalls auf eine elastisch deformierbare Kugel anwendbar ist, unabhängig von der Größe der Kontaktfläche. Weitere Resultate dieser Theorie sind:

- ✦ Ein geschlossener Ausdruck für die Gestaltsdeformation einer Kugelsonde, der, außer vom Radius der Kugel, nur vom Radius a der kreisförmigen Kontaktfläche abhängt:

$$z(r) = 1/\pi R \left[a (r^2 - a^2)^{1/2} - (2a^2 - r^2) \cdot \arctan(r^2/a^2 - 1)^{1/2} \right] + \epsilon . \quad (3.12)$$

- ✦ Ein Ausdruck für die Größe der Deformationstiefe (vergl. Abb.3.1) der Kugel

$$\alpha = a^2/R \quad (3.13)$$

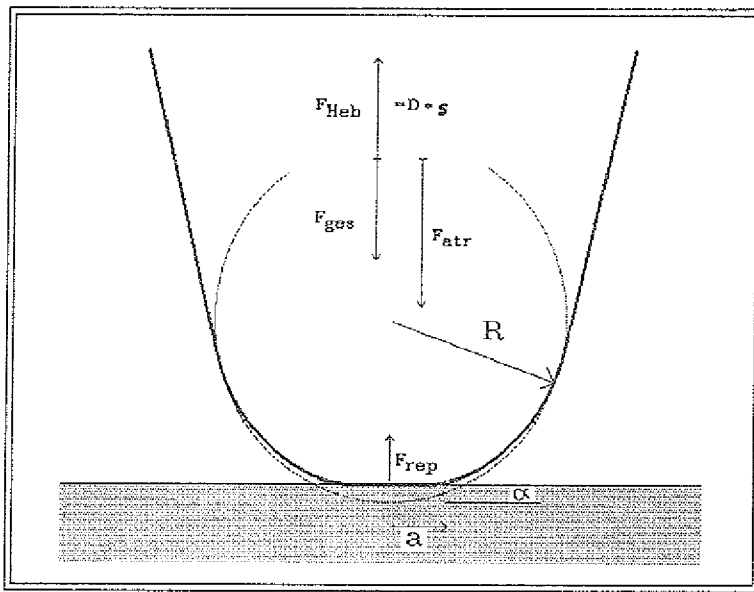


Abb. 3.1:

Geometrischer Zusammenhang und an die Sonde angreifende Kräfte. Das Profil der deformierten Kugelsonde ergibt sich für eine Kontaktfläche mit dem Radius a nach Gl. 3.12. (nach [3.6])

Werden diese Ergebnisse nun auf die Kontakt-WW in der Raster-Kraftmikroskopie übertragen, so läßt sich daraus einfach ein Ausdruck für die Größe der kreisförmigen Kontaktfläche ableiten. Hierzu müssen nur die einzelnen Kraftbeiträge im Kräftegleichgewicht betrachtet werden. Für die am Hebel angreifende Kraft $F_{\text{Hebel}} = D \cdot s$ ergibt sich:

$$F_{\text{Hebel}} = F_{\text{rep}} - F_{\text{adh}} \quad (3.14)$$

Die aus der elastischen Deformationsenergie resultierende repulsive Deformationskraft beträgt nach [3.7]

$$F_{\text{rep}} = K \alpha^{3/2} \quad (3.15)$$

mit dem Kompressionsmodul K , der vom Elastizitätsmodul E und der Poisson-Zahl σ der Kugel abhängt [3.7]

$$K = \frac{4(R)^{1/2} E}{3(1-\sigma^2)} \quad (3.16)$$

Im Kräftegleichgewicht ergibt sich dann, zusammen mit Gl. 2.1, Gl. 3.11, Gl. 3.15 und dem Ausdruck für die Deformationstiefe (Gl. 3.13), der Radius der Kontaktfläche

$$a = \left(\frac{F_{\text{Hebel}} + F_{\text{adh}}}{K} \right)^{1/3} \sqrt{R} = \left(\frac{D \cdot s + 4\pi R \gamma}{K} \right)^{1/3} \sqrt{R} \quad (3.17)$$

Die Größe der Kontaktfläche ist in der Raster-Kraftmikroskopie von besonderer Bedeutung, da hierdurch die Untergrenze für die erreichbare laterale Auflösung im Kontaktmodus festgelegt ist. Die Forderungen für die Raster-Kraftmikroskopie bezüglich einer kleinen Kontaktfläche — im Idealfall ein Atom — lassen sich aus Gl. 3.15 direkt ablesen:

$$\rightarrow \text{der Grenzfall: Hebelarm mit großer Federkonstante } D \Rightarrow D \cdot s \gg F_{\text{adh}} \\ \Rightarrow a = (D \cdot s / K)^{1/3} \sqrt{R} \quad (3.17a)$$

erfordert eine harte Sonde mit einem hohen Elastizitätsmodul E .

$$\rightarrow \text{der Grenzfall: } F_{\text{rep}} = F_{\text{adh}} \Rightarrow F_{\text{Hebel}} = D \cdot s = 0 \text{ d.h. die Kraft auf den Hebelarm ist Netto Null (vergl. Pos.(5) in Abb. 2.2), läßt erkennen, daß sich der Radius der Kontaktfläche}$$

$$a = (4\pi R \gamma / K)^{1/3} \sqrt{R} \quad (3.17b)$$

durch eine niedrige Oberflächenenergie γ , einen kleinen Sondenradius R und ein hohes Elastizitätsmodul E der Sonde verkleinern läßt.

Für eine Kugelsonde aus Wolfram und Nickel, mit einem Sondenradius von $R=50\text{nm}$, wurde der Radius der Kontaktfläche a als Funktion der Hebelarmauslenkung s nach Gl. 3.17 berechnet. Wie man aus Abb. 3.2 erkennt, beträgt der endliche Radius der Kontaktfläche, unabhängig von der Federkonstanten, im Kräftegleichgewicht $F_{\text{rep}} = F_{\text{adh}}$ etwa 2nm .

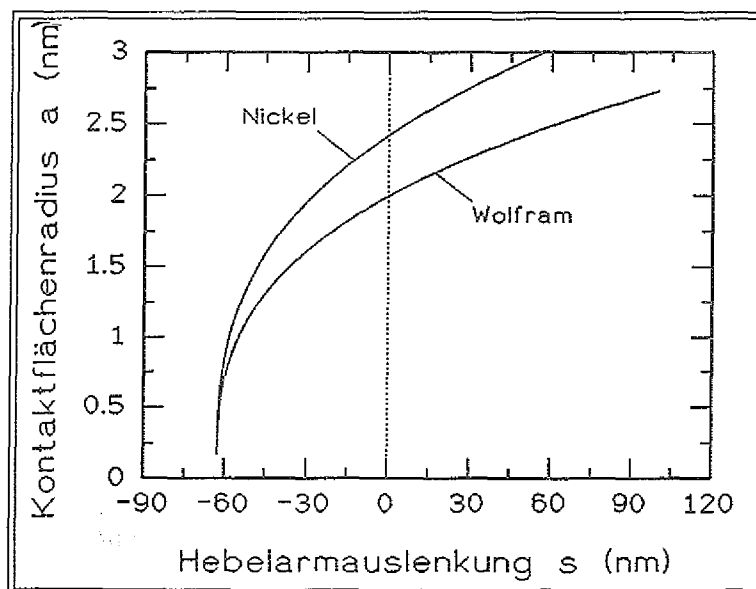


Abb. 3.2:

Radius der Kontaktfläche a als Funktion der Hebelarmauslenkung s . Berechnet nach Gl. 3.17 mit

$$\gamma = 100 \text{ mJ/m}^2$$

$$K(\text{Wolfram}) = 126 \cdot 10^6$$

$$K(\text{Nickel}) = 70 \cdot 10^6 \text{ (Gl. 3.16)}$$

$$\text{Sondenradius } R = 50 \text{ nm}$$

$$\text{Federkonstante } D = 1 \text{ N/m}$$

- der Grenzfall $F_{\text{rep}}=0$ ($F_{\text{Hebel}}=-F_{\text{adh}}$) also bei verschwindender Kraft am Abreißpunkt, liefert $a=0$ (s. Pos. (6) in Abb. 2.2). Wenn die Probe, und damit der Hebelarm zurückgezogen wird, verkleinert sich die Kontaktfläche. Bei einer Hebelarmauslenkung von etwa 62nm wird die Kontaktfläche nahezu Null. Das bedeutet, daß die höchste Auflösung mit einem minimalen repulsiven Kraft-Kontakt zwischen einem Atom der Sonde und dem der Oberfläche nahe am Abreißpunkt liegt. An diesem Punkt kompensiert die Federkraft fast die gesamte Adhäsionskraft, die aus langreichweitigen anziehenden Kraftwechselwirkungen besteht. Dieser Abreißpunkt ist bei einem Betrieb an Luft aber instabil, wie im folgenden gezeigt wird.

Bisher wurde nur die Adhäsion am Festkörperkontakt betrachtet. An Luft muß aber ein zusätzlicher Kapillaradhäsionsanteil berücksichtigt werden:

Wenn Festkörperoberflächen, die im Hochvakuum präpariert wurden, an Luft ausgelagert werden, so findet in der Regel eine Adsorption von Wasser und Kohlenwasserstoffen auf dieser Oberfläche statt. Dieser Prozeß ist gleichzusetzen mit einer Erniedrigung der Oberflächenenergie an der umgewandelten Grenzfläche. Wenn z.B. Glimmer im Vakuum gespalten wird, so beträgt die Oberflächenenergie 4600 mJ/m² und reduziert sich auf etwa 300mJ/m² wenn die Glimmer-Oberfläche an Luft ausgelagert wird [3.1]. Aber auch auf Schichtmaterialien (z.B. Graphit, NbSe₂), deren Oberflächen an Luft eine geringe Bedeckungsrate aufweisen, besteht die Möglichkeit einer spontanen Kapillarkondensation im Bereich des Sonden-Oberflächen Kontaktes [3.1].

Die daraus resultierende Oberflächenspannung ist ein markantes Beispiel für die Wirkung von Molekularkräften in Flüssigkeiten. Im Gegensatz zu den Molekülen im Innern einer Flüssigkeit erfahren die in der Oberfläche liegenden Moleküle eine Kraft, die in das Innere der Flüssigkeit gerichtet ist. Das Bestreben, die Oberfläche unter diesen Bedingungen zu einer Minimalfläche zu machen um dadurch die Oberflächenenergie zu minimieren, resultiert in einer Kraft senkrecht zur Umrandung und tangential zur Oberfläche. Die auf die Längeneinheit bezogene Oberflächenspannung σ [N/m] ist definitionsgemäß gleichbedeutend mit der auf die Flächeneinheit bezogenen Oberflächenenergie γ_L [J/m²], die als Arbeit aufgewendet werden muß, um zur Vergrößerung der Flüssigkeitsoberfläche Moleküle aus dem Innern an die Oberfläche zu bringen [3.8].

Die daraus resultierende Druckdifferenz ΔP zwischen dem Kohäsionsdruck in der Flüssigkeit und der Gasphase ist proportional zur Oberflächenspannung. Für eine in verschiedene Raumrichtungen gekrümmte Fläche mit maximalem Krümmungsradius

r_1 und minimalem Radius r_2 ergibt sich ΔP im mechanischen Gleichgewicht zu [3.8]

$$\Delta P = \sigma (1/r_1 + 1/r_2) \quad (3.18)$$

Das Vorzeichen ist dabei so gewählt, daß beide Kurvenradien ($r_1, r_2 > 0$) auf der Seite mit dem größeren Druck liegen, wenn der Druck in der Flüssigkeit kleiner als in der Gasphase ist ($\Delta P > 0$). In Abb. 3.3 ist der zwischen einer Kugel-Sonde und einem Flüssigkeitsfilm induzierte Kapillar-Meniskus, der durch die beiden Radien r_1 und r_2 definiert ist, abgebildet.

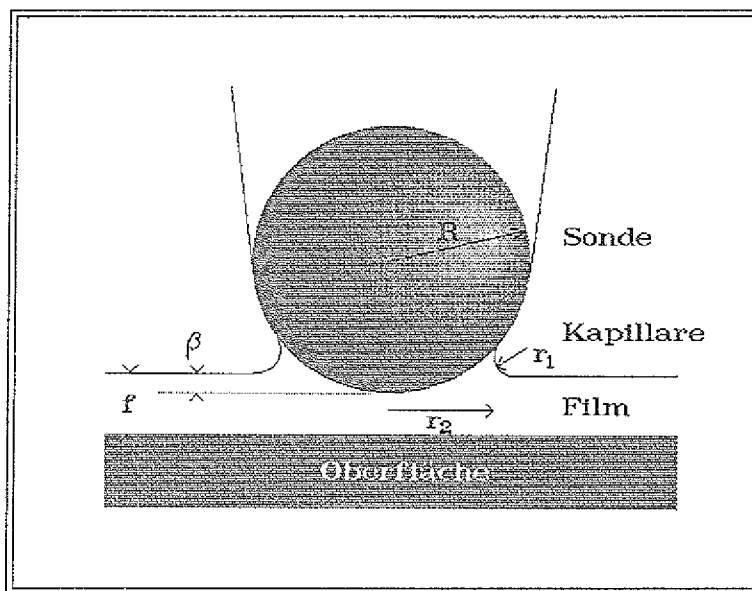


Abb. 3.3:

Kapillar-Meniskus zwischen einer Kugel-Sonde und einem Flüssigkeitsfilm.

f : Filmdicke

R : Kugelradius

$r_{1,2}$: Meniskusradien

β : Eindringtiefe

Der auf eine Fläche von $\pi r_2^2 \approx 2\pi R\beta$ wirkende Kohäsionsdruck führt, unter der Voraussetzung $r_2 \gg r_1$ und $R \gg r_1$, zu einer Kapillaradhäsionskraft von

$$F_{\text{kap}} \approx 2\pi R \gamma_L \beta / r_1. \quad (3.19)$$

Typische Werte für γ_L liegen im Bereich 20...80 mJ/m² (s. weiter oben im Text). Die relativ niedrigen Werte für polare Flüssigkeiten (z.B. H₂O) resultieren aus einem, für polare Stoffe kleineren Wert der Hamaker-Konstanten [3.1, 3.9].

Der in einigen Annäherungshysteresen beim Zurückziehen beobachtete Zwischensprung von wenigen Nanometern (vergl. Pos. (6a) in Abb. 2.2) läßt sich mit einem dünnen Adsorbat-Flüssigkeitsfilm erklären: während im Vakuum, bei einem genügend kleinen Festkörper-Meniskus zwischen der Sonde und der Oberfläche, eine abrupte Trennung erfolgt, verbleibt bei einem dünnen Flüssigkeitsfilm ein Flüssigkeits-Meniskus an der Sonde. Der beobachtete erste Sprung entspricht dann

näherungsweise der Filmdicke f . Bei einem genügend kleinen Flüssigkeits-Meniskus erfolgt dann beim weiteren Zurückziehen der Probe eine endgültige Trennung zwischen Sonde und Film (Pos. (6c) in Abb. 2.2). Ist die Sonde sehr nahe an der Festkörperoberfläche — also maximal in den Film eingetaucht — dann ist die Eindringtiefe $\beta \approx$ Filmdicke f . Bei einer Filmdicke von 2nm und einer Oberflächenenergie von 50mJ/m² ergibt sich die zusätzliche Kapillaradhäsionskraft nach Gl. 3.19 für $F_{\text{kap}}(\beta/r_1 \approx 1, R=50\text{nm}) \approx 1.5 \cdot 10^{-8}\text{N}$. Der Kapillarkraft-Anteil beträgt damit etwa 1/4 des Wertes der Festkörperadhäsionskraft (s. weiter oben im Text).

3.3 Elektrostatische Coulombkräfte

Im folgenden werden zwei Fälle von elektrostatischer WW behandelt, die im Rahmen dieser Arbeit im Zusammenhang mit der Abbildung magneto- und elektrostatischer Kräfte von Bedeutung sind:

- die WW zwischen einer Sonde und einer homogen geladenen Oberfläche bei fester Potentialdifferenz,
- die WW zwischen einer Sonde mit einem konstanten Potential und einer lokalen Oberflächenbeladung.

Der erste Fall findet seine Anwendung in der Magnetkraft-Mikroskopie. Einerseits können magnetostatische Kraft-WW sowohl anziehend als auch abstoßend sein, bzw. Bereiche auf der Oberfläche existieren, in denen keine Kraft meßbar ist. Andererseits regelt der Kraft-Regelkreis (wie in Absch. 2.3 gezeigt) entweder nur auf eine netto positive oder negative Kraftänderung. Deshalb wird eine in Betrag und Richtung einstellbare Hilfskraft benötigt. Die bereits angesprochene van der Waals WW ist dafür nicht gut geeignet¹. Besser ist es, durch Anlegen einer Gleichspannung zwischen der Sonde und einer leitenden Oberfläche, eine regelbare elektrostatische Hilfskraft zu erzeugen. Im Idealfall ist diese so groß, daß die zu messende magnetische Kraftkomponente im Vergleich dazu als kleine Störung anzusehen ist. Eine genauere Diskussion bezüglich der Separation der einzelnen Kraftkomponenten aus der gemessenen Gesamtkraft im Zusammenhang mit dem Kraftregelkreis erfolgt in einem späteren Kapitel (Kap. 6.3).

¹ Wie später gezeigt wird, liegen magnetostatische Kraft WW in der Magnetkraft-Mikroskopie typischerweise im 1...10nN Bereich bei einem Abstand von einigen 10nm von der Oberfläche, also einem Abstand bei dem im Vergleich die van der Waals WW um mehrere Größenordnungen kleiner ist.

Für die theoretische Behandlung der elektromechanischen Kräfte zwischen einer Sonde und der Oberfläche wird das System Sonde-Oberfläche als Plattenkondensator aufgefaßt.

Die Feldenergie dieses Systems zweier Plattenelektroden mit der elektrischen Potentialdifferenz U ist gegeben durch

$$W_{\text{Feld}} = - \frac{1}{2} C U^2, \quad (3.20)$$

mit der Kapazität

$$C = \epsilon_0 \epsilon_r \frac{A}{z}. \quad (3.21)$$

(A =Plattenfläche, z =Plattenabstand, $\epsilon_0=8.854 \cdot 10^{-12} \text{As/Vm}$)

Die Kondensatorkraft

$$F = \frac{1}{2} U^2 \frac{\partial C}{\partial z} \quad (3.22)$$

ergibt sich dann für ein System ebener Platten zu

$$F = - U^2 \epsilon_0 \epsilon_r A \frac{1}{2z^2}. \quad (3.23)$$

Die attraktive Kondensatorkraft für ein System zweier ebener Platten ist demnach quadratisch zum Potentialunterschied U und umgekehrt proportional zum Quadrat des Abstandes z .

Ein Sondenmodell, welches im Vergleich zum Plattenkondensator die Kapazität zwischen der Sonde und einer Oberfläche besser beschreibt, ist eine Kugel mit dem Radius R im Abstand z über einem unendlich ausgedehnten, metallischen Halbraum. Die Kapazität ist gegeben durch (s. z.B. [3.11])

$$C = 4\pi\epsilon_r\epsilon_0 R \sinh \alpha \sum_{n=1}^{\infty} (\sinh n\alpha)^{-1} \quad (3.24)$$

mit dem Winkel $\alpha = \text{arcosh}(H/R)$ und dem Abstand $H=R+z$ von der Oberfläche zum Mittelpunkt der Kugel. Die Kraftkomponente aus der Feldenergie ergibt sich dann nach Gl. 3.20 zu [5.8]

$$F_{\text{Feid}} = 2\pi\epsilon_r\epsilon_0 U^2 \sum_{n=1}^{\infty} \left[\cosh n\alpha (\coth \alpha - n \coth n\alpha) \right] \quad (3.25)$$

Wie LEMKE [5.9] durch eine Näherung zeigen konnte, ist die Kraft für große Abstände ($z > R$), wie beim Plattenkondensator, umgekehrt proportional zum Quadrat des Abstandes ($F \sim 1/z^m, m=2$). Erst bei kleinen Abständen ($z < R$) weicht das Potenzgesetz zu Werten von $m < 2$ ab (vergl. Abb. 3.4).

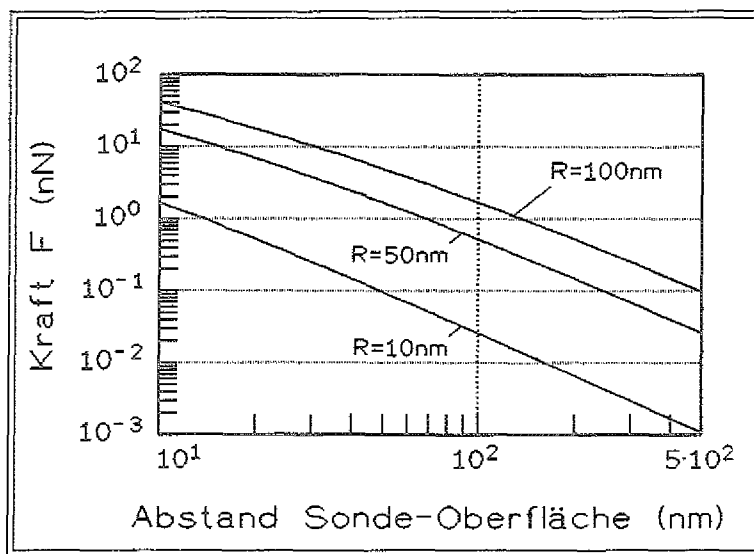


Abb. 3.4:

Nach Gl. 3.25 berechnete elektrost. Kraft-WW zwischen einer Kugel mit dem Radius $R=10\text{nm}$, $=50\text{nm}$, $=100\text{nm}$, gegenüber einer ebenen Platte, als Funktion des Sondenabstandes z .

Zwischen einer Kugelsonde mit einem Radius $R=50\text{nm}$ ¹, in einem Abstand $z=50\text{nm}$ und bei einer Potentialdifferenz von $U=10\text{V}$ wirkt nach Gl. 3.25 eine anziehende Kraft von $\approx 2\text{nN}$ (kleinere Abstände bei noch größeren Spannungen sind nur mit steiferen Hebelparmen und hohen Federkonstanten möglich).

Der zweite Fall von lokaler elektrost. WW wird bei einigen MKM-Messungen ab und zu beobachtet, wenn auf einer isolierten Oberfläche elektrost. geladene Staubteilchen der Ladung q in der Sonde eine Bildladung influenzieren (s. Kap. 8). Die kugelförmige Sonde befindet sich dabei auf einem konstanten Potential U . Eine Lösung dieses Problems findet sich z.B. in [3.13]. Danach ist die Kraft gegeben durch

¹ Dieser Apex-Radius ist für eine elektrolytisch präparierte Nickelsonde ein typischer Wert. Kleinere Krümmungsradien von $R \approx 10\text{nm}$ wurden von uns nur noch an Wolframsonden erzielt (vergl. Absch. 5.3.3).

$$F = \frac{q}{4\pi\epsilon_0\epsilon_r H^2} \left(4\pi\epsilon_0\epsilon_r UR - \frac{qR H^3}{(H^2 - R^2)^2} \right) \quad (3.26)$$

mit $H=R+z$.

Für große Abstände $z \gg R$ wird daraus

$$F \approx - \frac{q^2 R}{4\pi\epsilon_r z} \quad (3.26a)$$

Für $U/q < 0$ fällt die Kraft bei sehr großen Entfernungen, ähnlich derjenigen in einem Dipolfeld, mit $1/r^3$ ab. Der vollständige Kraftverlauf ist in Abb. 3.5 gezeichnet.

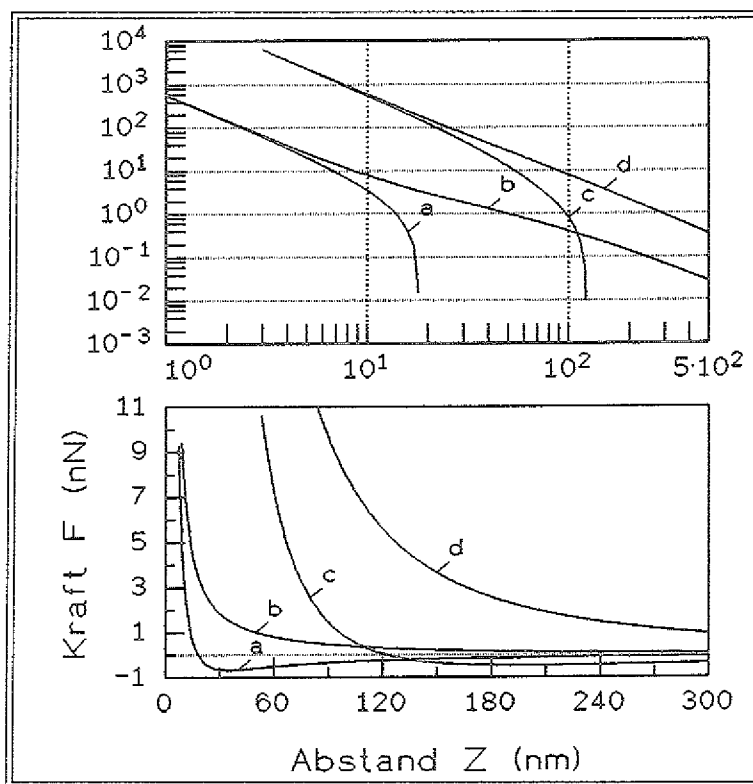


Abb. 3.5:

Nach Gl. 3.26 berechneter Kraftverlauf zwischen einer Kugel mit dem Potential $U=10V$ und einer punktförmigen Ladung q . Radius der Kugel $R=50nm$.

Kurve a: $q=100e$
 b: $q=-100e$
 c: $q=1000e$
 d: $q=-1000e$

Oberes Teilbild: doppellogarithmische Darstellung.

Unteres Teilbild: lineare Einteilung der Achsen.

Bei kleinen Entfernungen tritt zwar immer eine starke Anziehungskraft auf, aber für $U/q > 0$ stoßen sich Kugel und Ladung in größeren Entfernungen ab.

3.4 Kraftempfindlichkeit

Die Empfindlichkeit des Kraftsensors wird primär durch drei Faktoren bestimmt:

- die Empfindlichkeit des Auslenkungsdetektors und
- die Kraftwechselwirkung zwischen Auslenkungsdetektor und Hebelarm,
- das thermische Rauschen des Hebelarmes,

Die Empfindlichkeit des in dieser Arbeit entwickelten kapazitiven Auslenkungsdetektors beträgt etwa $0,1\text{\AA}$. Aufgrund der Krafrückwirkung dieses Detektorsystems auf den Hebelarm durch eine niederfrequente Brummspannung ist die tatsächliche Empfindlichkeit auf etwa $1\text{\AA}$ reduziert. Beide Punkte werden in späteren Kapiteln ausführlicher behandelt (s. Kap. 5.2 und 6.2).

Für einen freien Hebelarm, d.h. ohne Kraft WW zwischen Sonde und Hebelarm bzw. Detektor und Hebelarm, ergibt sich die verbleibende, rein thermisch angeregte, Hebelarmauslenkungsamplitude aus dem Gleichgewicht von

$$\frac{D \cdot \overline{\delta s}^2}{2} = \frac{1}{2} k_B \cdot T. \quad (3.27)$$

Die mittlere thermisch angeregte Hebelarmauslenkung beträgt danach

$$\overline{\delta s}_{\text{sens}}^{\text{therm}} = \sqrt{\frac{k_B T}{D}}. \quad (3.28)$$

(T =Temperatur, Boltzmannkonstante $k_B = 1,3806 \cdot 10^{-23}\text{J/K}$)

Mit dem typ. Werte der Federkonstanten $D=0,1\text{N/m}$ für einen in dieser Arbeit verwendeten Hebelarm bei einer Temperatur $T=293\text{K}$, erhalten wir als mittlere therm. Auslenkung einen Wert von $2\text{\AA}$. Bezogen auf die Kraftempfindlichkeit liefert das einen Wert von $0,1\text{N/m} \cdot 2\text{\AA} = 2 \cdot 10^{-11}\text{N}$.

Kapitel 4

Allgemeine Grundlagen zur Magnetokraft-Mikroskopie

Besteht die Sonde im RKM aus geeignetem magnetischem Material, dann lassen sich damit, durch Detektion magnetostatischer Kraftwechselwirkungen, lokale magnetische Oberflächenstreufelder abbilden. Der Kontrastmechanismus in der Magnetokraft-Mikroskopie MKM und die fundamentalen magnetostatischen WW sind Gegenstand der allgemeinen theoretischen Betrachtungen in den nachfolgenden Abschnitten.

4.1 Ursachen für Streufelder

Die innere magnetische Bereichsstruktur eines ferromagnetischen Körpers ist eine natürliche Folge der verschiedenen Energiebeiträge: der Austauschenergie, der Kristallanisotropieenergie und der magnetostatischen Energie (LANDAU und LIFSHITZ [4.1]). Die resultierende Domänenkonfiguration ergibt sich dann aus der Möglichkeit, die Gesamtenergie des Systems zu minimieren. Es bilden sich an Domänengrenzen, Korngrenzen und Oberflächendefekten Volumenelemente, in denen die Divergenz der Magnetisierung $\mathbf{M}(\mathbf{r})$ nicht verschwindet und die damit als Quellen für ein im allgemeinen inhomogenes Eigenfeld anzusehen sind. Im Inneren der Probe bildet das Eigenfeld das entmagnetisierende Feld und wird im Außenraum als Streufeld $\mathbf{H}(\mathbf{r})$ bezeichnet

$$\operatorname{div} \mathbf{H}(\mathbf{r}) = - \operatorname{div} \mathbf{M}(\mathbf{r}) . \quad (4.1)$$

Unter statischen Bedingungen ($\operatorname{rot} \mathbf{H}(\mathbf{r}) = 0$) läßt sich das Streufeld als Gradient eines skalaren Potentials darstellen:

$$\mathbf{H}(\mathbf{r}) = -\operatorname{grad} \phi(\mathbf{r}) . \quad (4.2)$$

Gl. 4.1 und 4.2 führen auf die bekannte Poisson-Gleichung

$$\operatorname{div} \operatorname{grad} \phi(\mathbf{r}) = \operatorname{div} \mathbf{M}(\mathbf{r}) \quad (4.3)$$

deren allgemeine Lösung [4.2]

$$\phi(\mathbf{r}) = \frac{1}{4\pi} \left(- \int_V \operatorname{div} \mathbf{M}(\mathbf{r}'') \frac{\mathbf{R}}{|\mathbf{R}|^2} d^3\mathbf{r}'' + \int_S M^n(\mathbf{r}'') \frac{\mathbf{R}}{|\mathbf{R}|^2} ds \right) \quad (4.4)$$

(mit $\mathbf{R} = \mathbf{r} - \mathbf{r}''$)

erkennen läßt, daß nicht nur Volumendivergenzen, sondern auch die nach außen gerichtete Normalkomponenten der Magnetisierung auf der Oberfläche als Ursachen für Streufelder anzusehen sind ($M^n(\mathbf{r}'')$ ist äquivalent der magnetischen Oberflächenladungsdichte σ_m).

Im Prinzip läßt sich das Streufeld aus Gl. 4.2 und 4.4 berechnen. Bei einer beliebigen Geometrie und einer inhomogenen Magnetisierung dürfte die analytische Berechnung allerdings sehr schwierig werden. Nur einfache Geometrien, wie z.B. lange nadelförmige Proben mit einer Geometrie ähnlich der eines homogen magnetisierten Ellipsoids, für die merkliche Divergenzen der Magnetisierung ungünstig sind, bilden eine Ausnahme [4.3]. Der erste Summand in Gl. 4.4 ist dann gegenüber dem Oberflächenanteil vernachlässigbar, wodurch das Streufeld im Außenraum primär nur durch die Oberflächenbeladung verursacht wird.

Ist die magnetische Ladungsverteilung auf der Oberfläche bekannt, dann läßt sich die Feldverteilung aber auch numerisch und selbstkonsistent aus der Anfangsverteilung der Beladung berechnen, wie im folgenden Abschnitt gezeigt wird.

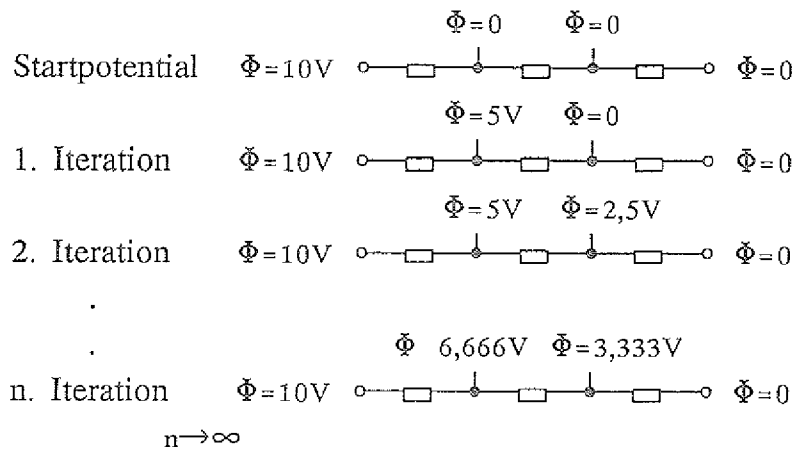
4.2 Streufeld-Simulation

Zur Berechnung eines magnetischen Streufeld einer beliebigen Geometrie und Ladungsverteilung wird im folgenden ein Verfahren adaptiert, daß ursprünglich für die Simulation von Äquipotentiallinien in einem Widerstandsnetzwerk gedacht war [4.4]. Weil magnetische Ladungen in Analogie zu elektrischen Ladungen zu sehen sind, ist der Algorithmus übertragbar.

Damit ist es möglich, ausgehend von einer beliebigen Potentialverteilung im Ausgangszustand, durch eine selbstkonsistente Rechnung, die Potentialverteilung im gesamten Netzwerk zu ermitteln.

Am Beispiel einer eindimensionalen Widerstandskette von drei gleichen Widerständen wird das Grundprinzip dieses Algorithmus verständlich. Bei jedem Iterationsschritt wird für das gesamte Netzwerk an jedem Knotenpunkt das Potential aus dem Mittelwert der benachbarten Knotenpunkte berechnet. Die Potentialver-

teilung läuft dann als Welle durch das Netzwerk bis nach n Iterationen, wenn keine Änderung mehr feststellbar ist, der Endzustand erreicht ist und die Berechnung abgebrochen wird.



Das lineare Netzwerk wird nun durch eine 2- oder 3-dimensionale Matrix mit diskreten Elementen ersetzt. In einem ersten Schritt werden, für eine beliebige diskretisierte Geometrie einer magnetischen Probe, die Oberflächenelemente mit einer aus der Magnetisierung resultierenden magnetischen Beladung vorbelegt. In einem zweiten Schritt wird nach obigem Algorithmus das Potential im Außenraum berechnet. Mit dieser Verteilung lassen sich am Schluß die Feldkomponenten H_x , H_y und H_z aus dem Gradienten des Potentials (Gl. 4.2) ableiten. Diese Abfolge ist in einem Programm implementiert das im Anhang A6 aufgelistet ist.

Dieses Verfahren wird eingesetzt, um die Streufeldverteilungen von Magnetsonden (s. Kap. 5.3.3) oder Domänenwänden (s. Kap. 8.4) zu berechnen. Die Interpretation der experimentellen Ergebnisse im Vergleich mit Modellvorstellungen wird dadurch wesentlich erleichtert.

4.3 Das Prinzip der magnetischen Raster-Kraftmikroskopie

Eine spitze ferromagnetische Sonde mit einer Gestalt und einer inneren magnetischen Bereichsstruktur ähnlich der in Abb. 4.1, befinde sich in einem lokalen äußeren Magnetfeld $H(r)$ über einer Probe.

Die innere Bereichsstruktur der Sonde läßt sich grob in zwei Bereiche unterteilen: weit entfernt vom Sondenapex wird sich die Domänenkonfiguration zwecks Energieminimierung so einstellen, daß eine innere geschlossene magnetische Flußführung ohne äußeres Streufeld möglich ist. Nur am Sondenapex verbleibt,

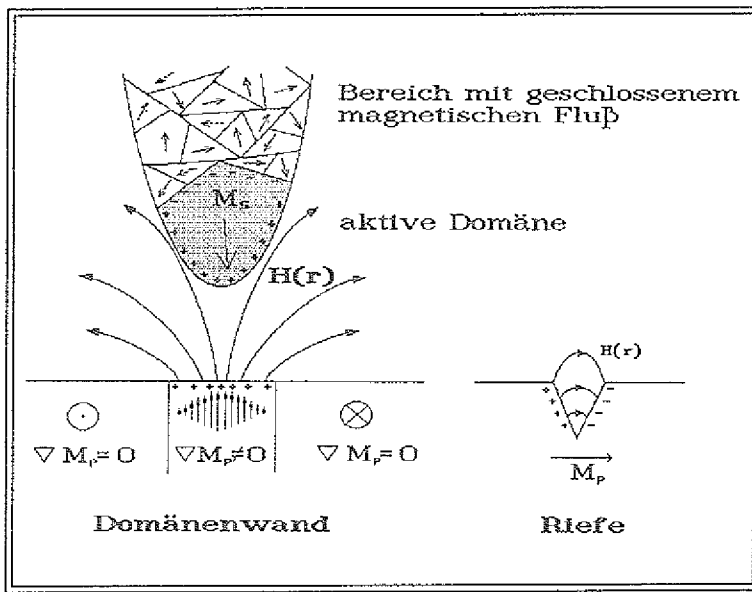


Abb. 4.1:

Prinzipdarstellung der MKM: eine effektiv wirksame Domäne im oberflächennahen Streufeld einer lokalen inhomogenen Probenmagnetisierung (z.B. eine Domänenwand oder ein Oberflächendefekt). Die Wahl der Magnetisierungsrichtung im hinteren Teil der Sonde ist willkürlich und soll nur einen Bereich mit $\sum \mathbf{M} = 0$ andeuten.

aufgrund der sehr hohen Formanisotropie, eine Abschlußdomäne mit einer Magnetisierungsrichtung primär parallel zur Sondenachse. Die damit verbundene magnetische Beladung der Sonde führt zu einem Eigenstreufeld am Sondenapex.

Die fundamentale WW in der Magnetokraft-Mikroskopie läßt sich durch die magnetostatische Energie

$$\Psi(\mathbf{r}) = \mu_0 \left\{ \int_0 \phi(\mathbf{r} + \mathbf{r}') [\mathbf{M}^s(\mathbf{r}') \cdot d^2\mathbf{r}'] - \int_V \mathbf{M}^s(\mathbf{r}') \cdot \mathbf{H}(\mathbf{r} + \mathbf{r}') d^3\mathbf{r}' \right\} \quad (4.5)$$

einer homogen magnetisierten Sonde $\mathbf{M}^s(\mathbf{r}')$ in einem oberflächennahen inhomogenen Magnetfeld $\mathbf{H}(\mathbf{r})$ einer Probe beschreiben. Die Integration erfolgt dabei über die Oberfläche bzw. das Volumen der Sonde. Die Position der Sonde im Koordinatensystem der Probe ist durch den Vektor $\mathbf{r}$, und die Koordinaten innerhalb der Sonde durch den Vektor $\mathbf{r}'$ gekennzeichnet. Der erste Term beschreibt den Monopolanteil, der zweite den Dipolanteil. Höhere Terme werden vernachlässigt.

Gl. 4.5 setzt allerdings voraus, daß sowohl die Magnetisierung $\mathbf{M}^s(\mathbf{r}')$ der Sonde durch das Streufeld $\mathbf{H}(\mathbf{r} + \mathbf{r}')$ der Probe, als auch die Magnetisierung der Probe durch das Streufeld der Sonde nicht gegenseitig beeinflusst werden. Dies ist sicherlich für hartmagnetische Sonden und Probenmaterialien erfüllt. Für die

Untersuchung von weichmagnetischen Werkstoffen gilt Gl. 4.5 nur noch bedingt. Wie später gezeigt wird (s. Kap. 8), läßt sich experimentell eine destruktive WW bei weichmagnetischen Materialien durch eine Verringerung des Eigenstreufeldes der Sonde bzw. durch eine Abstandsvergrößerung zwischen Sonde und Oberfläche vermeiden. Trotzdem bleibt eine Interpretation des Probenstreufeldes mit dem durch Gl. 4.5 gegebenen WW-Potentials schwierig, weil der Kontrastmechanismus im allgemeinen Fall auf einer Multipol-WW beruht und die dafür verantwortliche aktuelle Domänenkonfiguration *a priori* nicht bekannt ist.

Bei bekannter Streufeldverteilung, Magnetisierung und Geometrie der Sonden läßt sich dann mit Gl. 4.5 auf die magnetische Kraftwechselwirkung

$$F_{\text{mag}}(\mathbf{r}) = -\partial\Psi(\mathbf{r})/\partial\mathbf{r} \quad (4.6)$$

schließen.

4.4 Kontrastmechanismen in der Magnetokraft-Mikroskopie

Die effektive Reichweite des Probenstreufeldes sei durch eine charakteristische Länge ξ_{eff}^p beschrieben. Die WW mit einem vergleichsweise langreichweitigen Streufeld der Probe ($\xi_{\text{eff}}^p > l_{\text{eff}}^s$) führt dazu, daß sich die Sonde wie ein magnetischer Dipol verhält. Der erste Term in Gl. 4.5 ist dann zu vernachlässigen. Verschiedene theoretische Ansätze zur Magnetokraft-Mikroskopie sind dazu bekannt, die auf dieser Dipol-WW basieren [4.5-4.14].

Erst für sehr kurzreichweitige Streufelder mit $\xi_{\text{eff}}^p < l_{\text{eff}}^s$ wirkt die Sonde als magnetischer Monopol [4.15]. Vereinfacht ausgedrückt trägt dann nur die Oberflächenbeladung des Apexbereichs der Sonde zur Kraft-WW bei.

4.4.1 Dipol-Wechselwirkung

Für die weiteren Betrachtungen wird zusätzlich eine homogene Magnetisierung M_i^s ($i=x,y,z$) des Sondenapex mit einer effektiv wirksamen Domänengröße (Länge l_{eff}^s) angenommen¹. Gl. 4.5 läßt sich dann im Dipolfall ($\xi_{\text{eff}}^p > l_{\text{eff}}^s$) überführen in

¹ In Kap.5.3.3 wird gezeigt, daß sich Sonden mit einer homogenen Magnetisierung des Apexbereichs experimentell realisieren lassen.

$$\Psi(\mathbf{r})^D = - \mu_0 \sum_{i=x,y,z} M_i^s \iiint_{\text{Sonde}} H_i(\mathbf{r}+\mathbf{r}') d^3\mathbf{r}' \quad (4.7)$$

Für eine beliebige Orientierung des Hebelarmes ergibt sich mit Gl. 4.6 für die magnetostatische Kraft in der Dipol-Näherung

$$\mathbf{F}_{\text{mag}}^D(\mathbf{r}) = \mu_0 \sum_{i=x,y,z} M_i^s \sum_{j=x,y,z} \iiint_{\text{Sonde}} \frac{\partial H_i(\mathbf{r}+\mathbf{r}')}{\partial r_j} d^3\mathbf{r}'. \quad (4.8)$$

In Analogie zur Bitter'schen Kolloidtechnik [1.5], lassen sich also, mit einer genügend kleinen Domäne in der Sonde, Feldgradienten des lokalen Oberflächenstreuungsfeldes abbilden.

Im speziellen Fall, daß der Hebelarm parallel zur Probenoberfläche liegt, reduziert sich Gl. 4.8 zu

$$\mathbf{F}_{\text{mag}}^D(\mathbf{r}) = \mu_0 \sum_{i=x,y,z} M_i^s \iiint_{\text{Sonde}} \frac{\partial H_i(\mathbf{r}+\mathbf{r}')}{\partial z} d^3\mathbf{r}'. \quad (4.8a)$$

Man erkennt, daß für eine quantitative Analyse der Feldverteilung aus dem magnetischen Kraftverlauf nach Gl. 4.8a, die Magnetisierung und die Form der Sonde bekannt sein bzw. durch ein Sondenmodell angenähert werden muß. In erster Näherung läßt sich die Sonde durch einen Punkt-Dipol [4.14] beschreiben:

$$\mathbf{F}_{\text{mag}}^{PD}(\mathbf{r}) = \mu_0 V \sum_{i=x,y,z} M_i^s \frac{\partial H_i(\mathbf{r})}{\partial z} \quad (4.8b)$$

Aus Gl. 4.8b läßt sich eine einfache Abschätzung der Magnetfeldempfindlichkeit ableiten: das aktive Volumen sei durch eine Kugel angenähert mit $V_{\text{Kugel}} = (4/3)\pi R^3$. Das Punkt-Dipol Kriterium ist sicher erfüllt für $R < \xi_{\text{eff}}^p$. Mit den typ. Werten für eine ferromagnetische Sonde aus Nickel:

magn. Feldkonstante $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \text{VsA}^{-1}\text{m}^{-1}$,

Kugelradius $R = 50\text{nm}$,

Sättigungsmagnetisierung $M_s(293\text{K}) = 0,4 \cdot 10^6 \text{Am}^{-1}$

und einer Kraftempfindlichkeit von 10^{-11}N (vergl. Kap. 3.4) lassen sich noch Magnetfelder nachweisen, die sich über eine charakteristische Länge von $\xi \approx z = 100\text{nm}$ um etwa $16 \cdot 10^3 \text{A/m}$ ändern.

4.4.2 Monopol-Wechselwirkung

Fällt das Magnetfeld über eine Distanz ab, die kürzer als die Domänenlänge in der Sonde ist ($\xi_{\text{eff}}^p \gg l_{\text{eff}}^s$), dann ist praktisch nur ein beladenes Polende der Sonde wirksam. Aus Gl. 4.5 mit Gl. 4.6 und 4.2 ergibt sich die Kraft im Monopol-Fall dann zu

$$F_{\text{mag}}^{\text{M}}(\mathbf{r}) = -\mu_0 \int_0 M^s(\mathbf{r}') \cdot \mathbf{H}(\mathbf{r}+\mathbf{r}') d^2\mathbf{r}' . \quad (4.9)$$

Die Kraft ist also direkt proportional zum äußeren Feld $\mathbf{H}$. Durch die Verwendung einer geeigneten magnetischen Sonde mit einer genügend langen Domäne, wird das MKM zu einem magnetfeldempfindlichen Instrument. Damit ist diese Technik mehr als nur eine Verbesserung der Bitter'schen Kolloidtechnik. Es zeigt aber auch, daß ein Routine-Verfahren zur Charakterisierung der Sonde benötigt wird. Ein geeignetes, einfaches Verfahren zur Sondenkalibrierung wurde hierzu in dieser Arbeit entwickelt (s. Kap. 6.4).

Man erkennt weiterhin, daß die dynamischen Verfahren [1.30], die den Kraftgradienten messen, nur den Magnetfeldgradienten bzw. im Dipol-Fall die zweite Ableitung des Magnetfelds detektieren. Der Vorteil der statischen Kraftmessung ist damit, neben der Gradientenempfindlichkeit im Dipol-Fall, die direkte Magnetfeldempfindlichkeit im Monopol-Fall. Im Rahmen dieser Arbeit wurde deshalb ein Raster-Kraftmikroskop entwickelt, daß im quasi statischen Meßbetrieb direkt die kraftinduzierte Hebelarmauslenkung empfindlich detektiert und nicht den Kraftgradienten.

4.4.3 Magnetische Bildinformation und Auflösung

SCHÖNENBERGER [4.15] schlägt zur Bildinterpretation in der Magnetokraft-Mikroskopie eine Betrachtung im Fourier-Raum vor. Die zweidimensionale Fourier-Transformierte des Streufeldes lautet danach

$$\hat{H}(\mathbf{k}, z) = \frac{1}{2\pi} \int e^{(-i\mathbf{k} \cdot \boldsymbol{\kappa})} H(\boldsymbol{\kappa}, z) d^2\boldsymbol{\kappa} \quad \text{mit } \boldsymbol{\kappa} = (x, y) \text{ und } \mathbf{k} = (k_x, k_y) . \quad (4.10)$$

Die Sonde wird in dieser Betrachtung als stumpfer Kegel der Länge L mit Radius R im Abstand z über einer periodischen Bit-Struktur aufgefaßt. Das Ergebnis von SCHÖNENBERGER in den Grenzfällen für niedrige ($kR \ll 1$) und hohe ($kR \gg 1$) Frequenzen und unter der Annahme, daß $R \ll L$ ist, lautet:

$$\hat{F}(k,z) = \mu_o M_s \cdot \begin{cases} \text{Sonden-} \\ \text{Volumen } k \hat{H}(k,z) & , kR \ll 1, kL \ll 1 \end{cases} \quad (4.11a)$$

$$\left\{ R^2 \pi e^{-(kR/2)^2} \hat{H}(k,z) , kR \gg 1 . \right. \quad (4.11b)$$

Danach wirkt eine Sonde mit einer einzelnen Domäne der Länge L als Bandpass im Frequenzraum. Die obere Grenzfrequenz setzt etwa ein bei $k \approx 2/R$. Die Empfindlichkeit gegenüber magnetischen Feinstrukturen ist, abgesehen vom Sondenabstand z , also nur abhängig vom Radius der Sonde und nicht von der Länge. Bei niedrigen Frequenzen ist die Kraft proportional zu k im Frequenzraum. Die untere Grenzfrequenz, wird dann primär durch die Länge der Sonde bestimmt. Die Monopol-WW (Domänenlänge in der Sonde $>$ eff. Streufeldreichweite) liefert also immer ein tiefpaßgefiltertes Bild des Magnetfeldes.

Damit wird, außer durch die Ausleseempfindlichkeit des Auslenkungsdetektors und dem Sonde-Probe Abstand, die Auflösung in der Magnetokraft-Mikroskopie durch den Verrundungsradius der Sonde bestimmt.

Kapitel 5

Aufbau eines Magnetokraft-Mikroskops

In Kapitel 2 bis 4 wurden bereits die grundlegenden physikalischen Aspekte der Raster-Kraft- und Magnetokraft-Mikroskopie (Kraftauflösung, Kraftwechselwirkung) behandelt. Im folgenden werden die daraus resultierenden Anforderungen an das Sonden-Hebelarm System (Kraft-Sensor) abgeleitet und darauf aufbauend die praktische Ausführung des im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Magnetokraft-Mikroskops (MKM) vorgestellt.

Neben den elektromechanischen Komponenten des kapazitiven Detektorsystems und der Regelkreiselektronik (Kap. 5.1 und 5.2), sowie dem mechanischen Aufbau der Sonden-Hebelarm Konfiguration (Kap. 5.3) und der piezoelektrischen Rastereinheit (Kap. 5.4), wird zusätzlich die computergestützte Rasteransteuerung, Meßdatenerfassung und Bildverarbeitung behandelt (Kap. 5.5). Durch diese wird ein einfacher und flexibler Raster-Sonden-Mikroskopiebetrieb erst ermöglicht.

5.1 Anforderungen an den Detektor für die Hebelarmauslenkung

Die Forderung nach einer hohen Kraftempfindlichkeit des MKM führt zu einer hohen Ausleseempfindlichkeit des Detektorsystems mit einer möglichst großen Bandbreite, die für den quasi statischen Betrieb von wenigen $1/10$ Hz bis zur Resonanzfrequenz des verwendeten Hebelarmes reichen sollte. Für den statischen Betrieb ist außerdem eine geringe thermische Drift des Detektorsystems gegenüber der Hebelarmanordnung gefordert. Dies wird durch eine einfache und kompakte Bauweise mit einer geringen Masse des Detektors begünstigt. Die neben der hohen Ausleseempfindlichkeit wichtigste Forderung ist die nach einem geringen, durch den Auslenkungsdetektor auf den Hebelarm rückwirkenden, Kraft-Einfluß.

In wieweit die einzelnen Forderungen bei den verschiedenen bereits existierenden Detektorsystemen erfüllt werden, wird im folgenden behandelt. Daran anknüpfend, wird in Kap. 5.2 das Konzept und die Ausführung eines für die Raster-Kraftmikroskopie völlig neuen, kapazitiven Detektorsystems für die statische Magnetokraft-Mikroskopie vorgestellt.

5.1.1 Verschiedene Sensoren zur Detektion der Hebelarmauslenkung

Der von BINNIG et al. [1.3] in der Ur-Version des RKM verwendete Tunnelkontakt als Auslenkungsdetektor bietet, aufgrund der exponentiellen Tunnelstrom-Abstandsabhängigkeit in Verbindung mit einer präzisen piezoelektrischen Positioniereinrichtung, eine prinzipiell hohe Ausleseempfindlichkeit von bis zu $0,01\text{\AA}$ und eine kompakte Bauweise, die vom RTM übernommen wurde. Bei einem Betrieb an Luft zeigen sich aber die Nachteile dieses Verfahrens: zeitlich nicht konstante, relativ große Kräfte¹ zwischen Tunnelspitze und Hebelarm (s. dazu auch Kap. 7.3.1) erfordern Hebelarme mit einer großen Federkonstanten (typ. einige 100N/m), damit ein störungsfreier Tunnelbetrieb möglich wird. Bedingt durch die hohe Federkonstante leidet aber die Kraftauflösung dieses Verfahrens.

In der Folgezeit entstanden deshalb aufwendige, auf dem Prinzip der LASER-Interferometrie aufbauende optische Sensoren [1.30], die aber aufgrund der nicht gerade kompakten Bauweise und der damit verbundenen thermischen Drift des Detektorsystems vorwiegend im dynamischen Resonanzbetrieb (s. Kap. 2.1) arbeiten, wodurch das RKM nur auf den Kraftgradienten empfindlich reagiert. Mit dem in unserer Arbeitsgruppe von ANDERS [5.1] entwickelten piezoelektrischen Kraftaufnehmer, bei dem Hebelarm und Sensor kompakt aus einer piezokeramischen Einheit bestehen, läßt sich ebenfalls nur der Kraftgradient registrieren. Aufgrund der relativ großen Federkonstante des piezokeramischen Hebelarmes von etwa 1000N/m eignet sich dieses System vorwiegend für den oberflächennahen Bereich (Kontaktbereich bis einige 10nm Sonden-Proben Abstand).

Um die Nachteile des Tunnelsensors zu vermeiden und die Vorteile einer kompakten Bauweise zu nutzen, wurde im Rahmen dieser Arbeit ein neues RKM/MKM-Detektorsystem entwickelt², bei dem die Hebelarmauslenkung kapazitiv gemessen wird [5.2]. Mit diesem C-Detektor System lassen sich sowohl statisch die Kraft als auch (mit Einschränkung) dynamisch der Kraftgradient messen. Zusammenfassend sind in Tabelle 5.1 — für den C-Detektor vorweggenommen — die einzelnen Kriterien der wichtigsten verschiedenen Detektorsysteme gegenübergestellt.

1 Hierzu zählen neben anziehenden Van-der-Waals Kräften im wesentlichen Kapillarkräfte zwischen Sonde und einer mit Adsorbaten kontaminierten Oberfläche (s. Kap. 2.1 und 3.)

2 Das kapazitiv ausgelesene Raster-Kraftmikroskop wurde unter der Nr.: P 39 22 589.5 zum deutschen Patent angemeldet. Eine europäische Patentanmeldung erfolgte ebenfalls.

Kriterien	Detektor-system	Tunnel-kontakt	LASER opt. System	Piezo-Keramik	C-Sensor
max. Empfindlichkeit		$\approx 0,01 \text{ \AA}$	$\approx 0,05 \text{ \AA}$	$\approx 10 \text{ \AA}$	$\approx 0,1 \text{ \AA}$
prakt. Empf. an Luft		$\approx 0,1 \dots 10 \text{ \AA}$ ¹	$\approx 0,1 \text{ \AA}$	$\approx 10 \text{ \AA}$	$\approx 1 \text{ \AA}$ ²
Betriebsarten		statisch dynamisch	dynamisch	dynamisch	statisch (dynamisch)
kompakte Bauweise		Ja	Nein	Ja	Ja
Federkonstanten d. Hebel		$> 100 \text{ N/m}$	$> 0,1 \text{ N/m}$	$\approx 1000 \text{ N/m}$	$> 0,1 \text{ N/m}$
Kraftrückwirkung auf den Hebelarm		groß, an Luft zeitl. nicht konst.	gering, therm. Rauschen	nicht meßbar	groß, an Luft zeitl. konst. ³

Tab. 5.1: Gegenüberstellung der verschiedenen Detektorsysteme.

- 1) Abhängig von der Federkonstanten und der Oberflächenbeschaffenheit
- 2) Abhängig von der Federkonstanten
und der Spannungsänderung am C-Kontakt (s. Kap. 5.2)
- 3) Abhängig von der Spannungsänderung am C-Kontakt (s. Kap. 5.2)

5.2 Aufbau eines Detektors mit kapazitivem Auslesemechanismus

Kapazitive Sensoren werden in der Meßtechnik sehr häufig zur berührungslosen Abstandsmessung verwendet. So beschreibt z. B. BRÄNDLI [5.3] ein kapazitives Verfahren zur Bestimmung der magnetfeldinduzierten relativen Längenänderung $\Delta l/l$ magnetostriktiver Materialien. Über die hierzu verwendete kommerzielle Kapazitätsmeßbrücke zur Messung kleiner Kapazitäten mit einer Empfindlichkeit von $1 \cdot 10^{-7} \text{ pF}$, ließen sich noch rel. Längenänderung von $\Delta l/l \approx 10^{-10}$ nachweisen.

Wie nachfolgend beschrieben, eignet sich das Konzept der kapazitiven Abstandsmessung, unter Beachtung einiger Randbedingungen, auch für die berührungslose Detektion der Hebelarmauslenkung in der Raster-Kraftmikroskopie.

5.2.1 Kriterien für den Aufbau eines kapazitiven Auslenkungsdetektors

Die von uns verwendeten Hebelarme (vergl. Abs. 5.3.1) bestehen aus einem $25\mu\text{m}$ dünnen, leitfähigen Draht. Dieser zylinderförmige Hebelarm bilde nun mit einer in einem Abstand a platzierten Gegenelektrode den Kapazitätssensor (vergl. Abb.5.1).

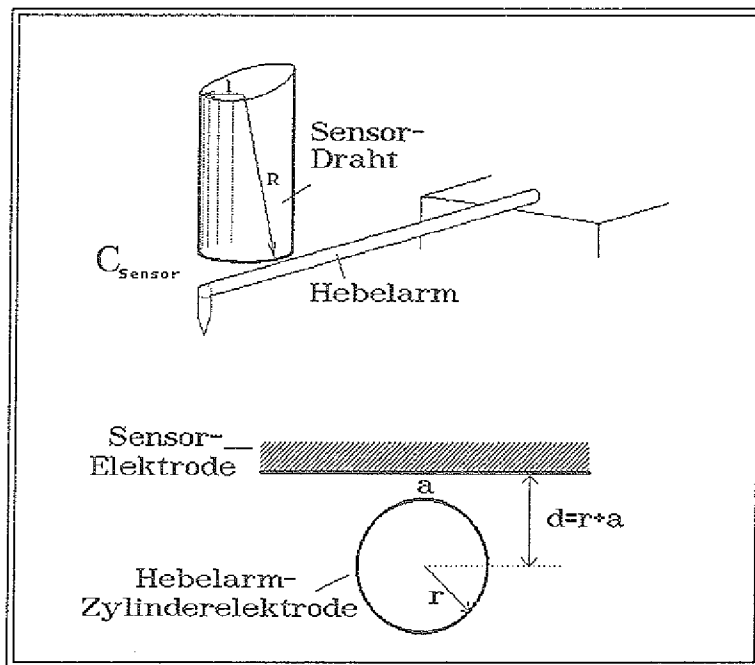


Abb. 5.1:

Oberes Teilbild:

Schematische Anordnung von Hebelarm und Gegenelektrode als Kapazitätssensor.

Unteres Teilbild:

In guter Näherung läßt sich der Kapazitätssensor für die Berechnung der Kapazität beschreiben durch einen zylinderförmigen Draht der Länge l mit Radius r im Abstand $a = d - r$ über einer ebenen Platte (s. Text).

Der für eine hohe Ausleseempfindlichkeit $\Delta C / \Delta a$ benötigte, im Vergleich zur effektiven Elektrodengröße, sehr kleine Abstand a von etwa 100nm erfordert:

- eine Oberflächenrauigkeit der Elektroden von wenigen 10 Nanometern und
- eine genaue Justierung von Hebelarm und Gegenelektrode.

Eine Rauigkeit von wenigen Nanometern für Hebelarm und Gegenelektrode läßt sich mit einem geeigneten elektrolytischen Polierverfahren (s. Kap. 5.3.2) erreichen, während eine exakte Ausrichtung einer plattenförmigen Gegenelektrode ein größerer experimenteller Aufwand bedeuten würde. Als Lösung hat sich hierzu in der Praxis ein polierter und mit Gold bedampfter Messingdraht ($\phi \approx 1\text{mm}$) mit einer konvexen Krümmung des Drahtes von etwa $R \approx 2\text{mm}$ bewährt, wodurch eine exakte Ausrichtung nicht mehr erforderlich ist.

Für die Berechnung der Kapazität C_{Sensor} läßt sich wegen $R \gg r$ der Kapazitätssensor in guter Näherung beschreiben durch eine Plattenelektrode die sich in einem Abstand a über einer Zylinderelektrode (Länge l , Radius r) befindet. Durch diese

vereinfachende geometrische Anordnung läßt sich mit Hilfe der an der Fläche gespiegelten Bildladung Q eines Liniendipols die Feldverteilung $\vec{E}$ berechnen. Diese über einen beliebigen Weg ξ zwischen den Elektroden integriert, liefert die Spannung U zwischen den Elektroden, mit der sich die Kapazität $C=Q/U$ bestimmen läßt zu [5.16]

$$C_{\text{Sensor}} = \frac{2 \pi \epsilon_0 \epsilon_r l}{\ln \left[\frac{d}{r} + \sqrt{\left(\frac{d}{r} \right)^2 - 1} \right]} \quad \text{mit } d=r+a, \quad (5.1)$$

die nur noch vom Radius r und der effektiven Länge l des Hebelarmes abhängt. Die eff. Länge l entspricht näherungsweise dem Drahtdurchmesser der verwendeten Gegenelektrode.

Aus Gl. 5.1 läßt sich mit den in der Praxis verwendeten geometrischen Abmessungen ($l=1\text{mm}$, $r=25\mu\text{m}$, $a\approx 100\text{nm}$) an Luft ($\epsilon_r\approx 1$) eine Sensorkapazität von $0,62\text{pF}$ und eine auf die Abstandsänderung ∂a bezogene kapazitive Änderung $\partial C/\partial a$ von etwa $3 \cdot 10^{-4}\text{pF}/\text{\AA}$ berechnen.

Eine Variante der Detektion der Hebelarmauslenkung besteht darin, die Kapazität direkt zwischen der Sonde und der Oberfläche zu messen. Diese Methode, die auch eine direkte Kapazitäts-Mikroskopie [5.4,5.5] ermöglicht, erlaubt zwar nur eine Auslenkungsdetektion auf leitenden Oberflächen, dafür entfällt aber der sonst übliche Sensor. Diese Methode läßt sich also sinnvollerweise dort einsetzen, wo eine Justierung des Auslenkungssensors nur sehr schwierig oder aufwendig ist. Gegenüber dem von MORELAND *et al.* [5.6] verwendeten Tunnelkontakt zwischen Sonde und Oberfläche, erlaubt dieser alternative Auslenkungs-C-Sensor eine größere Flexibilität bei der Wahl des Meßabstandes zur Oberfläche.

Die kapazitive Empfindlichkeit dieser Methode läßt sich näherungsweise mit dem Modell einer Kugelsonde berechnen. Für eine Sonde mit einem Radius $R=50\text{nm}$ im Abstand $z=50\text{nm}$ von der Oberfläche ergibt sich mit Gl. 3.25 eine Empfindlichkeit von $\partial C/\partial z=1 \cdot 10^{-5}\text{pF}/\text{\AA}$ und ist damit gegenüber der ersten Methode des separaten Sensors um etwa eine Größenordnung unempfindlicher.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die zweite Variante kaum verwendet, da die Magnetokraft-Sonde nicht mehr unabhängig von der C-Sonde frei gewählt werden kann. Auch Nichtleiter würden so nicht abgebildet werden können.

5.2.2 Aufbau der C-Meßbrücke

Auf der Grundlage eines Lock-In Verstärkers als Null-Instrument, wurde zur Messung der Sensor-Kapazität eine Kapazitätsmeßbrücke aufgebaut. Wie das Schaltbild in der Abb. 5.2 zeigt, handelt es sich um eine Transformator-C-Meßbrücke mit einem variablen Untersetzungsverhältnis von $L_1/L_2 = U_1/U_2$. Die gesamte Meßbrücke wird über den Lock-In, und einem nachgeschalteten HiFi-Verstärker zur Leistungsanpassung, mit einer sinusförmigen Wechselspannung von $U_E \approx 1V \approx U_1 + U_2$ und bei einer Frequenz von 100kHz betrieben.

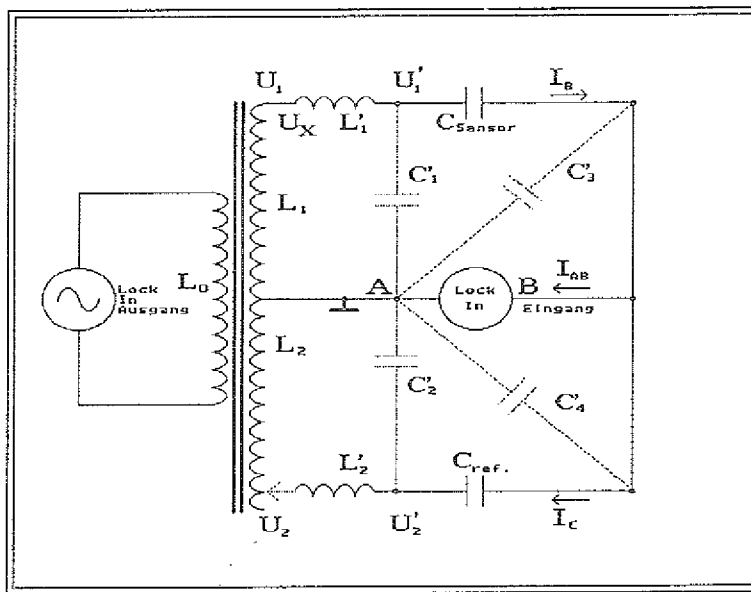


Abb. 5.2:

Schaltbild der Transformator-Kapazitätsmeßbrücke zur Messung kleiner Kapazitäten in Verbindung mit einem Lock-In Verstärker.
 L_1, L_2 : Streuinduktivitäten.
 C_1, C_2, C_3, C_4 : Streukapazitäten.
 C_{sen} : Sensorkapazität.
 C_{ref} : Referenzkapazität.
 U_1, U_2 : Spannung an der Sekundärwicklung des Übertragers.

Unter Vernachlässigung der ohmschen Anteile in den Induktivitäten und Zuleitungen, sowie der Streuinduktivitäten L'_1 und L'_2 , lautet die mit dem Lock-In am Brückenweig A-B gemessene Spannung U_{AB}

$$U_{AB} = R_i I_{AB} = R_i (I_B - I_C) = R_i (U_{sen} C_{sen} - U_{ref} C_{ref}) \omega \quad (5.2)$$

(R_i = Innenwiderstand des Lock-In Vorverstärkereingangs 100M Ω)

Mit den eingprägten Spannungen U_1 und U_2 liefert dies

$$U_{AB} = \frac{U_1 C_{sen} - U_2 C_{ref}}{\frac{1}{\omega R_i} + C_{sen} + C_{ref}} \quad (5.3)$$

Werden die Streuimpedanzen mit berücksichtigt, liefert die Abgleichbedingung $I_{AB} = 0$ dann (s. Anhang A2):

$$\frac{C_{\text{ref}}}{C_{\text{sen}}} = \frac{U_1 + U'_1 L'_1 (C_{\text{sen}} + C'_1) \omega^2}{U_2 + U'_2 L'_2 (C_{\text{ref}} + C'_2) \omega^2} . \quad (5.4)$$

Die gegen Fremdfelder notwendige Abschirmung verursacht Nebenskapazitäten C'_x , welche am virtuellen Massepunkt A zusammengeführt sind. C'_3 und C'_4 liegen parallel zum Meßeingang und führen nicht zu einer Verstimmung der Meßbrücke. C'_1 und C'_3 werden hauptsächlich von der Abschirmkapazität der Zuleitungskabel (ca. 100pF/m) verursacht und C'_2 und C'_4 (einige pF) durch die Gehäuseabschirmung.

Wie aus Gl. 5.4 zu erkennen ist, würden mit einem idealen Übertrager ohne Streuinduktivitäten ($L'_1, L'_2 = 0$) die verbleibenden Streukapazitäten C'_1 und C'_2 ebenfalls wirkungslos. Allerdings ist es in einem realen Übertrager schwierig, die Streuinduktivitäten vollständig zu eliminieren ($\geq 1\mu\text{H}$). Deshalb muß besonders die Zuleitung zur Sensorkapazität möglichst kurz und starr geführt werden, um eine Verstimmung der Brücke über ein $\Delta C'_1$ möglichst klein zu halten.

Nach Gl. 5.4, unter Vernachlässigung der Streuinduktivitäten, ist das Untersetzungsverhältnis von Referenz- zu Sensorkapazität durch das Spannungsverhältnis U_1/U_2 bestimmt. Praktisch ist es günstig ein Untersetzungsverhältnis von mindestens $U_1/U_2 = 100$ zu verwenden, weil dann die zu messende kleine Sensor-Kapazität mit einer 100 mal größeren Referenzkapazität abgeglichen werden kann. Zur Sensorkapazität vergleichbare Änderungen in der Referenzkapazität wirken sich dann um den Faktor 1/100 reduziert auf die Gleichgewichtsbedingung aus. Die Referenzkondensatoren können in den Schritten von 100 ... 0,1pF hinzu geschaltet werden. Die kleinste zu messende Kapazität, die sich damit direkt abgleichen läßt, beträgt also $1 \cdot 10^{-3}\text{pF}$.

Der Abgleich der Phasendrehung erfolgt direkt am Lock-In Verstärker. Ebenso der endgültige Feinabgleich über den Monitor-Offset, mit einer Genauigkeit bis zu $1 \cdot 10^{-5}\text{pF}$. Um die thermische Drift der Referenzkondensatoren zu reduzieren ($< 1 \cdot 10^{-4}\text{pF/h}$) befindet sich die gesamte Meßbrücke in einem gefräzten Gehäuse aus Aluminium mit einer Wandstärke von 1cm. Als Referenzkondensatoren wurden driftarme Styroflexkondensatoren verwendet.

Jede durch eine Hebelarmauslenkung induzierte Abweichung der Sensorkapazität von der Abgleichbedingung ($U_{AB} = 0$) führt dann zu einer am Monitor-Ausgang des Lock-In proportionalen Spannungsänderung

$$\Delta U_{AB} = \frac{U_1 \Delta C_{sen}}{\frac{1}{\omega R_i} + (C_{sen} + \Delta C_{sen}) + C_{ref}}, \quad (5.5)$$

mit einer Empfindlichkeit von 0,1V/pF (mit $U_1=1V$, $U_2=0,01V$, $C_{sen}=0,1pF$, $C_{ref}=10pF$, $R_i=100M\Omega$ und $f=100KHz$), welche damit ein Maß für die auf den Hebelarm wirkende Kraft darstellt ($\Delta U_{AB} \sim \Delta C_{Sensor} \sim \Delta d_{Hebel}^{-1} \sim \Delta F_{Sonde}^{-1}$). Im konst. Kraft-Modus wird diese Spannung über eine Sonden-Proben Abstandsregelung konstant gehalten. Etwaige Nichtlinearitäten des C-Systems spielen dann keine Rolle mehr. Die hierfür verwendete Regelkreiselektronik entspricht, bis auf den Strom-Spannungswandler, dem PI-Regler der von ANDERS [5.1] entwickelten Tunnelelektronik. Das Verhalten dieses Kraftregelkreises wird in Kapitel 6.3 im Zusammenhang mit den Hilfskräften diskutiert. Inwieweit der C-Detektor selbst einen Einfluß auf den Hebelarm ausübt, wird in Kap. 6.2 behandelt.

5.3 Aufbau von Hebelarm und Sonde

Aus dem bisher entwickelten Konzept der Raster-Kraft-Mikroskopie lassen sich die Kriterien für einen optimalen Kraft-Sensor, bestehend aus Hebelarm und Sonde, ableiten. Ein Hebelarm sollte danach folgende Eigenschaften aufweisen:

- Eine **kleine, definierte Federkonstante D_z** für eine hohe Kraftempfindlichkeit. Zu kleine Federkonstanten, in der Größenordnung des Kraftgradienten, begrenzen aber den minimal möglichen Abstand zur Oberfläche im Nicht-Kontakt Modus (vergl. Kap.2.1 und 2.4). In der Praxis haben sich typische Federkonstanten im Bereich von 0,1 . . . 1 N/m als optimal erwiesen.
- Durch große laterale Federkonstanten $D_x, D_y \gg D_z$ läßt sich die zu messende Kraft auf eine Z-Komponente senkrecht zur Oberfläche reduzieren. Sonst treten, besonders im Profilometrie Modus, bei sehr hohen lateralen Kräften, Abbildungsfehler auf (s. Kap. 7.3.2).
- Eine **hohe Resonanzfrequenz** macht den Hebelarm unempfindlich gegenüber äußeren akustischen und mechanischen Vibrationen. Nach Gl. (2.4) läßt sich dies nur durch eine möglichst **kleine Masse von Hebelarm und Sonde** realisieren.
- Eine **einfache Technik**, die es erlaubt, den Hebelarm und die Sonde in einem Präparationsschritt reproduzierbar herzustellen, ohne die Sonde nachträglich an dem Hebelarm befestigen zu müssen (Klebestelle $\Rightarrow$ größere Masse)

Darüber hinaus muß die Sonde für den RKM-Betrieb, den jeweiligen Anforderungen angepaßt, nachfolgende Kriterien erfüllen:

- Eine **definierte Sondengeometrie**. Die mesoskopische Form der Sonde bestimmt das gemessene Konvolutionsbild zwischen der Oberfläche der Probe und der Sonde (s. dazu Kap. 7.3.2). Damit eine eindeutige Dekonvolution möglich wird, muß eine bekannte, wohl definierte Sondengeometrie vorliegen.
- Eine **hohe laterale Steifigkeit**, um ein seitliches Durchbiegen der Sonde bei Krafteinwirkung (Haftreibung) zu vermeiden. Eine sehr dünne, spitze Sonde mit einem kleinen Apex- Öffnungswinkel erweist sich in der Praxis deshalb nicht immer als die ideale Spitzenform, da diese eine nur geringe mechanische Stabilität aufweist. Besonders im Profilometrie Modus erfordert dies daher eine eher stumpfe Sonde mit einer hohen lateralen Federkonstanten, also nach Gl. 5.6 mit einem hohen Elastizitätsmodul E .
- Eine **hohe vertikale Steifigkeit** mit einem hohen E -Modul in Richtung der Sondenlängsachse, um eine möglichst geringe elastische Verformung und damit einen kleinen Kontaktflächenradius zu erhalten (s. Kap. 3.2).
- Eine **einfache Herstellungstechnik** in Verbindung mit dem Hebelarm.

Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen mit dem MKM an magnetischen Materialien (s. Kap. 8) haben gezeigt, daß eine optimale magnetische Sonde zusätzlich folgende Eigenschaften aufweisen muß:

- Ein **großes magnetisches Moment** ergibt eine höhere Magnetokraft-Empfindlichkeit.
- Ein **kleines aktives magnetisches Volumen** erhöht die Feld-Auflösung des Verfahrens.
- Ein **definiertes Volumen** mit einer **bekannten Magnetisierungsrichtung** ermöglicht eine quantitative Auswertung der Daten.
- Ein **möglichst kleines Eigenstrefeld** der Sonde, um die zu untersuchende magnetische Struktur nicht zu beeinflussen.
- Eine **hartmagnetische Sonde** (hohe Koerzitivfeldstärke), um die Magnetisierung der Sonde durch das Streufeld der Probe nicht zu verändern.

Alle diese Kriterien sind in der Praxis nicht gleichzeitig realisierbar. Der Kraft-Sensor läßt sich aber je nach Probe für den jeweiligen Verwendungszweck optimieren. So entstanden im Verlauf der Arbeit verschiedene Hebelarm-Sonden Systeme. Die Präparation und Eigenschaften dieser Kraft-Sensoren wird in den nachfolgenden drei Abschnitten behandelt.

5.3.1 Vergleichende Bemerkungen zu unterschiedlichen Hebelarmmanordnungen

Mit den in Abschnitt 5.3 aufgestellten Anforderungen an den Kraft-Sensor wurden jeweils für den Profilometrie-Betrieb des RKM und den Magnetokraft-Betrieb des MKM, eine für den C-Sensor geeignete Sonden-Hebelarm Konfiguration entwickelt, wie sie in Abb. 5.3 zu sehen ist. In beiden Fällen besteht der Kraft-Sensor aus einem dünnen Draht mit einem typischen Durchmesser von $25\mu\text{m}$, dessen eines Ende um 90° abgewinkelt ist und zu einer feinen Spitze ausläuft. Die Wahl eines Drahtes mit einer zylinderförmigen Geometrie bietet in der Praxis einige Vorteile:

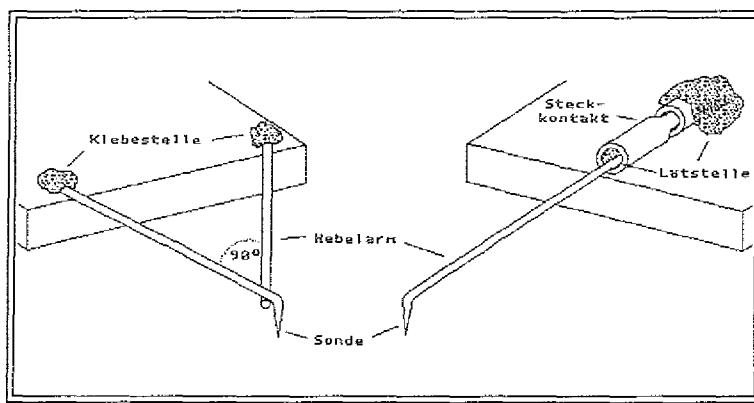


Abb. 5.3:

Links: V-förmiger Hebelarm, bestehend aus zwei Drähten und geeignet für den Profilometrie-Modus (Material: Wolframdraht $25\mu\text{m } \varnothing$)

Rechts: Hebelarm aus einem einzelnen Draht; geeignet für die Magnetokraft-Mikroskopie (Material: Nickeldraht $25\mu\text{m } \varnothing$)

- ✦ Die Wahl der Federkonstanten über die äußeren einzustellenden Abmessungen (Durchmesser und Länge)
- ✦ Die Sonde läßt sich mit einer einfachen elektrolytischen Ätz- und Poliertechnik (s. nächsten Abschnitt) in wenigen Präparationsschritten aus dem Draht des Hebelarmes herstellen und in der Form gezielt beeinflussen.
- ✦ Im Unterschied zum V-Hebelarm läßt sich der Hebelarm für die Magnetokraft-Mikroskopie aus einem einzelnen Draht fertigen, der durch eine IC-Steckfassung leicht im MFM ein- und ausbaubar ist. Dadurch steht die Sonde für eine weitergehende Untersuchung oder eine spätere Verwendung zur Verfügung.

Die im letzten Punkt aus dem Einzeldraht resultierende, kleine laterale Federkonstante senkrecht zur Drahtlängsachse, stellt im Nichtkontakt-Betrieb der Magnetokraft-Mikroskopie kein Problem dar: die sehr kleinen magnetostatischen Kräfte — in der Größenordnung 10^{-10}N — führen zwar zu einer messbaren Z-Auslenkung von 1nm (bei einem Hebelarm mit einer kleinen Federkonstanten von $0,1\text{N/m}$), eine entsprechende laterale Auslenkung ist aber aufgrund der in der Regel geringeren Abtastauflösung $= \frac{\text{max. Hebelarmauslenkung}}{\text{Rasterschritte}}$ (typ. $\frac{30\mu\text{m}}{300} = 100\text{nm}$) nicht meßbar und damit zu vernachlässigen.

5.3.2 Elektrolytische Präparationsverfahren

Mit einer einfachen Ätztechnik lassen sich Sonden mit einem Verrundungsradius von einigen 100nm präparieren. Hierzu wird ein Drahtende in eine für den Draht geeignete Elektrolytlösung (TEGART [5.7]) getaucht und durch Anlegen einer Wechselspannung zwischen dem Draht und einer Gegenelektrode das Material abgetragen. Eine deutliche Verbesserung dieses Verfahrens konnten BRYANT *et al.* [5.8] dadurch erzielen, daß sie das Drahtende gegenüber dem Elektrolyten isolierten, indem sie es in eine mit Luft gefüllte Glaskapillare einführten. Der Draht ätzt dann oberhalb der Luft-Isolierung durch. Das so aus dem Stromkreis automatisch abgetrennte Segment fällt in die Kapillarröhre und beinhaltet eine Spitze, die in der Regel einen geringeren Verrundungsradius aufweist als die, die in der Lösung verbleibt. Dieses Verfahren erfordert aber eine sehr genaue Justierung des Drahtes innerhalb der Kapillaren. Aufgrund von Kapillarkräften können auch nur sehr dicke Drähte ($> 500\mu\text{m}$) verwendet werden.

Basierend auf diesem Prinzip der "cut-off" Technik wurden deshalb verschiedene verbesserte elektrolytische Präparationsverfahren entwickelt, die es gestatten, auch aus sehr dünnen Drähten (typ. $25\mu\text{m}$ $\varnothing$), Sonden mit noch kleineren Apexradien von etwa 10nm mit einem minimalen Aufwand reproduzierbar herzustellen. Die nachfolgende Abb. 5.4 gibt einen Überblick über die Verfahren, welche auf die verschiedenen Drahtdurchmesser ($500\mu\text{m}$ bis $10\mu\text{m}$) abgestimmt sind. Eine genauere Beschreibung findet sich in [5.9].

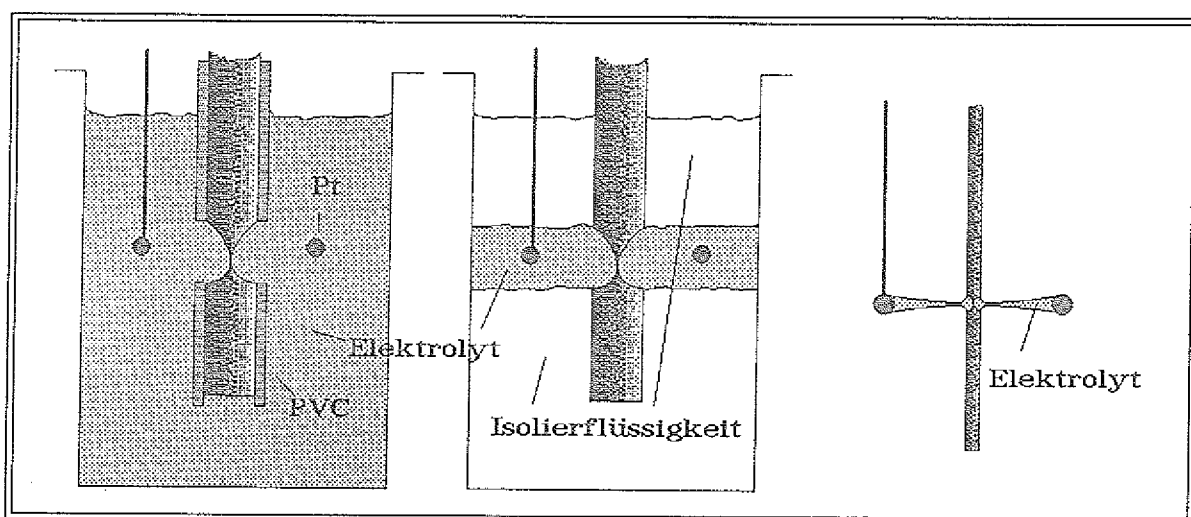


Abb. 5.4: Drei verschiedene elektrolytische "cut-off"-Verfahren zur Herstellung von spitzen Sonden für die Tunnel- und Kraft-Mikroskopie. Links: Mit PVC-Schlauch Isolierung. [5.10] Mitte: Mit nichtleitender Isolierröhre (z.B. CCL_4). Rechts: Mit Luft-Isolierung in einer Elektrolyt-Lamelle (geeignet für dünne Drähte $< 100\mu\text{m}$) [5.9]

Die Parameter, welche den Verrundungsradius beeinflussen, sind im wesentlichen das Gewicht des isolierten Drahtsegmentes und die Härte des verwendeten Drahtmaterials. Neben diesen Parametern ist für die Reproduzierbarkeit hauptsächlich ein ungestörter Abreißprozeß wichtig. Wenn der Draht bis auf wenige 10nm im Durchmesser lokal ausgedünnt ist, besteht eine hohe Störanfälligkeit gegenüber:

- Turbulenzen in der Elektrolytlösung und einer
- zu hohen Stromdichte an der Abreißstelle.

Die durch das Ätzen mit Wechselstrom entstehenden Gasblasen (Elektrolyse) verursachen eine permanente und unkontrollierte Konvektion in der Elektrolytlösung. Deshalb wird von uns nach dem schnellen AC-ätzen, noch bevor der Draht durchreißt, ein schonender Gleichstrom-Polierprozess eingesetzt.

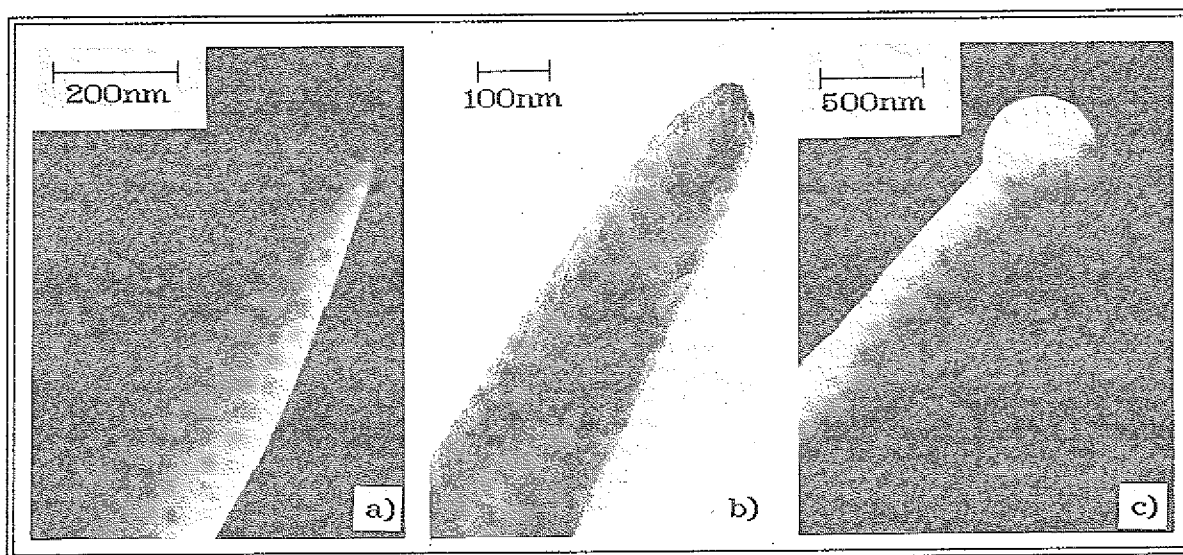


Abb. 5.5: REM-Aufnahme einer (a) Wolfram- und zweier Nickel-Sonden (b+c) [5.9]

Bei Wolfram-Drähten mit einem Durchmesser von $100\mu\text{m}$ liegt dieser zum Polieren geeignete Spannungsbereich typischerweise bei ca. 1,5 ... 2V. Oberhalb dieser Spannung tritt eine Gasentwicklung auf, welche zur Zerstörung der zum Polieren notwendigen passiven Deckschicht führt [6.9].

Dieser auf den Draht angewandte Polierprozeß hat neben dem ungestörten Abreißvorgang außerdem den Vorteil, daß die Sonden-Hebelarm-Oberfläche die für den C-Sensor geforderte geringe Rauigkeit von wenigen nm aufweist.

Die in dieser Arbeit verwendeten ferromagnetischen Sonden-Hebelarm Drähte bestehen aus polykristallinem Nickel-Draht mit einem Durchmesser von $25\mu\text{m}$. Die Übergangsmetalle Nickel oder Eisen lassen sich gut mit einer Elektrolytlösung aus 75% H_3PO_4 , dem eine gesättigte CrO_3 -Lösung beigemischt wurde, nach dem beschriebenen Ätz- und Polierprozess präparieren. Die für andere Sondenmaterialien (Wolfram, Iridium, Platin-Iridium) geeigneten Elektrolytlösungen und Polierspannungen finden sich in [5.9]. Raster-Elektronenmikroskopische Kontrollbeobachtungen haben gezeigt, daß Wolfram-Sonden mit einem Verrundungsradius von 10nm, und Nickel-Sonden mit einem Radius von 50nm reproduzierbar hergestellt werden können (vergl. Abb. 5.5a-b).

An einigen Nickel-Sonden konnte nach der elektrolytischen "cut-off"-Präparation eine ungewöhnliche tropfenförmige Geometrie des Apexbereiches beobachtet werden. Es ist wahrscheinlich, daß kurz vor dem Abreißen des Drahtes eine kritische Stromdichte an der Verengung erreicht wurde, die zu einem Aufschmelzen des Drahtes und einem vorzeitigen Abriß führten. Zur Zeit liegen noch keine Informationen darüber vor, ob das Sondenmaterial im Apexbereich ein- oder polykristallin rekristallisiert.

5.3.3 Magnetokraft-Sonden

Eine quantitative Interpretation der gemessenen MKM-Bilder ist ohne eine genaue Kenntnis der inneren magnetischen Bereichsstruktur der Sonde nicht möglich (s. Kap.4). Einen Eindruck von der komplizierten inneren Domänenkonfiguration massiver magnetischer Sonden liefert die Beobachtung des Eigenstreufeldes dieser Sonden durch die Lorentz-Mikroskopie im differentiellen Phasen-Kontrast Modus. Die Untersuchungen¹ wurden zunächst an geätzten, stumpfen Nickel-Sonden vorgenommen, die eine raue Oberfläche aufwiesen. Dabei zeigte sich, daß die Streufelder hauptsächlich an Oberflächenunebenheiten lokalisiert sind, wie im Rand- und Apexbereich in Abb. 5.6 zu erkennen ist.

Daß das Eigenstreufeld der Sonde bei weichmagnetischen Proben u. U. die zu untersuchende Bereichsstruktur verändert, konnte erstmalig durch MKM-Messungen mit gleichzeitiger Kerr-Beobachtung nachgewiesen werden [5.10] (s. dazu auch Kap. 8.2.2, 8.3, 8.4.1 und Abb.5.14). Andere Autoren [5.11] konnten diesen Effekt bestätigen.

¹ Ich danke Herrn S.McVITIE, Glasgow, für die Anfertigung der Lorentz-TEM Aufnahmen.

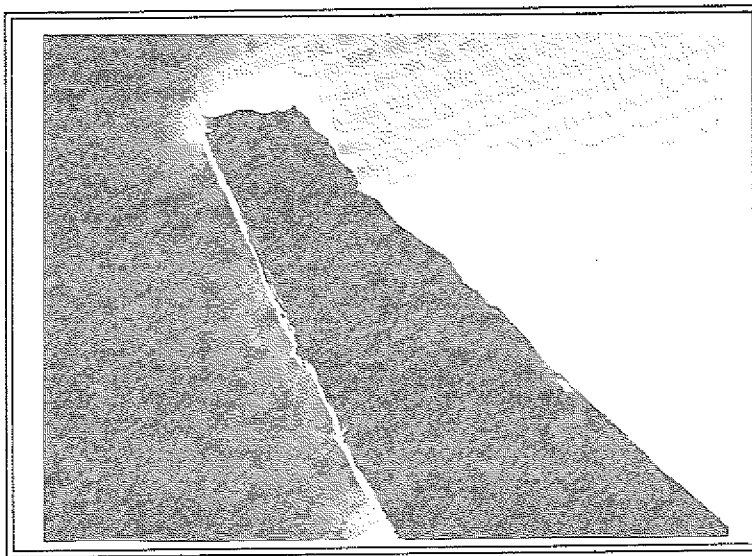


Abb. 5.6:

Lorentz-mikroskopische Aufnahme einer geätzten Nickel-Sonde mit einer rauhen Oberfläche. Aufgetragen ist die Feldkomponente in Pfeilrichtung. (Lorentz-DPC-Mode)

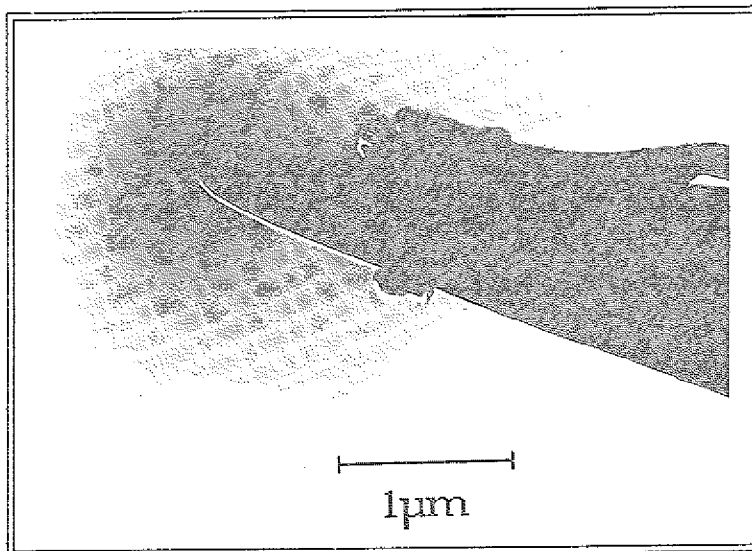


Abb. 5.7:

Lorentz-mikroskopische Aufnahme einer polierten Nickel-Sonde mit einer glatten Oberfläche und einem parabelförmig spitz zulaufenden Apexbereich. Aufgetragen ist die Feldkomponente in Pfeilrichtung. Das Eigenstreuungsfeld der Sonde ist primär am Sondenapex lokalisiert. (Lorentz Foucault-Mode)

Wie McVITIE durch Lorentz-TEM Aufnahmen an von uns präparierten spitzen Nickel-Sonden zeigen konnte, ist das Streufeld dieser Sonden hauptsächlich im Apexbereich lokalisiert (s. Abb. 5.7). Die Gestalt der z-Komponente des Streufeldes läßt auf eine Magnetisierungsrichtung primär parallel zur Sondenlängsachse schließen, die aus der sehr hohen Formanisotropie solcher Sonden resultiert. Damit werden frühere Vermutungen aus Messungen an Eisenwhisker-Einkristallen [6.4], anderer Autoren [5.11] und Ergebnisse aus Kalibrierungsmessungen [6.6] bestätigt, die auf eine Magnetisierung entlang der Sonde hinweisen.

Dieser Befund aus den Kalibrierungsmessungen [6.6] resultiert aus einem im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Verfahren zur Sondenkalibrierung (s. dazu Kap. 6.4), durch das sich mit Hilfe des bekannten Magnetfeldes eines stromdurchflossenen Drahtes die magnetische Sonde hinsichtlich einer effektiven

Domänengröße und Magnetisierungsrichtung kalibrieren läßt. Die Kalibrierungen zeigen, daß spitze Sonden primär in Richtung der Längsachse magnetisiert sind.

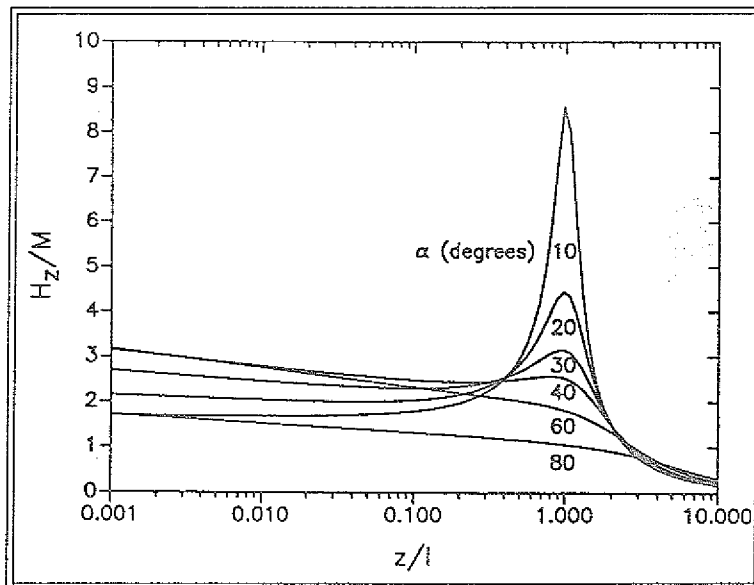


Abb. 5.8:

Magnetisches Eigenstreufeld einer kegelförmigen Sonde mit einer homogen magnetisierten Abschlußdomäne der Länge l mit Halbkonuswinkel α . Berechnet wurde die z -Komponente des Streufeldes entlang der Symmetrieachse für verschiedene Halbkonuswinkel α .

(U.HARTMANN [5.15])

In einem einfachen Modell zur Berechnung des Sondenstreufeldes wird die Sonde als Kegel mit einem Halb-Konuswinkel α , einer homogenen Magnetisierung M und einer Domänen-Länge l aufgefaßt [5.11]. Die Integration über die Sonde nach Gl. 4.4 liefert dann mit Gl. 4.2 das Eigenstreufeld der Modell-Sonde. Das Ergebnis einer solchen Modellrechnung von HARTMANN [5.15] für verschiedene Halbkonuswinkel zeigt die Abb. 5.8. Danach entsteht für sehr spitze Sonden mit einem Winkel $\alpha < 50^\circ$, in einer Entfernung vom Apex die der Domänenlänge entspricht, ein Feldmaximum. Zu größeren Abständen hin fällt das Feld dann weiter ab.

Dieser Feldfokussierungseffekt tritt nur bei ideal spitzen Kegelsonden auf. Im Modellfall einer solchen atomar spitzen Kegelsonde mit einem Halb-Konuswinkel von $\alpha = 5^\circ$, erreicht die Feldstärke nach HARTMANN [5.15] (vergl. Abb. 5.9), dadurch leicht den 10-fachen Wert der Sättigungsmagnetisierung. Selbst in einer 10-fach größeren Entfernung beträgt die Feldstärke dann immer noch etwa $0,3M_s$.

Eine reale Sonde, wie in Abb. 5.5b oder 5.7b, hat aber einen endlichen Krümmungsradius R . Nimmt man auch in diesem Fall eine homogene Magnetisierung des Apexbereiches in Richtung der Sondenlängsachse an, dann wird nach Gl. 4.4, mit $\text{div}M=0$, am Sondenende die magnetische Oberflächenladungsdichte am größten sein. Das daraus resultierende Eigenstreufeld ist also im Bereich des Sondenapex konzentriert.

Um dies zu überprüfen, wurde ein Programm zur Feldsimulation geschrieben (s. Anhang A6), das auf den in Kap 4.2 beschriebenen Algorithmus zur Berechnung von Äquipotentiallinien bzw. -flächen in einem Widerstandsnetzwerk basiert. Die Abb. 5.9 zeigt das Ergebnis dieser Simulation für eine paraboloidförmige Sonde.

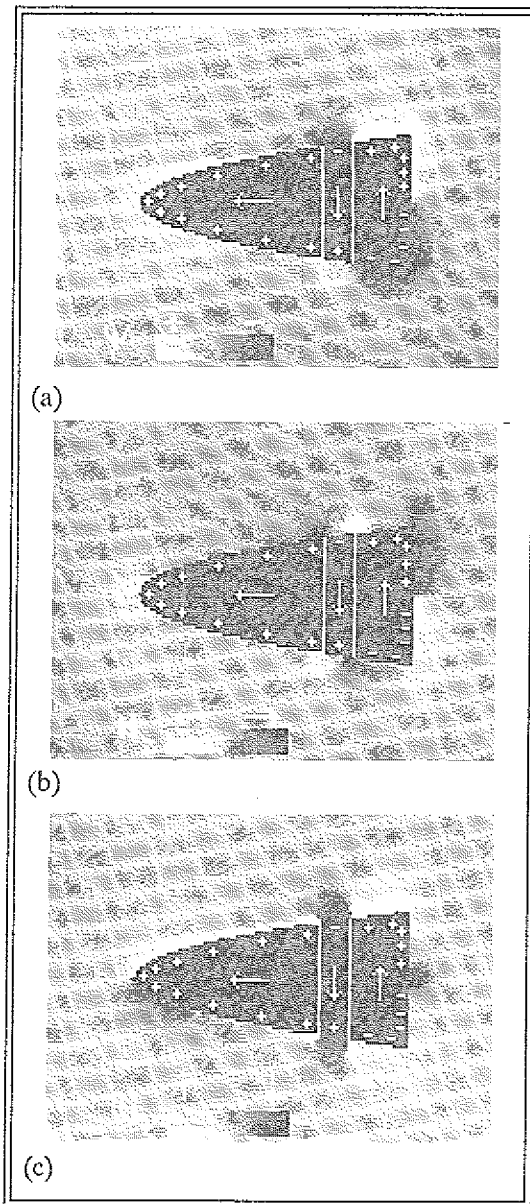


Abb. 5.9:

2-dimensionale Feldberechnung aus der magn. Oberflächenbeladung (s. Text). Die Magnetisierung und Beladung im hinteren Teil der Sonde wurde willkürlich gewählt. Im vorderen Teil liegt die Magnetisierung parallel zur Sondenachse, woraus sich die Oberflächenbeladung aus der Projektion der Magnetisierung auf die Oberflächennormale ergibt.

- a) Potentialverteilung ψ im Außenraum
- b) H_z -Komponente d. Streufeldes
- c) H_y -Komponente d. Streufeldes

Die Werte in der Grauverteilung der einzelnen Abbildungen verlaufen von max. hell bis max. dunkel wie folgt:

- a) max. hell = pos. Oberflächenladung σ
max. dunkel = neg. Oberflächenladung $-\sigma$
 $\psi(\text{Oberfläche}) = \sigma(\text{Oberfläche}) = M^a(\text{Volumen})$
- b) max. hell: $H_z = \left. \frac{\partial \psi}{\partial z} \right|_{\max}$
max. dunkel: $H_z = -\left. \frac{\partial \psi}{\partial z} \right|_{\max}$
- c) max. hell: $H_y = \left. \frac{\partial \psi}{\partial y} \right|_{\max}$
max. dunkel: $H_y = -\left. \frac{\partial \psi}{\partial y} \right|_{\max}$

Betrachtet man speziell die Z-Komponente der Feldverteilung im Apexbereich, so entspricht sie qualitativ genau der von McVITIE gemessenen Streufeldverteilung in Abb 5.7 und damit, unter den obigen Annahmen, der vorausgesagten Feldverteilung. Zusätzlich erkennt man den Streufeldfluß über benachbarten, willkürlich gewählten Domänengrenzen im hinteren Teil der Sonde.

Für eine grobe Abschätzung sei die Sonde durch eine Kugel angenähert. Nimmt man zusätzlich eine homogene Magnetisierung mit dem Wert der Sättigungsmagnetisierung für Nickel von $M_s(293\text{K}) = 0,4 \cdot 10^6 \text{ A/m}$, dann ergibt sich im Dipol-Fall näherungsweise für das Streufeld einer Kugel mit Radius R in einem Abstand r [4.15]

$$H_s \approx M_s (R/r)^3 \quad \text{mit } r \gg R. \quad (5.7)$$

Für einen Kugelradius von $R = 50 \text{ nm}$ hat die Feldstärke dann in einem Abstand $r = 200 \text{ nm}$ den Wert $H(r = 200 \text{ nm}) = 6,2 \cdot 10^3 \text{ A/m}$ und bei $r = 1 \mu\text{m}$ den Wert $H(r = 1 \mu\text{m}) = 50 \text{ A/m}$.

5.3.4 Sonden mit gezielt beeinflusster Geometrie

Von LEMKE [5.9] wurde ein Schmelzverfahren entwickelt, mit dem es möglich ist, durch gezieltes Aufschmelzen des Apexbereichs einer ursprünglich spitzen Sonde, diese in eine kugelförmige Gestalt zu überführen (s. Abb. 5.5c). Die Verwendung solcher "Kugelsonden" hat gegenüber den herkömmlichen spitzen Sonden einige Vorteile aufzuweisen:

- die Kugelgeometrie reduziert das magnetische Eigenstrefeld der Sonde;
- ein kleines magnetisches Volumen auf einem nichtmagnetischen Schaft erhöht die laterale Auflösung;
- für die Abbildung von Oberflächen im RKM stellt die Kugelgestalt eine Idealgeometrie im Hinblick auf eine Dekonvolution der gemessenen Oberflächenstrukturen dar (s. dazu Kap. 7.3.2).

Der Nachteil der Kugelsonden besteht darin, daß die definierte Orientierung der Magnetisierung, wie sie bei spitzen Sonden bevorzugt in Richtung der Sondenlängsachse und damit senkrecht zur Probenoberfläche auftritt, verloren geht.

5.4 Mechanischer Aufbau und Schwingungsdämpfung

Die Abb. 5.10 zeigt in der Seitenansicht den vollständigen mechanischen Aufbau des RKM/MKM.

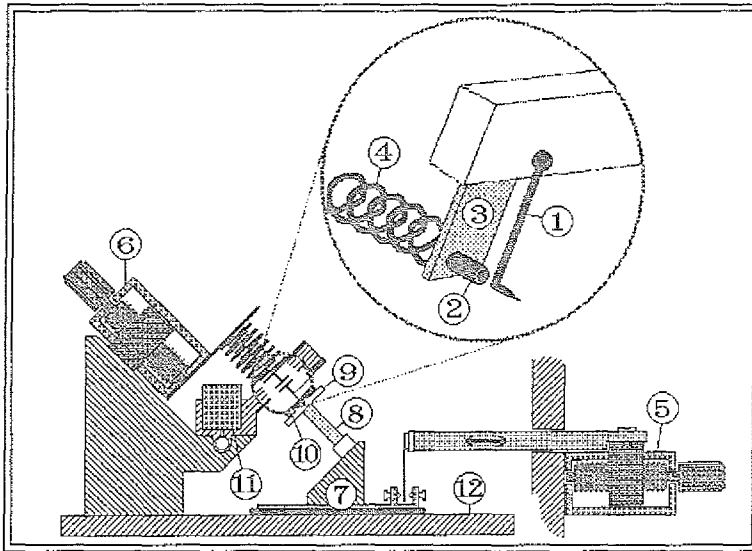


Abb. 5.10:

Vertikaler Schnitt durch das RKM/MKM mit:

- 1) Hebelarm (Ni-Draht $\varnothing = 25\mu\text{m}$)
- 2) C-Sensor (siehe Text)
- 3) Blattfeder (Messing)
- 4) Spiralfeder
- 5) + 6) Mikrometerschrauben
- 7) Gleitschlitten
- 8) Piezoelekt. Rastereinheit
- 9) Probenhalter
- 10) Probe
- 11) Umlenkspiegel
- 12) Basisplatte (Aluminium)

In dem vergrößerten Ausschnitt ist die Anordnung von Hebelarm (1) und C-Sensor (2) zu erkennen. Die Lage dieser Komponenten, sowie der Probe (10) mit seinem Winkel von 45° zur Basisplatte (12) ergibt sich aus der Notwendigkeit einer zusätzlichen magnetooptischen Kerr-Beobachtungstechnik (s. Kap. 5.6). Die thermisch induzierte mechanische Drift zwischen C-Sensor und Hebelarm konnte durch folgende Maßnahmen auf minimal etwa $1\text{\AA}/10\text{min}$ reduziert werden:

- ✦ kompakter Aufbau des Sensorsystems mit einer geringen Masse und kurzen Wegen,
- ✦ Entkopplung der größeren Masse der Mikrometerschraube (5) für die Abstandsjustierung des C-Sensors durch ein Federsystem (3)+(4) (Das Untersetzungsverhältnis entspricht dem Verhältnis der beiden Federkonstanten von (3)+(4)),
- ✦ der ganze mechanische Aufbau des RKM/MKM befindet sich in einem massiven Aluminiumgehäuse (Wandstärke ca. 1cm).

Für die Positionierung der Probe an die Sonde und seitlich dazu wurde, abweichend von dem sonst üblichen Inertial-Antrieb¹, ein Mikrometerschrauben-

¹ Piezoelektrische Trägheitsantriebe [5.12,5.13], basierend auf dem Prinzip von Haft- und Gleitreibung, oder auch ein piezoelektrischer "Inchworm" Linear Motor [5.14] erzeugen durch die sehr hohen Beschleunigungen der piezoelektrischen Antriebsmassen periodische Eigenschwingungen, die dann fast ungedämpft auf den Hebelarm überkoppeln.

Antrieb entwickelt, der eine störungsfreie Annäherung mit einer Genauigkeit von etwa $1\mu\text{m}$ ermöglicht. Geschoben durch das Mikrometergestänge, gleitet der Schlitten (7) mit dem Probenhalter (9) und der Probe (10) dabei über die Basisplatte (12). Nach erfolgter Annäherung läßt sich das Gestänge durch geringfügiges Zurückziehen mechanisch vom Gleitschlitten entkoppeln.

Ohne ein Dämpfungssystem führen niederfrequenter Körperschall (Gebäudeschwingungen, Trittschall) zu meßbaren Hebelarmauslenkungen von typischerweise einigen Nanometern (vergl. Abb. 5.11-a). Zur Schwingungsisolierung befindet sich deshalb das Kraft-Mikroskop mit dem Gehäuse auf einem Stapel von etwa 10kg schweren Marmorplatten, zwischen denen Gummielemente gelagert sind.

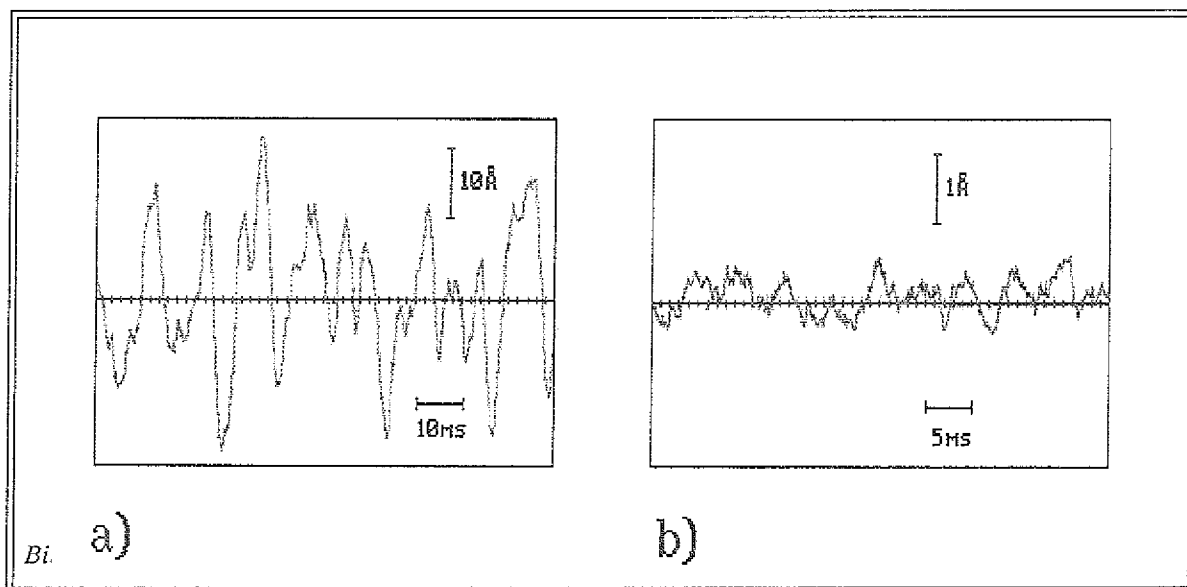


Abb. 5.11: Frequenzgang der Hebelarmauslenkung a) ohne und b) mit Dämpfungselementen

Die Wirksamkeit dieses Dämpfungssystems — die Eigenresonanz liegt bei etwa 1 Hz — dokumentiert die Messung der Hebelarmauslenkung in Abb. 5.11-b.

5.4.1 Piezoelektrische Rastereinheit

Im Rahmen dieser Arbeit wurden verschiedene piezoelektrische Rastersysteme entwickelt. Um magnetische Bereichsstrukturen von mehreren $10\mu\text{m}$ Ausdehnung abrastern zu können, werden piezoelektrische Positioniersystem mit einem möglichst großen Rasterbereich benötigt. Eine Anordnung, bestehend aus zwei Piezo-

Bimorphen mit einem Rasterbereich von etwa $80 \times 60 \mu\text{m}$ erscheint dafür am geeignetsten. Allerdings führt diese Anordnung zu Bildfehlern aufgrund der extremen Nichtlinearität des Piezomaterials und der Nichtorthogonalität der Anordnung. Umfangreiche Korrekturmaßnahmen werden hierzu mit einem Computer-Programm vorgenommen. Eine genauere Diskussion der Abbildungsfehler erfolgt in Kap. 7.3.2.

5.5 Rechnersteuerung und Meßwerterfassung

Die Rasteransteuerung und Meßdatenerfassung erfolgt mit einem zum IBM PC/AT kompatiblen Microcomputer, der mit den folgenden, für die Sonden-Mikroskopie wichtigen Komponenten erweitert wurde:

- ✦ 40MByte Festplatte als Daten-Massenspeicher.
- ✦ Messdaten-Erfassungskarte von BURR-BROWN mit 4 analogen Ausgabe-Kanälen zu je 12Bit und 8 analoge, gemultiplexte Eingabe-Kanäle mit 12Bit Auflösung (Wandlungszeit $11,2 \mu\text{s}$ pro Eingabe-Kanal).
- ✦ VGA-Farbgrafikkarte mit einem Auflösungsmodus von 300×200 Bildpunkten bei 256 Farben bzw. 64 Graustufen, oder 640×480 Bildpunkte bei 16 Farben. Der Vielfarbenmodus mit der etwas geringeren Auflösung ist für die Graustufendarstellung in der Vogelperspektive geeignet. Durch die 64 Graustufungen entsteht eine sehr gute Abbildungsdynamik mit nur geringem Informationsverlust. Der hochauflösende Modus eignet sich vorwiegend für eine Darstellung in der 3D-Grafik.

5.5.1 Digitale Rasteransteuerung und Meßdatenerfassung

Die BURR-BROWN Datenerfassungskarte verfügt über vier 12Bit Digital-Analogwandler. Zwei dieser DA-Kanäle werden für die Ansteuerung der piezoelektrischen Rastereinheit verwendet. Mit einer Auflösung von 4096 Schritten in einem Spannungsintervall von $\pm 10\text{V}$ ergibt sich damit als kleinster Spannungsschritt $4,9\text{mV}$. Um aber eine stufenlose Ausschnittswahl von atomarer Auflösung bis hin zu mehreren $10 \mu\text{m}$ großen Rasterbereichen zu ermöglichen, wird die maximale DA-Wandlerschrittzahl per Programm vorgegeben und erst anschließend die Rasterspannung von $\pm 10\text{V}$ analog über einen Spannungsteiler heruntergeteilt bevor sie über einen Hochvolt-Verstärker [5.1] zu den Piezo-elementen gelangt (s. Abb. 5.12).

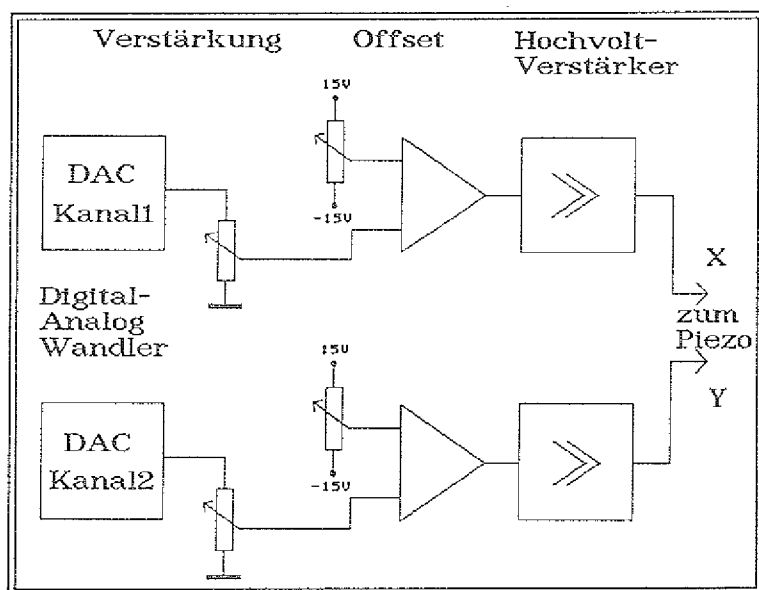


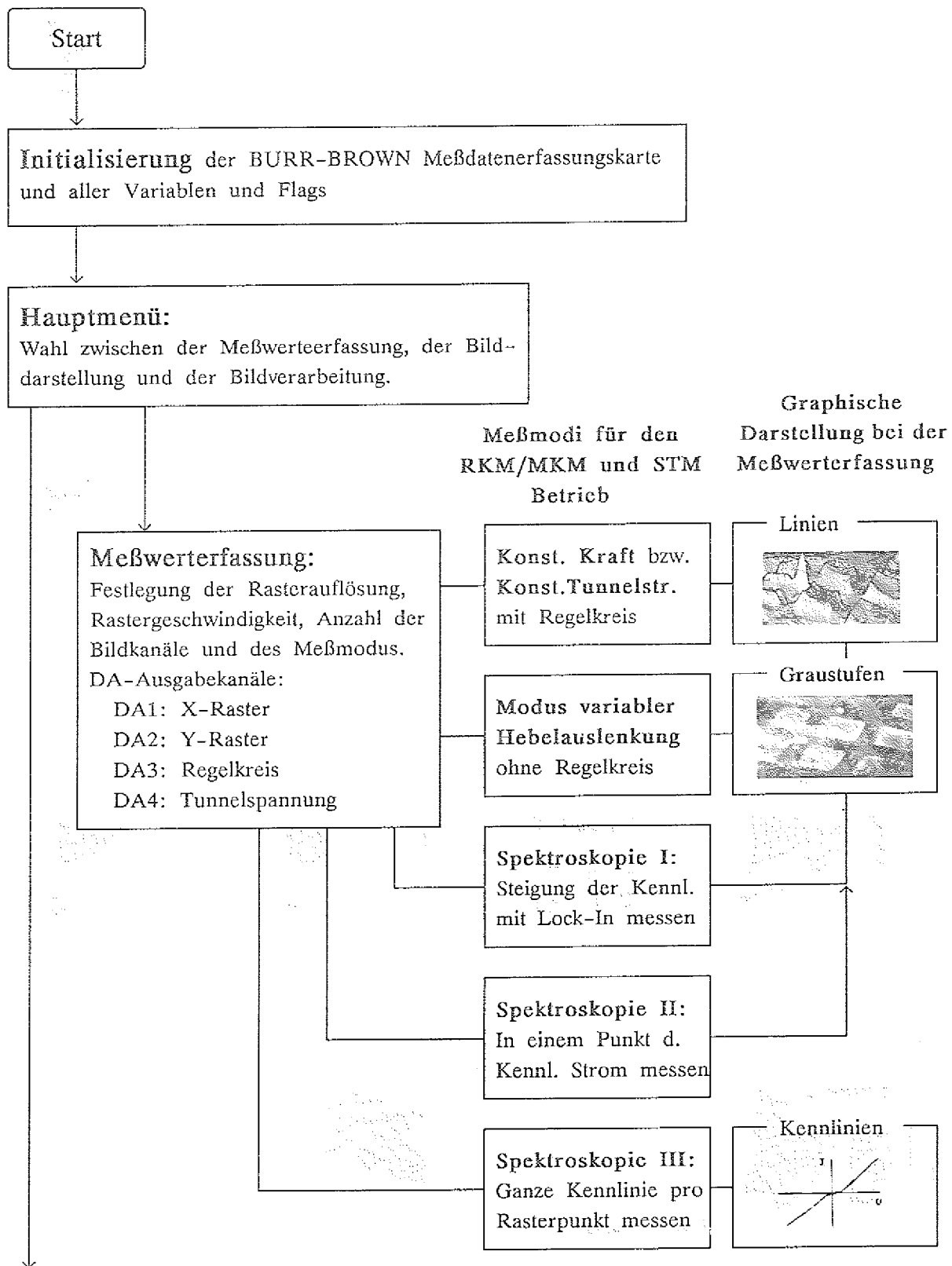
Abb. 5.12:

Rasteransteuerung der piezoelektrischen Rastereinheit. Der über die Verstärkung eingestellte Bildausschnitt läßt sich über die Offsetregelung innerhalb des maximalen Bildfensters positionieren.

Der Großfeld-Feinpositionierer erlaubt einen maximalen Z-Hub von etwa $10\mu\text{m}$ bei einem Signahub des aufzuzeichnenden Regelkreis-Rückkopplungssignals von $\pm 10\text{V}$. Mit dem zur Meßdatenerfassung eingesetzten 12Bit AD-Wandler, mit einem Eingangsspannungsintervall von $\pm 10\text{V}$, beträgt im Profilometrie-Betrieb die Abtastauflösung für topographische Strukturen $2,4\text{nm}$ pro AD-Schritt. Für die meßtechnische Erfassung noch kleinerer Strukturen wird dann ein regelbarer Vorverstärker verwendet.

5.5.2 Aufbau des Meßprogramms mit digitaler Bildverarbeitung

Die Meßwertaufnahme erfolgt über einen 12Bit Analog-Digitalwandler der Firma BURR-BROWN mit einem vorgewählten Eingangsspannungsbereich von $\pm 10\text{V}$. Das für den Betrieb der Wandlerkarte erforderliche Raster-Meßdatenerfassungsprogramm (s. Programmlisting in Anhang A4) wurde in der Programmiersprache Turbo-Pascal 5.0 geschrieben. Damit ließ sich eine interaktive, menügesteuerte Benutzeroberfläche programmieren in der sich der weitestgehend modulare Aufbau des Meßprogramms widerspiegelt. Das Programm läßt sich dadurch sehr leicht auf eine veränderte Meßsituation anpassen bzw. erweitern. Eine vollständige Beschreibung dieses umfangreichen Programms würde über den Rahmen dieser Arbeit hinausgehen. Im Ablauf-Diagramm der Abb. 5.13 sind deshalb nur die wichtigsten Funktionen und Prozeduren aufgeführt und kurz erläutert.



Bilddarstellung und Bildverarbeitung (s. nächste Seite)

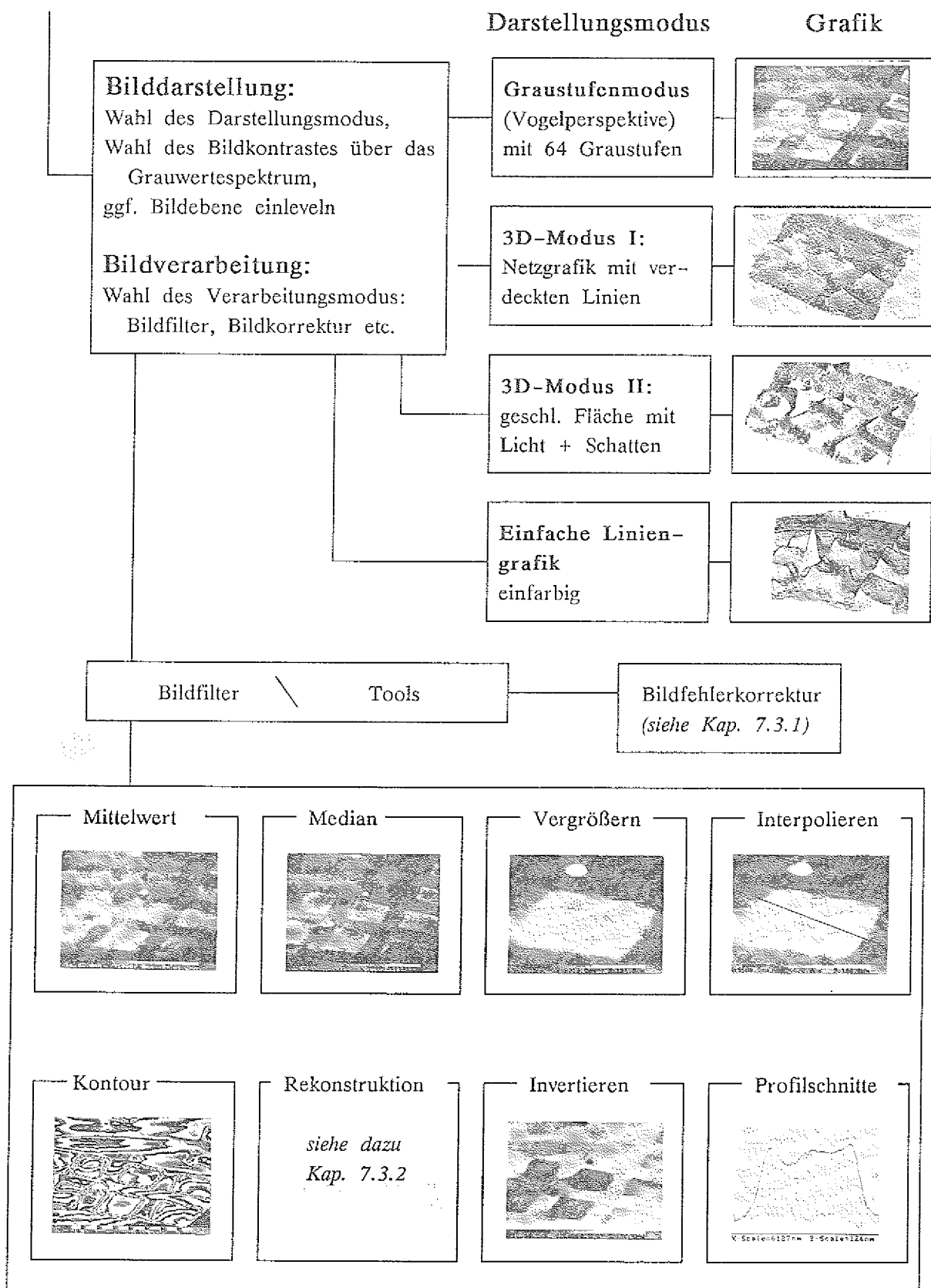


Abb. 5.13: Blockdiagramm des Meßprogramms für die Raster-Sondenmikroskopie mit integrierter 2D/3D-Bildverarbeitung (Programmauflistung im Anhang A4)

Für die graphische Präsentation der Meßdaten wurde ein speziell an die Analog-VGA-Farbgrafik (Video Graphics Array) angepaßter Graustufenmodus (Aufsicht) und ein 3D-Darstellungsmodus programmiert. Im niedrigauflösenden VGA-Grafik Modus mit 300x200 Bildpunkten lassen sich 256 Farben oder 64 Graustufen pro Bildpunkt darstellen. Bei der Meßwertaufnahme wird deshalb das Rasterfeld so gewählt, daß einem Meßwert genau ein Bildpunkt entspricht. 200 Zeilen mit jeweils 300 Meßwerten zu je 12Bit ergeben dann einen maximalen Informationsgehalt von 720kBit. Die Meßbereichsdynamik von $2^{12}=4096$ AD-Wandlerschritten wird also bei der Darstellung im Graustufenmodus auf 1/64 des ursprünglichen Wertes reduziert.

Üblicherweise wird die AD-Wandlerschrittzahl aber nur zu etwa 1/10 ausgenutzt, was z. B. einer max. Oberflächenstruktur von $1\mu\text{m}$ in einem $10\mu\text{m}$ Meßfenster entspricht (s. Großfeld-Feinpositionierer im vorhergehenden Abschnitt). Die Meßdatendynamik von etwa 400 AD-Wandlerschritten wird durch 64 Graustufen dann nur noch auf 1/6 des Wertes der Primärdaten reduziert. Der Graustufenmodus eignet sich besonders für solche Meßdaten, die keine räumliche Information beinhalten (z. B. Magnetokraft-Bilder) oder die einen prozentual sehr hohen Rauschanteil aufweisen.

Für oberflächentopographische Rasterbilder bietet sich besonders der 3D-Darstellungsmodus an. Die hierzu programmierte 3D-Darstellung erlaubt eine Betrachtung der Oberfläche als Netz- oder Flächengrafik aus jedem beliebigen Blickwinkel. Durch den hochauflösenden Modus der VGA-Grafik (erweiterter Grafikmodus mit 800x600 Bildpunkten bei 16 Graustufen) ist der Informationsverlust dann nicht höher als bei der Graustufendarstellung.

Um den räumlichen Eindruck durch Licht und Schatten zu steigern, wird bei der 3D-Flächengrafik zusätzlich eine virtuelle Lichtquelle variabler Intensität in einem Winkel von 45° zur Oberfläche berücksichtigt. Die so dargestellten Oberflächen (s. Kap. 7) weisen aufgrund der gradientenempfindlichen Beleuchtung einen hohen Detailreichtum auf. Ein Betrachter empfindet diese Darstellung als sehr natürlich, weil im Bild eine räumliche Orientierung auch noch an kleinen Höhenunterschieden und geringfügigen Steigungen möglich ist. Der Informationsverlust bei diesen Bildern ist fast zu vernachlässigen (die Bilder weisen fast eine Photoqualität auf).

5.6 Kerr-Technik als zusätzliche Beobachtungsmethode

Um die Sonde mit einer Genauigkeit von wenigen Mikrometern kontrolliert zu positionieren, wurde ein optisches Stereo-Mikroskop mit einer maximal 180-fachen Vergrößerung (Typ WILD W5A; Arbeitsabstand ca. 9cm) über dem RKM/MKM senkrecht angeordnet, so daß durch die Probenneigung (vergl. Abb. 5.10) ein Winkel von 45° mit der Oberfläche zur optischen Achse entsteht. Mit einer Kaltlichtquelle wird über eine Kondensorlinse und einem justierbaren, von außen verspiegelten Umlenkspiegel die Oberfläche in einem Einfallswinkel von etwa 45° mit einem parallelen Lichtbündel ausgeleuchtet. Durch Anbringen zweier Polarisationsfilter als Polarisator nach der Kondensorlinse und als Analysator vor dem Mikroskop konnte erstmalig eine magnetooptische Kerr-Beobachtungstechnik in Verbindung mit einem Magnetokraft-Mikroskop realisiert werden [5.10]. Diese ermöglicht — auf dafür geeigneten Proben — die Lokalisierung und Positionierung mikromagnetischer Feinstrukturen im MKM (vergl. dazu Abb. 5.14). Dadurch wurde eine gezielte Streufeld-Untersuchung solcher Strukturen im MKM erst möglich (s. Kap. 8).

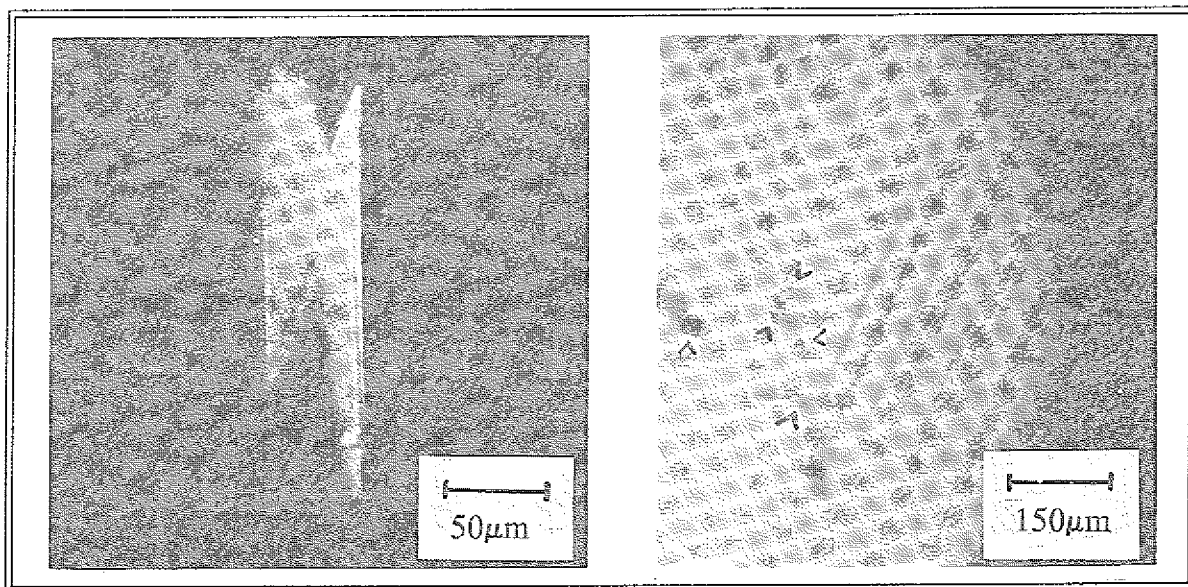


Abb. 5.14: Links: Kerr-Aufnahme zweier Domänen mit um 180° entgegengesetzter Magnetisierung parallel zur Oberfläche in einem Eisen-Whisker Einkristall. Die beiden Bereiche sind durch einen unterschiedlichen Graukontrast erkennbar (longitudinaler Kerreffekt). Die Sonde ist etwa $10\mu\text{m}$ weiter rechts vom Übergang zwischen den Domänen (180° -Wand) positioniert.

Rechts: Kerr-Aufnahme von Bit-Spuren in einem magnetooptischen Dünnschichtmaterial (TbGdFe) mit Kerrkontrast verstärkenden Schichten. Die Magnetisierungsrichtung der einzelnen Bits innerhalb der Spuren ist senkrecht zur Oberfläche (polarer Kerreffekt). Die Pfeile kennzeichnen Domänen, die mit dem Streufeld einer magnetischen Sonde im MFM erzeugt wurden (Beschreibung s. Kap. 8.2.2).

Kapitel 6

Kalibrierungsmessungen zum Verfahren

6.1 Kalibrierung der Rastereinheit mit einem Strichgitter

Piezelektrische Stellelemente bestehen in der Regel aus ferroelektrischer Keramik aus der Gruppe der Blei-Zirkon-Titanate ($\text{PbZr}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$, Abk. PZT) [6.1]. Aufgrund der bei diesen Materialien auftretenden ferroelektrischen Hysterese [6.2] ist die Piezoauslenkung beim inversen piezelektrischen Effekt eine nichtlineare Funktion der Steuerspannung. Für die Kalibrierung der piezelektrischen Rastereinheit (vergl. Abb.5.11) ist es daher von Bedeutung, definierte Teststrukturen zu verwenden, mit Abmessungen, die vergleichbar mit denen im späteren Experiment sind.

Eine genaue Untersuchung der aus der Piezo-Hysterese resultierenden, manigfaltigen Abbildungsfehler erfolgt an anderer Stelle (Kap. 7.3.1). Als periodische Teststruktur wurde uns von der Firma SIEMENS ein Strichgitter zur Verfügung gestellt. Wie die raster-elektronenmikroskopische Referenzaufnahme in Abb. 6.1 zeigt, sind $1\mu\text{m}$ breite Aluminium-Bahnen auf einem Silizium-Wafer in einem Abstand von $1\mu\text{m}$ angeordnet.

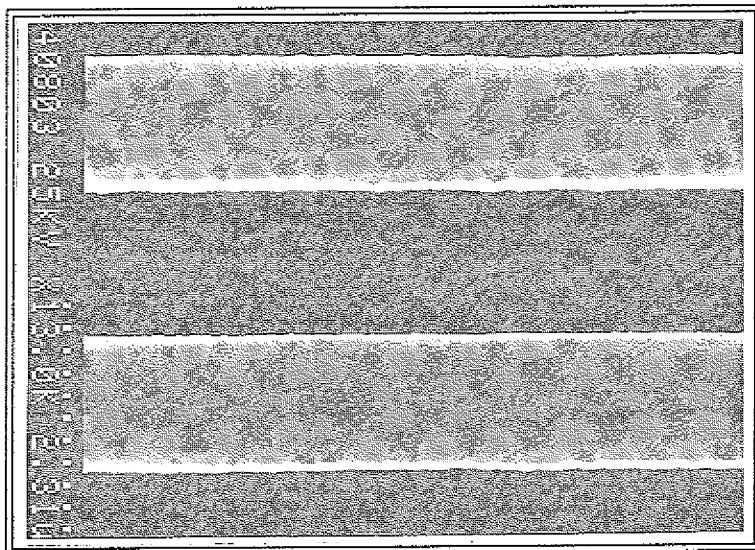


Abb. 6.1:

REM-Aufnahme der Strichgitter Teststruktur. Die Breite und der Abstand der Al-Bahnen beträgt $1\mu\text{m}$. Der Querschnitt der Bahnen senkrecht zur Längsrichtung ist quadratisch.

Probe: SIEMENS

REM-Aufnahme: A.BIRKNER

Nach Herstellerangaben beträgt die Höhe der Al-Bahnen ebenfalls $1\mu\text{m}$. Die entsprechende RKM-Aufnahme des Strichgitters im Profilometriebetrieb mit einem Rasterbereich von etwa $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ zeigt die Abb. 6.2.

Die Kalibrierung der X-Komponente der Rastereinheit erfolgt aufgrund von Konvolutionsfehlern von Sonde und Probenoberfläche (s. Kap. 7.3.2) über den doppelten Gitterabstand von $2\mu\text{m}$. Nachdem die Probe um 90° gedreht wurde, läßt sich auch die Y-Komponente kalibrieren.

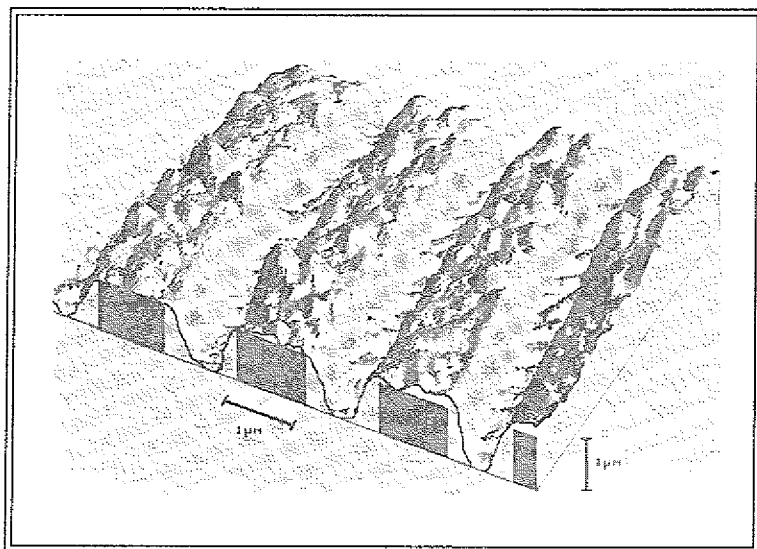


Abb. 6.2:

RKM-Aufnahme des Strichgitters im Profilometriebetrieb (Konst.-Kraft Modus) mit einem V-förmigen Hebelarm (vergl. Abb. 5.3) als Kraftaufnehmer zur Kalibrierung der piezoelektrischen Rastereinheit.

6.2 Untersuchungen zum Verhalten des Kapazitätssensors

6.2.1 Statischer und dynamischer Einfluß des C-Sensors auf den Hebelarm und das Resonanzverhalten im kontaktlosen Betrieb

Für die nachfolgende Betrachtung der Kräfte am Kapazitätskontakt werden zur Vereinfachung die Elektroden (vergl. Abb. 5.1) näherungsweise als Plattenkondensator (da Elektrodenabstand l klein gegen die linearen Abmessungen der Elektrodenfläche A) mit der homogenen Feldstärke (Randstreuung vernachlässigt) $E=U/l$ bei gegebener Spannung U aufgefaßt.

Bei eingprägter Wechselspannung $U=U_0\sin(\omega t)$ und unter der Voraussetzung, daß die Frequenz der Meßbrücke groß gegenüber der Resonanzfrequenz des Hebelarmes ist ($\omega \gg \omega_r$), läßt sich im zeitlichen Mittel die Spannung durch den Effektivwert ausdrücken. Dabei erfahren die Elektroden nach Gl. 3.23 eine anziehende Kraft

$$F_c = - U_0^2 \frac{\epsilon_0 \epsilon_r A}{4 l^2} , \quad (6.1)$$

die bei den typischen Betriebsparametern:

Scheitelspannung $U_0 \approx 0,5V$,
 eff. Elektrodenfläche $A \approx 1 \cdot 10^{-9}m^2$ und ein
 eff. Elektrodenabstand $l \approx 50nm$,

an Luft ($\epsilon_r \approx 1$) in der Größenordnung $10^{-7}N$! liegt. Dieses Verhalten zeigt sich experimentell in der Abhängigkeit der Lock-In Ausgangsspannung von der eingprägten Meßbrückenspannung in Abb. 6.3: mit zunehmender Meßbrückenspannung lenkt sich der Hebelarm in Richtung der Gegenelektrode aus, bis zu dem Sprungpunkt an dem der Kraftgradient gleich der Federkonstante wird und beide Elektroden zusammenfallen. Geringe Verunreinigungen verhindern in der Regel einen elektrischen Kurzschluß der Elektroden, so daß durch Zurückziehen der Gegenelektrode, nach dem Überwinden der Adsorbat-Hysterese, der Hebelarm

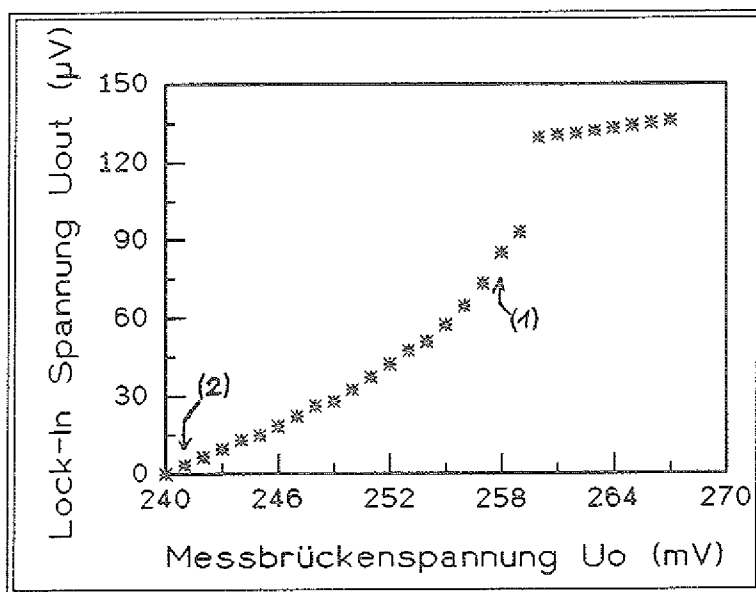


Abb. 6.3:

Lock-In Ausgangsspannung als Funktion der eingprägten Meßbrückenspannung. Der minimale Anstieg der Lock-In Spannung im Kontaktzweig wird durch eine geringfügige Abweichung von der Abgleichbedingung hervorgerufen. Die Pos. (1)+(2) beziehen sich auf das Frequenzspektrum in Abb. 6.4.

Die berechnete Federkonstante des hierzu verwendeten Hebelarmes beträgt $0,1N/m$.

und die Gegenelektrode voneinander getrennt werden (der C-Kontakt verhält sich qualitativ genau wie der Sonden-Oberflächen Kontakt in Abb. 2.2 und Abb. 2.3). Der minimale Abstand l_{min} , der sich durch eine Verringerung der Meßbrückenspannung U_0 experimentell einstellen läßt, wird durch die Dicke des Adsorbatfilms zwischen den Elektroden von wenigen nm und durch Oberflächenrauigkeiten von einigen 10nm bestimmt. Ein sicherer Betrieb ist bei 80-100nm Elektrodenabstand gewährleistet.

Die im Vergleich zu laseroptischen Verfahren [1.33, 1.34] relativ große Kraftrückwirkung am C-Kontakt von $10^{-7}N$ wirkt sich bei der Messung sehr kleiner Kräfte zwischen Sonde und Oberfläche ($10^{-9}...10^{-11}N$) nur dann ungünstig aus, wenn

die Kraft am C-Kontakt zeitlich nicht stabil ist. So führen niederfrequente Variationen der Meßbrückenspannung von $1\text{mV}_{\text{Brumm}}$ zu einer Kraftfluktuation von $2 \cdot 10^{-10}\text{N}$. Bei einem Hebelarm mit einer Federkonstante von 1N/m entspricht das Hebelarmschwankungen von $2\text{\AA}$. Ein extern verwendeter Funktionsgenerator (VOLT KRAFT) wies eine nicht zu vernachlässigende 50Hz Brummspannung von 3mV auf, die im Spannungsspektrum der Lock-In Ausgangsspannung als Grundschiwingung mit Oberwellen meßbar ist (s. Abb. 6.4).

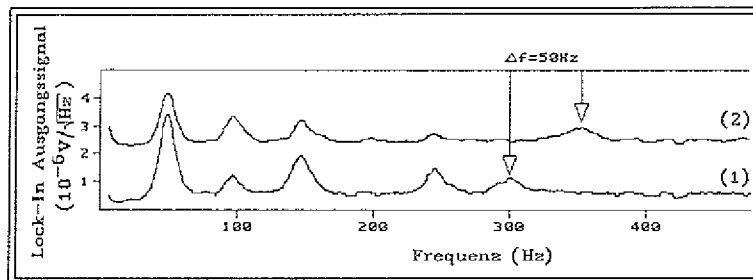


Abb. 6.4:

Lock-In Ausgangsspannungsspektrum am Punkt (1) und (2) der in Abb. 6.3 gekennzeichneten Positionen. Mit abnehmenden Plattenabstand verschiebt sich die Resonanzfrequenz des Hebelarms zu kleineren Werten hin.

Man erkennt, daß mit steigender Meßbrückenspannung, durch die anwachsende anziehende Kraftwechselwirkung bei abnehmenden Plattenabstand, die elektronischen Störsignale zunehmen. Beim internen Frequenzgenerator des Lock-In SR530 war kein Brummspannung meßbar.

Damit ist die Krafrückwirkung als ein zusätzlicher Faktor bei der Kraftempfindlichkeit des kapazitiv ausgelesenen RKM zu sehen (s. Kap. 3.4). Diese Schwankungen sind aber immer noch deutlich geringer als bei einem Tunnelkontakt an Luft (bei kleinen Federkonstanten kann die Krafrückwirkung am Tunnelkontakt zu zeitlich nicht stabilen Hebelarmauslenkungen von mehrere 10nm führen), woraus sich eine relativ hohe Betriebssicherheit des kapazitiv ausgelesenen RKM erklärt. Die mit diesem RKM/MKM aufgenommenen morphologischen Oberflächenbilder und magnetostatischen Kraftbilder weisen praktisch keine statistischen Störungen auf, die aus dem C-Detektorsystem herrühren (s. Kap. 7 und 8).

Eine Verbesserung ließe sich dadurch erzielen, daß eine zusätzliche Elektrode gegenüber der ersten plaziert wird. Der Hebelarm bildet dann zusammen mit den beiden äußeren Elektroden einen 3-Elektroden-Kondensator [6.10]. Wenn es gelingt, dieses System zu realisieren, dann hätte dies mehrere Vorteile gegenüber der verwendeten einfacheren 2-Elektroden Version:

- eine Verdopplung der Empfindlichkeit,
- die 2. Elektrode bildet direkt den Referenzkondensator und
- die elektrostatische Krafrückwirkung auf den Hebelarm verschwindet in der Gleichgewichtsbedingung.

Wie aus Abb. 6.4 ebenfalls zu erkennen ist, verschiebt sich die Hebelarmresonanzfrequenz von 350Hz um etwa 50Hz zu niedrigeren Werten. Die höchste Resonanzfrequenz, die durch eine Verringerung der Meßbrückenspannung über die Resonanzkurve noch meßbar war, betrug 475Hz. Eine stroboskopische Vergleichsmessung ergab eine Resonanzfrequenz von 477Hz an Luft. In diesem Fall wurde also die Resonanzfrequenz des Hebelarms an Luft durch eine Spannungserhöhung und Abstandsverringerung am C-Kontakt um bis zu 40% vermindert. Als Ursache ist hauptsächlich der spannungsinduzierte Kraftgradient

$$F_c' = U_o^2 \frac{\epsilon_o \epsilon_r A}{2 l^3} \quad (6.2)$$

am C-Kontakt zu sehen, der nach Gl. 2.5 ($F_z' \rightarrow F'$ ist nun der Kraftgradient am C-Kontakt und nicht an der Sonde) zu einer Resonanzverschiebung $\omega_o' = \omega_o - \Delta\omega$ führt. Für zwei verschiedene Kraftgradienten F_1' und F_2' ergibt sich die Federkonstante D_z mit den Resonanzfrequenzen ω_1 und ω_2 zu

$$D_z = \frac{F_1' - \left(\frac{\omega_1}{\omega_2}\right)^2 F_2'}{1 - \left(\frac{\omega_1}{\omega_2}\right)^2} \quad (6.3)$$

Die experimentelle Bestimmung der Federkonstanten D_z aus F' und ω nach Gl. 6.3 ist aber ungenau, weil eine abstandsabhängige Dämpfung des Hebelarmsystems durch hydrodynamische viskose Bremskräfte der Luft zwischen den Elektroden ebenfalls zu einer Resonanzverschiebung betragen würde [3.3]. Eine genauere Methode der experimentellen Federkonstantenbestimmung wird im folgenden Abschnitt behandelt.

6.2.2 Kalibrierung des Kapazitätssensors und des Hebelarms

Aufgrund der Krafrückwirkung läßt sich die Lock-In Ausgangsspannung als Funktion des Elektrodenabstands nur dadurch ermitteln, daß Hebelarm und Sonde über den Kontakt mit der Probe eine definierte Z-Auslenkung durch die kalibrierte Rastereinheit erfahren. Da die Gefahr einer irreversiblen Sondenverformung besteht, wird dieser Vorgang üblicherweise am Ende einer Meßreihe vorgenommen.

Wie aus Abb. 6.5 zu entnehmen ist, befindet sich der Bereich maximaler kapazitiver Empfindlichkeit wegen $C \sim A/l$ nahe an dem Limit, das durch einen Adsorbatfilm oder Mikrorauhigkeiten der Elektroden hervorgerufen wird. Der nutzbare Bereich (Kraftgradient am C-Kontakt < Federkonstante und l > Mikrorauhigkeit) läßt sich optimal durch die regelbare Meßbrückenspannung U_o einstellen.

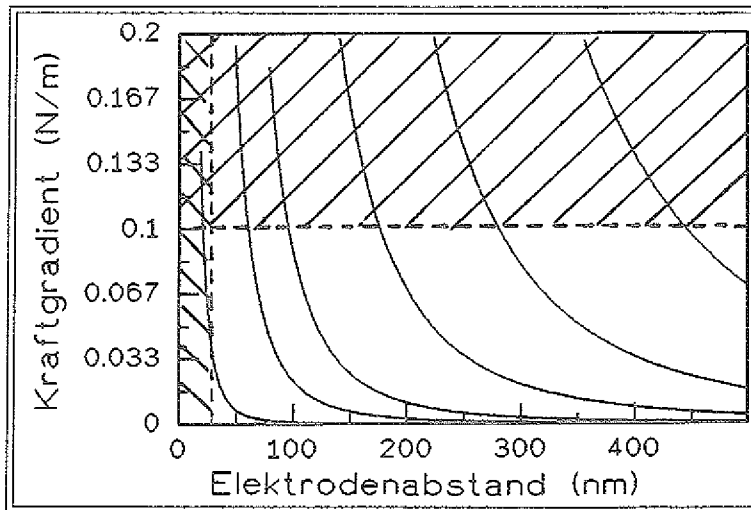


Abb. 6.5:

Nach Gl. 6.2 berechnete Kurvenschar des Kraftgradienten am C-Kontakt als Funktion des Elektrodenabstands für eine eff. Elektrodenfläche von $2 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2$. Die Spannungswerte U_0 lauten: 0,01V; 0,05V; 0,1V; 0,25V; 0,5V; 1V; (von links nach rechts). Das Limit für eine Federkonst. von 0,1N/m und einen Adsorbatfilm bzw. Mikrorauigkeiten der Größenordnung 30nm, ist schraffiert eingezeichnet.

Wird nun die Spannung U_0 am C-Kontakt so groß gewählt, bis das der Kraftgradient F'_c gleich der Federkonstanten D_z wird, und der Sprung s (vergl. Abb. 6.3) groß gegen die Dicke des Adsorbatfilmes ist ($\Rightarrow s \approx 1$ Elektrodenabstand), dann läßt sich nach Gl. 6.2 aus

$$D_z = F'_c = - U_0^2 \frac{C}{2s^2} \quad (6.4)$$

die Federkonstante berechnen. Die Kapazität C ist dabei durch die Referenzkapazität an der Meßbrücke in der Abgleichbedingung direkt ablesbar.

Material	Elastizitätsmodul E in 10^{10} Nm^{-2}			
	polykristallin E_{poly}	einkristallin (kubisches System)		
		E_{11}	E_{44}	E_{12}
Aluminium	7,3	10,7	2,8	6,1
Eisen	(Stahl 20..22)	23,3	11,8	13,5
Nickel	19,9	25,1	12,4	15,0
Silizium	-	16,6	8,0	6,4
Wolfram	35,5	52,3	16,1	20,5

Tab. 6.1:
Elastizitätsmo-
dule einiger
Hebelarm-
materialien
(aus [6.3])

Der bei der Messung in Abb. 6.3 verwendete Hebelarm aus Nickeldraht ($\phi=25\mu\text{m}$, Länge=5mm) hat nach Gl. 2.2 eine aus der Geometrie und dem Materialparameter (Elastizitätsmodul $E_{\text{poly}}=1,99 \cdot 10^{11} \text{ N/m}^2$ s. Tab. 6.1) berechnete Federkonstante von $D_z^1 = 0,092 \text{ N/m}$. Im Vergleich dazu stimmt die nach Gl. 6.4 aus den gemessenen Werten ($U_0=0,2595 \text{ V}$, $C=0,0862 \text{ pF}$, $s=180 \text{ nm}$) berechnete Federkonstante $D_z^2 = 0,089 \text{ N/m}$ überraschend gut mit D_z^1 überein.

Obwohl dieses Verhalten bisher nicht systematisch untersucht werden konnte, wurde für die Kraftberechnung der Messungen in Kap.7 und 8 die berechnete Federkonstante nach Gl. 2.2 verwendet.

6.3 Experimentelle Ermittlung der elektrostatischen Hilfskraft und das Verhalten des Kraft-Regelkreises

Wie aus den Anforderungen an den Aufbau eines RKM/MKM in Kap. 5 klar wurde und durch die bisherigen Kalibrierungsmessungen bestätigt wird, lassen sich langreichweitige anziehende und abstoßende magnetostatische und elektrostatische Kräfte an Luft nur dann empfindlich messen, wenn sich die Sonde des Hebelarms nicht im direkten mechanischen Kontakt mit der Festkörperoberfläche oder einem Adsorbatfilm befindet. Die Van-der-Waals-WW und die parasitären Effekte können deshalb vernachlässigt werden. Da aber die Kräfte nicht über eine direkte Hebelarmauslenkung, sondern nur indirekt im Konstant-Kraft Modus (für die Gründe s. Kap. 2.3) aus der Abstandsvariation zwischen Sonde und Oberfläche gemessen werden können, kommt dem Kraftregelkreis in Verbindung mit den Hilfskräften eine zentrale Bedeutung zu.

Das Kräftegleichgewicht läßt sich beschreiben durch

$$F_{\text{Hebel}}(s) = D_z \cdot s = F_{\text{Sonde}}(z) - F_C(l_z, C) . \quad (6.5)$$

- (z = Abstand zwischen Sonde und Oberfläche,
- l_z = Abstand zwischen Hebelarm und Gegenelektrode am C-Kontakt,
- l_0 = Abstand zwischen Hebelarm und Gegenelektrode in der Ruhelage,
- s = Hebelarmauslenkung aus der Ruhelage = $l_z - l_0$)

Die in der Magnetkraft-Mikroskopie notwendige regelbare Hilfskraft besteht im einfachsten Fall aus einer anziehenden elektrostatischen Kraft $F_{\text{el.}}(z_e, U)$ (s. Kap. 3.3). Hierzu wird einfach eine regelbare Gleichspannung U zwischen Sonde und Oberfläche angelegt. Die Kraft $F_{\text{Sonde}}(z)$ zwischen Sonde und Oberfläche ergibt sich also zu

$$F_{\text{Sonde}}(z) = F_{\text{mag.}}(x, y, z_m) + F_{\text{el.}}(z_e, U) < 0 \text{ für attr. Kräfte.} \quad (6.6)$$

Die Spannung sollte so groß gewählt werden (typ. einige Volt), daß die daraus resultierende anziehende elektrostatische Kraft größer als die maximal zu messende

abstoßende magnetostatische Kraftkomponente ist, damit der Kraftregelkreis funktioniert (vergl. Kap. 2.2 und 2.3)

Im Konstant-Kraft Modus ($C^{-1} \sim l_z = \text{const.}$) vereinfacht sich Gl. 6.5 dann zu

$$F_{\text{Hebel}}(l_z - l_0) + F_C(l_z) = F_{\text{mag}}(x, y, z_m) + F_{\text{el.}}(z_e, U) = \text{const.} \quad (6.7)$$

(< 0 für attraktive Kräfte, > 0 für repulsive Kräfte) .

Aus Gl. 6.7 erkennt man:

- Sowohl Änderungen in der Oberflächentopographie $z_e = z_e(x, y)$, als auch lokale elektrostatische und magnetostatische Kraftänderungen $\Delta F_{\text{mag/el.}}(x, y, z_{m/e})$ werden durch den Regelkreis über eine Sonden-Oberflächen Abstandsvariation $\Delta z = \Delta z_m = \Delta z_e$ kompensiert. Die gemessene Δz Variation sind damit Spuren konstanter Kraft.
- Im Konstant-Kraft Modus wirkt sich die nichtlineare Abstands-Charakteristik des kapazitiven Auslesekontaktes (Gl. 3.23) wegen ($l_z = \text{const.}$) nicht auf die zu messende Abstandsvariation Δz aus.
- Wenn die Hilfskraft eine nichtlineare Funktion des Abstandes z_e ist, dann ist auch die Δz -Antwort des Regelkreises auf eine Magnetkraftänderung nichtlinear.

Dieser letzte Punkt wird besonders deutlich in einer Simulation zur Untersuchung des Regelkreisverhaltens nach Gl. 6.7., wie sie in Abb. 6.6 dargestellt ist. Man

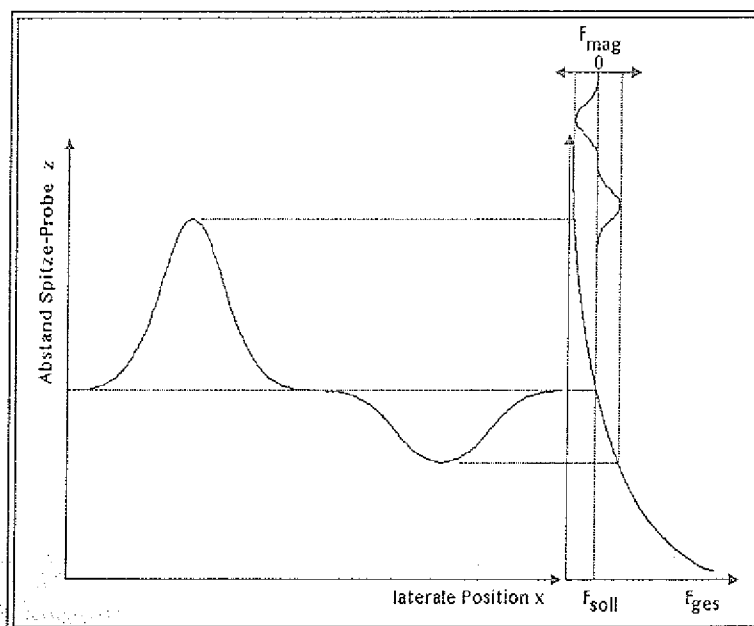


Abb. 6.6:

Simulation des Regelkreisverhaltens bei einer $1/z^2$ Abhängigkeit der el. Hilfskraft $F_{\text{el.}}$. Die lokalen Variationen der anziehenden und abstoßenden Kraft F_{mag} sind vom Betrag her gleich. Die Regelkreisantwort ΔZ der Abstandsvariation ist für $F = \text{const.}$ berechnet. Die F_{mag} Abstandsabhängigkeit wurde mit $1/z$ angesetzt.

erkennt, daß für vom Betrag her gleich große anziehende und abstoßende magnetische Kraftkomponenten eine unterschiedliche Regelkreisamplitude Δz resultiert. Eine, im Vergleich zur elektrostatischen Kraft, ebenfalls anziehende magnetostatische Kraftkomponente führt hierbei zu einer Vergrößerung des Sonden-Proben Abstandes. Anziehende Kräfte erscheinen daher, ebenso wie topographische Erhebungen, in der Graustufenabbildung als heller Bildkontrast. Im Vergleich dazu erscheinen abstoßende magnetostatische Kräfte mit einem dunkleren und geringeren Bildkontrast. Dieses Verhalten konnte durch Messungen an der lokalen Streufeldverteilung multipolarer 180° Domänenwände experimentell bestätigt werden (s. dazu Kap. 8.3).

Das Mißverhältnis in der Δz -Variation bei anziehenden und abstoßenden magnetischen Kräften wird um so größer, je kurzreichweitiger die Hilfskraft im Vergleich zur magn. Kraft ist. Aus diesem Grund eignet sich als Hilfskraft auch nicht die kurzreichweitige repulsive Kraft (s. Kap. 3) im Kontaktbetrieb. Darüberhinaus verhindert ein dünner Flüssigkeitsfilm zwischen Sonde und Oberfläche (an Luft und bei kleinen Abständen) eine stabile Abstandsregelung (s. Kap. 2).

Im Prinzip läßt sich die elektrostatische Hilfskraft dadurch linearisieren, daß eine sehr hohe Spannung zwischen Sonde und Oberfläche verwendet wird. In der Praxis wird dadurch allerdings — man wende Gl. 6.4 auf den Kraftgradienten zwischen Sonde und Oberfläche an — der minimal mögliche Abstand zur Oberfläche vergrößert, was zu einer Verringerung der Ortsauflösung führt.

Bei bekannter Abstandsabhängigkeit der elektrostatischen Hilfskraft kann man aber auch aus der gemessenen Δz -Spur (bei konst. Kraft=Summe aus el. und magn. Kraft, s. Gl. 6.7) auf die rein magn. Kraftkomponente entlang dieser Spur zurückrechnen.

Die Abb. 6.7 zeigt eine typische Hebelarmauslenkung, wie sie bei der Annäherung einer Nickel-Sonde an eine Graphit-Oberfläche unter dem Einfluß einer elektrostatischen Kraft gemessen werden kann. Aus der doppellogarithmischen Darstellung erkennt man, daß sich die elektrostatische Coulomb-Kraft grob durch einen Ausdruck der Form $F(z)=K/z^n$ mit ($n=2.5$) beschreiben läßt. Die Abweichung von der Geraden mit $n=2.5$ bei sehr großen und sehr kleinen Abständen könnte durch eine zusätzliche Oberflächenbeladung nichtleitender Verunreinigungen verursacht werden. Einen Hinweis darauf geben die Rechnungen in Kap. 3.3.

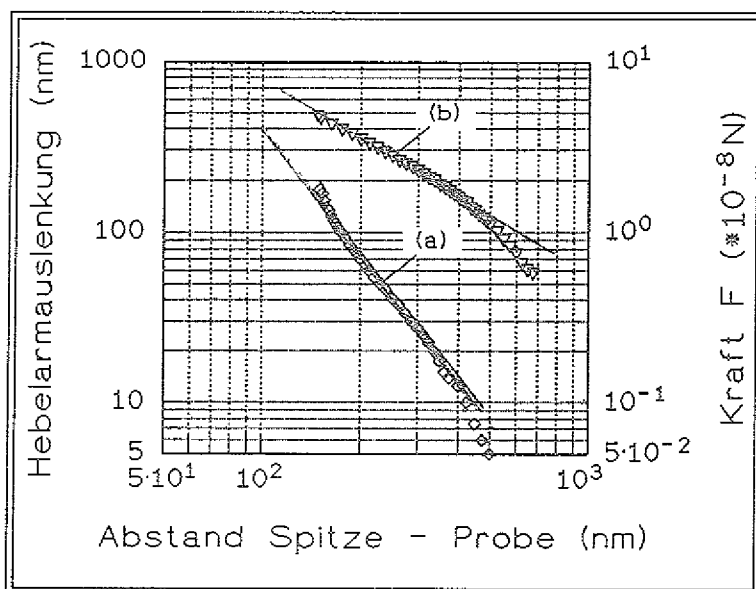


Abb. 6.7:

Kraftverlauf bei der Annäherung einer Nickel-Sonde an eine:

- a) Graphit-Oberfläche bei einer Spannung $U=9\text{V}$ zwischen Sonde und Oberfläche und eine
- b) Schmelzspinn-Band Oberfläche (s. dazu Kap. 7.2.2 + Kap. 8.3) ohne Spannung zwischen Sonde und Oberfläche (rein magn. Kraftwechselwirkung).

In beiden Fällen wurde die selbe Nickel Sonden-Hebelarm-Kombination verwendet ($D \approx 0,1 \text{ N/m}$).

Im Vergleich zum elektrostatischen Kraftverlauf zeigt die gemessene, rein magnetostatische Kraft-WW eine deutlich geringere Geradensteigung mit $n=1.1$. Während die Coulomb-Kraft zu kleinen Abständen hin zu divergieren scheint, erreicht die magnetostatische Kraft offensichtlich einen endlichen maximalen Grenzwert an der Oberfläche. Für kleine Sonde-Oberfläche Abstände dominiert also die Coulomb-Kraftkomponente in der Gesamtkraft auf den Hebelarm und bestimmt damit im wesentlichen den Topographiekontrast.

Bei großen Abständen überwiegt der Einfluß der magnetostatischen Kraftkomponente. Wie durch orts aufgelöste Abstandsmessungen an dem Streufeld von Domänenwänden in Eiseneinkristallen gezeigt werden konnte [6.4], wird durch eine Abstandsvergrößerung zwischen Sonde und Oberfläche eine Trennung zwischen Topographie- und Magnetkontrast möglich (s. dazu Kap. 8.4.2).

Eine von SCHÖNENBERGER [6.5] entwickelte verbesserte Technik, die auf eine geringe Abstandsmodulation Δz basiert, erlaubt eine Trennung zwischen Topographie- und Magnetkontrast schon während der Messung.

6.4 Kalibrierung der Magnetsonde mit dem Magnetfeld eines stromdurchflossenen Drahtes

Wie aus den Grundlagen zur Magnetkraft-Mikroskopie in Kap. 4 und den allgemeinen Überlegungen zur Magnetkraft-Sonde in Abschnitt 5.3.3 hervorging, sind für eine quantitative Magnetfeldinterpretation — neben einer genauen Kenntnis der zusätzlichen Hilfskraft (s. vorhergehenden Abschnitt) — genaue Informationen über die verwendete Magnetsonde bezüglich:

- der äußeren Form,
- des Eigenstreufeldes und
- der magnetischen Bereichsstruktur der Sonde

notwendig. Da sich weder das Eigenstreufeld, noch die innere magnetische Bereichsstruktur einer realen Sonde aus der äußeren Geometrie und den magnetischen Eigenschaften einer Sonde exakt berechnen lassen, ist eine experimentelle Kalibrierung notwendig.

Für den letzteren Fall wird dies möglich, wenn das Magnetfeld einer Probe sehr genau bekannt ist. Dann läßt sich umgekehrt — unter Berücksichtigung der Sondengeometrie und der Annahme eines Sondenmodells — eine auf die effektive, d.h. auf die Modellsonde bezogene Domänenkonfiguration bzw. Magnetisierung ermitteln. Dieses, von uns erstmalig angewandte Verfahren der Magnetsondenkalibrierung an dem Magnetfeld einer stromdurchflossenen Dünnschicht-Leiterschleife [6.6], wird im folgenden beschrieben.

Die Herstellung der Dünnschicht-Leiterschleife erfolgt durch Aufputtern einer 50nm dünnen Niob-Schicht auf einem oxidierten Silizium-Wafer und anschließender nanolithographischer Strukturierung (s. Abb. 6.8). Zusätzlich wird die Leiterschleife

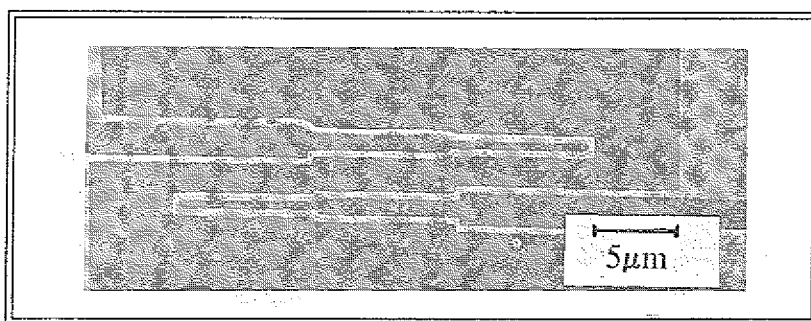


Abb. 6.8:

Struktur der nanolithographisch hergestellten Leiterschleife mit einer Abstandsabstufung von $2\mu\text{m}$, $1\mu\text{m}$ und $0,5\mu\text{m}$. Die Breite der Leiterschleife beträgt 500nm , die Dicke 50nm .

(Herstellung und Strukturierung der Schleife: M.MÜCK; REM Aufnahme: A.BIRKNER)

mit einer etwa 100nm dicken Schicht aus SiO_2 und einer 50nm dicken Schicht aus Aluminium bedampft. Dies erlaubt das Anlegen einer elektrostatischen

Hilfsspannung. Die Leiterschleife und die Anordnung der einzelnen Schichten im Querschnitt, sowie der geometrische Zusammenhang sind in Abb. 6.9 zusammengefaßt. KÜPFMÜLLER [6.7] gibt eine analytische Formel für die Magnetfeldkomponenten H_x und H_y eines stromdurchflossenen nichtmagnetischen Leiters mit

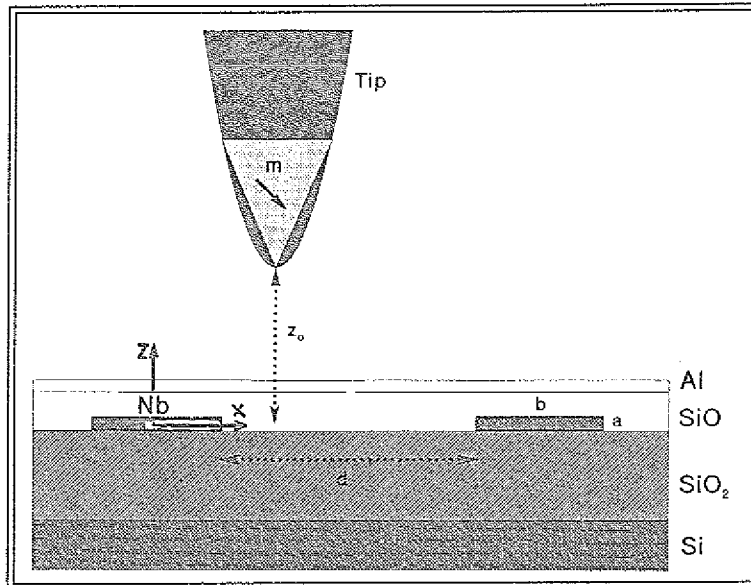


Abb. 6.9:

Anordnung von Sonde und Leiterschleife im Querschnitt.

Die Abkürzungen beziehen sich auf die im Text beschriebenen Rechnungen:

a: Höhe der Leiterschleife 50nm

b: Breite 500nm.

d: Abstand $2\mu\text{m}$, $1\mu\text{m}$, $0,5\mu\text{m}$.

z_0 : Abstand des Sondenapex zur Mitte der Leiterschleife.

Das Koordinatensystem liegt im Zentrum des linken Leiters.

rechteckigem Leiterquerschnitt (Abmessungen a,b) an:

$$\begin{aligned}
 H_x = \frac{I}{2\pi ab} & \left[\frac{x_b^+}{2} \ln \left(\frac{(z_a^+)^2 + (x_b^+)^2}{(z_a^-)^2 + (x_b^+)^2} \right) - \frac{x_b^-}{2} \ln \left(\frac{(z_a^+)^2 + (x_b^-)^2}{(z_a^-)^2 + (x_b^-)^2} \right) \right. \\
 & + z_a^+ \left\{ \arctan \left(\frac{x_b^+}{z_a^+} \right) - \arctan \left(\frac{x_b^-}{z_a^+} \right) \right\} \\
 & \left. - z_a^- \left\{ \arctan \left(\frac{x_b^+}{z_a^-} \right) - \arctan \left(\frac{x_b^-}{z_a^-} \right) \right\} \right], \quad (6.8)
 \end{aligned}$$

mit $z_a^- = (z - a/2)$, $z_a^+ = (z + a/2)$, $x_b^- = (x - b/2)$ und $x_b^+ = (x + b/2)$.

Die Komponente H_z ergibt sich durch Vertauschen von x und z sowie a und b . Der Ursprung des Koordinatensystems liegt dabei im Zentrum des 1. Leiters. Das Feld der Doppeldraht-Leiterschleife ergibt sich als Summe der Einzelfelder, also mit dem Feld des um den Abstand $d+b$ verschobenen 2. Leiters. Daraus lassen sich dann die Komponenten des Feldgradienten $\partial H_x / \partial z$ und $\partial H_z / \partial z$ ableiten, wie sie im Fall der Doppeldraht-Leiterschleife aus Abb. 6.9 für zwei verschiedene Abstände $z=2\mu\text{m}$ und $z=200\text{nm}$ über der Leiterschleife in Abb. 6.10 geplottet sind.

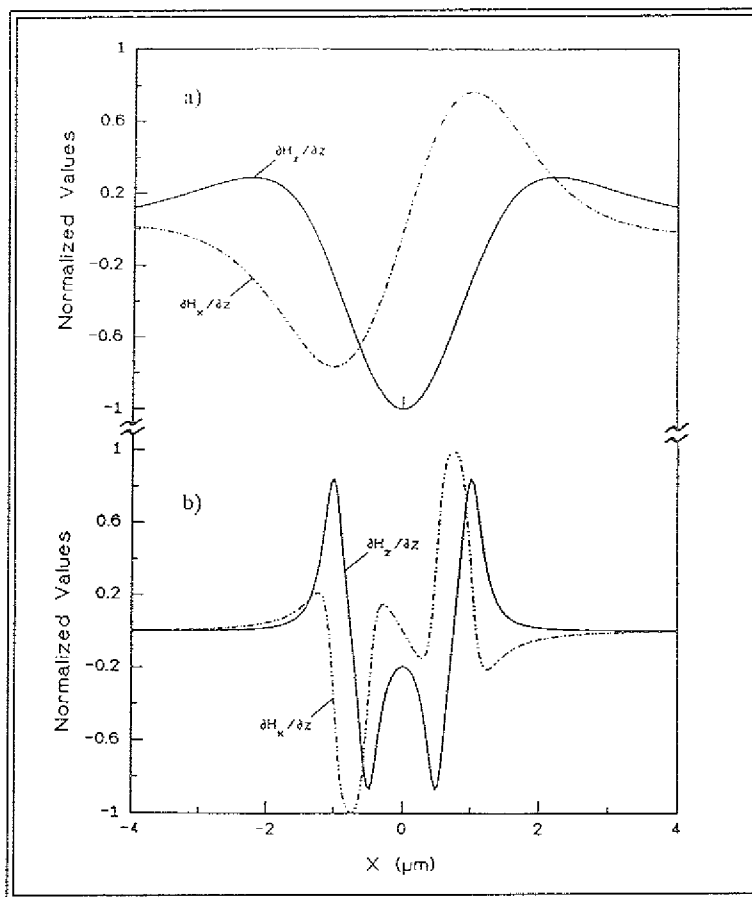


Abb. 6.10:

Komponenten des Feldgradienten $\partial H_x/\partial z$ und $\partial H_z/\partial z$ einer stromdurchflossenen Leiterschleife mit rechteckigem Querschnitt: $a=50\text{nm}$, $b=500\text{nm}$, $d=1\mu\text{m}$, für zwei verschiedene Abstände z über der Leiterschleife: a) $2\mu\text{m}$ und b) 200nm .

Der Nullpunkt der Abszisse liegt genau in der Mitte der beiden Leiter, also vom Koordinatenursprung um den Wert $b/2+d/2$ verschoben.

Die Normalisierungsfaktoren sind: a) $14 \cdot 10^6 \text{A/m}^2$ und b) $510 \cdot 10^6 \text{A/m}^2$.

Um die H_y - bzw. die $\partial H_y/\partial z$ -Komponente bezüglich der Sondenmagnetisierung zu erzeugen, muß nur die Schleife um 90° in der X-Y-Ebene gedreht werden. Aus der Feldverteilung in Abb. 6.10 erkennt man, daß die Verwendung einer Doppeldraht-Leiterschleife mit verschiedenen Abständen gegenüber einem einzelnen Draht oder gegenüber Bit-Domänen in Datenträgermaterialien [6.8] als Teststruktur einige Vorteile aufweist:

- ✦ der regelbare Strom I ($0 \dots 1\text{mA}$) erlaubt einen sehr großen Einstellbereich des Magnetfeldes, und damit der Kraft die auf die Sonde wirkt;
- ✦ die Superposition der H_z -Komponenten der beiden Einzeldrähte in der Mitte zwischen den beiden Leiterbahnen führt zu einer drastischen Änderung des Feldes bzw. des Feldgradienten mit dem Abstand z (vergl. Abb. 6.10) und stellt damit eine, besonders auf die Ausdehnung der Domäne in der Sonde bezogene Testfeld dar. Da die Superposition ebenfalls vom Abstand d der beiden Leiterbahnen abhängt, läßt sich das Testfeld über eine geeignete Abstandsabstufung (vergl. Abb. 6.8) auf die Domänengröße anpassen.
- ✦ die Unterschiede im Feldverlauf der $\partial H_x/\partial z$ und $\partial H_z/\partial z$ Komponente wirken sich günstig bei der Bestimmung der Komponenten der Magnetisierungsrichtung nach Gl. 4.5 und 4.6 aus der Messung des Kraftverlaufes aus.

Ein erstes Experiment mit einer kugelförmigen Nickel-Sonde, ähnlich der in Abb. 5.5c, in einem großen Sonden-Draht Abstand $z_0 = 3\mu\text{m}$ und mit einem Schleifenstrom von $100\mu\text{A}$, führten zu Linien konstanter Kraft $F = 3 \cdot 10^{-10}\text{N}$, die in Abb. 6.11 zu sehen sind. Der Kraftverlauf entlang dieser gemessenen Spur z

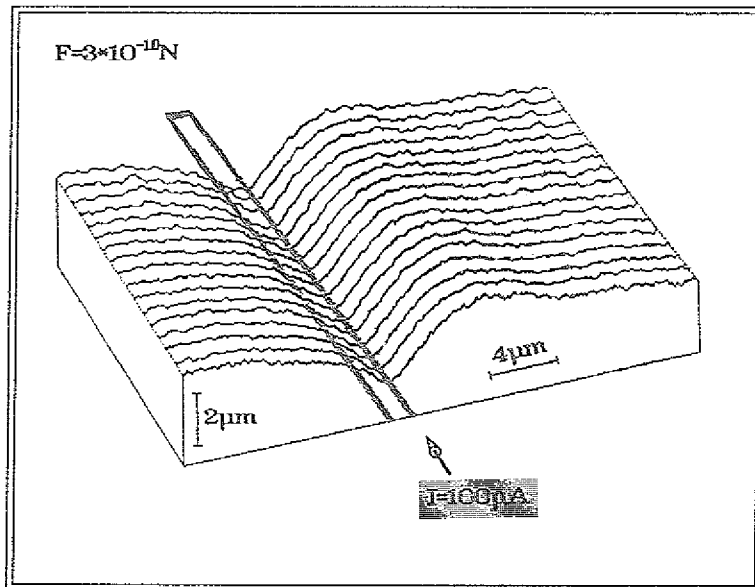


Abb. 6.11:

MFM-Aufnahme von Linien konstanter Kraft $F = 3 \cdot 10^{-10}\text{N}$ in einem Abstand $z_0 = 3\mu\text{m}$ am Beginn einer Rasterlinie.

Sonde: Kugelsonde aus Nickel
Schleifenstrom: $100\mu\text{A}$

(= Sonde-Probe Abstandsvariation) läßt sich dann mit der gemessenen Abstandsabhängigkeit der elektrostatischen Hilfskraft (vergl. Abschnitt 6.3), bei Abwesenheit magnetostatischer Kräfte ($I=0$), aus der gemessenen Z -Variation berechnen. Das Ergebnis dieser Rekonstruktion ist in Abb. 6.12 wiedergegeben. Im

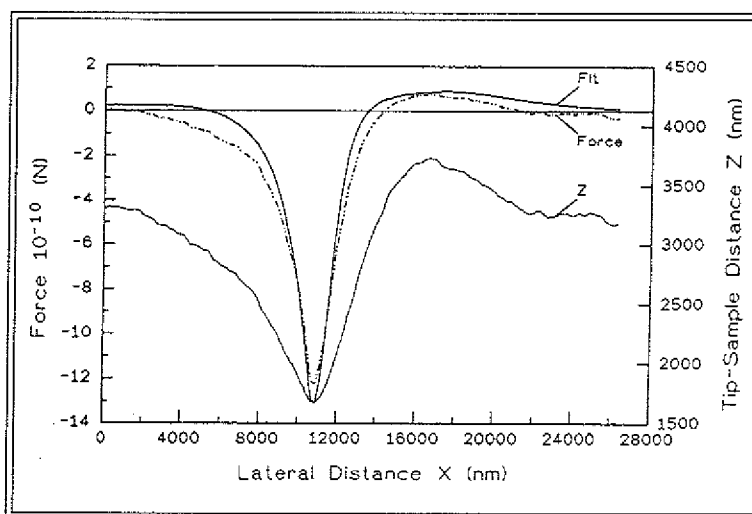


Abb. 6.12:

Der aus der gemessenen Z -Variation mit Hilfe der elektrostatischen Hilfskraft rekonstruierte Kraftverlauf wird mit dem berechneten Kraftverlauf verglichen. Die freien Fitparameter sind dabei die Magnetisierungsrichtung und die Größe der Domäne.

Sonde: Kugelsonde aus Nickel
Schleifenstrom: $100\mu\text{A}$
Modellsonde: Kugel (s. Text)

nächsten Schritt, wird dann der gemessene Magnetkraftverlauf mit den theoretischen Ergebnissen aus Gl. 4.5, 4.6 und Gl. 6.8 für das Magnetfeld der Doppeldraht-

Leiterschleife verglichen. Hierzu wurde ein bestehendes GAUSS-NEWTON Fitprogramm [6.9] so umgeschrieben, daß für eine beliebige Sondengeometrie — das Sondenvolumen wird durch finite Elementarwürfel einheitlicher Magnetisierung angenähert — die Richtung der Magnetisierung und die effektive Domänengröße angefitet werden können. Das Ergebnis für eine Modellrechnung mit einer kugelförmigen Sonde ist ebenfalls in Abb. 6.12 eingezeichnet. Eine befriedigende Übereinstimmung mit dem gemessenen Kraftverlauf ergab sich bei einer Magnetisierungsrichtung von $\approx 45^\circ$ senkrecht zur Oberfläche.

In einem zweiten Experiment wurde eine elektrolytisch präparierte, nadelförmige Sonde, ähnlich der in Abb. 5.5a, mit einem Apexradius von $\approx 50\text{nm}$ verwendet. Bei einem anfänglichen Sonden-Draht Abstand von $z_0 = 250\text{nm}$ zeigt sich schon qualitativ der aus Abb. 6.10b erwartete Kraftverlauf. Die beste Übereinstimmung ergab sich mit einer Modellrechnung für den Dipol-Fall, die auf eine pyramidenförmige Sondengeometrie basiert (Öffnungswinkel $\alpha = 45^\circ$). Die effektive Domänenlänge in z ergab sich dabei zu 500nm mit einer um 14° abweichenden Magnetisierungsrichtung senkrecht zur Oberfläche.

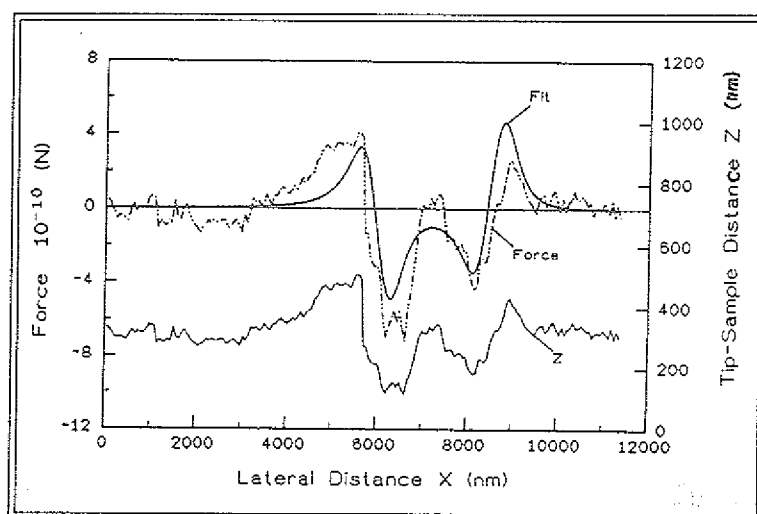


Abb. 6.13:

Gemessener und angefiteter Kraftverlauf in einem geringen Abstand $z_0 = 250\text{nm}$ über der Leiterschleife.

Sonde: Nickelspitze

Schleifenstrom: $100\mu\text{A}$

Modellsonde: Pyramide

Zusammenfassend kann gesagt werden, daß die quantitative Auswertung des Verfahrens von der Genauigkeit des angewandten Sondenmodells (Monopol oder Dipol) abhängt. Schon einfache Modellansätze ergaben aber eine überraschend gute Übereinstimmung mit dem Experiment. Da die Richtung der magn. Kraftwechselwirkung (anziehend oder abstoßend) sowohl von dem äußeren Feld, als auch von der Richtung des magn. Moments der Sonde abhängt, wird durch diese Verfahren, per Definition über die Stromrichtung in der Leiterschleife, eine eindeutige Zuordnung der Feldrichtung an anderen Proben möglich.

Kapitel 7

Charakterisierung von Leiter- und Nichtleiter-Oberflächen

Der Betrieb des RKM an Luft läßt eine Oberflächencharakterisierung mit atomarer Auflösung hauptsächlich an Materialien (Graphit, NbSe_2) mit einer geringen Oberflächenkontamination zu. Der weitaus größere Anwendungsbereich ist die Untersuchung von Oberflächen auf einer mesoskopischen Skala, die angefangen von einigen Mikrometern bis hinab zu wenigen Nanometern reicht. Bei sehr großen Rasterbereichen ist dann, bei deutlich besserer vertikaler Auflösung ($\approx 1\text{\AA}$) des RKM, eine mit dem Lichtmikroskop überlappende, zusätzliche Beobachtung möglich (s. Kap. 5.6). Ebenso läßt sich das RKM ergänzend zu REM Untersuchungen an solchen Proben einsetzen, bei denen im REM nur ein geringer Oberflächenkontrast zu messen ist. Wie eine kritische Betrachtung der RKM-Messungen in den nachfolgenden Abschnitten zeigt, erhebt sich trotz der sehr hohen vertikalen Auflösung des RKM die Frage nach der lateralen Auflösung des Verfahrens. Eine befriedigende Beantwortung dieser Frage ist nur dann möglich, wenn bei der Interpretation der RKM-Bilder die mesoskopische Form der Sonde berücksichtigt wird (s. Kap. 7.3).

7.1 Messungen an Graphit

BINNIG [7.1] konnte auf HOPG ("highly oriented pyrolytic graphite") -Oberflächen erstmalig mit dem RKM "atomare" Auflösung erzielen. Auf diesem Material, wie auch auf anderen Schichtmaterialien, wurde darauf folgend ein breites Spektrum an

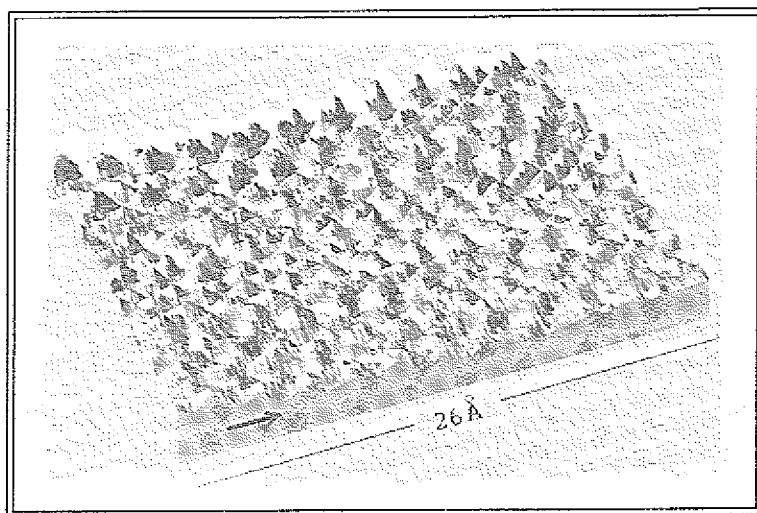


Abb. 7.1:

"Atomare" Auflösung mit dem RKM auf einer HOPG (highly oriented pyrolytic graphite) - Oberfläche.

Sonde: elektrolyt. Wolfram

Modus: konst. Kraft Profilometrie

Kraft: $F_{\text{ges}} \approx 10^{-8}\text{N}$

Der Pfeil markiert die X-Raster Richtung.

Eine Kalibrierung in Y-Richtung ist wegen eines unregelmäßigen Kraft-Sensor Springens nicht möglich (s. dazu Abschnitt 7.3.1)

Z-Korrugation $\approx 0,5\text{nm}$

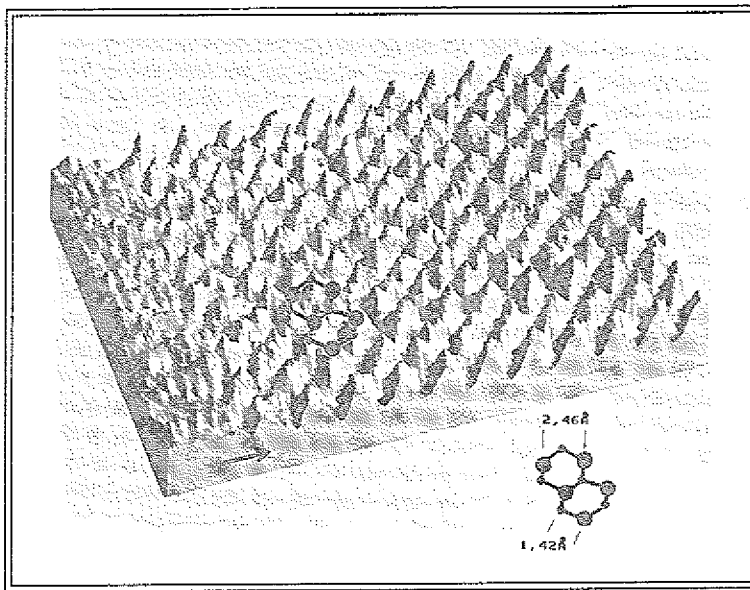


Abb. 7.2:

RTM Aufnahme einer HOPG Oberfläche.

(nach A.BIRKNER)

Sonde: elektrolyt. Wolfram

Modus: Konst. Tunnelstrom

Tunnelspannung: 20 mV

Der Pfeil markiert die X-Raster Richtung.

Die hexagonale Struktur des Graphitgitters ist durch zwei Kohlenstoffsechseckringe verdeutlicht.

periodischen Strukturen auf einer Ångström Skala abgebildet (Streifen, hexagonal angeordnete, runde oder quadratische "Atome") [7.2]. Hierbei zeigen sich, bei sehr großen Kräften im Bereich von 10^{-8}N bis 10^{-6}N zwischen Sonde und Oberfläche, übergroße Korrugationen¹. Eigene Untersuchungen im Rahmen der Auflösung des RKM an HOPG bestätigen diesen Befund. Abb. 7.1 zeigt ein RKM-Bild, das an Luft mit einer Wolfram-Sonde an HOPG aufgenommen wurde. Die Amplitude der Korrugation beträgt etwa 0,5nm. Wie die Abb. 7.2 zeigt, ist eine große Korrugation auch bei RTM Untersuchungen festzustellen wenn die Tunnelspannung nur wenige 10mV beträgt ($\Rightarrow$ geringer Sonde-Probe Abstand). Einige Autoren erklären den Kontrastmechanismus für die übergroßen Korrugationen auf diesen geschichteten Materialien mit einer elastischen Deformation der Oberfläche aufgrund von Oberflächenverunreinigungen [7.3].

Wie unsere RTM-Untersuchungen auf HOPG zeigen, weisen einige RTM-Aufnahmen (Abb. 7.2) mit besonders großen Korrugationen immer zu Beginn einer jeden Rasterlinie einen ausgeprägten, mehrer Å breiten, nahezu strukturlosen Bereich auf. Dieser deutet auf relativ große Reibungskräfte am Tunnelkontakt hin, die zu einer elastischen Verbiegung der Sonde führen könne, wenn die Form der Sonde besonders lang und dünn verläuft ($\Rightarrow$ kleine laterale Federkonstante der Sonde). Die Normalenkomponente der Verbiegung senkrecht zur Oberfläche führt dann zu einer Kontrastüberhöhung bei der Abbildung der einzelnen HOPG-Atome.

¹ Die relativ großen angegebenen Kräfte beziehen sich prinzipiell auf die gemessene Gesamtkraft und sagen nichts über die, für den Abbildungsmechanismus (Auflösung) wichtige, repulsive Kraftkomponente am Sonde-Oberfläche Kontakt aus (vergl. dazu Kap. 3.2)

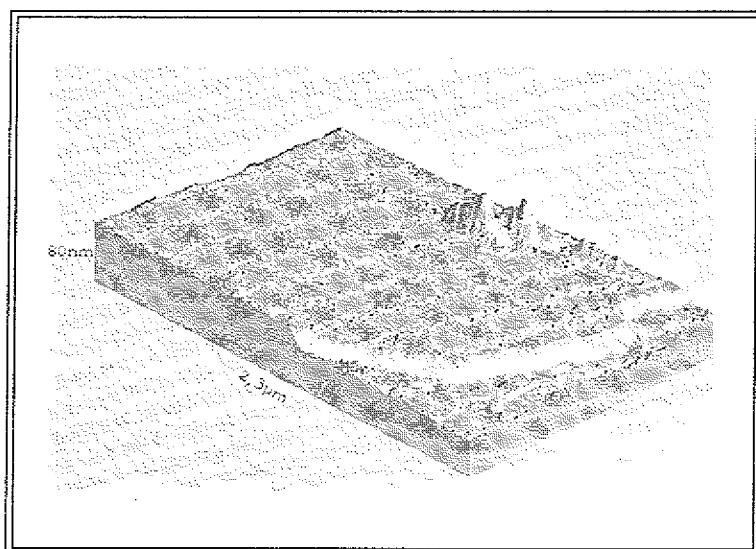


Abb. 7.3:

RKM Aufnahme einer HOPG Oberfläche mit großem Rasterbereich. Die Höhe der abgebildeten Stufe beträgt etwa 30nm. Die Oberfläche wurde ca. 1 Stunde vor der Messung durch Abziehen einiger Schichten freigelegt.

Sonde: Diamantsplitter

Modus: konst. Kraft Profilometrie

Kraft: $F_{\text{ges}} \approx 10^{-9} \text{ N}$

Die mit dem RKM durchgeführten Hysterese-Annäherungsmessungen (vergl. Abb. 2.2) mit Wolfram-Sonden auf frisch gespaltenen HOPG-Oberflächen lassen nach den Überlegungen in Kap. 3.2 zusätzlich die Annahme eines Adsorbatfilmes zwischen Sonde und Oberfläche vermuten. Die mit einem Diamantsplitter als Sonde auf HOPG durchgeführten topographischen Untersuchungen zeigen bei frisch gespaltenen Oberflächen zunächst aber kaum Kontaminationen (Abb. 7.3).

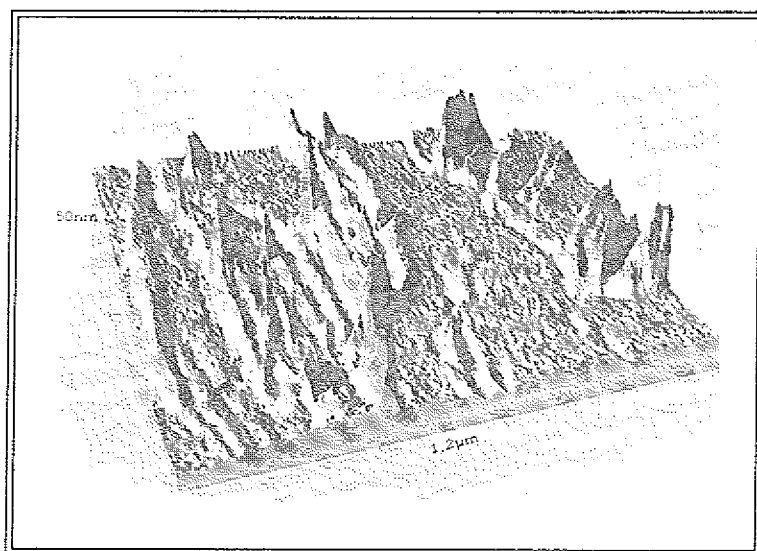


Abb. 7.4:

RKM Aufnahme einer HOPG Oberfläche mit großem Rasterbereich. Die Oberfläche wurde ca. 1 Woche an Luft ausgelagert. Betriebsparameter wie in Abb. 7.3.

Erst nach mehreren Tagen, bei einer Auslagerung an Luft, sind an strukturellen Oberflächenunebenheiten (Spaltstufen) verstärkt Veränderungen in einer Form meßbar, die als Ansammlungen von Verunreinigungen zu charakterisieren sind (Abb. 7.4). Da die Bedeckungsrate bei diesen Schichtmaterialien aufgrund der niedrigen Oberflächenenergie (vergl. Kap. 3.2) sehr gering ist, muß eher ein

Adsorbatfilm auf den elektrolytisch polierten Sonden vermutet werden. Dafür sprechen auch tunnelspektroskopische Untersuchungen von BERTHE [7.12] auf NbSe_2 , bei denen er feststellt, daß mit einem PtIr-Draht, der durch einen Seitenschneider am Ende abgekniffenen wurde, qualitativ bessere Tunnelresultate zu erzielen waren, als mit elektrolytisch präparierten Tunnelspitzen.

Zusammenfassend kann gesagt werden, daß bei einer an Luft präparierten Oberfläche (von Probe und Sonde) von einem Kontaminationsfilm auszugehen ist, der in der Tunnel- und Kontakt-Kraft-Mikroskopie zu einem zusätzlichen, anziehenden Kapillar-Adhäsionskraftbeitrag führt. Der daraus resultierende, starke mechanische Kontakt zwischen Sonde und Probe kann die Gestalt der Oberfläche und der Sonde elastisch oder plastisch verformen.

7.2 Oberflächenmorphologische Untersuchungen

7.2.1 Korngrößenbestimmung von gesputterten Schichten

Das RKM wurde verwendet, um die Oberflächenstruktur gesputterter, C-Achsen orientierter Dünnschichtfilme aus Hoch- T_c Supraleitern zu untersuchen. Diese Filme können mit einer Lithographietechnik so strukturiert werden, daß daraus supraleitende Schaltungselemente entstehen. Wie an den folgenden Beispielen (Abb. 7.5 und Abb. 7.6) gezeigt wird, lassen sich die Rauigkeit und die Korngröße an der Oberfläche bestimmen und Informationen über das Schichtwachstum und den Einfluß der Präparationsparameter gewinnen.

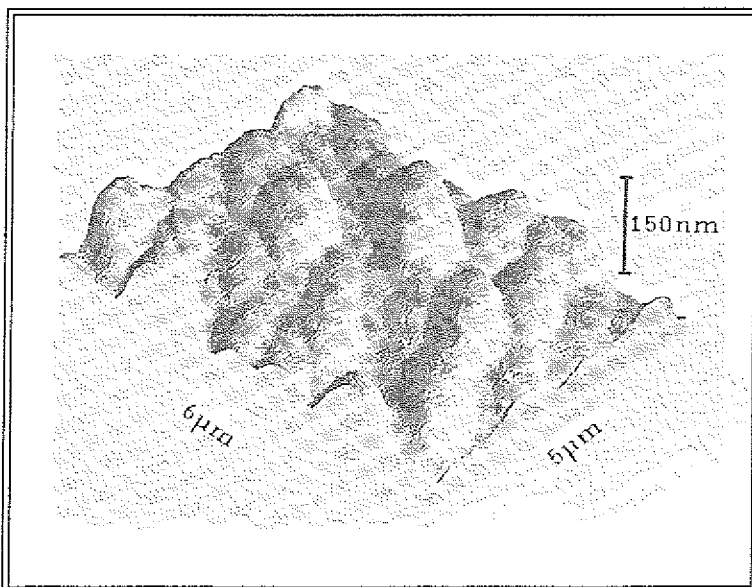


Abb. 7.5: Probe 1

Abbildung einer gesputterten $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ -Schicht auf einem MgO -Substrat. Die Körner weisen neben einer ausgeprägten Anisotropie eine unübliche Größe auf: mittlere Länge $\approx 1,6 \mu\text{m}$; mittlere Breite $\approx 0,8 \mu\text{m}$. Das YBaCuO -Target wurde bei dieser Schicht sehr lose gepresst.

(Herstellung der Schicht:
R.Wördenweber/J.Schneider)

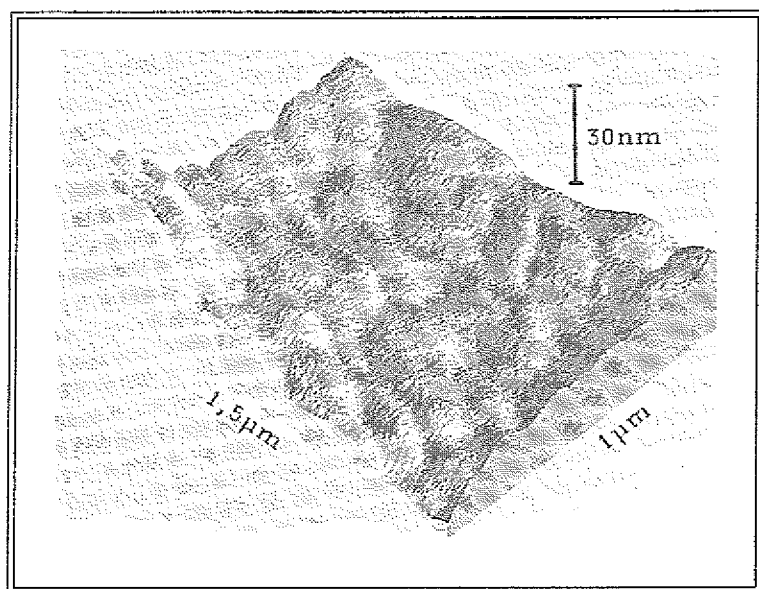


Abb. 7.6: Probe 2

Abbildung einer gesputterten $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ -Schicht auf einem MgO -Substrat. Die Körner weisen ebenfalls eine Formanisotropie wie in Abb. 7.5 auf. Das Längen zu Seitenverhältnis ist ebenfalls etwa 2:1. Im Vergleich zu Abb. 7.5 ist die mittlere Korngröße um den Faktor 3 geringer. Das YBaCuO -Target wurde normal gepresst. Schichtdicke $\approx 50\text{nm}$ (Herstellung der Schicht: R.Wördenweber/J.Schneider)

Wie aus Abb. 7.5 zu entnehmen ist, führte ein lose gepreßtes Target zu ungewöhnlich großen Kornstrukturen im μm -Bereich auf der Oberfläche der gesputterten Schicht (Probe 1). Gute Schichten, wie in Abb. 7.6 (Probe 2) weisen dagegen eine mittlere Korngröße von wenigen 100nm auf. Die Oberflächenrauigkeit solcher Schichten liegt im Bereich einiger 10nm . Solche Schichten sind für eine Strukturierung besser geeignet. In beiden Fällen ist eine ausgeprägte Formanisotropie erkennbar. Die großen Körner der Probe 1 weisen eine elliptische Form auf, während die Form der kleinen Körner in der Abb. 7.6 eher einer Raute entspricht. Für eine einfache statistische Auswertung der Korngrößen wurde im Meß- und Auswerteprogramm eine mausunterstützte manuelle Distanzmessung implementiert. Die so innerhalb eines Bildes ermittelten Distanzen (= Korndurchmesser)

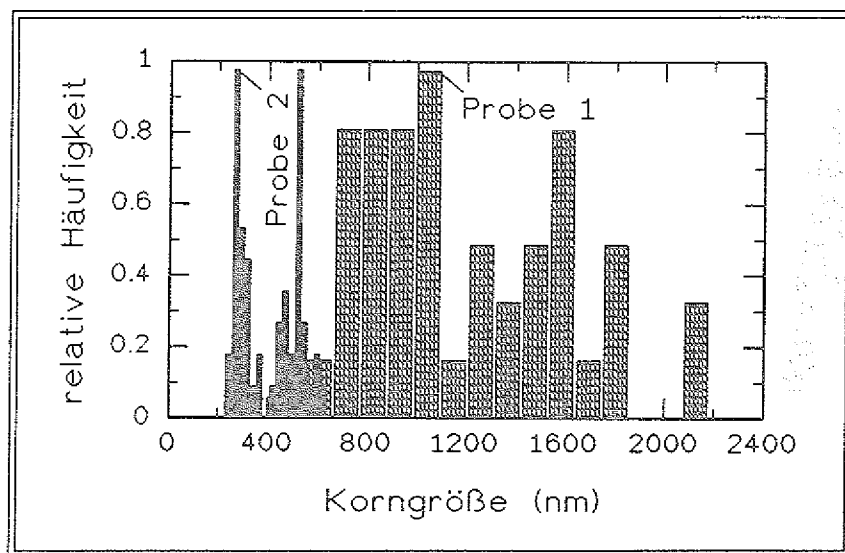


Abb. 7.7:

Histogramm der relativen Korngrößenhäufigkeit der beiden mit dem RKM in Abb. 7.5 und Abb. 7.6 untersuchten $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ -Schichten.

werden dann als Datensatz in einer Datei abgespeichert. Das Ergebnis dieser Korngrößen-Auswertung ist in Abb. 7.7 zu sehen.

Die beiden Häufungsmaxima bei beiden Proben resultiert aus der elliptischen Form der Körner. Man erkennt, daß das Seitenverhältnis von Länge zu Breite der Körner bei beiden Proben ungefähr gleich 2:1 ist:

Probe1: 1600nm/900nm

Probe2: 550nm/300nm).

Die Geometrie der Sputteranordnung — die Position des Targets liegt senkrecht über dem Substrat — dürfte für die Ursache der Formanisotropie nicht verantwortlich sein.

7.2.2 Oberflächenrauigkeit magnetischer Materialien

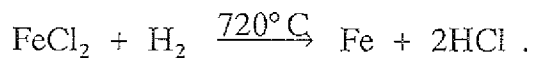
Neben dem strukturellen Einfluß der Oberfläche durch lokale Defektstrukturen (Spannungsversetzungen, Riefen) auf die magnetischen Eigenschaften magnetischer Materialien [4.3], beeinflusst die Gestalt der Oberfläche die Abbildung oberflächennaher Magnetfelder mit dem MKM (s. Kap. 8), ohne eine spezielle Trennung zwischen Topographie- und Magnetfeldkontrast [6.5]. Für Magnetkraft-Messungen eignen sich deshalb besonders Proben mit einem hohen Grad an Oberflächenperfektion.

Im folgenden werden solche Materialien mit dem RKM untersucht, die für eine spätere MFM-Untersuchung von Bedeutung sind:

➤ Eisenwhisker-Einkristalle

Ideale Voraussetzungen für die Untersuchung elementarer magnetischer Eigenschaften bieten ferromagnetische, nadelförmig gewachsene Eisenwhisker-Einkristalle [7.4]. Diese weisen neben einer einfachen magnetischen Bereichsstruktur (s. Kap. 8.3) eine nahezu ungestörte Oberfläche auf.

Die in dieser Arbeit verwendeten, quaderförmigen Fe-Whisker, mit einer Kantenlänge von mehreren mm und einer Breite bzw. Dicke von einigen 100µm, wurden in unserer Arbeitsgruppe von BIRKNER [7.5] nach einem Verfahren von BRENNER [7.6] durch Reduktion von FeCl_2 in einer H_2/N_2 -Atmosphäre gezüchtet. Die Transportreaktion dazu lautet:



Tunnelmikroskopische Untersuchungen an $[100]$ -Whiskeroberflächen, die nur wenige Wochen im Exikator bei einem Druck von $\approx 1 \cdot 10^{-3}$ Torr gelagert wurden, zeigen bei einigen Whiskern etwa 5-10nm hohe Wachstumsstufen, die in einem Abstand von etwa 150nm in $\langle 100 \rangle$ -Richtung laufen [5.10]. In den Zwischenbereichen ist die Rauigkeit $< 3\text{nm}$. ARROT [7.7] weist darauf hin, das die von ihm gezüchteten Fe-Whisker unter UHV-Bedingungen auf einer Fläche von etwa $200 \times 200 \text{nm}^2$ atomar glatt sind.

Gute Whisker, die für die RKM/MFM-Messungen auf dem Probenhalter an Luft ausgelagert wurden, zeigen auch nach mehreren Wochen keine sichtbaren Veränderungen. Die Oberflächen erscheinen lichtmikroskopisch spiegelnd glatt. Offensichtlich weisen die verwendeten Fe-Whisker eine nahezu ungestörte Oberfläche mit wenigen Defekten und Versetzungen auf, so daß bei einer an Luft ausgelagerten Probe kaum Keimstellen vorhanden sind an denen eine Korrosion beginnen kann. Erst durch künstliche, mit der Sonde des RKM erzeugte lokale Oberflächendefekte (vergl. Abb. 7.8) entstehen nach einigen Tagen in der Umgebung solcher Mikroindrücke auf der Oberfläche Rostkluster von mehreren μm Ausdehnung, wie sie in Abb. 7.9 zu sehen sind.

Die *in situ* beobachteten Wechselwirkungen von Domänenwänden und von einer Sonde definiert erzeugten Mikroindrücken, ähnlich wie sie HARTMANN [7.4] und BIRKNER [7.5] beschreiben, werden im MFM dadurch erschwert, daß durch den Mikroindruck eine mögliche Verformung der magnetischen Sonde und damit eine geänderte Sondenbereichsstruktur verbunden ist.

♦ 3,5"-Diskette

Neuere flexible magnetische Datenträger (sog. Floppy-Disk's) bestehen aus einer Polyesterscheibe, die mit Chromoxidpartikeln (früher Eisenoxid) und einem organischen Bindemittel beidseitig beschichtet sind [7.8].

Die Abb. 7.10 zeigt die typische Oberfläche einer 3,5"-HD Diskette. Die Oberflächenrauigkeit beträgt etwa 100-200nm. Die Korngröße beträgt etwa $0,5\text{-}2\mu\text{m}$ und liegt damit in der Größenordnung einer magnetischen Bit-Länge in Spurrichtung ($\approx 1\mu\text{m}$). Damit ist bei den MFM-Untersuchungen solcher Bit-Strukturen mit einem merklichen Einfluß der Topographie auf die lokale Streufeldverteilung und den zu messenden Magnetkontrast zu erwarten.

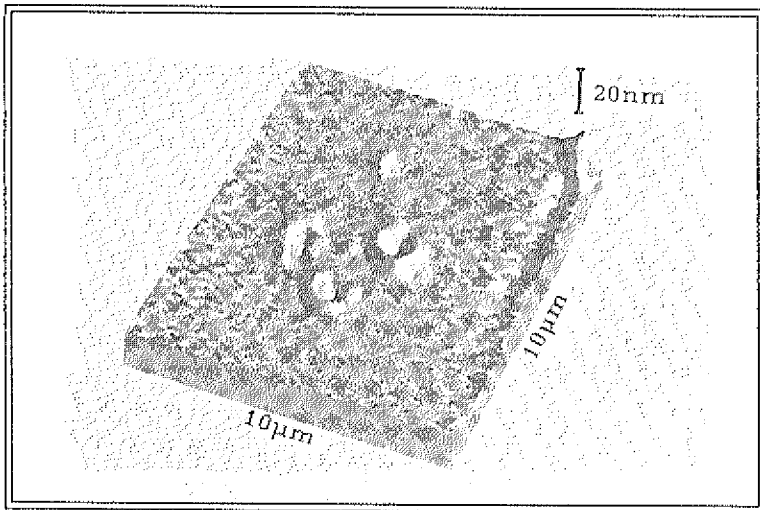


Abb. 7.8: RKM-Aufnahme von Mikroindrücken auf einer Whiskeroberfläche. Der Durchmesser beträgt etwa 500–800 nm. Die Oberflächenrauigkeit beträgt wenige nm.

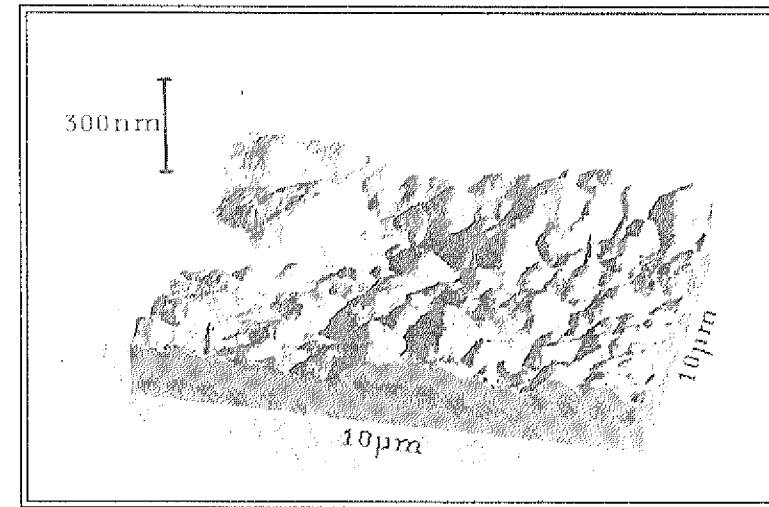


Abb. 7.10: RKM-Aufnahme von der Oberfläche einer 3,5'' Diskette mit einer CrO_2 Beschichtung.

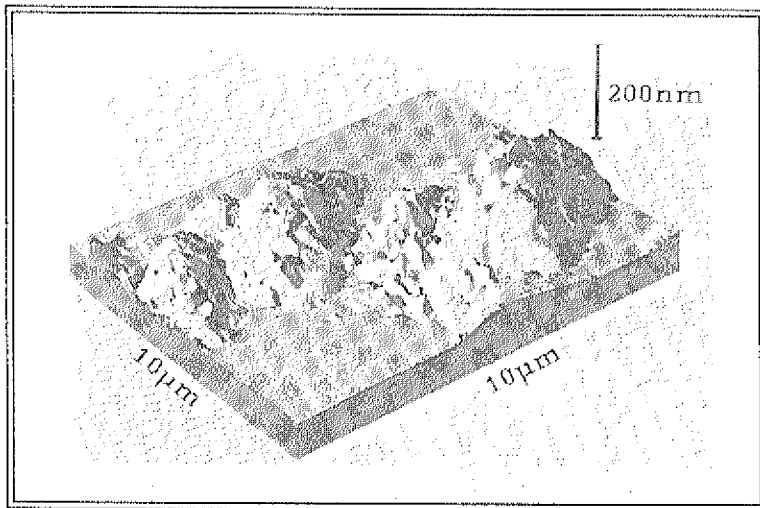


Abb. 7.9: RKM-Aufnahme von Eisenoxid-Klustern an künstlich erzeugten Oberflächendefekten auf einer Fe-Whiskeroberfläche. Das Bild entstand 2 Tage nach Aufnahme der Mikroindrücke in Abb. 7.8. Gegenüber Abb. 7.8 ist die Aufnahme einige μm gedriftet.

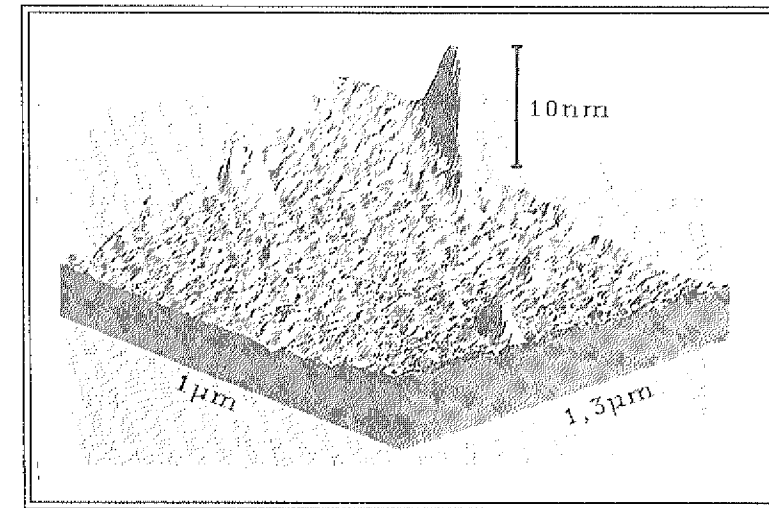


Abb. 7.11: RKM-Aufnahme von der Oberseite eines Schmelzspinn-Bandes.

➤ Schmelzspinn-Band

Das Schmelzspinn-Verfahren ist die wichtigste Methode zur Gewinnung amorpher metallischer Gläser. Hierbei wird eine geschmolzene Metall-Legierung unter hohem Druck durch eine Düse auf einen mit etwa 3000 U/min rotierenden Kupferzylinder gespritzt. Der Metallfilm kühlt sich dabei in 1/1000 sec um etwa 1000K ab. Hierbei wird die Glastemperatur erreicht, bevor Kristallisationskeime entstehen können. Die so erzeugten Folienbänder sind einige cm breit und 10-100µm dick [7.9]. Aufgrund der amorphen Struktur und der fehlenden Kristallanisotropie weisen solche metallischen Gläser auf der Basis von Eisen oder Nickel kleinere Ummagnetisierungsverluste auf, als vergleichbare kristalline Metalle. Die praktische Anwendung solcher weichmagnetischer Materialien ist daher hauptsächlich im Transformatorbau und in Geräten, die mit Hochfrequenz-Übertragern arbeiten, zu sehen.

Für die RKM/MFM-Untersuchungen wurde uns von Herrn G.HERZER (Vakuum Schmelze Hanau) freundlicherweise ein VITROVAC-Schmelzspinn-Band der Zusammensetzung $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ (Angaben in Atomprozent) zur Verfügung gestellt. Die Besonderheit dieses Bändchens besteht in einem nanokristallinen Gefüge aus $\alpha\text{-FeSi}$ mit einem mittleren Korndurchmesser von 10-15nm, das durch einen Temperprozeß (1h, 540 °C, H_2 -Atmosphäre) entstanden ist. Die regellose Orientierung der Körner läßt das Band aber makroskopisch amorph erscheinen.

Wie eine typische RKM-Aufnahmen in Abb. 7.11 von der Oberseite (der dem rotierenden Kupferzylinder abgewandten Seite) dieses Bandes zeigt, beträgt die Oberflächenrauigkeit nur wenige nm. Vereinzelt größere Strukturen mit einer Höhe zwischen 5 und 10nm heben sich deshalb auch gut von der übrigen Oberfläche ab. In vergleichenden REM-Aufnahmen [5.9] weisen diese Strukturen eine abgeflachte Tröpfchenform auf. Es könnte sich hierbei um Metalltröpfchen handeln, die beim Herstellungsprozess auf der Oberfläche erstarren. Einzelne Nanokristallite konnten mit dem RKM nicht beobachtet werden. Vergleichende RTM Untersuchungen zeigen ebenfalls keine Kornstruktur auf der Oberfläche [5.9].

Die Rauigkeit der Unterseite (nicht abgebildet) ist auf einer vergleichbaren Skala etwa um den Faktor 100 höher und weist eine deutliche Riefenstruktur in Bandrichtung auf, die durch den Kontakt mit der rotierenden Kupferwalze verursacht wird. Für eine magnetische Untersuchung mit dem MFM eignet sich daher vor allem die glatte Oberseite dieses Schmelzspinn-Bandes.

✦ Video-Kopf

An einem kommerziellen Fabrikat eines Miniatur-Videokopfes werden z.Zt. Untersuchungen mit dem MFM bezüglich der Streufeldverteilung am Schreib-/Lesespalt des Wickelkörpers (Material: einkristallines Mangan-Zink-Ferrit) als auch morphologische Untersuchungen mit dem RKM bezüglich der Oberflächenrauigkeit, der mit einer μ -Paste mechanisch polierten Fläche, in der Umgebung des Spaltes durchgeführt. In der Abb. 7.12a ist die Geometrie des Videokopfes in der Auf- und Seitenansicht zu erkennen. Auf dem, mit dem RKM abgerasterten, Oberflächenausschnitt in Abb. 7.12b sind deutlich die Polierriefen und der Übergang vom Wickelkörper zu einem eingeschmolzenen Quarzfaden zu erkennen. Durch die unterschiedliche Härte dieser Materialien erklärt sich der durch den Polierprozeß hervorgerufene Höhenunterschied von etwa $2,5\mu\text{m}$. Der 300nm breite Spalt ist nicht zu erkennen, weil Aluminiumoxid als spaltfüllendes Material eingearbeitet wurde.

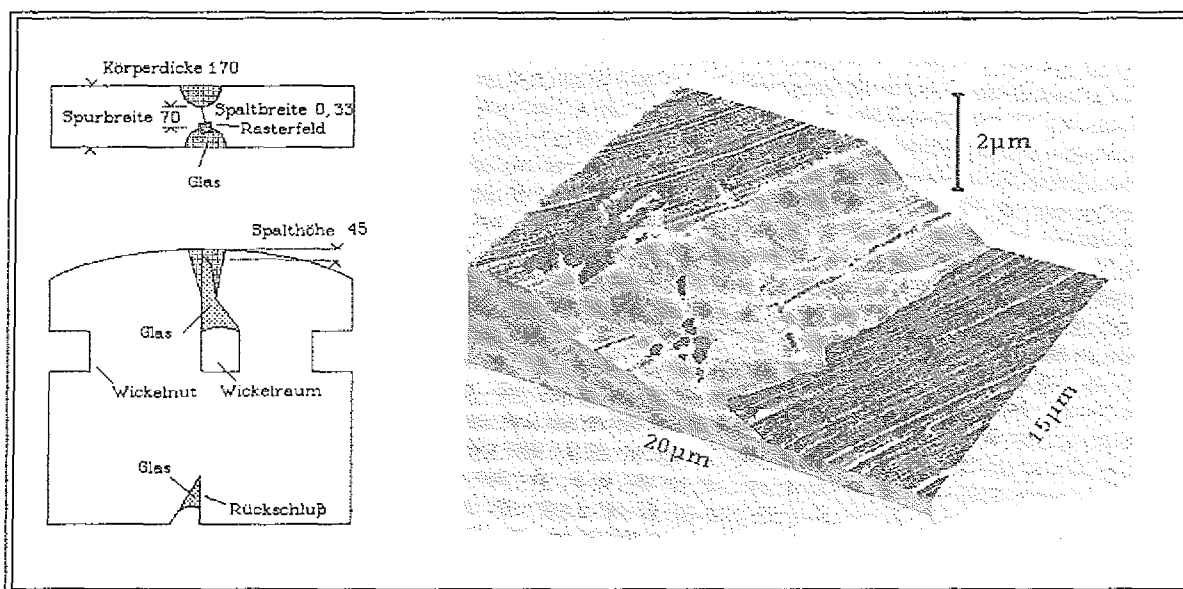


Abb. 7.12: Links) Auf- und Seitenansicht des Videokopfes. Die Bemaßung erfolgt in μm . Die Position des Rasterbereiches in Abb. 7.12rechts ist eingezeichnet. Rechts) RKM-Aufnahme des $2\mu\text{m}$ tiefen Übergangs vom Wickelkörper(links) zum Quarzglas(rechts) mit deutlich erkennbaren Polierriefen, die zu einer Rauigkeit von etwa $150\text{-}200\text{nm}$ beitragen.

7.3 Diskussion der Meßergebnisse

In wieweit ein mit dem RKM gemessenes Bild der tatsächlichen Oberfläche entspricht, läßt sich nur bei einer genauen Kenntnis der möglichen Abbildungsfehler und Bildartefakte beurteilen. Eine Diskussion der Abbildungsfehler erscheint daher zweckmäßig.

7.3.1 Abbildungsfehler in der Rasterkraftmikroskopie

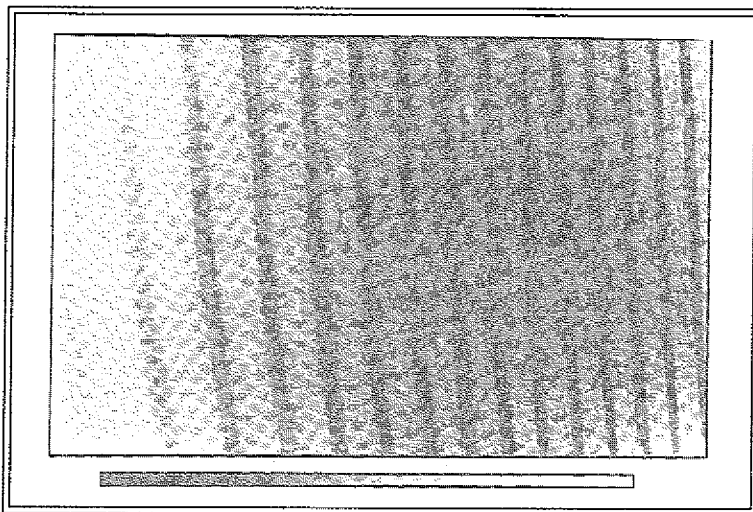
Bei den Abbildungsfehlern in der Raster-Kraftmikroskopie ist zu unterscheiden zwischen den Bildfehlern, die durch die verwendete Rastereinheit herbeigeführt werden, und solchen, die direkt aus der Kontaktwechselwirkung zwischen dem Sonden-Hebelarm System und der Oberfläche resultieren.

Eine eingehende Untersuchung der Abbildungsfehler an Teststrukturen hat gezeigt, daß die Fehler aus der piezoelektrischen Rastereinheit im wesentlichen zwei Ursachen haben:

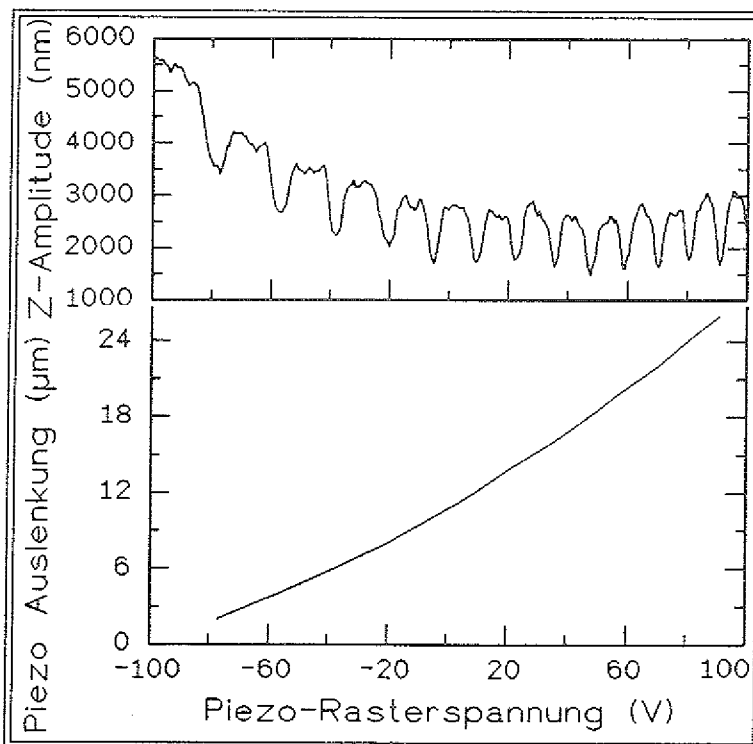
- ✦ **Nicht-Orthogonalität:** Speziell die Großfeld-Feinpositioniereinheit läuft aufgrund der Piezo-Bimorphanordnung nichtorthogonal in der X-Y-Ebene. Erst durch Hinzumischen einer Y-Spannungskomponente beim X-Rastervorgang läßt sich der Fehler unter 5% reduzieren. Allerdings geht hierbei dieser Anteil bei der maximalen Y-Aussteuerung verloren, wodurch sich die max. mögliche Y-Auslenkung von $80\mu\text{m}$ auf etwa $60\mu\text{m}$ reduziert.

- ✦ Die Nichtlinearität des Piezomaterials erforderte eine auf den Rasterbereich angepaßte Teststruktur zur Kalibrierung (vergl. Kap. 6.1). Bei sehr großen Rasterbereichen ist diese Nichtlinearität aber auch innerhalb eines Bildes meßbar (Abb.7.13). Darüberhinaus führt über die Probenneigung diese nichtlineare laterale Piezoauslenkung durch die lineare Auftragung auch zu einem Fehler in der Z-Signal Abbildung (Abb.7.14oberes Teilbild). Dieser Fehler tritt besonders bei Oberflächen mit einer geringen Rauigkeit im Vergleich zu einem großen Rasterbereich in Erscheinung. Je nach Probenneigung (nur wenige Grad in X bzw. Y) ist dieser Bildfehler dann als konkave oder konvexe Bildfeldwölbung bzw. mit einem Sattelpunkt (Abb. 7.15links) in der Abbildung von normalerweise planen Oberflächen zu erkennen. Bei bekanntem funktionalem Zusammenhang zwischen Steuerspannung und Piezoauslenkung (Abb.7.14unteres Teilbild) läßt sich die Rastereinheit schon während der Messung linearisieren.

Bei sehr glatten Oberflächen kann die laterale und vertikale Bildverzerrung auch aus der Bildfeldwölbung und der Probenneigung nachträglich korrekturgerechnet werden (vergl. Abb. 7.15rechts). Beide Fälle werden im Meß- und Auswerteprogramm berücksichtigt (s. dazu Kap. 5.5).

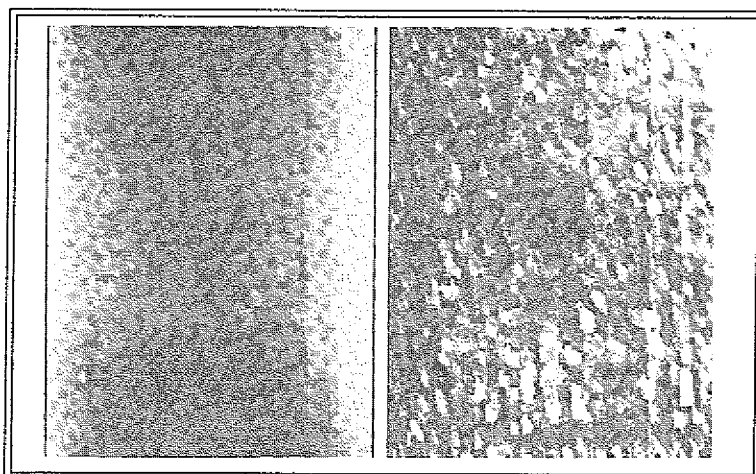
**Abb. 7.13:**

RKM-Aufnahme einer Strichgitter Teststruktur mit Bildfehlern. Die Gitterkonstante beträgt $2\mu\text{m}$. Grauwertespektrum $4\mu\text{m}$.

**Abb. 7.14:**

Profil des Strichgitters vor dem Einpegeln. Die vertikale Abweichung von der Geraden wird ebenfalls durch die laterale Piezo-Nichtlinearität verursacht (s. Text)

Aus dem Gitterabstand ermittelte Piezo-Auslenkung als Funktion der Piezo-Rasterspannung.

**Abb. 7.15:**

STM-Aufnahme einer Permalloy Sputterschicht.

Rasterfeld: $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$

Links: Messdaten mit sattelförmiger Bildfeldwölbung.

Das Grauwertespektrum umfaßt 60nm .

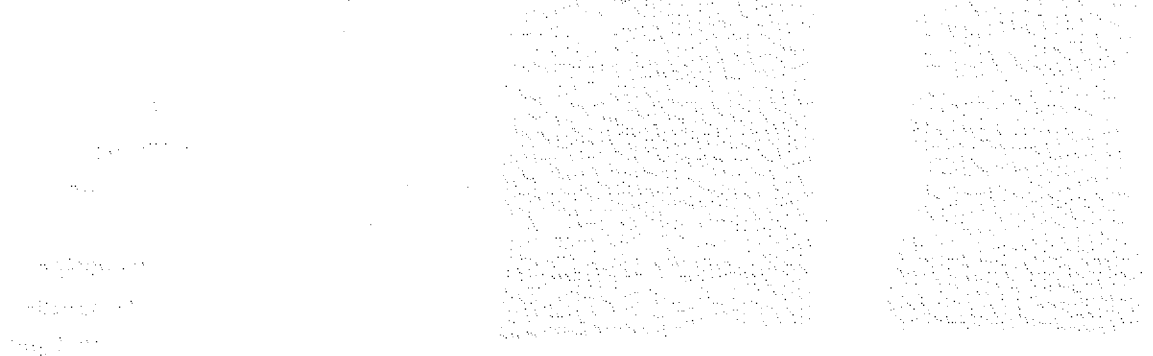
Rechts: Bildfehler nachträglich korrekturgerechnet. Das Grauwertespektrum beträgt nun 15nm .

Die Abbildungsfehler, die aus dem Kraft-Sensor System (Hebelarm und Sonde) resultieren, lassen sich ebenfalls in zwei Gruppen zusammenfassen:

→ Eine meßbare laterale Verbiegung des Hebelarmes oder der Sonde tritt bei zu kleinen lateralen Federkonstanten und sehr großen Kräften zwischen Sonde und Oberfläche auf. Je nach Oberflächenbeschaffenheit — sehr rauhe oder mit Adsorbaten kontaminierte Oberflächen — führt eine laterale Hebelarmauslenkung dann zu einer Spurführung oder einem lokalen Pinning der Sonde und, bei Erreichen der Haftreibung, zu einem sägezahnartigen Springen des Kraft-Sensors. Im letzteren Fall ist eine Abbildung der Oberfläche meistens nicht mehr möglich.

Eine sehr lange, dünne Sonde mit einem kleinen Öffnungswinkel wirkt selbst wie ein Hebelarm mit einer kleinen Federkonstanten und führt dann bei großen Kräften zu einer lateralen Verbiegung der Sonde. Dieser Effekt ist schon auf einer atomaren Skala meßbar und macht sich in Tunnel- oder Kraft-Mikroskopiebildern dann als Artefakt bemerkbar: in einem Bereich zu Beginn der Rasterauslenkung, in dem sich die Sonde solange elastisch biegt, bis die Haftreibung überwunden wird, sind quasi keine Strukturen meßbar und die Oberfläche erscheint virtuell glatt (vergl. Abb. 7.2).

→ **Konvolutionsfehler:** Bei Messungen an steilen Oberflächenstrukturen, wie z. B. Stufen, wird eine durch die Form der Sonde verfälschte Abbildung beobachtet. Ein typisches Beispiel dafür ist die Strichgitter-Teststruktur in Abb. 6.2: Die steilen Flanken der Al-Bahnen geben das negative Abbild des Sondenprofils wieder. Abgesehen von diesem extremen Beispiel, bei dem keine Struktur über den steilen Flanken meßbar ist, dafür aber die Sonde durch die Kante abgebildet wird, stellt sich generell die Frage nach dem Informationsgehalt und der Auflösung von Oberflächentopographien, die mit dem RKM gemessen werden. Dazu werden für den mesoskopischen Fall, ($>1\text{nm}$) ausgehend von einer geometrischen Argumentation, die Möglichkeit einer Dekonvolution der Meßdaten auf die tatsächliche Oberflächengestalt im nachfolgenden Abschnitt diskutiert.



7.3.2 Zur Lösung des Konvolutionsproblems

Eine rein geometrische Konvolution von Sonde und Oberfläche in RKM- bzw. RTM Bildern ist nur unter folgenden Annahmen möglich:

- Es darf keine meßbare elastische oder plastische Verformung der Sonde und der Oberfläche im RTM/RKM und keine laterale Bewegung des Hebelarmes im RKM auftreten.
- Die physikalischen Aspekte des Tunnel- oder Kraftkontaktes sind vernachlässigbar.

Damit ist das Verfahren nicht anwendbar für eine Konvolutionsbeschreibung auf einer atomaren Skala. Hierzu ist eine quantenmechanische Betrachtungsweise erforderlich bei der, wie von TERSOFF und HAMANN [7.10] im Fall des RTM beschrieben wurde, die unterschiedlichen Elektronenwellenfunktion von Sonde und Oberfläche berücksichtigt werden müssen.

In der Abbildung 7.16 ist das Konvolutionsverhalten einer paraboloidförmigen Sonde schematisch als Schnittbild skizziert. Die Oberfläche sei durch eine dreidimensionale Funktion $z=f(x,y)$ und die Sonde durch eine Funktion $z'=s(x',y')$ beschrieben. Der Ursprung des Koordinatensystems der Sonde liege im Sondenapex.

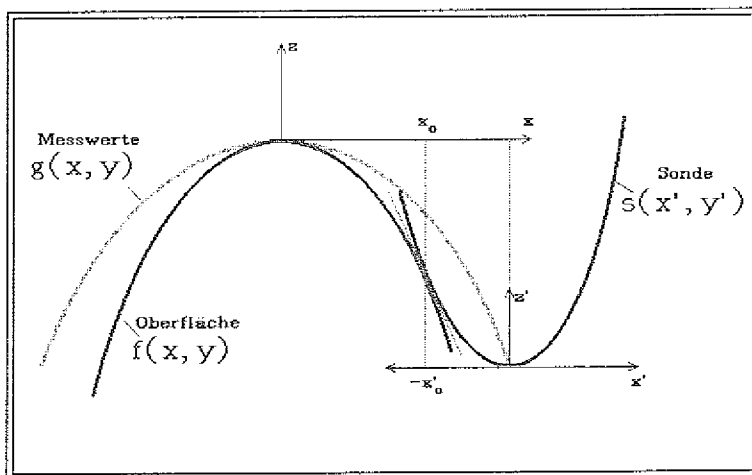


Abb. 7.16:

Geometrischer Zusammenhang zwischen der Oberflächenfunktion $f(x,y)$, der Sondenfunktion $s(x',y')$ und der gemessenen Funktion $g(x,y)$.

Der Rastervorgang ist dann durch die Randbedingung charakterisiert, daß die lokale Steigung der Oberfläche und der Sonde am Kontaktpunkt $(x_0, y_0$ bzw. $x'_0, y'_0)$ gleich sind:

$$\frac{\partial}{\partial x} f(x_0, y_0) = \frac{\partial}{\partial x} s(x'_0, y'_0) \quad \text{und} \quad \frac{\partial}{\partial y} f(x_0, y_0) = \frac{\partial}{\partial y} s(x'_0, y'_0) \quad (7.1)$$

Die gemessene Funktion $g(x,y)$ ergibt sich dann aus dem Segment der Oberflächenfunktion bis zum Kontaktpunkt $f(x_o, y_o)$ und dem Anteil der Sondenfunktion vom Koordinatenursprung bis zum Kontaktpunkt $s(x'_o, y'_o)$ zu

$$g(x,y) = f(x_o, y_o) - s(x'_o, y'_o) \quad (7.2)$$

bzw. mit der Koordinatentransformation $x'_o = x_o - x$, $y'_o = y_o - y$

$$g(x,y) = f(x_o, y_o) - s(x_o - x, y_o - y) . \quad (7.3)$$

Vereinfacht ausgedrückt, ist die gemessene Funktion $g(x,y)$ der Oberfläche die Bewegung des Koordinatenursprungs der Sonde im Koordinatensystem der Oberfläche unter der in Gl. 7.1 genannten Randbedingung.

Daraus lassen sich sofort einige Sonderfälle ableiten:

- Der Idealfall einer punktförmigen Sonde ($x'_o, y'_o = 0 \Rightarrow s(x_o - x = 0, y_o - y = 0) = 0$):

$$g(x,y) = f(x,y) . \quad (7.4)$$

Die gemessene Funktion ist identisch mit der Oberflächenfunktion. Eine Punktsonde ließe sich durch eine sehr lange, dünne Sonde mit einem kleinen Öffnungswinkel annähern. In der Praxis erweisen sich solche spitzen Sonden aufgrund einer zu kleinen lateralen Federkonstanten als zu instabil und daher ungeeignet.

- Ein steiles Oberflächenobjekt (z.B. ein Whisker der Höhe $f(x=x_o, x=y_o)=H$, sonst $f(x,y)=0$, s. Abb. 7.17):

$$g(x,y) = H - s(x'_o, y'_o) \quad (7.5)$$

Der Sonden-Apexbereich der Länge H erscheint als negatives Abbild. So geben die in Abb. 6.2 verrundet abgebildeten Stufen das negative Profil der verwendeten Sonde wieder.

- Oberflächenbereiche mit einer größeren Steigung als die maximal mögliche Sondensteigung erfüllen nicht die in Gl. 7.1 genannte Randbedingung und können nicht abgebildet werden. In dem Fall treten zwei oder mehr Kontaktpunkte auf. Der gesamte dazwischen liegende Bereich wird ebenfalls nicht erfaßt (vergl. Stufe in Abb. 7.17).

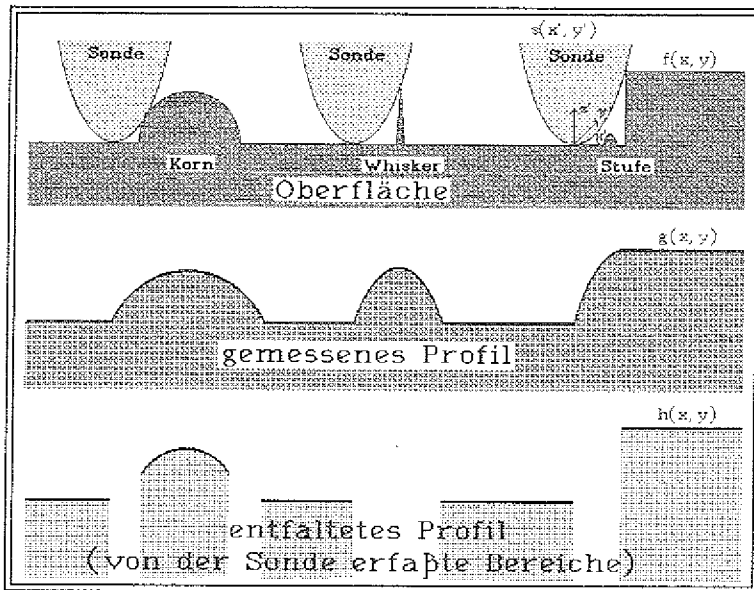


Abb. 7.17:

Bildverfälschung am Beispiel einer parabelförmigen Sonde: diverse Oberflächenstrukturen (Korn, Whisker, Stufe) werden durch die Sondengeometrie verfälscht abgebildet (mittlerer Profilschnitt). Die von der Sonde tatsächlich erfaßten Bereiche sind im unteren entfalten Profil zu sehen. Man erkennt, daß durch steile Strukturen die Sonde abgerastert wird. Der Informationsgehalt über das Oberflächenobjekt (z.B. Whisker oder Stufe) ist dann nahezu Null.

Aus diesen allgemeinen Überlegungen läßt sich, wie im folgenden gezeigt wird, ein numerisches Verfahren entwickeln, das geeignet ist, um aus den gemessenen Bildinformationen bei bekannter Sondengeometrie auf die tatsächliche Oberfläche zurückzuschließen.

Ein gerastertes Abbild der Oberfläche kann mathematisch auch als zweidimensionale Matrix $G(x,y)$ verstanden werden, deren diskrete Elemente die Meßwerte darstellen. Die lokale Bildsteigung

$$g_x = \frac{\partial}{\partial x} g(x,y) = \lim_{\Delta x \rightarrow 0} \frac{g(x + \Delta x, y) - g(x, y)}{\Delta x} \quad (7.6)$$

ergibt im diskreten Fall

$$G_x = G(x+1, y) - G(x, y) \quad \text{mit } \Delta x = 1. \quad (7.7)$$

Analog ergibt sich für die y-Richtung

$$G_y = G(x, y+1) - G(x, y) \quad \text{mit } \Delta y = 1. \quad (7.8)$$

Diese lokale Bildsteigung (G_x, G_y) entspricht der Steigung am Kontaktpunkt F_{xy} der Oberfläche und der Sonde S_{xy} :

$$\begin{aligned} G_x &= F_x = S_x = S(x_0 + 1, y_0) - S(x_0, y_0) \\ G_y &= F_y = S_y = S(x_0, y_0 + 1) - S(x_0, y_0) \end{aligned} \quad (7.9)$$

und liefert damit den um x_0, y_0 lateral verschobenen, und um $s(x_0, y_0)$ vertikal veränderten tatsächlichen Punkt der Oberfläche

$$F(x+x_0, y+y_0) = G(x, y) + s(x_0, y_0) . \quad (7.10)$$

Bei diesem Dekonvolutionsprozeß werden also ggf. nicht nur die Meßwerte verändert, sondern auch innerhalb der Raster-Matrix umverteilt. Wie in Abb. 7.17 zu erkennen ist, rekonstruieren sich dabei die von der Sonde erfaßten Bereiche. Solche Bereiche, die nur primär einen Teil der Sonde selbst zeigen, werden durch den Entfaltungsprozeß so umsortiert, daß Lücken entstehen. Diese Lücken entsprechen den Bereichen, die nie von der Sonde erfaßt wurden.

Anmerkung 1:

Der Prozeß der Dekonvolution reagiert empfindlich gegenüber Rauschen auf den Meßwerten, da dies zu Schwankungen in der Steigung und damit nach Gl. 7.9 zu einem Fehler in der Kontaktpunktbestimmung führt.

Anmerkung 2:

Die Dekonvolution ist nur dann eindeutig, wenn die Ableitungsfunktion der Sonde für $|x| \mapsto \infty$ streng monoton ansteigend ist. Hierzu eignen sich z. B. rotationsparaboloidförmige Sonden der allgemeinen Form $z' = s(x, y) = x^{2n} + y^{2n}$ mit $n \geq 1$.

Besser geeignet sind kugelförmige Sonden, wie sie in Abb. 5.5c zu sehen sind:

- ✦ Die Rotationssymmetrie ist beim Präparationsprozeß eher gewährleistet, so daß für die Dekonvolution nur der Kugelradius R ermittelt werden muß (z. B. mit einem Elektronenmikroskop).
- ✦ Bei einem genügend engen Schaft beschränkt sich der Kontaktbereich nur auf den halbkugelförmigen Apexbereich.
- ✦ Die Sondensteigung $|\infty|$ ist bereits bei $|x|=R$ erreicht, so daß auch sehr steile Strukturen noch erfaßt werden.

Im Meß- und Auswerteprogramm (s. Abschn. 5.5.1) wurde der beschriebene Dekonvolutionsprozeß für rotationsparaboloid- und kugelförmige Sonden implementiert. Das Ergebnis einer Rückfaltung am Beispiel der Strichgitterstruktur aus Abb. 6.2 zeigt die Abbildung 7.18. Das Profil der Sonde wurde dazu, in Y-Richtung gemittelt, dem Profil der Stufen entnommen und durch eine rotationsparaboloidförmige Sonde angenähert. Wie zu erwarten, wurden die Meßwerte räumlich so umstrukturiert, daß besonders in den Vertiefungen und den Kanten die Lücken erkennbar werden, die durch die Sonde nicht erfaßt wurden. Die Oberseite der Al-Bahnen

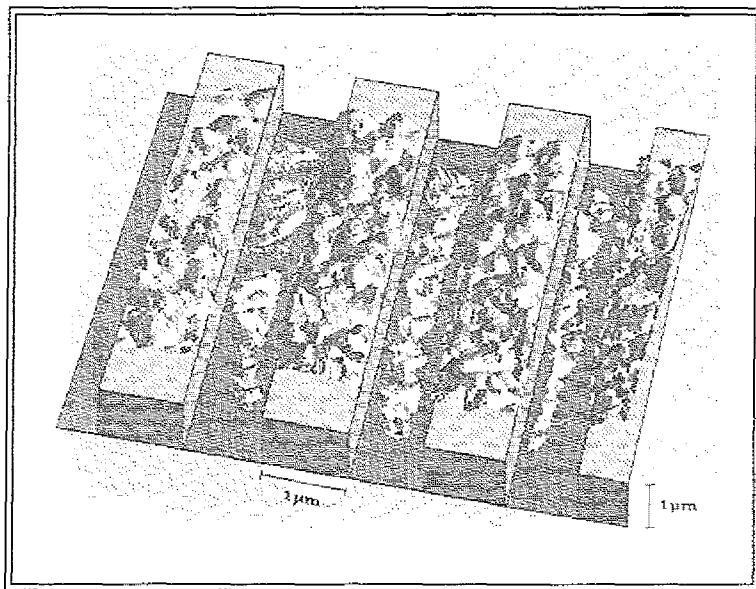


Abb. 7.18:

Ergebnis einer Dekonvolution mit einer rotationsparaboloidförmigen Sonde. Es sind nur noch diejenigen Oberflächenfragmente erkennbar, die von der Sonde tatsächlich erfaßt worden sind und nun im Rahmen der Abtastauflösung die Oberfläche wiedergeben. Zur visuellen Unterstützung wurde schematisch ein räumliches Strichgitter unterlegt.

ist dagegen fast vollständig rekonstruiert worden und unterscheidet sich kaum von dem gemessenen Rasterbild in Abb. 6.2. Nur sehr steile Kornstrukturen weisen an den Flanken Fehlstellen auf. Der gesamte

$$\text{rel. Informationsgehalt} = \frac{\text{Anzahl der rekonstruierten Oberflächenpunkte}}{\text{Anzahl der Meßpunkte}}$$

beträgt in diesem Bild etwa 0,8.

Das beschriebene Verfahren funktioniert natürlich nur, wenn das Profil der Sonde genau bekannt ist. Eine Möglichkeit besteht in der schon erwähnten zusätzlichen REM-Untersuchung, sowie in der Verwendung definierter Kugelsonden. Eine andere besteht darin, das Profil der Sonde an einer Teststruktur mit steilen Kanten zu ermitteln.

Die Form der von uns bei den Topographie-Messungen in Abschnitt 7.2 verwendeten Wolfram-Sonden entspricht näherungsweise dem einer kegelförmigen Spitze mit einem Öffnungswinkel von etwa 10° und einem Verrundungsradius von 10nm (vergl Abb. 5.5a). Deshalb kann man bei gemessenen Oberflächenobjekte mit Abmessungen $>20\text{nm}$ und einer Steilheit $<80^\circ$ davon ausgehen, daß sie im wesentlichen die Gestalt der realen Oberflächenobjekte wiedergeben. Die RKM-Bilder in Abschnitt 7.2 zeigen also relativ unverfälscht die Struktur der Oberfläche.

7.3.3 Laterale Auflösung des Verfahrens

Aus den Aussagen des vorgehenden Abschnitts wird verständlich, daß die mesoskopische Auflösung der RKM-Bilder, die im Kontakt-Modus aufgenommen worden sind, nicht nur von der Morphologie der Oberfläche sondern auch von der Sonde abhängt. Liegen keine Informationen über die äußere Form der Sonde vor, so ist die Angabe einer Auflösung für das gemessene Bild nicht aussagekräftig, weil die gemessenen Strukturen auch die Sonde bzw. Fragmente der Sonde darstellen könnten.

Die Angabe einer Auflösung ist also nur dann sinnvoll, wenn die Form der Sonde hinreichend genau genug bekannt ist. Die Auflösung bezieht sich dann direkt auf das rekonstruierte Bild der Oberfläche und läßt sich definieren als der Abstand zweier Objekte auf der Oberfläche, die noch getrennt wiedergegeben werden. Für Lücken im rekonstruierten Bild ist die Auflösung dann nicht definiert. Die Untergrenze der Auflösung ist dann durch die Größe der in Gl. 3.17 definierten Kontaktfläche gegeben.

Kapitel 8

Abbildung und Charakterisierung von lokalen magnetischen Oberflächenstreufeldern

Im Rahmen dieser Arbeit wurden magnetische Materialien mit dem MKM untersucht, die sowohl in der magnetischen Datenspeichertechnologie, als auch als ideale Meßobjekte zu grundlegenden mikromagnetischen Fragen eine Bedeutung haben. Die experimentellen Ergebnisse werden im Zusammenhang mit den in Kap. 4 aufgeführten Kontrastmechanismen der Dipol- und Monopol-WW diskutiert. Der Einfluß der magnetischen Sonde läßt dabei klar die Möglichkeiten und Grenzen dieser neuen magnetischen Abbildungstechnik erkennen.

8.1 Messungen der Streufeldverteilung am Spalt eines Miniatur-Videokopfes

Die in Kap. 6.4 zur Kalibrierung an einer stromdurchflossenen Leiterschleife durchgeführten Messungen haben gezeigt, daß es prinzipiell möglich ist, stromdurchflossene Mikrostrukturen mit dem MKM abzubilden. Zur Zeit werden einige kommerzielle Miniatur-Videoköpfe systematisch sowohl morphologisch (s. dazu Kap. 7.2.2), als auch magnetostatisch mit dem RKM/MKM untersucht, um zusätzliche Informationen zwecks einer möglichen Optimierung zu gewinnen.

In der praktischen Anwendung wird die um den Wickelkörper geführte Spule (10Wdg. Cu-Draht auf einer Länge von 1mm) mit einem hochfrequenten Wechselfeld angesteuert. Bisher ist unklar, ob die bei der dynamischen Aussteuerung ablaufenden Wandverschiebungen bzw. Ummagnetisierungsprozesse in dem einkristallinen Ausgangsmaterial des Wickelkörpers (Mangan-Zink Ferrit) die Streufeldstruktur am etwa 300nm breiten und 70 μ m langen Spalt merklich beeinflussen.

Die MKM-Messungen beschränken sich dabei natürlich auf die am Spalt entstehende Streufeldverteilung im stationären Gleichgewicht, wenn sich die durch das aussteuernde Spulenfeld erzeugte Magnetisierung bereits eingestellt hat und sich zeitlich nicht mehr ändert. Die Messungen bei konstantem Spulenstrom lassen also nur Aussagen über die Streufeldverteilung im statischen Betrieb zu.

Die Abb. 8.1 zeigt zwei typische MKM-Aufnahmen über dem Spalt am Rande des eingeschmolzenen Quarzfadens (vergl. Abb. 7.12) bei einem Spulenstrom von 5mA bzw. - 5mA, die mit einer spitzen Nickelsonde aufgenommen worden sind.

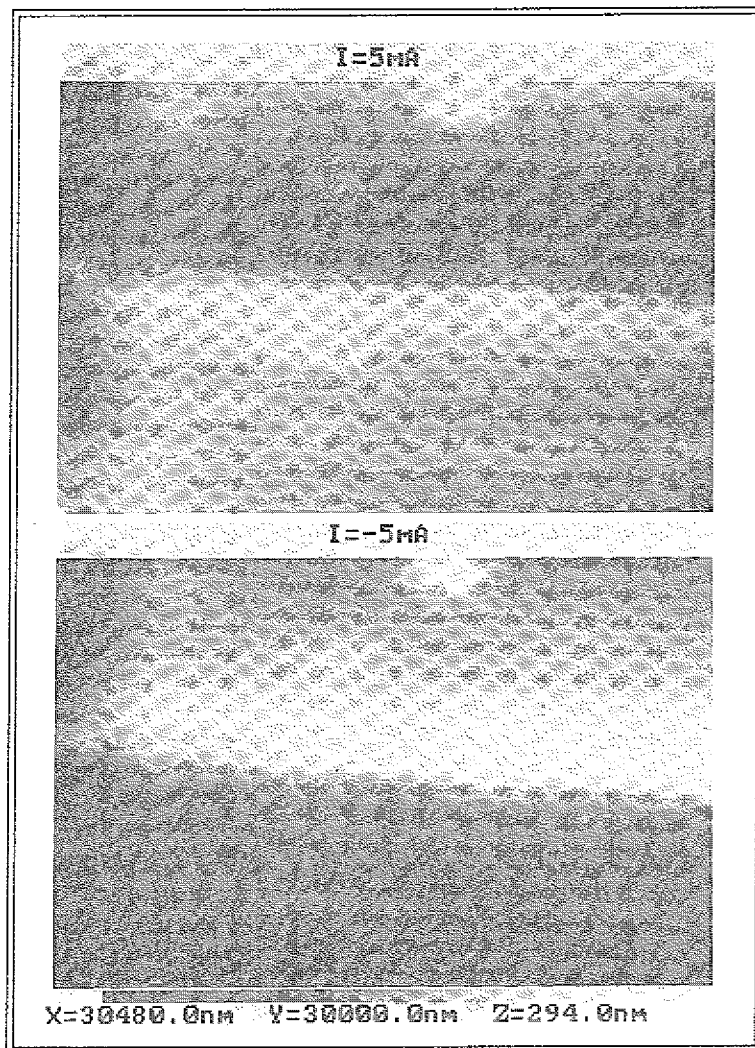


Abb. 8.1:

MKM-Aufnahme der Streufeldverteilung über dem Spalt des Videokopfes.

Der Spalt verläuft horizontal in der Bildmitte. Am linken Bildrand beginnt der Übergang vom magnetischen Wickelkörper zum eingeschmolzenen Quarzfaden (s. auch Abb. 7.12). Die hellen Flecken sind Oberflächenverunreinigungen.

Der Spulenstrom beträgt

5mA im oberen Teilbild und
-5mA im unteren Teilbild.

($\cong H = \pm 50 \text{ A/m}$)

Sonde: elektrolyt. spitze Nickel-
sonde

Abstand zur Oberfläche bei
 $H=0$ ca. 250–300nm aufgrund
der relativ rauen Oberfläche
(vergl. Abb. 7.12b)

Durch die relativ große Ausdehnung des Streufeldes von mehreren Mikrometern darf eine reine Dipol-WW angenommen werden. Bei einer Sondenmagnetisierung entlang der Spitze ist der Kraftverlauf bzw. die gemessene Z-Abstandsvariation über dem Spalt dann proportional zur z-Komponente des Streufeldgradienten ($\partial H_z / \partial z$).

Wenn die Magnetisierung des Wickelkörpers in der Nähe des Spaltes bei externer Feldansteuerung ideal senkrecht zum Spalt und parallel zur Oberfläche verläuft, dann wird die Streufeldstruktur praktisch ausschließlich durch Randstreuung der Beladung auf den Stirnflächen beiderseits des Spaltes bestimmt (innere Flußführung).

Das Ergebnis einer Profilauswertung orthogonal zum Spalt bei einer Feldstärke des ansteuernden Feldes von +50A/m in Abb. 8.2 zeigt qualitativ auch den erwarteten Verlauf. Allerdings ergibt ein Vergleich des lateralen Abstands der Extremwerte ($\approx 2\mu\text{m}$) mit der Spaltbreite ($\approx 300\text{nm}$), daß die Extremwerte nicht direkt an den

Stirnflächen lokalisiert sein können. Sowohl der im Vergleich zum Abstand der Extremwerte geringe Abstand zur Oberfläche (250-300nm) und eine typ. Domänengröße von einigen 100nm, als auch Symmetriegründe schließen die Sondengeometrie als Ursache dafür aus.

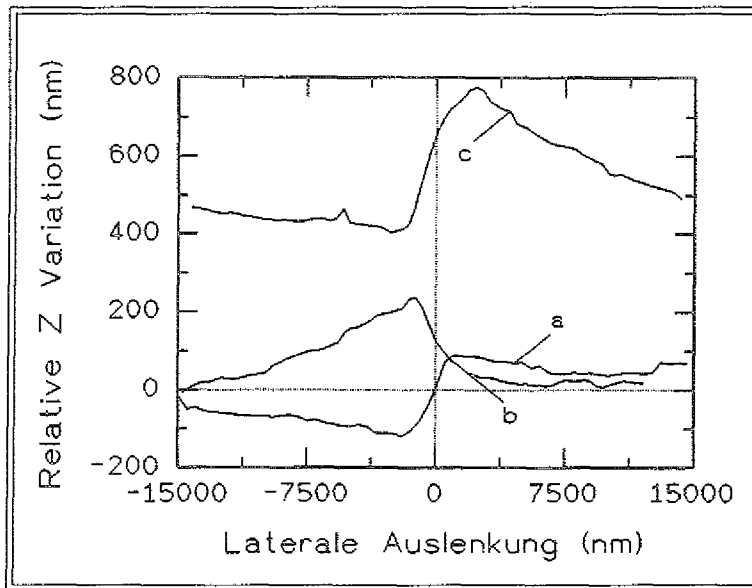


Abb. 8.2:

Relative Z-Variation des Spitze-Probendistanz entlang eines Weges orthogonal zum Spalt bei verschiedenen aussteuernden Spulenfeldern:

a: 50 A/m

b: -50 A/m

c: 100 A/m

Der Spalt ist etwa bei $x=0$ lokalisiert. Die Kurve c ist um 500nm zu höheren Werten verschoben.

Bei einer Verdopplung der ansteuernden Feldstärke auf 100 A/m verdoppelt sich ebenfalls der laterale und vertikale Abstand der Extremwerte. Das Maximum verschiebt sich dabei leicht in Richtung eines Schenkels. Wird das äußere Feld umgepolt (Kurve b in Abb. 8.2 mit $H=-50$ A/m) ist die Asymmetrie besonders ausgeprägt und unterscheidet sich im Profilverlauf bei +50 A/m durch ein ausgeprägtes Maximum auf der linken Schenkelhälfte. Dies läßt den Schluß zu, daß auch die Oberfläche im Bereich des Spaltes beladen ist (vergl. Abb. 8.3).

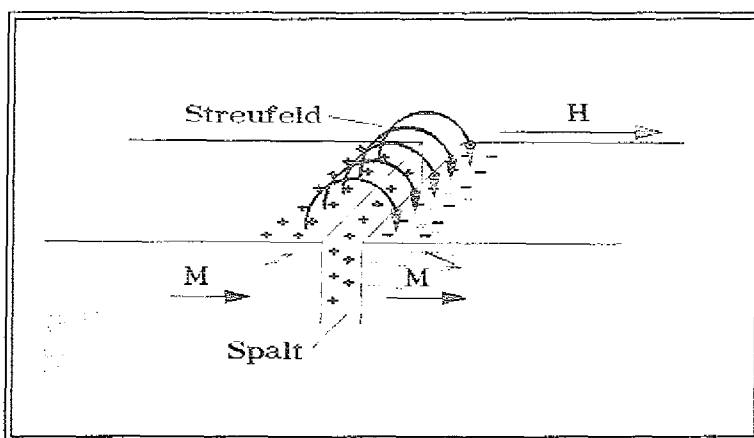


Abb. 8.3:

Entstehung von Streufeldern über dem Spalt des Videokopfes (schematisch).

Die Ursache liegt sicher in der vom Hersteller gewünschten lokalen Verspannung des Materials in der Nähe des Spaltes durch den eingeschmolzenen Quarzfaden. Diese Materialverspannungen und die damit verbundene magnetostriktive Energie führen zu einer energetisch günstigen Domänenkonfiguration im Bereich des Spaltes mit einer Oberflächenbeladung und einem äußeren Streufeldschluß.

Ob der Ummagnetisierungsprozeß eine Hysterese aufweist, muß noch genauer untersucht werden. Die unterschiedlichen Profilverläufe bei $\pm 50 \text{ A/m}$ deuten darauf hin. Ohne äußere Feldansteuerung, bei $H=0$, konnte allerdings bisher kein remanentes Verhalten gemessen werden.

Die bisherigen Ergebnisse führen zu dem Resultat, daß die Eigenschaften der Streufeldstruktur durch ein vom Spalt ausgehendes, inhomogenes entmagnetisierendes Feld bestimmt werden, daß über eine inhomogene Magnetisierung neben einer Beladung der Spalt-Stirnflächen und Seitenflächen (dies lassen die MKM-Aufnahmen in Abb. 8.1 erkennen) auch zu einer Beladung der Oberfläche führt.

8.2 Longitudinale und transversale magnetische Aufzeichnungsmedien

Hohe Massenspeicherkapazitäten bei gleichzeitig kurzen Zugriffszeiten erzielt man mit magnetischen und magnetooptischen Plattenspeichern. Bei dem klassischen induktiven Verfahren mit einem Ring-Magnetkopf erfolgt die Aufzeichnung longitudinal, d.h. mit in Bewegungsrichtung magnetisierten Magneteilchen (Absch. 8.2.1). Eine höhere Bitdichte erzielen magnetooptische Speicherschichten mit senkrecht zur Schichtebene magnetisierten Domänen. Solch ein Speichermedium ist Gegenstand der MFM-Untersuchung in Abschnitt 8.2.2.

8.2.1 Diskette als magnetischer Datenträger

Untersucht wurde eine ganz gewöhnliche $3\frac{1}{2}$ -Zoll "NONAME" HD-Diskette mit einer formatierten Speicherkapazität von ca. 1,4 MByte. Inklusive der Formatierungsdaten beträgt die Speicherkapazität etwa 2MByte. Pro Spur ergibt das eine Kapazität von 100KBit. In den äußeren Spuren mit einem Radius von 4cm, bzw. Umfang von etwa 25cm, beträgt der Bitabstand dann rein formal etwa $2,5\mu\text{m}$. Der genaue Abstand der Flußwechsel ergibt sich bei der Berücksichtigung des Aufzeichnungsverfahrens. Üblicherweise wird für die Datenaufzeichnung das MFM-Verfahren (*Modified Frequency Modulation*) verwendet [8.1]. Hierbei wird bei jedem Takt- oder Datenpuls auf der Diskette durch den Magnetkopf ein Flußwechsel erzeugt. Die Trennung zwischen Takt- und Datenbits erfolgt dabei nach folgender

Regel: ein 1-Bit-Signal ist mit dem Taktpuls indentisch; bei einer Null wird am Anfang der Bitzelle ein Taktpuls übertragen, wenn kein 1-Signal davor steht. Speziell bei einer periodischen Bytefolge $55_{hex}=01010101_{bin}$ werden also keine zusätzlichen Taktpulse im Datenbereich aufgezeichnet, so daß der Abstand zweier 1-Signal Flußwechsel $5\mu m$ beträgt.

Um die Spuren auf der Diskette zu lokalisieren, wurde ein kleiner Bereich wie in Abb. 8.4 mit etwas Ferrofluid benetzt. In der Verlängerung der Spuren im ferrofluidfreien Bereich wurde anschließend mit dem MKM die in Abb. 8.5 dargestellte Bitstruktur gemessen.

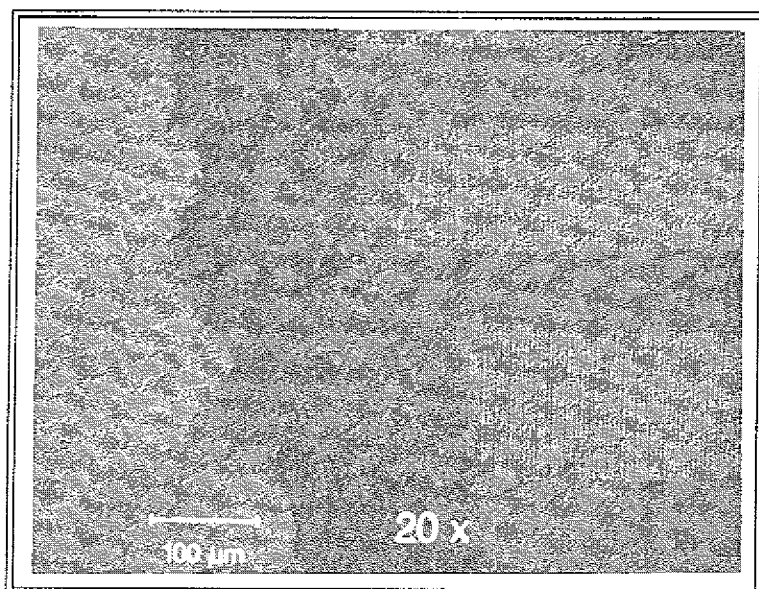


Abb. 8.4:

Bittermuster von Bitspuren auf einer kommerziellen $3\frac{1}{2}$ -Zoll Diskette. Die Breite der Spuren beträgt etwa $150\mu m$.

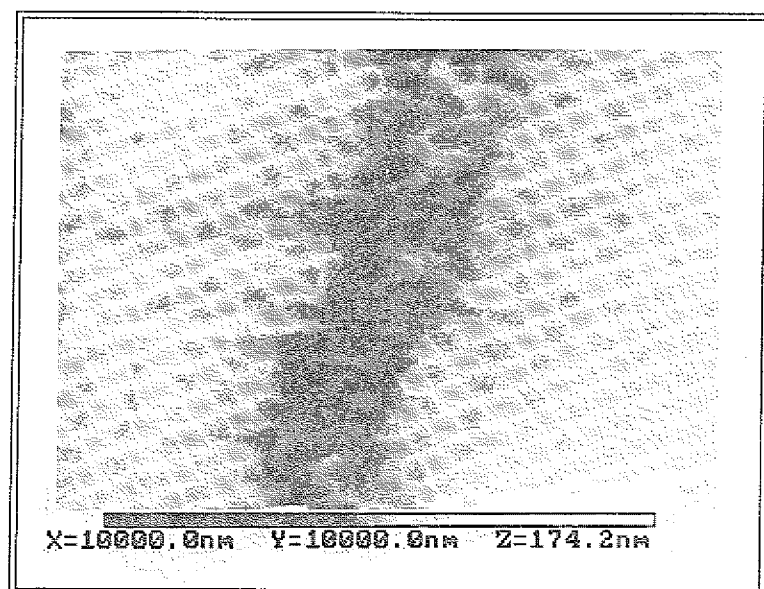


Abb. 8.5:

MKM-Aufnahme einer Bitstruktur auf einer kommerziellen $3\frac{1}{2}$ -Zoll Diskette. Die X-Rasterrichtung verläuft nahezu senkrecht zur Bitstruktur und damit parallel zur Spur in Abb. 8.4.

Mittlerer Abstand zur Oberfläche etwa $450nm$ bei konst. Kraft von $5\cdot 10^{-9}N$.

Die dunkle Doppellinie läßt eine abstoßende magnetische Kraftwechselwirkung mit einem deutlichen inhomogenen Feldverlauf entlang der Bitstruktur erkennen. Die Ursache für die lokalen Feldänderungen entlang der Struktur liegt in der Größe der CrO_2 -Partikel: Wie die vergleichende Oberflächenuntersuchung in Abb. 7.10 gezeigt hat, beträgt die Partikelgröße etwa $0,5\text{-}2\mu\text{m}$. Sie ist damit in der Größenordnung vergleichbar mit der, über die wechselnde Magnetisierung eingeschriebenen, Bit-Information parallel zur Spur.

8.2.2 Magnetooptische Speicherschichten

Das beschriebene magnetooptische Speichermaterial aus einer ferrimagnetischen, nahezu amorphen Legierungsschicht aus Seltenen Erden (hier: GdTb) und Übergangsmetallen (hier: Fe) wurde uns freundlicherweise von der Fa. Bull/Paris zur Verfügung gestellt. Die genaue Schichtfolge ist der Abb. 8.6 zu entnehmen. Die Al_2O_3 Zwischenschichten erhöhen den magnetooptischen Kerrkontrast in Verbindung mit der reflektierenden Aluminiumschicht. Als Schutzschicht wurde SiO_2 aufgedampft. Damit beträgt der Mindestabstand der Sonde zur magnetisch aktiven GdTbFe-Schicht etwa 130nm .

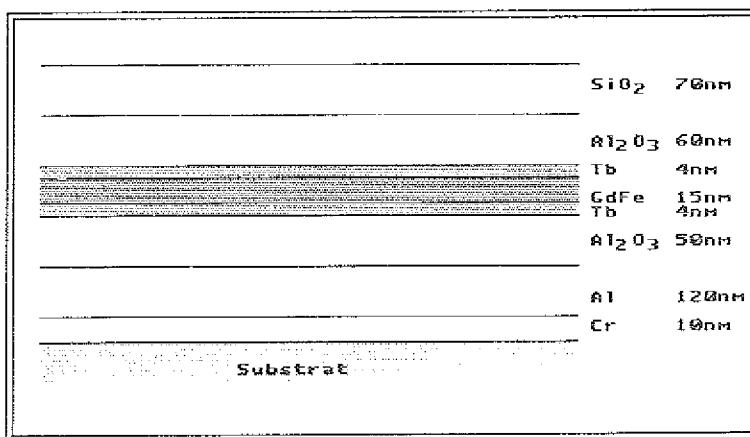


Abb. 8.6:

Anordnung der einzelnen Schichten in dem magneto-optischen Datenträger. Das Substrat besteht aus Pyrexglas.

Weitere magnetische Materialeigenschaften sind:

Curie-Temperatur $T_c \approx 200^\circ\text{C}$,

Sättigungsmagnetisierung $M_s \approx 45 \cdot 10^3\text{A/m}$ und

Koerzitivfeldstärke $H_c \approx 1,7 \cdot 10^3\text{A/m}$.

Die Bit-Domänen sind nicht, wie sonst üblich, thermomagnetisch eingeschrieben worden, sondern mit einem Magnetkopf. Die Bitfolge innerhalb einer Spur besteht, wie in der Abb. 8.7 zu erkennen ist, aus etwa $10\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$ großen Domänen, die

in einem Abstand von $2\mu\text{m}$ periodisch eingeschrieben sind. Die sichelförmige Feinstruktur an den beiden Längsseiten der Domäne resultiert wahrscheinlich aus dem Randstreufeld des Schreibkopfes. Die wachstums- und strukturbedingte Senkrechthanisotropie mit leichter Achse in Schichtnormale, die größer als die Formanisotropieenergie sein muß, resultiert in einer Magnetisierungsrichtung innerhalb der Domänen senkrecht zur Schichtoberfläche. Die damit verbundene Beladung der Oberfläche führt zu einem lokalisierten Streufeld über den Domänen. Demnach sollte es möglich sein, mit dem MKM die Domänen selbst, und nicht die Domänengrenzen abzubilden.

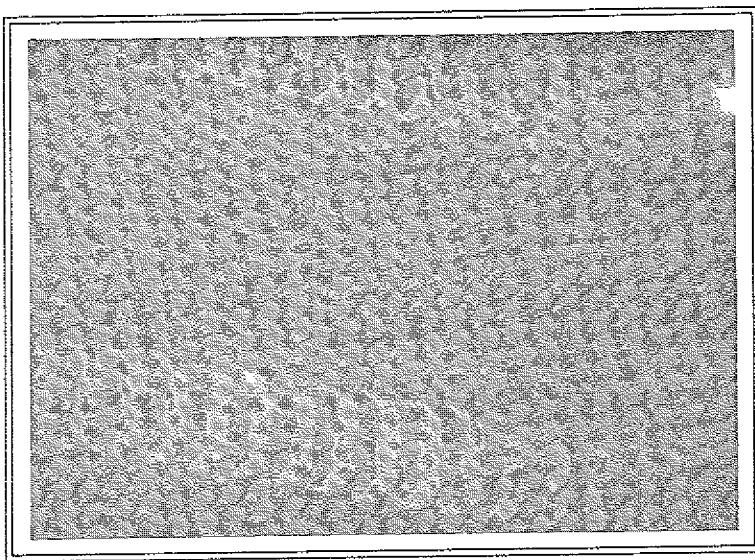


Abb. 8.7:

Kerr-Aufnahme von Bit-Spuren in der magnetooptischen Speicherschicht. Die Spurbreite beträgt etwa $10\mu\text{m}$.

Aufnahme: Fa.Bull/Paris

Zunächst wurde mehrfach ohne Erfolg versucht, die Domänenstruktur mit dem MKM abzubilden. Ein Grund war die nichtleitende SiO_2 -Schutzschicht, durch die eine ungewollte Sonden-Proben Berührung möglich ist, weil die für die elektrostatische Hilfskraft notwendigen leitfähigen Bezugsschichten unter der Isolatorschicht liegen (vergl. Abb. 8.6).

Durch eine vergleichende Kerr-Beobachtung stellte sich aber sehr schnell die Hauptursache heraus: das Eigenstreufeld der elektrolytisch präparierten spitzen ferromagnetischen Nickelsonden. Bei den meisten Sonden war das Eigenstreufeld so groß, daß schon in einer Entfernung von einigen μm zur Oberfläche plötzlich kleine, kreisförmige Domänen in der magnetischen Speicherschicht induziert wurden. Die Folge: die mit dem MKM abzubildende Bit-Domänenanordnung wird "gelöscht". Einige, mit der Magnetsonde "beschriebene", rechteckige Raster-Bereiche sind in der rechten Kerr-Aufnahme in Abb. 5.14 zu erkennen und durch Pfeile markiert.

Es gelang sogar, mit einer Nickel-Sonde, bei der Annäherung an die Probe, in einer Entfernung von etwa $3\mu\text{m}$ eine kreisförmige Domäne zu erzeugen, und diese dann bei größerem Abstand (ca. $4\text{--}5\mu\text{m}$) abzubilden, wie die Abb. 8.8 zeigt (Bit-Schreiben und -Lesen mit dem MKM!).

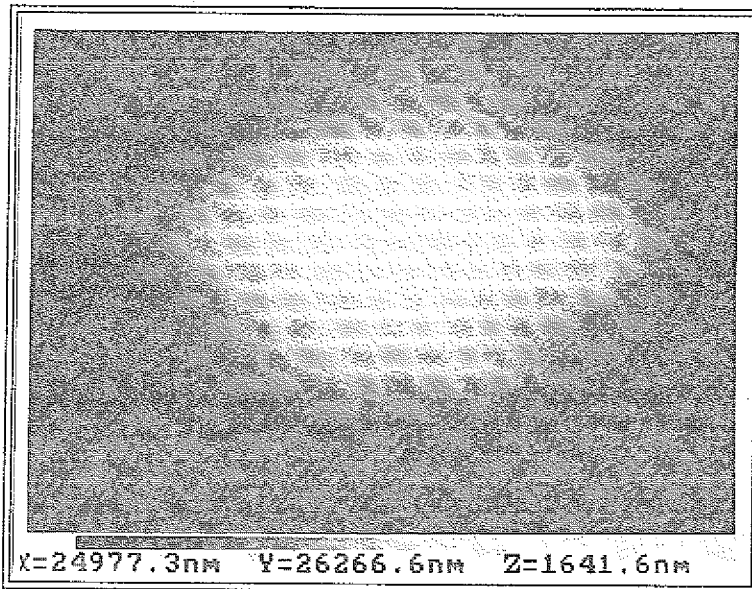


Abb. 8.8:

MKM-Aufnahme einer, mit dem Streufeld einer Nickel-Sonde in einem Abstand von etwa $3\mu\text{m}$ erzeugten, kreisförmigen Domäne. Für die Aufnahme wurde der Abstand auf ca. $4\text{--}5\mu\text{m}$ erhöht. Der Durchmesser der erzeugten Domäne beträgt etwa $15\mu\text{m}$.

Die maximale anziehende Kraft-WW liegt etwa im Zentrum der nahezu kreisförmigen Struktur. Die Richtung der wirkenden Kraft ist konsistent mit der Magnetisierungsrichtung M_p der künstlich eingeschriebenen Domäne und dem Streufeld der Sonde H_s und resultiert folglich, wegen $M_s \uparrow \uparrow H_s \uparrow \uparrow M_p$, in einer anziehenden Kraft-WW.

Das Streufeld H_s der Sonde muß, in der für die destruktive WW auftretenden Entfernung vom Sondenende, das Anisotropiefeld der Probe

$$H_k = 2k/(\mu_0 M_s) \quad (8.1)$$

überwinden, das die Magnetisierung in die leichte Richtung zurückdrehen will. Erst dann bildet sich ein Magnetisierungskeim. Die Domäne wächst solange mit dem Radius R , bis das für die Wandbewegung zuständige, koerzitive Haftreibungsfeld $H_c(R)$ gleich dem äußeren Sondenstreufeld ist ($H_s - H_c(R) = 0$) [8.2]. Die kritische Anisotropiefeldstärke kann leider nicht berechnet werden, da uns die Anisotropiekonstante k des Materials nicht bekannt ist.

HARTMANN [4.8] formuliert eine allgemeine Bedingung für den nicht destruktiven Betrieb des MFM:

$$H_k^{\text{Probe}}/M_s^{\text{Sonde}} \geq 1 \quad \text{und} \quad H_k^{\text{Sonde}}/M_s^{\text{Probe}} \geq 1.$$

Das bedeutet, daß die Magnetkraft-Mikroskopie magnetisch nicht destruktiv nur auf hartmagnetischen Werkstoffen ist.

Bei den Versuchen stellte sich heraus, daß ca. 20% der Nickel-Sonden in einer geringen Entfernung von mehreren 100nm vom Sondenapex ein so geringes Eigenstreufeld aufwiesen, daß eine nicht destruktive Abbildung der Bit-Domänen in dem GdTbFe-Film möglich war. Die Abb. 8.9 zeigt hierzu zwei typische MKM-Aufnahmen von der Bit-Spur, die konsistent zu der entsprechenden Kerr-Aufnahme in Abb. 8.7 sind. Es werden also nicht die Domänengrenzen abgebildet, sondern durch das Streufeld über den vertikal magnetisierten Domänen die Domänen selbst.

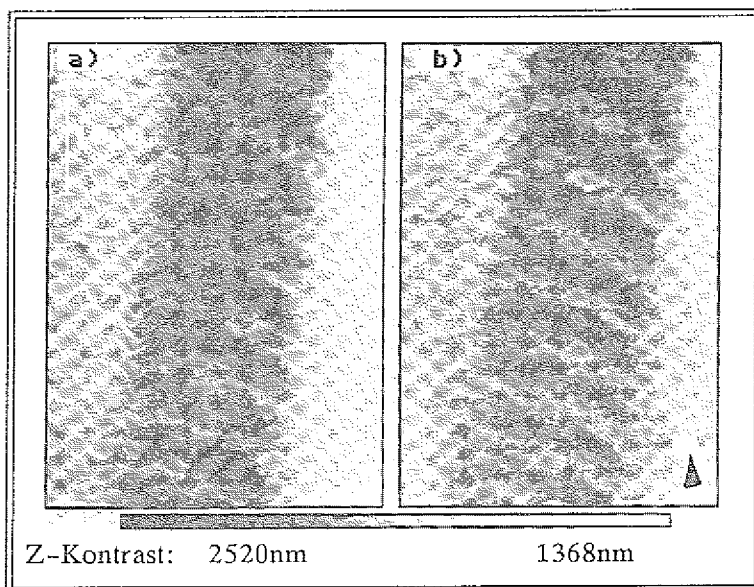


Abb. 8.9:

MKM-Aufnahme von Bit-Domänen mit einer vertikalen Magnetisierung.

Abstand zur magnetooptischen Speicherschicht:

Linkes Bild: $\approx 1,5\mu\text{m}$.

Rechtes Bild: $\approx 800\text{nm}$.

Der helle Punkt im rechten Bild ist durch eine lokale elektrostatische Aufladung verursacht (s. Pfeil).

Sonde: Nickelspitze

Konst. Kraft: $\approx 5 \cdot 10^{-10}\text{N}$

Die gegenüber der Umgebung dunkleren Domänen kennzeichnen eine abstoßende Kraftwirkung. Der geringe Kontrast wird durch mehrere Gründe verursacht:

- eine geringe Ortsauflösung durch einen relativ großen Sonde-Probe Abstand
- und einen Rauschhintergrund.

Aufnahmen von Bit-Spuren in CoCr-Schichten von anderen Autoren [8.3] zeigen einen ähnlichen, rein magnetischen Rauschuntergrund. Bei diesen Proben ist bisher aber nicht klar, ob das niederfrequente Rauschen im Bild magnetischen oder elektrostatischen Ursprungs ist, weil die Probenoberfläche mit einer nichtleitenden SiO_2 -Schicht bedampft ist. Das starke lokale Aufladungen möglich sind, zeigt die Aufnahme der Abb. 8.9 in der rechten unteren Bildhälfte. An dieser Stelle hatte

die Sonde vorher die Oberfläche berührt (Tip-Crash) und eine kreisförmige lokal elektrische Ladung deponiert. Eine inhomogene elektrostatische Aufladung der gesamten Oberfläche ist also ebenfalls denkbar.

Bei einem großen Abstand zwischen der Sonde und der Oberfläche ist der geringe Kontrastunterschied der einzelnen Domänen entlang der Spur sehr auffällig. Er resultiert aus dem relativ großen Abstand $z \approx 1,5 \mu\text{m}$ zur magnetischen Schicht.

Die Größe der, bei der Kalibrierung in Kap. 6.4 ermittelten Sonden-Domäne von 500nm ist klein im Vergleich zu den abgebildeten Bit-Domänen (einige μm). Die MKM-Bilder in Abb. 8.9 geben also den Magnetfeldgradienten über den Domänen wieder (Dipol-WW, s. Kap. 4.4.1).

8.3 Melt-Spun Band

Bei der Annäherung einer Nickel-Sonde an die Oberfläche des nanokristallinen VITROVAC Melt-Spun Bändchens aus Kap. 7.2.2 (von der Walze abgewandte Seite), wurde immer eine starke, rein attraktive magnetostatische Kraft-Abstandsabhängigkeit beobachtet (s. Abb. 6.7). Diese Messung wurde an mehreren verschiedenen Stellen auf der Oberfläche wiederholt. In jedem Fall konnte das gleiche Verhalten gemessen werden. Die WW ist deutlich größer als eine vergleichende, rein elektrostatische WW (s. Abb. 6.7) und global auf der gesamten Oberfläche meßbar. Diese rein magnetostatische Kraft kann deshalb als Regelmeßgröße im Konstant-Kraft Modus verwendet werden. Die Abb. 8.10 zeigt

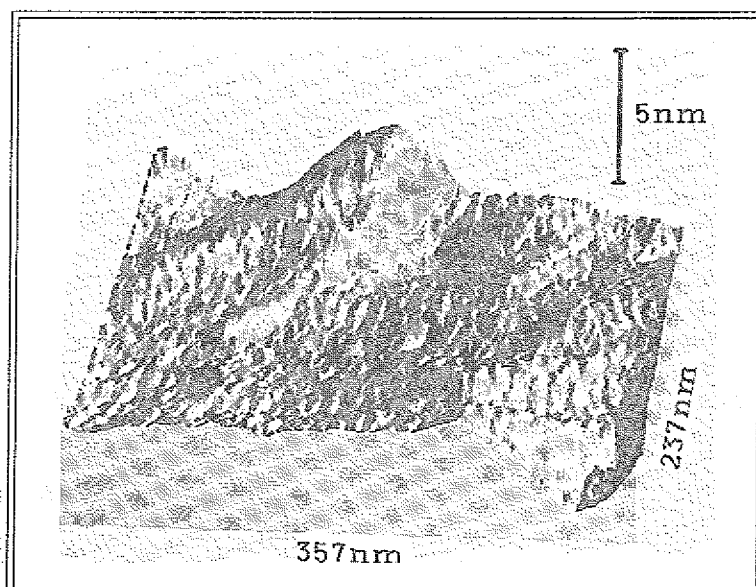


Abb. 8.10:

MKM-Aufnahme auf einer Melt-Spun Oberfläche (von der Walze abgewandte Seite) im Konst.-Kraft-Modus.

Mittlerer Abstand: 50nm

Kraft $\approx 1 \cdot 10^{-7} \text{N}$ rein magnetostatisch und attraktiv

(Sonde und Probe elektrisch kurzgeschlossen).

Sonde: elektrolyt. geätzte Nickel-Spitze.

eine typische Aufnahme bei einer Kraftvorgabe von etwa $1 \cdot 10^{-7} \text{N}$, die in einem mittleren Abstand von 50nm zur Oberfläche aufgenommen wurde.

Neben größeren erhobenen und vertieften Strukturen mit einer Ausdehnung von etwa 50-100nm, sind schwache, höherfrequente Anteile zu erkennen, die meanderförmige Strukturen ausbilden. Es handelt sich hierbei nicht um ein 50Hz-Störsignal oder um eine periodische Hebelarmschwingung. Allerdings ist es bei dem Abstand von 50nm zur Oberfläche fraglich, ob diese Feinstrukturen, mit einer Breite von etwa 5-10nm die der Kristallitgröße entspricht, die Auflösung gegenüber magnetischen Strukturen auf diesem Material widerspiegeln, obwohl es sich hierbei um eine rein magnetische WW handelt. Da dieses Material sehr weichmagnetisch ist, ist es daher eher wahrscheinlich, daß der beobachtete Magnetkontrast primär durch das Eigenstreufeld der Sonde verursacht wird, wie in der nachfolgenden Abschätzung gezeigt wird.

Aus den magnetischen Eigenschaften des Materials [8.4],

der Anisotropiekonstante $k \approx 1 \cdot 10^3 \text{J/m}^2$ und

der Sättigungsmagnetisierung $M_s = 947 \cdot 10^3 \text{A/m}$,

läßt sich nach Gl. 8.1 eine Anisotropiefeldstärke von $H_k = 840 \text{ A/m}$ berechnen. Dieser Wert wird nach der Näherung von Gl. 5.7 durch das Eigenstreufeld H_{Sonde} einer Nickel-Sonde (Dipol-Näherung) in einem Abstand von 400nm zum Sondenapex erreicht. Diese Distanz stimmt relativ gut mit dem in einer Entfernung von 450nm beobachteten Übergang in dem gemessenen Annäherungsverlauf von Abb. 6.7 überein. Das Potenzgesetz, und damit die Steigung im Kurvenverlauf, ändert sich durch die Verringerung des Abstandes bei diesem Übergang von 2 auf 1. Der Werkstoff muß unterhalb der kritischen Entfernung in einem lokalen Volumenbereich V_{eff} mit $H_{\text{Sonde}} \geq H_k$ unter der Sonde vollständig ummagnetisiert sein.

Die Kraft-WW läßt sich dann beschreiben durch

$$F(x,y,z) = \mu_0 V_{\text{eff}} M_{\text{Probe}}(x,y,z) \frac{\partial H_{\text{Sonde}}}{\partial z} \quad (8.2)$$

Der in Abb. 8.10 beobachtete Magnetkontrast ist danach als Bild der lokal variierenden Magnetisierung aufzufassen.

Damit eröffnet sich auf amorphen, weichmagnetischen Materialien eine völlig neu Möglichkeit der lokalen Suszeptibilitätsmessung mit dem Streufeld einer ferromagnetischen Sonde.

8.4 Untersuchung der lokalen Streufeldverteilung an der Oberfläche ferromagnetischer Einkristalle

In einem unendlich ausgedehnten ferromagnetischen Kristall ist der Übergangsbereich, bei der sich die Magnetisierung um 180° dreht (180° -Wand), durch das Gleichgewicht zwischen der Austauschwechselwirkung (welche die Spins möglichst parallel ausrichtet) und der Kristallanisotropie (Ausrichtung bevorzugt in Richtung der sog. magnetisch leichten Achse) bestimmt [8.5]. In einem realen Kristall führt die begrenzende Oberfläche zu einer magnetischen Oberflächenbeladung in Bereich der Wand (die Normalenkomponente der Magnetisierung steht senkrecht auf der Oberfläche, vergl. Gl. 4.4). Die Drehung der Magnetisierung aus der Ebene erfolgt dabei gleichberechtigt entweder im oder entgegen dem Uhrzeigersinn und führt damit zu einer positiven bzw. negativen Oberflächenbeladung. Die von dieser Beladung ausgehende magnetostatische Wechselwirkung führt zu einem zusätzlichen Energiebeitrag und damit, zumindest im oberflächennahen Bereich, zu einer Modifikation der Bulk-Wandkonfiguration [8.6].

Ideale, in $\langle 100 \rangle$ -Richtung gewachsene, quaderförmige Eisenwhisker-Einkristalle (s. Kap. 7.2.2) besitzen eine einfache Landau-Domänenkonfiguration wie in Abb. 8.11.

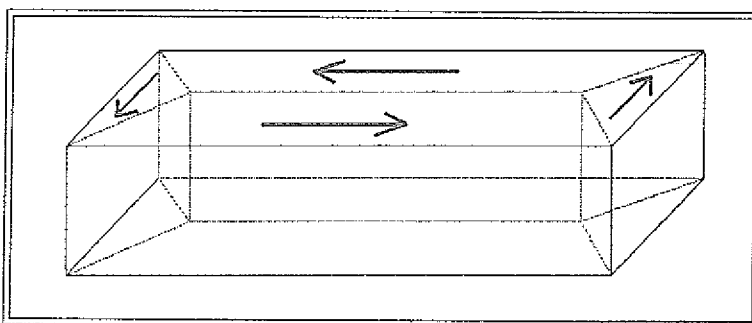


Abb. 8.11:

Magnetische Landaustruktur eines $\langle 100 \rangle$ -Eisenwhiskers mit 90° -Abschlußbereichen und einer 180° -Domänenwand. Die Magnetisierungsrichtung ist durch Pfeile gekennzeichnet.

Zwei 90° -Abschlußbereiche sind durch eine 180° -Domänenwand verbunden, die in Richtung der leichten $\langle 100 \rangle$ -Achse verläuft. Meist verlaufen die Seitenflächen nicht streng parallel, oder ein Whiskerende weist durch die Präparation eine Deformation mit einer erhöhten Versetzungsdichte auf. Dies führt zu einer, von der idealen magnetischen Bereichsstruktur abweichenden Ausbildung von weiteren 90° -Querbereichen und Sub-Strukturen [7.5].

8.4.1 Destruktive Wandwechselwirkungen

Durch Messungen mit einer Eisen-Sonde konnte von uns erstmalig eine 180° -Domänenwand in einem Eisenwhisker mit dem MKM abgebildet werden [5.10]. Eine Beschreibung des hierzu verwendeten RKM's, das nach ANDERS [5.1] nicht die Kraft, sondern den Kraftgradienten als Regelgröße piezoelektrisch detektiert, findet sich in [5.10].

Bei diesen ersten Untersuchungen zeigte sich ebenfalls erstmalig experimentell ganz klar der Einfluß des Sondenstreufelds auf die zu untersuchende Wandstruktur. Bei einem geringen Sondenabstand von wenigen nm zur Oberfläche kann das Eigenstreufeld der Sonde den für Wandbewegungen zuständigen Wert der Koerzitivfeldstärke H_c erreichen. Wird nun die Sonde über eine 180° -Wand senkrecht zum Wandverlauf unterhalb dieses kritischen Abstandes geführt, tritt ein Pinning der Wand durch die Sonde auf. Wird die Sonde weiterbewegt, dann führt dies zu einem Mitziehen der Wand. Die damit verbundene Durchbiegung der Wand läßt sich im Kerr-Effekt *in situ* beobachten. Die Wand wird solange mitbewegt, bis sich

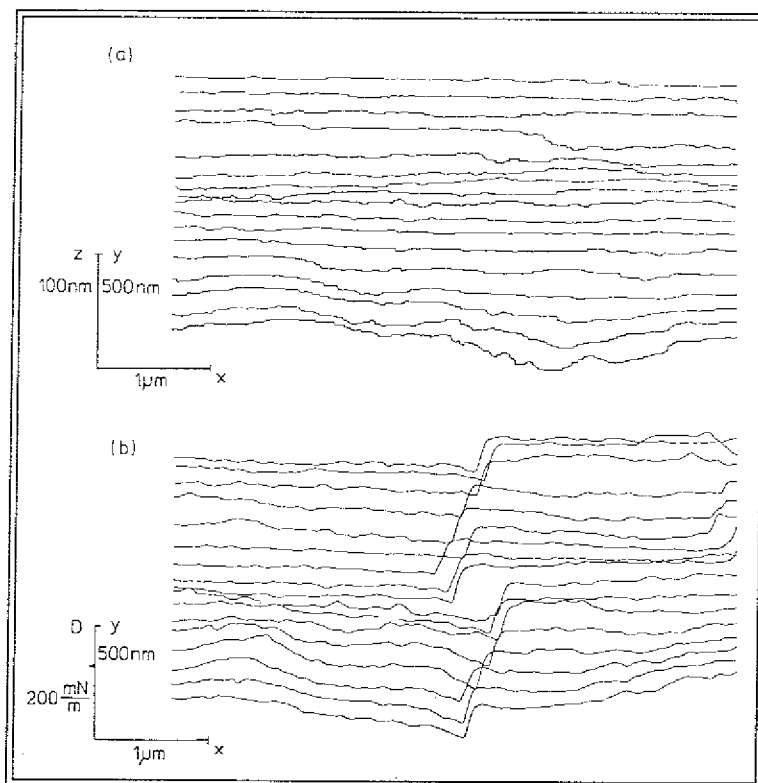


Abb. 8.12:

a) Raster-Tunnelbild der Oberfläche eines Fe-Whikers.
b) Simultan gemessener relativer Kraftgradient als Funktion des Probenortes über einer 180° -Domänenwand. Die Wand-WW erscheint als abrupte Stufe. Variationen in der lateralen Stufenposition deuten auf irreversible Wandverschiebungen hin.

die Wand mit einem Barkhausen-Sprung von der Sonde entfernt. Die korrespondierende, stufenartige, abrupte Signaländerung im Kraftgradienten ist in Abb. 8.12 zu sehen. Dabei führen irreversible Wand-WW zu einer Variation in der

lateralen Position der Stufe.

Den Effekt der destruktiven Wandabbildung konnten MAMIN *et al.* [5.11] durch MKM-Messungen an Domänenwänden in einem Permalloy-Film bestätigen. Dabei stellten sie ebenfalls eine Zunahme der destruktiven Wand-WW mit abnehmendem Sonden-Abstand fest. Der dabei beobachtete Wandkontrast der destruktiven WW, mit Variationen in der lateralen Position der abrupten Signaländerung, ist äquivalent zu unseren Untersuchungen.

Wenn das Eigenstrefefeld der Sonde für die destruktive WW verantwortlich ist, dann sollte eine Verminderung der Sonden-Feldstärke H_s am Ort der Domänenwand ($H_s < H_c$), z.B. durch eine Abstandsvergrößerung zwischen Sonde und Oberfläche, eine nicht destruktive Abbildung ermöglichen. Tatsächlich gelang uns durch eine Abstandsvergrößerung um mehrere 10nm die oben erwähnte Abbildung einer 180° -Domänenwand in einem Eisenwhisker im Konst.-Kraftgradient-Modus, wie sie die Abb. 8.13 zeigt.

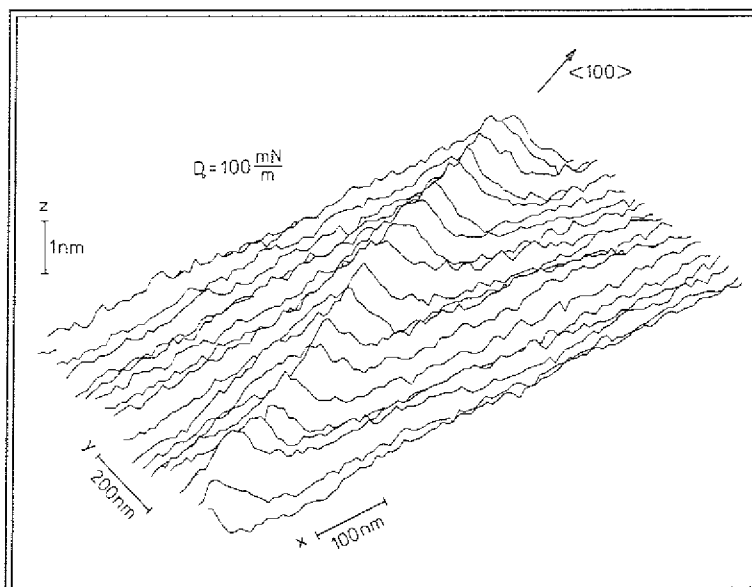


Abb. 8.13:

MKM-Aufnahme einer 180° -Domänenwand in einem Fe-Whisker im Konst.-Kraftgradient Modus. Abstand der Fe-Sonde zur Oberfläche: einige 10nm. Wie eine vergleichende Kerr-Aufnahme in Abb. 5.14 links zeigt, verläuft die Wand in $\langle 100 \rangle$ -Richtung parallel zur Whisker-Längsachse.

Die gemessene Streufeldwandweite beträgt dabei etwa $150 \pm 50 \text{ nm}$. Verglichen mit der theoretischen Wandweite $\delta^{180} = 200 \text{ nm}$ in massivem Material, wie sie LILLEY [8.5] aus der Minimierung der freien Energie berechnet, sind die Werte eher etwas kleiner. Die quantitative Interpretation des Meßergebnisses ist allerdings unter folgenden Aspekten zu sehen:

- der Abstand zur Oberfläche bei diesem Meßverfahren ist ungenau bestimmt,
- das Signal-zu-Rausch Verhältnis ist relativ hoch,
- die Hilfskraft ist nicht genau bekannt und

- ♦ für das leicht asymmetrische Profil der Wand kommen mehrere Ursachen in Frage: a) eine Sonde mit einer zur Z-Komponente der Sonden-Magnetisierung zusätzlichen X-Komponente und
- b) eine mögliche, geringfügige destruktive Rest-WW.

Die genannten Nachteile bzw. unklaren Punkte werden bei den nachfolgenden Untersuchungen durch das in dieser Arbeit beschriebene Meßverfahren und die Verwendung definierter Nickel-Sonden vermieden.

8.4.2 Trennung zwischen Topographie- und Magnetkontrast

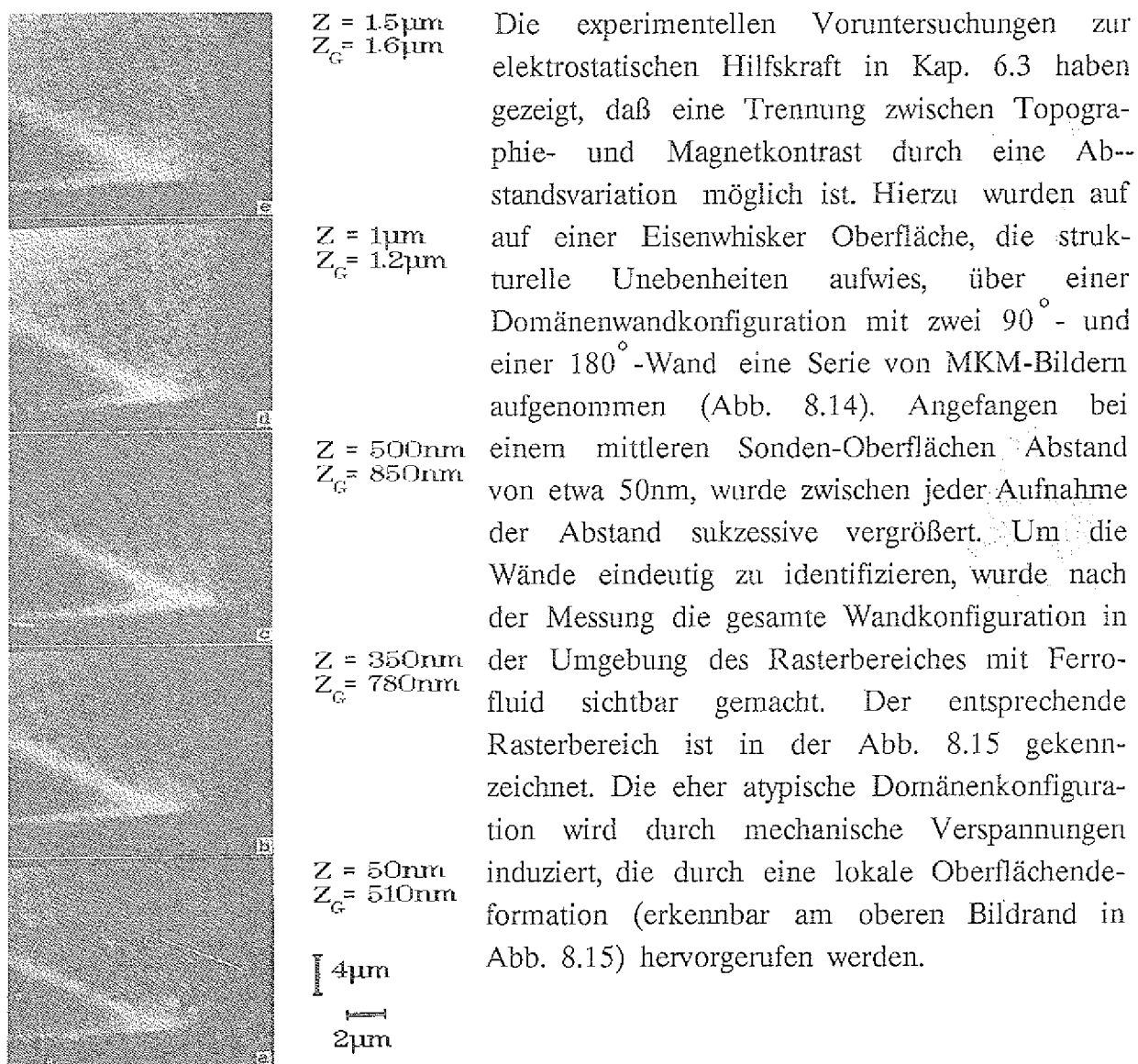


Abb. 8.14: Serie von MFM-Aufnahmen mit zunehmendem Sonden-Oberfläche Abstand von (a) - (e): 50nm, 350nm, 500nm, 1µm, 1.5µm. Man beachte die unterschiedliche Skalierung. Die Profilschnitte der Abb. 8.17 sind im Teilbild (a) markiert.

Die MKM-Aufnahme in Abb. 8.14 zeigt deutlich einen hellen Streufeldkontrast (= anziehende Kraft) über den beiden 90° -Wänden und einen schwächeren, dunklen Kontrast (= abstoßende Kraft) über der 180° -Wand. Dieser geringere Kontrast über der 180° -Wand hat zwei Ursachen:

- die Nichtlinearität der elektrostatischen Hilfskraft (s. dazu. Kap. 6.3) und
- einen, im Vergleich zu den 90° -Wänden, geringeren Streufeldgradienten über der 180° -Wand, wie aus der unterschiedlichen Kolloidmusteransammlung in Abb. 8.15 ebenfalls zu erkennen ist.

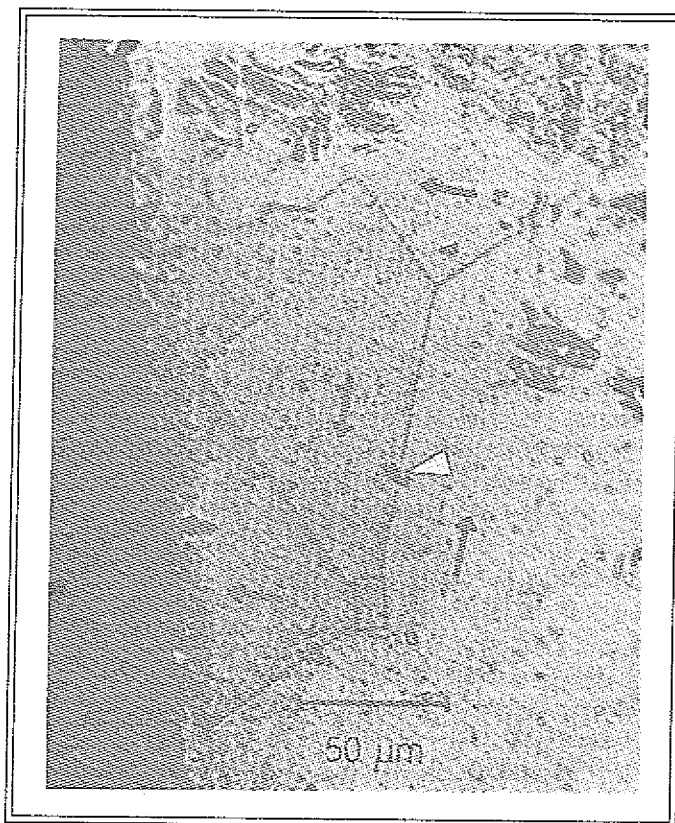


Abb. 8.15:

Bitter-Aufnahme der Bereichsstruktur mit der in Abb. 8.14 untersuchten Wandkonfiguration. Der in Abb. 8.14 abgerasterte Bereich ist als Rechteck eingezeichnet. Der weiße Pfeil kennzeichnet einen lokalen Oberflächendefekt, an der die 180° -Wand zusätzlich gepinnt wird. Die Magnetisierungsrichtungen innerhalb der Domänen ist durch schwarze Pfeile gekennzeichnet.

Im Gegensatz zum Kolloidmuster in Abb. 8.15 beinhaltet die MKM-Messungen in Abb. 8.14 zusätzliche Informationen über das Wandstreufeld:

- Im Umfeld des Trippelpunktes zeigt sich eine generelle Aufhellung. In diesem Bereich scheinen Volumendivergenzen der Magnetisierung eine großflächige Beladung der Oberfläche zu verursachen.
- Die große Reichweite des Wandstreufelds, im Vergleich zur elektrostatischen WW, die sich bei der Abstandsvergrößerung zeigt. Zusätzlich erkennt man bei einem geringen Abstand von 50-350nm kleine, V-förmige, topographische Oberflächenstrukturen, die mit zunehmendem Abstand ($> 500\text{nm}$) verschwinden. Der Magnetkontrast hingegen bleibt erhalten.

Damit wird eine Trennung zwischen Topographie- und Magnetkontrast durch eine Abstandsvergrößerung möglich. Um den Einfluß der Topographie bei Proben mit einer rauen Oberfläche (s. Datenträgermaterial in Kap. 8.2.1) zu verringern, ist also ein größerer Sonden-Oberflächen Abstand anzustreben. Dies ist allerdings mit einem Verlust an lateraler Auflösung verbunden, wie eine Auswertung der Streufeld-Wandweiten (= Halbwertsbreite des Streufeldprofils) in Abb. 8.16 ergab. Es zeigte sich ein nichtlinearer Zusammenhang zwischen der Streufeld-Wandweite und dem Abstand.

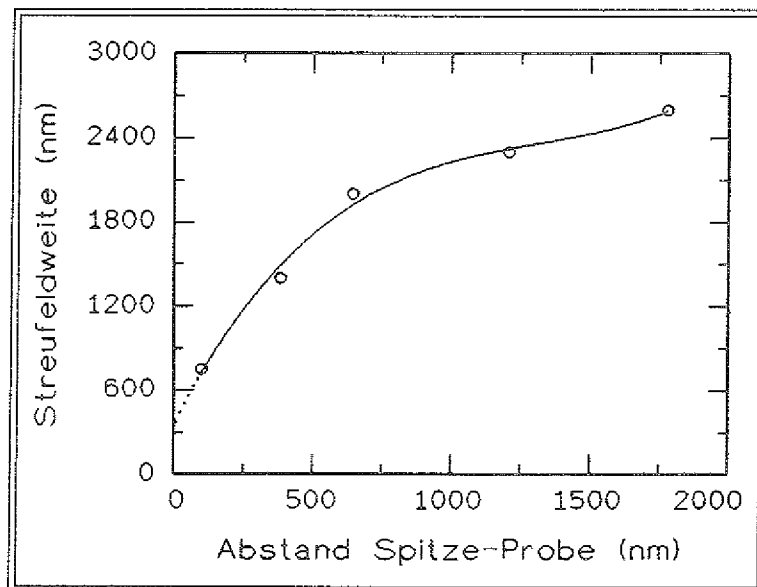


Abb. 8.16:

Streufeld-Wandweiten der 90°-Wand (B) aus Abb. 8.14a als Funktion des Sonden-Abstandes.

○ = gemessene Streufeldweiten
 - = Ausgleichskurve
 ... = gegen Abstand=0 extrapolierte Kurvenverlauf

Zwei mögliche Ursachen kommen hierzu in Betracht:

- die Größe der Sondendomäne, und damit ein möglicher Übergang von Dipol- zu Monopol-WW und
- der Verlauf des Feldes bzw. Feldgradienten im Außenraum über der Wand.

Die auf den Abstand Null zur Oberfläche approximierten Streufeld-Wandweite der 90°-Wand liefert einen Wert von $\delta^{90} = 350 \pm 150 \text{ nm}$ und für die 180°-Wand $\delta^{180} = 300 \pm 150 \text{ nm}$. Letzterer stimmt innerhalb der Fehlergrenzen mit dem Wert aus der Messung in Abb. 8.13 überein. Obwohl die Bestimmung der Domänen-Wandweite aus der Streufeld-Wandweite, aus den genannten Gründen, mit einer sehr großen Unsicherheit behaftet ist, stimmt die Größenordnung der ermittelten Wandweite mit der von LILLEY [8.5] berechneten Wandweite der Magnetisierung des massiven Materials $\delta^{180} = 200 \text{ nm}$ in der Größenordnung überein.

8.4.3 Unterschiede zwischen 90° - und 180° -Domänenwänden

Einen Vergleich der 90° - und 180° -Streufeldprofile aus Abb. 8.14a zeigt die Abb. 8.17.

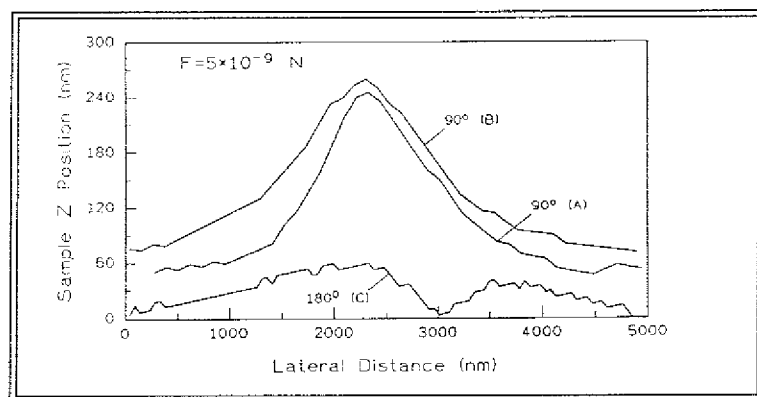


Abb. 8.17:

Gemessene Streufeldprofile über zwei 90° - und einer 180° -Domänenwand aus Abb. 8.14a.

Der Gauss-ähnliche Verlauf der gemessenen Streufeldprofile ist typisch und wurde bisher in allen Messungen beobachtet. Über 90° -Wänden wurden dabei bisher immer nur anziehende Kraft-WW (= heller Streufeldkontrast) und über 180° -Wänden sowohl anziehende als auch abstoßende Kraft-WW gemessen. Wie die Aufnahme einer typischen Abschluß-Struktur in Abb. 8.18a zeigt, ist die Kraft-WW

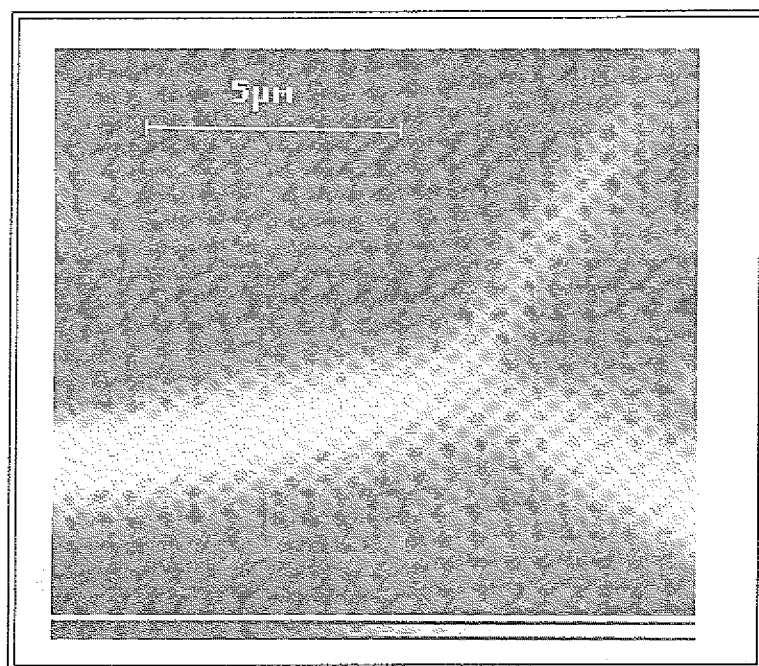


Abb. 8.18a:

MKM-Aufnahme einer Abschluß-Struktur mit einer 180° - und zwei 90° -Wänden. Der helle Magnetkontrast über den Domänenwänden kennzeichnet eine anziehende Kraft-WW.

Der Grauwertebereich umfaßt eine Sonden-Oberflächen Abstandsvariation von $\Delta z = 360 \text{ nm}$.

über allen Wänden in diesem Fall generell anziehend. Den hellsten Kontrast, mit einer Amplitude von etwa 250 nm , liefert hier die 180° -Domänenwand. Der Kontrast über den beiden 90° -Wänden ist geringer (165 nm bzw. 75 nm). Auffällig

ist dabei besonders die unterschiedliche Intensität der Kraft-WW über den beiden 90° -Wänden. Einen ähnlichen Kontrastunterschied, durch eine unterschiedliche Kolloidmuster-Ansammlung, konnten HARTMANN *et al.* an 90° -Wänden beobachten [8.7].

Normalerweise dreht sich die Magnetisierung M innerhalb einer 90° -Wand derart, daß nach Gl. 4.4 die Flächendivergenz $\text{div} M_n = 0$ ist [4.3]. Damit ist die magnetostatische Energie der Wand genau dann Null, wenn die Normalenkomponente der Magnetisierung senkrecht zur Wandebene M_n beim Durchgang durch die Wand konstant bleibt. Die Komponente M_p parallel zur Wandebene (senkrecht zur Oberfläche) führt zu einer Oberflächenbeladung, die um den Faktor 0,7 ($M_p = M \cdot \sin(45^\circ) = 0,7M$) kleiner ist als bei einer 180° -Wand. Dies entspricht etwa dem gemessenen Kontrastunterschied von 0,65 zwischen der 180° -Wand und der 90° -Wand in der unteren Bildhälfte in Abb. 8.18. Gegenüber der 90° -Wand in der oberen Bildhälfte beträgt der Unterschied allerdings 0,3. Die Drehung der Magnetisierung erfolgt bei der 90° -Wand in der oberen Bildhälfte offensichtlich primär in der Probenebene. Die Ursachen dafür sind bisher nicht bekannt.

In der Nähe des Schnittpunktes erfährt der hellere Streufeldkontrast über der unteren der beiden 90° -Wände eine Abschwächung, während das Profil über der oberen 90° -Wand kontinuierlich in das der 180° -Wand übergeht. Einen Hinweis auf einen Wirbel in der Magnetisierung oberhalb des Wandschnittpunktes, wie ihn BIRKNER [7.5] mit dem magnetischen Kontrast Typ II im Elektronenmikroskop beobachtet hat, ist hier aber nicht zu finden.

Der im Unterschied zum hellen Kontrast über der 180° -Wand in Abb. 8.18 schwächere und dunkle Kontrast über der 180° -Wand in Abb. 8.14 wird durch die, im Vergleich zur nichtlinearen Hilfskraft, abstoßende Kraft-WW verursacht. Der dafür verantwortliche Kontrastmechanismus ist in Kap. 6.3 beschrieben.

Die in Kap. 4.4 behandelte Monopol- und Dipol-WW führt generell zu der Frage nach den Ursachen des Magnetkontrastes über den Domänenwänden. Um diese Problematik hinreichend zu klären, wurden die gemessenen Streufeld-Wandprofile mit der Streufeldverteilung eines bestehenden Wandmodells verglichen. HARTMANN [7.4] leitete eine Formel für die vertikale Streufeldkomponente über einer 180° -Wand ab. Diese liefert das Feld [7.4]

$$H_z = \frac{M_s}{2\pi} \delta \frac{z}{x^2 + z^2} \quad (8.3)$$

für die Monopol-WW (s. Kap. 4.4.2) in einem Abstand z vertikal und einem Abstand x seitlich zur Wand ($x=0$ Wandmitte) in der Näherung $z \gg$ Wandweite δ des massiven Material. Der Feldgradient für die Dipol-WW ergibt sich dann sofort zu

$$\frac{\partial H_z}{\partial z} = \frac{M_s}{2\pi} \delta \frac{x^2 - z^2}{(x^2 + z^2)^2} \quad (8.4)$$

Mit dieser Feld- bzw. Feldgradientgleichung wurde das Streufeldprofil — in Einheiten der Spitze-Probe Abstandsvariation — einer 180° -Wand aus Abb. 8.18a nach dem in Kap. 6.4 beschriebenen Verfahren, unter Berücksichtigung der elektrostatischen WW, angefitet. Das Ergebnis zeigt die Abb. 8.18b: Während der Fit im Fall der Dipol-WW nur eine geringe Übereinstimmung mit den Meßdaten liefert (gepunktete Linie), ist die Übereinstimmung im Fall der Monopol-WW ausgezeichnet (durchgezogene Linie).

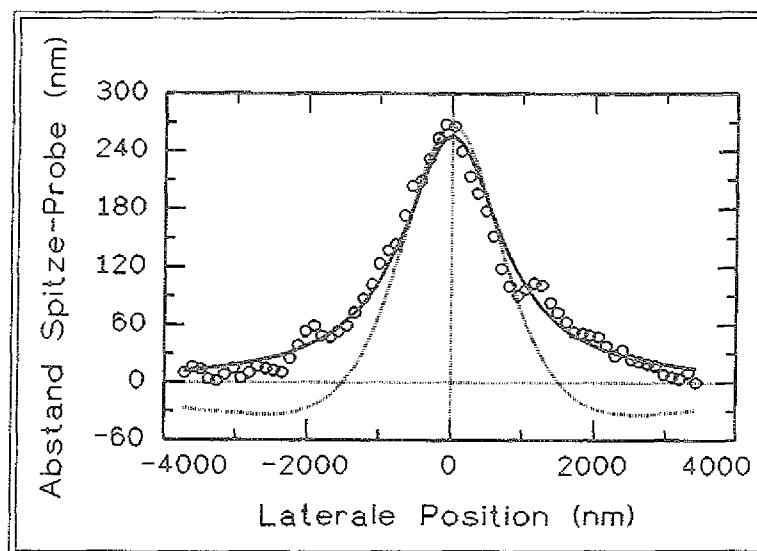


Abb. 8.18b:

Gemessenes Wandprofil einer 180° -Wand aus Abb. 8.18a.

— : mit Gl. 8.3 angefiteter
Profilverlauf im Fall der
Monopol-WW.

.... : mit Gl. 8.4 angefiteter
Profilverlauf im Fall der
Dipol-WW.

Die Feinstrukturen innerhalb
des Streufeldprofils werden
durch topographische Strukturen
verursacht.

Zusammenfassend kann gesagt werden, daß bei der Abbildung von Domänenwänden in Eisenwhiskern der Wandkontrast durch eine Monopol-WW hervorgerufen wird. Mit den verwendeten Nickel-Sonden, mit einer Magnetisierung primär entlang der Sonde, wird im Konstantkraft-Modus durch eine Spitze-Probe Abstandsvariation direkt die vertikale Feldkomponente H_z über der Domänenwand abgebildet. Die Richtung der Feldkomponente führt dabei zu einer anziehenden oder abstoßenden Kraft-WW, und damit zu einem hellen oder dunklen Wandkontrast.

8.4.4 Substrukturen innerhalb von 180° -Wänden

Feinstrukturen innerhalb von Domänenwänden wurden bei den MKM-Messungen nur in 180° -Wänden beobachtet. Die Abb. 8.19 zeigt den Ausschnitt mit einer 180° -Wand und zwei 90° -Wänden. Zusätzlich sind zwei Oberflächenstrukturen, eine lokale Vertiefung und ein heller Fleck (geladenes Staubkorn?) von etwa $1\mu\text{m}$ ϕ , sichtbar. Innerhalb der 180° -Wand erkennt man einen lokalen, nahezu streufeldfreien Bereich mit einer Breite von etwa 500nm in Wandrichtung. Die Messung wurde einen Tag später wiederholt. Zwischenzeitlich hatte sich die Bereichsstruktur, aufgrund von thermisch induzierten mechanischen Spannungen in dem Fe-Whisker, geringfügig geändert. Die Abb. 8.20 zeigt den Bereich in einem größeren Ausschnitt, der aus mehreren Einzelmessungen zusammengesetzt wurde. Die

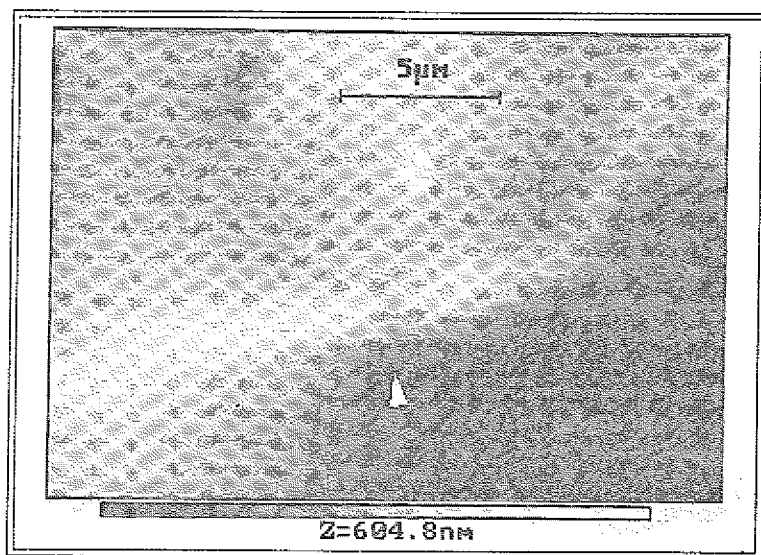


Abb. 8.19:

MKM-Aufnahme von einer 180° - und zwei 90° -Wänden. Der Pfeil markiert die lokale Substruktur der 180° -Wand.

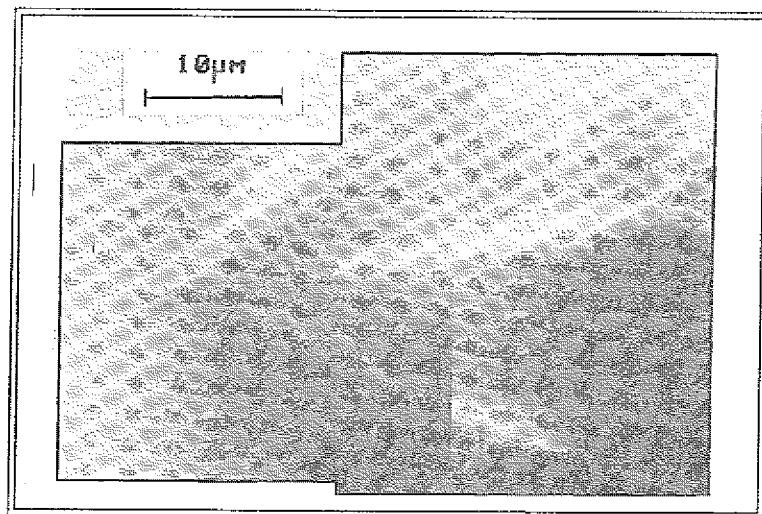


Abb. 8.20:

MKM-Aufnahme von dem Streufeld einer 180° -Wand und vier 90° -Wänden.

Feinstruktur wurde bei dieser Aufnahme nicht mehr beobachtet. Auffällig ist aber das fast vollständige Verschwinden des Streufeldes der 180° -Wand, bevor die Wand in den V-förmigen 90° -Bereich einmündet. Eine ähnliche Struktur wurde von BIRKNER [7.5] an stromdurchflossenen Fe-Whiskern beobachtet. Dabei zeigte sich, daß das letzte Segment der Wand, das in den V-förmigen Bereich einmündet, geringfügig geknickt ist. Der Übergang in Wandrichtung an dieser Knickstelle ist deutlich schärfer als der Streufeldverlauf seitlich zur Wand. Einen ähnlich scharfen Übergang zeigen zwei Aufnahmen einer 180° -Wand in Abb. 8.21. Die Bilder entstanden hintereinander mit zwei verschiedenen Abständen zur Oberfläche, um eine mögliche destruktive WW als Ursache auszuschließen. Man erkennt, daß der Wandkontrast nach dem scharfen Übergang mit deutlich verminderter Intensität weiter verläuft. Als Erklärung für den scharfen Übergang und den weiteren geringeren Wandkontrast ist ein geänderter Magnetisierungsverlauf in den beiden Segmenten zu vermuten.

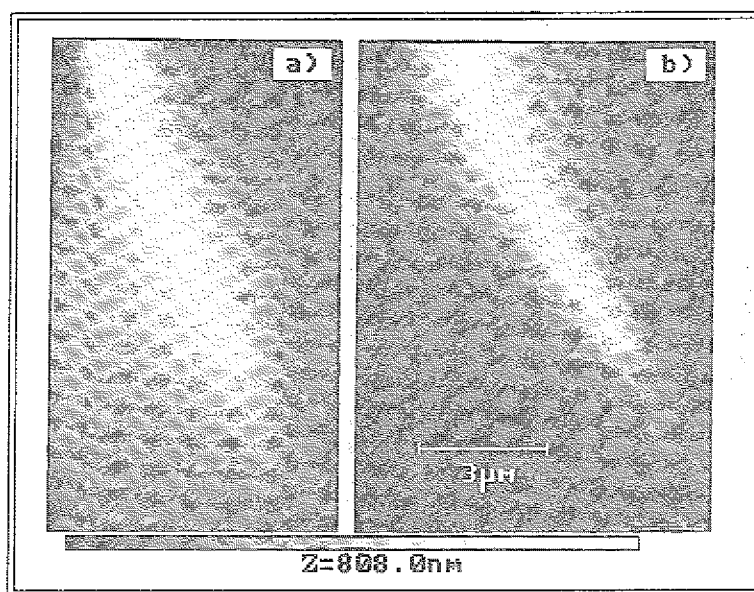


Abb. 8.21:

MKM-Aufnahme des Streufeldkontrastes entlang einer 180° -Wand.

a) Abstand zur Oberfläche: 250nm

b) Abstand zur Oberfläche: 50nm

8.4.5 Vergleichende Untersuchungen mit verschiedenen Magnetsonden

Die beobachteten Feinstrukturen innerhalb von 180° -Wänden wurden als Teststruktur herangezogen, um das Auflösungsvermögen magnetischer Sonden zu testen. Zunächst wurde mit einer Nickel-Kugelsonde (Kugelradius ≈ 250 nm, vergleichbar der in Abb. 5.5c) eine Substruktur, ähnlich der in Abb. 8.21, innerhalb der Wand abgebildet. Wie die Abb. 8.22a zeigt, ist die Struktur als elliptisch geformter Übergang diffus zu erkennen. Die Breite des Übergangs in Wandrichtung beträgt etwa $0,5\text{--}1\mu\text{m}$. Auch in diesem Fall verläuft das Streufeld über der Wand mit einem verringerten Kontrast hinter der Feinstruktur weiter.

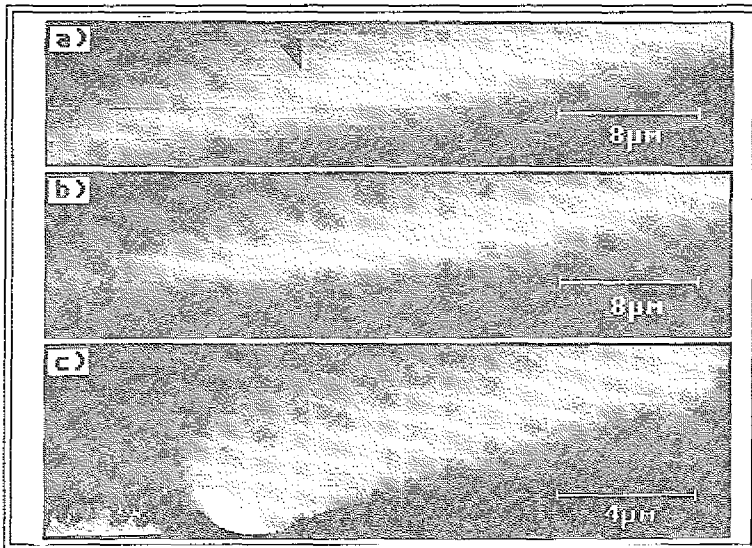


Abb. 8.22:

MKM-Abbildung einer Substruktur innerhalb einer 180° -Wand. Der Abstand zur Oberfläche beträgt in allen Teilbildern etwa 50 nm.

- a) Nickel-Kugelsonde mit einem Radius von 250 nm
- b) elektrolytisch polierte, spitze Nickel-Sonde mit einem Apex-Radius von etwa 50 nm.
- c) wie b) nur mit kleinerem Rasterbereich aufgenommen.

Eine vergleichende Oberflächentopographie dieses Bereichs zeigt keine Strukturen. Nach dieser Messung wurde die Form der Kugelsonde direkt im Kraftmikroskop durch den in Kap. 5.3.2 beschriebenen elektrolytischen Polierprozeß (Elektrolyt-Lamelle in Abb. 5.4 *rechts*) so verändert, daß daraus eine spitze Nickel-Sonde, ähnlich der in Abb. 5.5b, mit einem Verrundungsradius von etwa 50 nm entstand. Zwei Aufnahmen der Feinstruktur der Wand, die mit dieser Sonde aufgenommen wurden, zeigt die Abb. 8.22b+c. Der Übergang ist nun deutlich schärfer zu erkennen und beträgt etwa 100 nm in Wandrichtung im Zentrum der Streufeldverteilung. Mit dem Verlauf seitlich zur Wand wird der Übergang diffuser und verschwindet schließlich mit dem Streufeld der Wand.

Damit bestätigen die Messungen eine Auflösung gegenüber Feinstrukturen, die vergleichbar mit dem des verwendeten Sonden-Durchmessers ist, für den Fall, daß der Abstand klein gegenüber dem Sonden-Durchmesser ist (s. Kap. 4.4.3 und 8.5).

8.4.6 Vergleich zwischen dem Wandmodell und den Meßdaten einer multipolaren 180° -Wand

Nach einem klassischen Modell von SHTRIKMAN und TREVES [8.11] besteht die 180° -Blochwand aus Segmenten mit einer antiparallelen Magnetisierung senkrecht zur Oberfläche, die in einem oberflächennahen Bereich einen geknickten Verlauf haben (s. Abb. 8.23). Durch eine Streufeldkopplung zwischen den Volumendivergenzen und der Beladung an der Schnittfläche der Wand mit der Oberfläche wird die magnetostatische Energie reduziert. Bereits vor 30 Jahren haben De BLOIS und GRAHAM [8.12] mit der Bittertechnik diesen "zick-zack"-förmigen Verlauf von 180° -Wänden in Fe-Whiskern nachgewiesen.

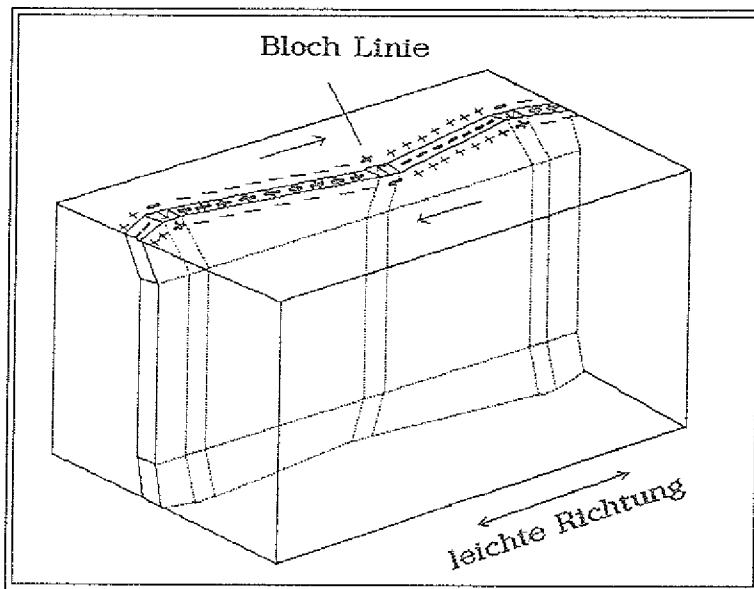


Abb. 8.23:

Klassisches Modell einer 180° -
"zick-zack"-Wand in einem Fe-
Whisker. (nach SHTRIKMAN
und TREVES [8.11].

Nach Messungen von HARTMANN und MENDE [8.13] beträgt der Knickwinkel mit der $\langle 100 \rangle$ -Richtung etwa 2° . Die eigenen Untersuchungen zum Streufeldverlauf über einer multipolaren 180° - 180° -Wand mit dem MKM in Abb. 8.24 liefern einen Knickwinkel von $2,5^\circ \pm 0,5^\circ$. Nach dem Modell liegt im Übergangsbereich zwischen den beiden Segmenten die Bloch-Linie, deren Magnetisierung senkrecht zur Blochwand und in der Probenoberfläche verläuft (vergl. Abb. 8.23).

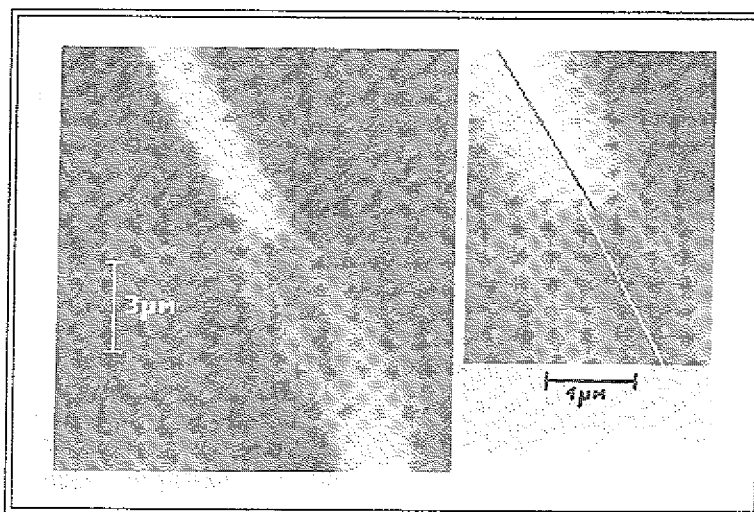


Abb. 8.24:

MKM-Aufnahme von dem
Streufeld über einer 180° -
"zick-zack"-Wand in einem
Fe-Whisker. Das kleine Bild
zeigt eine Ausschnittsvergrößerung
(x3) im Bereich der Bloch-Linie.
Der Streufeldkontraste über den
beiden Wandsegmenten zeigt einen
Knickwinkel von 5° zueinander

Die MKM-Aufnahme zeigt ebenfalls deutlich den hell-dunkel Kontrast, und damit eine anziehende bzw. abstoßende Kraft-WW, im Zentrum über den beiden benachbarten Segmenten, sowie innerhalb eines Segmentes eine Hell- bzw. Dunkelzone im Randbereich entlang der Wand wie er aus der Modellvorstellung

zu erwarten wäre. Die im Übergang dazwischen liegende Bloch-Linie verläuft allerdings nicht senkrecht sondern diagonal zur Längsrichtung der Wand.

Um zu überprüfen, ob der diagonale Übergang tatsächlich einer Bloch-Linie entspricht, wurde die Streufeldverteilung über der multipolaren Bloch-Wand, nach dem in Kap. 4.3 beschriebenen Verfahren, berechnet. Hierzu wurden die Ladungsverteilungen aus dem Wandmodell als Startwerte übernommen. Die

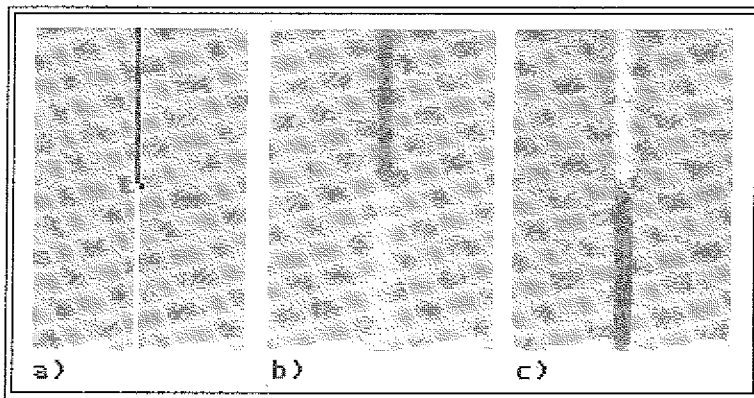


Abb. 8.25:

- a) Ladungsverteilung über zwei benachbarten Wandsegmenten der multipolaren 180° -Wand.
- b) Aus a) berechneter Feldverlauf H_z in einem Abstand senkrecht zur Oberfläche, die der Wandbreite entspricht.
- c) Aus c) berechneter Kraftverlauf $F_z = -\text{grad} H_z$.

Ladungseinheit direkt über der Wand und seitlich zur Bloch-Linie ($M_n \perp$ Grenzfläche) wurde dazu auf ± 1 normiert. Aus dem Knickwinkel der Wand von $2,5^\circ$ zur Magnetisierungsrichtung läßt sich dann die seitliche Beladung der Wand zu $M_n/M_s = \sin(2,5) = 0.04$ berechnen, auf einer Fläche, die aufgrund der Flußerhaltung 25 mal so groß ist wie die Schnittfläche der Blochwand. Die Beladung über zwei Wandsegmenten mit unterschiedlicher Polarität ist in Abb. 8.25a als Hell-Dunkelkontrast erkennbar. Die daraus berechnete anziehende und abstoßende Kraft-WW stimmt qualitativ gut mit dem gemessenen Kontrast der Abstandsvariation in Abb. 8.24 überein. Insbesondere zeigt die Bloch-Linie bei dieser Simulation den gemessenen, diagonalen Verlauf von etwa 45° senkrecht zur Längsrichtung der Wand. Damit bestätigt diese Messung das klassische Modell einer multipolaren, geknickten 180° -Blochwand.

HUBERT [8.8] und LaBONTE [8.9] diskutieren das Modell einer asymmetrischen Bloch-Wand. Danach geht die Bloch-Wand im Kristall, wenn sie durch die Oberfläche unterbrochen wird, in eine Néel-artige Wand über, bei der sich die Magnetisierung in der Oberfläche dreht. Das energetisch unvorteilhafte Streufeld der inneren Bloch-Wand, das entstehen würde, wenn die Normalenkomponente der Magnetisierung aus der Oberfläche zeigt, wird durch den Néel-Übergang reduziert. Dieser Übergang findet in einem Abstand von der Oberfläche statt, die der Wandweite des massiven Materials entspricht [8.10].

Neuere SEMPA ("scanning electron microscopy with polarization analysis") Messungen von SCHEINFELD [8.10] bestätigen diesen Wandtyp auch an 180° -Wänden in Fe-Whisker. Deshalb stellt sich generell die Frage, inwieweit mit dem MKM das Streufeld aus der inneren Bloch-Wand bzw. des Übergangsbereichs gemessen wird, oder ob sogar eine mögliche lokale Magnetisierungsänderung der Wandkonfiguration durch die Anwesenheit einer magnetischen Sondedomäne möglich ist.

Nach diesem Modell der asymmetrischen, Néel-artig ausgeprägten 180° -Wand in der Nähe der Oberfläche, müßten die einzelnen Segmente der Blochwand im Kristall geringfügig, um etwa die Breite der Bloch-Wand, gegeneinander versetzt angeordnet sein [8.10]. Einen experimentellen Hinweis darauf liefert die MKM-Messung der multipolaren 180° -Wand in Abb. 8.24. In der Ausschnittsvergrößerung sind dazu die Mittellinien der beiden Wandsegmente eingezeichnet, die einen deutlichen Versatz im Bereich der Bloch-Linie von etwa 200nm erkennen lassen.

8.5 Auflösung in der Magnetkraft-Mikroskopie am Beispiel eines Modellfeldes

Wie die Experimente gezeigt haben, sind die Geometrie der Sonde und der Abstand der Sonde zur Oberfläche die bestimmenden Faktoren für die Auflösung und die Empfindlichkeit in der Magnetkraft-Mikroskopie. Für die nachfolgenden Betrachtungen ist mit dem Begriff der Auflösung die laterale Auflösung gemeint, die sich aus der Abbildung des Magnetfeldes in Bezug auf die zu untersuchende magnetische Struktur ergibt.

Generell ergibt dabei eine infinitesimal kleine Sonde in einem möglichst geringen Abstand zu dieser Struktur die höchste laterale Auflösung. Nach Gl. 4.8 geht dadurch aber die Kraftempfindlichkeit $F(V \rightarrow 0) \rightarrow 0$.

Es ist schwierig einen allgemeingültigen analytischen Zusammenhang zwischen der Auflösung und der Kraftempfindlichkeit in der Magnetkraft-Mikroskopie herzuleiten, weil hierzu das zu messende Magnetfeld bzw. der Magnetfeldgradient sowie die äußere Form und Bereichsstruktur der Sonde mit berücksichtigt werden müssen.

Beschränkt man sich aber auf eine spezielle Feldverteilung, Wechselwirkung (z.B. Dipol-WW) und Sondengeometrie, dann lassen sich numerisch einige wesentliche Aspekte herausarbeiten.

Als Testfeld wird hierzu das Magnetfeld eines stromdurchflossenen Leiters gewählt, das schon für die Kalibrierungsmessungen in Kap. 6.4 im Fall der Leiterschleife verwendet wurde.

Die bei einem geringen Sonde-Probe Abstand zu beobachtende Doppellinie in der z-Komponente des Feldgradienten H_z (s. Abb. 6.10) verschwindet mit zunehmendem Abstand zur Oberfläche und stellt damit ein Maß für die erzielte laterale Auflösung dar. Das relative Auflösungsvermögen ist dabei definiert als der Abstand ξ der beiden Minima dieser Doppellinie zum Abstand d der Leiterschleife. Das relative Auflösungsvermögen liegt dann in einem Bereich zwischen $\xi/d=0$ und dem maximalen Auflösungsvermögen bei $\xi/d=1$.

Der vertikale Abstand der Extrema ist gleichzeitig ein Maß für die Kraftempfindlichkeit des SONDENSYSTEMS. Der Parameter γ der Kraftempfindlichkeit ist dabei über den reduzierten Feldgradienten aus der Differenz der Extremwerte definiert.

Das Ergebnis einer solchen Simulationsrechnung für verschiedene feste Abstände ist in Abb. 8.26 wiedergegeben (das dazugehörige Programm ist in Anhang A3 aufgelistet). Das Sondenvolumen wurde zur numerischen Vereinfachung durch einen Kubus beschrieben. Die Breite der Sonde ist dann durch die Kantenlänge l gegeben.

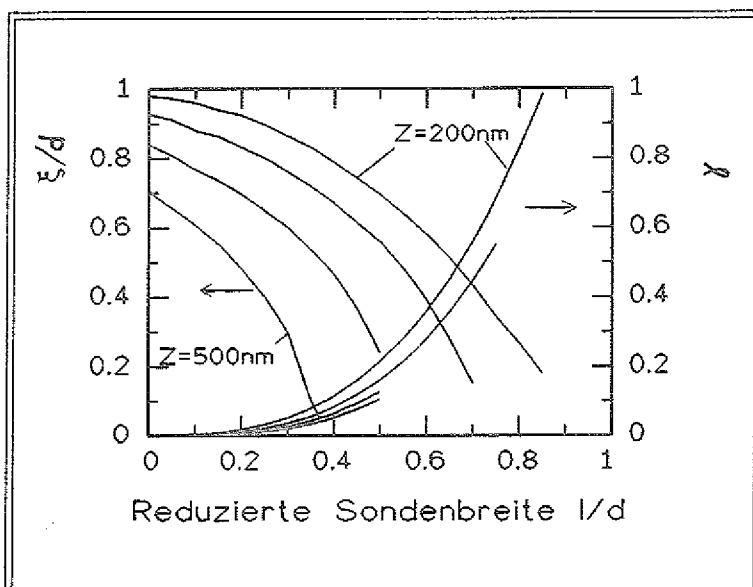


Abb. 8.26:

Relatives Auflösungsvermögen ξ/d und Parameter γ der Kraftempfindlichkeit als Funktion der reduzierten Sondenbreite l/d einer kubischen Sonde für verschiedene feste Abstände $z=200\text{nm}$, 300nm , 400nm und 500nm .
 d =Abstand der Leiterschleife

Erwartungsgemäß liefert die Punktsonde das höchste Auflösungsvermögen bei einem geringen Sonde-Probe Abstand (Abstand der Doppellinie $\approx$ Abstand der Leiterschleife). Mit zunehmendem Abstand nimmt das Auflösungsvermögen ab,

ebenso bei festem Abstand mit zunehmendem Sondenvolumen (die beiden Minima der Doppellinie verschmieren zu einem Minimum, vergl. auch Abb. 6.10).

Die Kraftempfindlichkeit γ nimmt ebenfalls mit zunehmendem Abstand ab. Durch das magnetische Moment der Sonde nimmt allerdings die Kraftempfindlichkeit mit wachsendem Sondenvolumen zu. Dieser zur Auflösung gegenläufige Effekt läßt erkennen, daß das Produkt ρ aus Auflösungsvermögen und Kraftempfindlichkeit möglichst groß sein sollte (hohe Auflösung und Kraftempfindlichkeit).

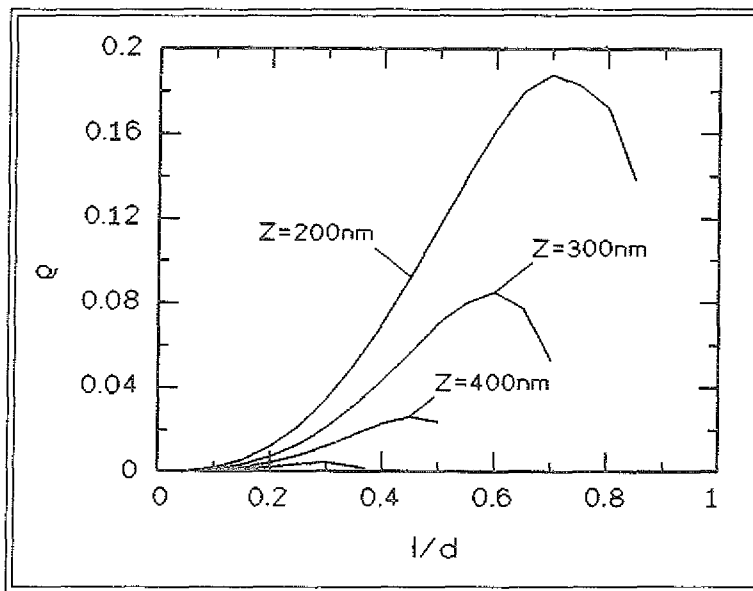


Abb. 8.27:

Parameter ρ = Auflösungsvermögen * Empfindlichkeit als Funktion der Sondengeometrie. Für verschiedene feste Abstände $z = 200\text{nm}, 300\text{nm}, 400\text{nm}, 500\text{nm}$.

Obwohl der exakte Verlauf von ρ sicher von der gewählten Sondengestalt (Kubus, Kugel, Paraboloid etc.) und dem gewählten Feldverlauf abhängt, erkennt man aus Abb. 8.27, wenn man ρ als Funktion der Sondengeometrie betrachtet, ein deutliches Maximum im Kurvenverlauf.

Die führt zu dem überraschenden Ergebnis, das offensichtlich die Sonde mit dem kleinsten Volumen nicht immer die günstigste ist. In unserem Beispiel ist bei einem Abstand von z.B. 200nm über einer Drahtschleife mit $d=1\mu\text{m}$ das optimale Sondenvolumen ein Würfel mit einer Kantenlänge von $l=0,7\mu\text{m}$.

Die Sondenbreite muß also mindestens um den Wert des Abstandes kleiner sein, um die gegebene Struktur aufzulösen. Mit zunehmendem Abstand verschiebt sich das Maximum von ρ zu kleineren Werten der Sondenbreite um die Auflösung zu gewährleisten.

Für Abstände, die klein gegenüber der abzubildenden Struktur sind, ist aus Abb. 8.26 zu erkennen, daß die Untergrenze der Auflösung gegenüber Feinstrukturen hauptsächlich durch die Breite der Sonde bestimmt wird (s. dazu auch Kap. 4.4.3). Für die in dieser Arbeit verwendeten Nickel-Sonden ist die Auflösung in der Magnetkraft-Mikroskopie durch einem Sondendurchmesser von 100nm gegeben. Die experimentellen Ergebnisse an Feinstrukturen innerhalb von 180° Domänenwänden in Kap. 8.4.5 bestätigen diesen Befund.

Vergleicht man die erzielte Auflösung von 100nm mit anderen magnetischen Abbildungstechniken, wie sie zu Beginn in Kap. 1.1 aufgeführt wurden, dann erkennt man (s. Tab. 8.1), daß die Magnetkraft-Mikroskopie bei einem Betrieb

Auflösung:	10 μm	1 μm	100nm	10nm
				Lorenz-TEM
UHV				SEMPA
			Typ-II-REM	
			MKM	→ ?
Luft		Kerr		
		Bitter		
	Hall-Sonde			
	Schwingschleife			

Tab. 8.1:

Übersicht über die verschiedenen magnetischen Abbildungstechniken und deren Auflösung.

an Luft eine Auflösung liefert, die bisher nur von aufwendigen Verfahren unter Ultra-Hochvakuum Bedingungen erreicht wurde. Unter Verwendung spezieller Magnetkraft-Sonden wurde von einigen Autoren sogar von einer Auflösung bis hinab zu etwa 10nm berichtet [1.31].

Bei dem Vergleich der Auflösung ist allerdings zu Berücksichtigen, daß die Methoden die unter UHV-Bedingungen arbeiten, die Magnetisierung direkt, und die anderen Verfahren die an Luft betrieben werden — mit Ausnahme der Kerr-Technik — das Streufeld bzw. den Streufeldgradienten abbilden.

Die Möglichkeit der hochaufgelösten Abbildung des lokalen oberflächennahen Magnetfeldes bzw. Magnetfeldgradienten mit dem Magnetkraft-Mikroskop an Luft, stellt damit eine neue einfache Technik dar, die mehr ist als nur eine verbesserte Version der Bitter-Technik.

Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurde die Entwicklung und Anwendung eines neuen Magnetokraft-Mikroskops beschrieben, bei dem die kraftinduzierten Hebelarmauslenkungen an Luft kapazitiv detektiert werden. Die resultierende Kraftempfindlichkeit beträgt etwa 10^{-11}N .

Das gezielte Auffinden und Abbilden magnetischer Strukturen mit dem Magnetokraft-Mikroskop erfordert eine zusätzliche Kontrollmöglichkeit. Hierzu wurde das Kraft-Mikroskop mit einem Kerr-magnetooptischen Lichtmikroskop kombiniert. Mit dem entwickelten piezoelektrischen Großfeldpositionierer können noch Bereiche von $50\mu\text{m} \times 50\mu\text{m}$ abgerastert und mit dem Lichtmikroskop überlappend beobachtet werden. Für die digitale Meßwerterfassung und Bildverarbeitung mit einem Mikrocomputer wurde ein spezielles Meß- und Auswerteprogramm geschrieben.

Sowohl die zerstörungsfreie, hochauflösende Abbildung von Leiter- und Nichtleiteroberflächen, als auch die Abbildung lokaler, oberflächennaher magnetischer Streufelder erfordert eine detaillierte Kenntnis der verwendeten Sonde. Der Einfluß des Sondenprofils auf die Abbildung oberflächenmorphologischer Strukturen und auf die Auflösung wurde gezeigt. Auftretende Abbildungsfehler wurden diskutiert und dazu ein numerischer Lösungsalgorithmus zur Dekonvolution beschrieben und angewandt.

Der beschriebene Einfluß des magnetisch aktiven Sondenvolumens auf den Magnetkontrast und auf die Auflösung führte zu der Entwicklung eines neuen Kalibrierungsverfahrens für Magnetokraft-Sonden an dem definierten Magnetfeld einer stromdurchflossenen Dünnfilm-Leiterschleife. Die Ergebnisse lassen erkennen, daß elektrolytisch polierte Nickel-Sonden primär eine Magnetisierung des Spitzenbereichs in Richtung der Sonde aufweisen. Zum Eigenstreufeld der Sonde durchgeführte Simulationsrechnungen zeigen eine Streufeldlokalisierung am Sondenapex.

Durch Messungen an Domänenwänden konnte erstmals die destruktive Wechselwirkung des Sondenstreufelds mit dem Magnetokraft-Mikroskop nachgewiesen werden: wenn das Eigenstreufeld der Sonde größer als das koerzitive Haftreibungsfeld wird, tritt eine sondeninduzierte Wandbewegung auf. Bei Untersuchungen an weichmagnetischen Materialien wurde eine lokale Ummagnetisierung festgestellt. Dies eröffnet für die Zukunft die neue Möglichkeit der lokalen, Suszep-

tibilitätsmessung mit dem Magnetokraft-Mikroskop durch das Streufeld der Magnetsonde.

Es wurde gezeigt, daß durch eine Abstandsvergrößerung zwischen Sonde und Oberfläche der destruktive Einfluß des Sondenstreufelds sowie der Einfluß der Topographie auf den Magnetkontrast verringert werden kann.

Erstmals gelang mit dem Magnetokraft-Mikroskop die Abbildung einer 180° Domänenwand in einem Eisenwhisker Einkristall. An Feinstrukturen innerhalb von Domänenwänden wurde die experimentell erzielte Auflösung des Verfahrens von etwa 100nm aufgezeigt.

Durch die Abbildung einer multipolaren 180° -Wand mit einem "zick-zack"-Verlauf und einer Bloch-Linie konnte die klassische Modellvorstellung einer solchen Wandstruktur bestätigt werden.

A1 Liste der verwendeten Geräte und Programme

Personal Computer	Plantron AT mit 12 MHz Taktfrequenz 40MByte Festplatte und VGA-Grafikkarte
Datenerfassungskarte	Burr-Brown PCI-20041C-A Trägerkarte PCI-20019M-1A 12Bit AD-Wandler Modul PCI-20003M 12Bit DA-Wandler Modul
Videoprinter	Mitsubishi P75E
Laserdrucker	Kyocera F-1010
Farbdrucker	Hewlett Packard Paintjet XL
Lock-In Verstärker	Stanford Research System SR530
Vorverstärker	Stanford Research System SR550
Oszilloskop	Hameg HM203-6 20MHz
Digitalmultimeter	Keithley DMM199
Stereomikroskop	Wild M5A Vergrößerung bis 180fach, Arbeitsabstand 9,5cm
Kaltlichtquelle	Schott KL1500
Mikromanipulator	System Leitz mit Stereolupe Wild M3C
Betriebssystem	MS-DOS 3.3
Grafik	Deluxe Paint II Enhanced
Textverarbeitung	WI-TEX Wissenschaftliche Textverarbeitung
Programmiersprache	Turbo-Pascal 5.0
Plotprogramm	Tech-Plot

A2 Berechnung der Kapazitätsmeßbrücke

Die Berechnung der Kapazitätsmeßbrücke in der Abgleichbedingung $I_{AB}=0$ basiert auf das Schaltbild in Abb. 5.2. Die Masche A-B liefert danach für die Spannungen

$$U'_1 = U_{\text{sen}} , U'_2 = U_{\text{ref}} \quad (\text{A2.1})$$

und im Knoten C, bzw. D für die Ströme

$$I_1 = I_{C'_1} + I_B , I_2 = I_{C'_1} + I_B . (I_B = I_C) \quad (\text{A2.2})$$

Das Spannungsverhältnis am virtuellen Massepunkt A zwischen A-C und A-D lautet mit A2.1

$$\frac{U'_1}{U'_2} = \frac{U_{\text{sen}}}{U_{\text{ref}}} = \frac{i\omega C_{\text{ref}} I_B}{i\omega C_{\text{sen}} I_B} = \frac{C_{\text{ref}}}{C_{\text{sen}}} . \quad (\text{A2.3})$$

Die Spannungen U'_1 und U'_2 lassen sich in den Maschen A-C und A-D durch die Spannungen U_1 und $U_{L'_1}$, bzw. U_2 und $U_{L'_2}$ ausdrücken:

$$U'_1 = U_1 + U_{L'_1} , U'_2 = U_2 + U_{L'_2} . \quad (\text{A2.4})$$

Der Spannungsabfall über den Streuinduktivitäten läßt sich mit den komplexen Widerständen und Gl. A2.2 ausdrücken als:

$$\begin{aligned} U_{L'_1} &= i\omega L'_1 I_1 = i\omega L'_1 (I_{C'_1} + I_B) \quad \text{und} \\ U_{L'_2} &= i\omega L'_2 I_2 = i\omega L'_2 (I_{C'_2} + I_B) . \end{aligned} \quad (\text{A2.5})$$

Werden die Ströme

$$\begin{aligned} I_B &= i\omega C_{\text{sen}} U_{\text{sen}} , \\ I_{C'_1} &= i\omega C'_1 U'_1 \quad \text{und} \\ I_{C'_2} &= i\omega C'_2 U'_2 \end{aligned} \quad (\text{A2.6})$$

explizit in A2.5 eingesetzt, liefert dies zusammen mit Gl. A2.4 und A2.3 den endgültigen Ausdruck für das Kapazitätsverhältnis in Gl. 5.4

$$\frac{C_{\text{ref}}}{C_{\text{sen}}} = \frac{U_1 + U'_1 L'_1 (C_{\text{sen}} + C'_1)\omega^2}{U_2 + U'_2 L'_2 (C_{\text{ref}} + C'_2)\omega^2} . \quad (\text{A2.7})$$

A3 Programm zur Berechnung der Auflösung an einem Modellfeld

```

Program Feldberechnung(input,output) ;
Uses CRT,Graph,Utils;

const
  maxloop = 1000 ;

var
  datensatz1,datensatz2 : text ;
  n,i : integer ;
  zz,xxx,dh1z,dh2z,dh1x,dh2x,a,b,d,Strom,xx,y: real ;
  n_str:String;
  Min,Max,DMin,DMax:Real;
  V_old,V_XMin1,XMin2:Real;
  DX,DY,DXMax,DYMax:Integer;

begin
  V_Old:=1;
  Grafik_Bin;
  V:=0;
  A:=0.05e-6;
  B:=0.5e-6;
  d:=1.5e-6;
  Strom:=100e-6;
  zz:=0.2e-6;
  n:=1;
  str(n,n_str);
  assign(datensatz1,'Auf1.DAT') ;
  rewrite(datensatz1); (* öffnen der Textdatei*)
  writeln(datensatz1,'BEGIN') ; (*In erste Zeile BEGIN schreiben*)
  assign(datensatz2,'Auf2.DAT') ;
  rewrite(datensatz2); (* öffnen der Textdatei*)
  writeln(datensatz2,'BEGIN') ; (*In erste Zeile BEGIN schreiben*)
  DXMax:=0;
  DYMax:=0;

repeat
  Min:=10000;
  Max:=-10000;
  XMin1:=10000;
  XMin2:=10000;
  for i:=0 to maxloop do
    begin
      xxx := ((i/maxloop)*4e-6)-1.5e-6;
      y:=0;
      V:=0;
      for dx:=0 to DXMax do
        for dy:=0 to DYMax do
          begin
            xx:=xxx+(dx*0.05e-6);
            z:=zz+(dy*0.05e-6);
            V:=V+1;
            DH1Z:=Strom/(4*A*B)*(LN((SQR(A)+4*z*A+SQR(B)+4*xx*B+4*(SQR(xx)+SQR(z)))/(SQR(A)+4
              *A+SQR(B)+4*xx*B+4*(SQR(xx)+SQR(z))))-LN((SQR(A)+4*z*A+SQR(B)+4*xx*B+4*(SQR(xx)+
              SQR(z)))/(SQR(A)+4*A+SQR(B)+4*xx*B+4*(SQR(xx)+SQR(z))));
            DH2Z:=Strom/(4*A*B)*(LN((SQR(A)+4*z*A+SQR(B)+4*(xx-D)*B+4*(SQR(xx-D)+SQR(z)))/(
              SQR(A)+4*z*A+SQR(B)+4*(xx-D)*B+4*(SQR(xx-D)+SQR(z))))-LN((SQR(A)+4*z*A+SQR(B)+4*
              (xx-D)*B+4*(SQR(xx-D)+SQR(z)))/(SQR(A)+4*z*A+SQR(B)+4*(xx-D)*B+4*(SQR(xx-D)+SQR(z)
              ))));
            DH1X:=Strom/(2*A*B)*( ArcTAN((2*xx+b)/(2*z+a)) - ArcTAN((2*xx+b)/(2*z-a)) );
            DH2X:=-Strom/(2*A*B)*( ArcTAN((2*(xx-D)+b)/(2*z+a)) - ArcTAN((2*(xx-D)+b)/(2*z-a)) );
            V:=y+DH1Z+DH2Z;
            End;
            y:=y+V;
            V:=V*Sqr(V);
            y:=(y*1e-6)/510;
            xxx:=xxx-0.75e-6;
            xxx:=xxx*1e+6;
            if y>max then max:=y;
            if (y<min) and (i<=500) then Begin min:=y; XMin1:=xxx; end;
            if i=500 then min:=10000;
            if (y<min) and (i>500) then Begin min:=y; XMin2:=xxx; end;
            PutPixel(i div 2.200+(Round(10*y/(1.3*V_Old))),15);
          end ;
        ClearViewPort;
        diff:=Max-Min;
        str(diff,n_str);
        OutTextXY(10,10,n_str);
        writeln(datensatz2,DXMax*0.05,' ',diff) ;
        if (XMin1<10000) and (XMin2<10000) then
          Begin
            diff:=XMin2-XMin1;
            str(diff,n_str);
            OutTextXY(10,20,n_str);
          End
        else
          Begin
            diff:=0;
            str(diff,n_str);
            OutTextXY(10,20,n_str);
          End;
          if diff<0.01 then diff:=0;
          str(DXMax*0.05,n_str);
          OutTextXY(10,30,n_str);
          writeln(datensatz1,DXMax*0.05,' ',diff) ;
          Break(100,1000);
          inc(DXMax);
          inc(DYMax);
          V_Old:=V;
        until keypressed;
        writeln(datensatz1,'END') ; (*Letzte Zeile enthält END*)
        writeln(datensatz2,'END') ; (*Letzte Zeile enthält END*)
        close(datensatz1) ; (*Datei schließen*)
        close(datensatz2) ; (*Datei schließen*)
        Readln;
        CloseGraph;
      end.

```

A4 Auflistung des Meßdatenerfassungsprogramms mit Bildverarbeitung

Unit Types: (für alle Unit's gültige Variablen- und Typendeklaration)

INTERFACE

Uses Graph;

Const Max_X = 300;
Max_Y = 300;

VAR

Cluster_Count,
DTime,
Schwelle,
Bemerkung Counter: Integer;
Data_Max_Data_Min,
Messpunkt mitteln,
Data_Max_Data_Min,
Data_Min_Old;
counter;
Xold,Yold,xx,yy,
Diff_X,Diff_Y,
Xold,Yold,
spXold,
spYold,
Wert_old,
Wert_olds,
GetMaxYY,spYMax,
YYBuffer,
Datensatz,
Darstellung,
Line_Flag,
HiData,
LoData,
StabData,
DA_Kanal2,
DA_Kanal3,
HiVoltage,
LOVoltage,
Wahlparameter,
Old_DAC_Start_X,
Old_DAC_Start_Y,
DAC_Start_X,
DAC_Start_Y,
DAC_End_X,
DAC_End_Y,
X_Steigung,
Y_Steigung,
From_X,From_Y,
To_X,To_Y,
Del_X,Del_Y,
cursor_number : Integer;
Offset,Offset1,maxresy,
mouse_y,mouse_y_old,
mouse_x,mouse_x_old,
mouse_cursor_X,
mouse_cursor_Y : Integer;
key,key1 : Char;
graphic,
button_pressed : Boolean;
HDR_Filename : String<14>;
DAF_Filename : String<14>;
date : String<30>;
time : String<11>;
Acquisitiontime : String<11>;
Art : String<5>;
Rasterart : String<5>;
Scannerfile : String<14>;
Bemerkung : Array<0..11> of String<80>;
Temp_Zeile : Array<0..300> of Word;
Histo : Array<0..255> of Integer;
Wert : Array<0..7> of Integer;
Faktor,Differenz,
Key Nummer,
vsch : Word;
x raster : Word;
y raster : Word;
xraster,
yraster,
vraster,
vraster,
User Password,
Xscan : Word;
YScan : Word;
YFaktor,
ZFaktor,
HVFaktor,
ADCFaktor,
OrthoFaktor,
xampl,
yampl,
zampl,
Bruch,
xpos o,
Distanz,
P Wert,
ypos o : Real;
DFile : Text;
Mouseflag10 : Boolean;
Spektroskopie : Boolean;
Titel : String<80>;
Std1_Min1_Sek1_HSek1,
Std2_Min2_Sek2_HSek2,
Std3_Min3_Sek3_HSek3,
Std4_Min4_Sek4_HSek4;Word;
X_Offset: Array<0..400> of Real;
Y_Offset: Array<0..400> of Real;
a_Wert: Array<1..10> of Byte;
AlleByte;
Mittelwert: Real;
Rot_Min,
Grün_Min,
Blau_Min,
Rot_Max,
Grün_Max,
Blau_Max,
Auflösung,
Beleuchtung: Integer;
Win_X,Win_Y: Differenz: Integer;
Verzerr_Flag: Boolean;
Ampl Diff,
TimeperStep,
Kontrast,
X_Fak,Y_Fak: Real;

OldStyle : TextSettingsType;
Type Zeile = Array<1..Max_X> of Integer;
Pointer_to_Zeile = ^Zeile;

Var Start_Heap : ^Zeile;
Matrixline : Array<1..Max_Y> of Pointer_to_Zeile;
Hit1,Hit2 : Integer;

CONST

sc = 0;
BIOS Checksum : Word = \$0000;
Schon bekannte Verteilung: Boolean = False;
Check_Fits da : Boolean = False;
Linear_Flag : Boolean = False;
Messwerte_Invers: Boolean = False;
Messwerte_Flag : Boolean = False;
Header_Load_Flag: Boolean = False;
Daten_Load_Flag : Boolean = False;
Test_Flag : Boolean = False;
Spike_Flag : Boolean = False;
Linear_Flag : Boolean = False;
Invert_Flag : Boolean = False;
Top_Flag : Boolean = False;
Offizielle Version: Boolean = False;
Flughehen_Flag : Boolean = False;
Drift_Flag : Boolean = False;
Paint_Flag : Boolean = False;
Lin_Flag : Boolean = False;
TF_Flag : Boolean = False;
T_Flag : Boolean = False;
M_Flag : Boolean = False;
L_Flag : Boolean = False;
K_Flag : Boolean = False;
I_Flag : Boolean = False;
P_Flag : Boolean = False;
EF_Flag : Boolean = False;
Stereo_Flag : Boolean = False;
Save on Flag : Boolean = False;
Save on F : Boolean = False;
Save Off Flag : Boolean = False;
Smooth_Flag : Boolean = True;
Oscar : Boolean = False;
Masche : Boolean = False;
Key_File : String<7> = '2637548';

IMPLEMENTATION

Begin

End;

UNIT Vga256; Grafik-Unit für 256Farben/64Grau- werte (nur Prozedurenkopf)

Procedure VideoMode(N:Byte);
Procedure Locate(X,Y:Byte);
Procedure FillScreen(C:Byte);
Procedure Plot(X,Y:Integer;C:Byte);
Procedure Line(X1,Y1,X2,Y2:Integer;C:Byte);
Procedure XLine(X1,Y1,X2,Y2:Integer;C:Byte);
Procedure MoveTo(X,Y:Integer;C:Byte);
Procedure LineTo(X,Y:Integer;C:Byte);
Procedure Frame(X1,Y1,X2,Y2:Integer;C:Byte);
Procedure XFrame(X1,Y1,X2,Y2:Integer;C:Byte);
Procedure Block(X1,Y1,X2,Y2:Integer;C:Byte);
Procedure Circle(X,Y:Integer;R:Word;C:Byte);
Procedure Disk(X,Y:Integer;R:Word;C:Byte);
Function MaxY:Integer;
Function GetCol(X,Y:Integer):Byte;
Procedure Set_Color(FarbNr,R,G,B:Byte);
Procedure WaitSync;

UNIT Per3d; 3D-Grafik-Unit (nur Prozedurenkopf)

Procedure DreID(CENTER,R,REPS,PHI,TETA : Real; ID1,IV,PH
Integer; Differenz:Word; Bruch:Real;
Auf:Integer; Data_Min,Half:Integer;
Col_Flag:Boolean; Stereocolor:Byte);

Procedure DLine(x1,y1,x2,y2:Integer);
procedure Grau_Plot(x,y,hell:Integer);
Procedure Open_Matrix(Maximal_Y:Integer);
Procedure Release_Matrix;
Procedure Clear_Matrix(Maximal_Y:Integer);

(* * * * * *)
(* Procedure 3D *)
(* Dreidimensionale Gittergrafik mit perspektivischer Projektion *)
(* und Verdeckung. Die X-Y-Matrix RMAT<X,Y> muss global definiert *)
(* werden und enthält die Plot-Werte. Die Werte in RMAT sollten *)
(* zwischen 0 und 1 liegen. *)
(* Beschreibung der bergabparameter: *)
(* CENTER : Mittenzentrierung *)
(* R : Abstand Bild - Betrachter *)
(* REPS : Relativer Abstand Betrachter - Projektionsebene *)
(* PHI,TETA : Betrachtungswinkel in Grad *)
(* ID1 = 1 : Linien nur in Y-Richtung *)
(* = 2 : Linien nur in X-Richtung *)
(* = 3 : Linien in beiden Richtungen *)
(* IV = 1 : Linien in X- und Y-Richtung sind quidistant *)
(* = 2 : Grundfläche quadratisch *)
(* Pf = 0 : Grafikausgabe auf Bildschirm oder *)
(* = 1 : Grafikausgabe auf Plotter *)

```
(* Beschreibung einiger Konstanten und Variablen: *)
(* H11H12 : Trage der Wertematrix *)
(* RMAS, RMAR : Wertematrix *)
(* ColorO : Plot-Farbe der Oberseite *)
(* ColorU : Plot-Farbe der Unterseite *)
(* MADEF : Die Masken müssen wie die X-Auflösung *)
(* -- IXRES,XRES,2*IXMITTE,2*XMITTE -- *)
(* dimensioniert sein *)
```

UNIT Umls: Hilfsprozeduren (gekürzt)

```
Procedure Palette 256 Grau;
Procedure Write MainMenu;
Procedure Headr Maske;
Procedure Load Header;
Procedure Load Scanner;
Procedure Brzedge Keyschluessel;
Procedure Save Header;
Procedure Load Daten;
Procedure Test Offizielle Version;
Procedure WriteXY(x,y:integer;textzeile:Error_Message);
Procedure Close Window;
Procedure CursorOff;
Procedure CursorOn;
Procedure InverseOff;
Procedure InverseOn;
Procedure WriteXY(x,y:integer;wert:integer);
Procedure WriteInverse(Ausgabe:Zeichenfolge);
Procedure WriteAttack(Ausgabe:Zeichenfolge);
Procedure WriteAttackInverse(Ausgabe:Zeichenfolge);
Procedure Set Standard Colors;
Procedure Grafik Ein;
Procedure Ffill(x,y:integer;auschar);
Procedure Beep(Frequenz,Time:integer);
Procedure Klick;
Procedure Select File(FMaske:String14;Graph_Flag:Boolean);
Procedure AlertMenu(Text:Error_Message);
PROCEDURE mouse reset;
PROCEDURE show cursor;
PROCEDURE hide cursor;
PROCEDURE get mouse position and button status;
PROCEDURE set mouse cursor position(horizontal,vertical:integer);
PROCEDURE get button press information(button:integer);
PROCEDURE get button release information(button:integer);
PROCEDURE set horizontal mouse borders(minimum,maximum:integer);
PROCEDURE set vertical mouse borders(minimum,maximum:integer);
PROCEDURE set graphics cursor block(VAR cursor:cursor shape);
PROCEDURE set text cursor(indicator:integer;values:text_cursor_map);
PROCEDURE read mouse motion counters;
PROCEDURE set mickey to pixel ratio(horizontal,vertical:integer);
PROCEDURE set double speed threshold(threshold:integer);
PROCEDURE Check Integrity;
Function Date Read:Str11;
Function Time Read:Str11;
```

UNIT Include1: Bildverarbeitung 1. Teil

```
(* gekürzt *)
Procedure Load KeyNumber;
Procedure Get KeyNumber;
Procedure Init Variables;
Procedure Time and Date;
Procedure Time Diff(Var Std1,Min1,Sek1,Word,Std2,Min2,Sek2:Word);
Procedure Give WorkTime;
Procedure Help;
Procedure Treibbild;
Procedure Init Mouse;
Procedure Palette 256 Farbe(Red_Min,Red_Max,Green_Min,Green_Max,
Blue_Min,Blue_Max:Byte);
Procedure Farbverlauf;
Procedure Reset Colorvalues;
Procedure Default Colors;
Procedure Get Min_Max_Histo;
Procedure Get_Min_Max_Histo256;
Procedure New FileName;
Procedure New Dataset;
Procedure Save Daten;
Procedure LoadHeader;
Procedure LoadPic;
Procedure Load Save;
Procedure Palette aendern;
Procedure Dreid Grafik;
Procedure Dreid Top;
Procedure Leveln;
Procedure Abspeichern;
Procedure Plot TopView;
Procedure Paint;
```

UNIT Include2: Bildverarbeitung 2. Teil

(* gekürzt *)

```
Procedure Plot Curve;
Procedure Save On;
Procedure Save Off;
Procedure Distance;
Procedure TopView Grau;
Procedure LineScan;
Procedure Tiefpass1;
Procedure Tiefpass2;
Procedure Tiefpass3;
Procedure Tiefpass4;
Procedure Tiefpass y;
Procedure Get Ref X O;
Procedure Get Ref X U;
Procedure Get Ref Y L;
Procedure Get Ref Y R;
Procedure Calculate Entzerrung;
Procedure TopView Farbe;
Procedure Grafik;
```

UNIT MessBurr: Kern der Datenerfassung

(* Diese Unit beinhaltet die Hardware abhängigen Programme zur Messdatenerfassung und zum Steuern des Rasterkraftmikroskops mit der Burr-Brown Messdatenerfassungskarte *)

INTERFACE

uses crt,types;

Procedure Out_X(Wert:Word); (* Ausgabe eines 12bit-Wortes auf DA-Kanal1 *)

```
Procedure Out_Y(Wert:Word); (* Ausgabe eines 12bit-Wortes auf DA-Kanal2 *)
Procedure Out_DAC3(Wert:Word); (* Ausgabe eines 12bit-Wortes auf DA-Kanal3 *)
Procedure Out_DAC4(Wert:Word); (* Ausgabe eines 12bit-Wortes auf DA-Kanal4 *)
Procedure IN_ADC(Vor_Wert:integer;MUX:Byte;Var Overflow:Boolean);
Procedure Move Tip(x1,y1,x2,y2:Word);
Procedure Tip(x,y:Word);
Procedure DelayTime(Zeit:Real); (* Zeit in Millisekunden *)
```

IMPLEMENTATION

```
Const Segment:Word = $D000; (* Segmentadresse der Burr-Brown Karte *)
Base1:Word = $100; (* Offsetadresse fr das 8Kanal-AD-Modul1 *)
Base2:Word = $200; (* Offsetadresse fr das 2Kanal-DA-Modul2 *)
Base3:Word = $300; (* Offsetadresse fr das 2Kanal-DA-Modul3 *)
```

```
Var MSByte,
LSByte1, (* Hi-order nibble-adresse DA-Kanal1 *)
LSByte2, (* Lo-order byte-adresse DA-Kanal1 *)
MSByte2,
LSByte2,
MSByte3,
LSByte3,
MSByte4,
LSByte4,
Strobe, (* Strobe-adresse Kanal1 *)
Strobe1,
Strobe2,
Strobe3,
Strobe4,
Status,
Multiplexer:Word; (* Steuerung des MPX Schreiben *)
Bit 0 : MUX ADC0
Bit 1 : MUX ADC1
Bit 2 : MUX ADC2
Bit 3 : RUN
Bit 4 : MUX DAC0
Bit 5 : MUX DAC1
Bit 6 : MUX DAC2
Bit 7 : CTRL *)
```

```
Procedure DelayTime(Zeit:Real); (* Zeit in Millisekunden *)
Var i:ende:integer;
Begin
ende:=Round(100*Zeit); (* Muss an die Taktfrequenz des Rechners angepasst werden!!! *)
For i:=0 to ende do Begin End;
End;
```

```
Procedure Out_X(Wert:Word); (* Ausgabe eines 12-Bit Wertes an den DA-Kanal1, Modul2 fr den X-Scanner *)
Begin
if Wert<4096 then
Begin
MEM<Segment:LSByte1>:=Lo(Wert); (* Bit 0..7 *)
MEM<Segment:MSByte1>:=Hi(Wert); (* Bit 8..11 *)
MEM<Segment:Strobe1>:=0; (* Latch von DA-Kanal1 triggern *)
End;
End;
```

```
Procedure Out_Y(Wert:Word); (* Ausgabe eines 12-Bit Wertes an den DA-Kanal2, Modul2 fr den Y-Scanner *)
Begin
if Wert<4096 then
Begin
MEM<Segment:LSByte2>:=Lo(Wert); (* Bit 0..7 *)
MEM<Segment:MSByte2>:=Hi(Wert); (* Bit 8..11 *)
MEM<Segment:Strobe2>:=0; (* Latch von DA-Kanal2 triggern *)
End;
End;
```

```
Procedure Out_DAC3(Wert:Word); (* Ausgabe eines 12-Bit Wertes an den DA-Kanal3, Modul3 *)
Begin (* $0000=-10V $8000=0V $FFFF=+10V *)
MEM<Segment:LSByte3>:=Lo(Wert); (* Bit 0..7 *)
MEM<Segment:MSByte3>:=Hi(Wert); (* Bit 8..11 *)
MEM<Segment:Strobe3>:=0; (* Latch von DA-Kanal3 triggern *)
End;
```

```
Procedure Out_DAC4(Wert:Word); (* Ausgabe eines 12-Bit Wertes an den DA-Kanal4, Modul3 *)
Begin (* $0000=-10V $8000=0V $FFFF=+10V *)
MEM<Segment:LSByte4>:=Lo(Wert); (* Bit 0..7 *)
MEM<Segment:MSByte4>:=Hi(Wert); (* Bit 8..11 *)
MEM<Segment:Strobe4>:=0; (* Latch von DA-Kanal4 triggern *)
End;
```

```
Procedure IN_ADC(Vor_Wert:integer;MUX:Byte;Var Overflow:Boolean);
Var Vorz_Overfl,Hi_Wert,LO_Wert:Byte;
Begin
a Hi_Wert:=MEM<Segment:MSByte>; (* IRStatus Register zurcksetzen durch lesen von MSByte *)
MEM<Segment:Multiplexer>:=MUX+8; (* MUX ist die Multiplexer Adresse 0..7 MPX-Kanal whlen *)
```

MEM<Segment:Strobe>:=0; (* Konvertierung Starten *)

```

while (MEM<Segment:Status> and 32) = 1 do;
  (* Warten bis die Wandlung
  fertig ist (ca. 11.5µs)
  Evtl. können hier auch noch
  Rechenroutinen etc. eingefügt werden *)
  Overflow:=False;
  LO_wert:=MEM<Segment:LSByte>;
  HI_wert:=MEM<Segment:MSByte>; (* Wert einlesen *)
  Wert:=(HI_Wert and 15)*256 + LO_Wert;
  Wert:=~Wert;
End;

```

```

Procedure Move_Tip(x1,y1,x2,y2:Word);

```

```

Var x,y:Word;
Begin
  if x1<>x2 then
    if x2<x1 then
      For x:=x1 downto x2 do
        Begin
          DelayTime(TimeperStep+0.1);
          Out_X(X);
        End
      else
        For x:=x1 to x2 do
          Begin
            DelayTime(TimeperStep+0.1);
            Out_X(X);
          End
        End
    if y1<>y2 then
      if y2<y1 then
        For y:=y1 downto y2 do
          Begin
            DelayTime(TimeperStep+0.1);
            Out_Y(Y);
          End
        else
          For y:=y1 to y2 do
            Begin
              DelayTime(TimeperStep+0.1);
              Out_Y(Y);
            End
          End
        End
      End;
End;

```

```

Procedure Tip(x,y:Word);

```

```

Begin
  Out_X(x);
  Out_Y(y);
End;

```

```

Begin (* Zuweisung der Offset-Adressen *)

```

```

MSByte :=Base1+2;
LSByte :=Base1+1;
Strobe :=Base1+3;
Multiplexer:=Base1+4;
MSByte1:=Base2+2;
LSByte1:=Base2+1;
MSByte2:=Base2+6;
LSByte2:=Base2+5;
MSByte3:=Base3+2;
LSByte3:=Base3+1;
MSByte4:=Base3+6;
LSByte4:=Base3+5;
Strobe1:=Base2+3;
Strobe2:=Base2+7;
Strobe3:=Base3+3;
Strobe4:=Base3+7;
Status :=1;
Old_DAC_Start_X:=0;
Old_DAC_Start_Y:=0;
Tip(Old_DAC_Start_X,Old_DAC_Start_Y);
(* Tip in Ausgangsposition fahren *)
End;

```

UNIT Include3; Messroutinen 1.Teil

INTERFACE

Uses DOS;

```

CRT;
GRAPH;
TYPES;
UTILS;
PER3D;
VGA256;
MESSBURR;
INCLUDE1;
INCLUDE2;

```

```

Procedure Messen(x,y:Integer);
Procedure Kennlinien(Var Messpunkt_mitteln,Zeilen_Zahl:Integer;
  X_Min,Y_Min,X_Max,Y_Max,X_Raster,Y_Raster:Word);
Procedure Drift_Compensation;
Procedure XY_Scan(X_Min,Y_Min,X_Max,Y_Max,X_Raster,Y_Raster:Word);
Procedure Berechne_X_Offset;
Procedure Messe_X_Offset;
Procedure ScannPdr;
Procedure Clean_Tip(x,y:Integer);

```

IMPLEMENTATION

```

Procedure Clean_Tip(x,y:Integer);

```

```

Var i:Integer;
Begin
  Move_Tip(x,y,0,0);
  Out_DAC3(0);
  Delay(50);
  For i:=1 to 500 do
    Begin
      Out_DAC4(HiData-400);
      Beep(500+1,1);
      Out_DAC4(HiData+400);
      Beep(50+1,1);
    End;
  Out_DAC4(HiData);
  Delay(50);
  Out_DAC3(StabData);
  Move_Tip(0,0,x,y);
End;

```

```

Procedure Messen(x,y:Integer);

```

```

Var Wert_Old:Array<0..7> of Integer;
i,j:Diff;Bruch:Integer;
First:Over; Boolean;
DiffSpike_Level:Integer;
WertSumme:Array<0..7> of Real;
DiffDummy.Delta:Integer;
Steigung:LongInt;
GrauWert:Byte;
Begin
  x:=x div 6;
  y:=y div 12;
  first:=True;
  if Spektroskopie then
    Begin
      if Spike_Flag then Spike_Level:=50 else Spike_Level:=32000;
      if not Top_Flag then SetViewPort(0,GetMaxYY+20,GetMaxXX,
        GetMaxY,true);
      repeat
        if first=False then Wert_Old:=Wert<datensatz-1>;
        Delay(100);
        Out_DAC3(0); (* -10V an DA-Kanal 3 ausgeben
          um den Regelkreis zu sperren *)
        for i:=HiData downto LoData do
          Out_DAC4(i); (* Lo-Tunnelspannung an
            DA-Kanal 4 ausgeben *)
        WertSumme<Datensatz-1>:=0;
        for j:=1 to Messpunkt_Mitteln do
          (* Letzten Kanal einlesen und mitteln *)
          Begin
            IN_ADC(Wert<datensatz-1>,datensatz-1,Over);
            WertSumme<datensatz-1>:=WertSumme<datensatz-1>
              +wert<datensatz-1>;
          end;
        for i:=LoData to HiData do
          Out_DAC4(i); (* Hi-Tunnelspannung
            an DA-Kanal 4 ausgeben *)
          Out_DAC3(StabData); (* V an DA-Kanal
            3 ausgeben um den
            Regelkreis schneller zu machen *)
          Delay(DTime);
          WertSumme<datensatz-1>:=WertSumme<datensatz-1> /
            Messpunkt_Mitteln;
          Wert<Datensatz-1>:=Round(WertSumme<datensatz-1>);
          if Invert_Flag then Wert<datensatz-1>:=~Wert<datensatz-1>;
          First:=False;
          until Abs(Wert<datensatz-1>-Wert_Old)<Spike_Level;
          Wert_Old:=Wert<datensatz-1>;
          MatrixLine<YY+(YRASTER*(Datensatz-1))>^<XX>:=
            Wert<datensatz-1>;
          DiffS:=maxresy-y-Round(WertSumme<datensatz-1> /
            Faktor)-Offset-Offset1;
          if X<spXold then spXold:=x;
          if not Top_Flag then DLine(spXold,spYold,x,DiffS);
          spXold:=x;
          spYold:=DiffS;
          if Not_Top_Flag then SetViewPort(0,GetMaxXX,GetMaxYY,true);
        End;
      if spektroskopie then datensatz:=datensatz-1;
      for i:=0 to Datensatz-1 do
        Begin
          WertSumme<i>:=0;
          For j:=0 to Messpunkt_Mitteln do
            Begin
              IN_ADC(Wert<i>,i,Over);
              WertSumme<i>:=WertSumme<i>+Wert<i>;
            End;
            Wert<i>:=Round(WertSumme<i> / Messpunkt_mitteln);
            if Invert_Flag then Wert<i>:=~Wert<i>;
            if Spike_Flag then Spike_Level:=50 else Spike_Level:=32000;
            if spektroskopie then Spike_Level:=32000;
            until Abs(Wert<i>-Wert_Old<i>)<Spike_Level;
            Wert_Old<i>:=Wert<i>;
          repeat
            Wert_Old<i>:=Wert<i>;
            WertSumme<i>:=0;
            j:=0;
            repeat
              inc(j);
              IN_ADC(Wert<i>,i,Over);
              WertSumme<i>:=WertSumme<i>+Wert<i>;
            until j=Messpunkt_Mitteln;
            Wert<i>:=Round(WertSumme<i> / Messpunkt_mitteln);
            if Invert_Flag then Wert<i>:=~Wert<i>;
            if Over=False then
              Begin
                if i=(Datensatz_Darstellung-1) then Diff:=Wert<i>;
                if Verzerr_Flag then
                  MatrixLine<YY+(YRASTER*i)>^<XX>:=Wert<i> else
                    (* Messwerte abspeichern *)
                    if Linear_Flag then
                      MatrixLine<YY+(YRASTER*i)>^<XX>:=Wert<i> -
                        Round(X_Offset<XX>) else
                        MatrixLine<YY+(YRASTER*i)>^<XX>:=Wert<i>;
                end;
              End;
            if spektroskopie then datensatz:=datensatz+1;
            if x<xold then xold:=x;
            if Top_Flag then
              Begin
                if YY=1 then
                  Begin
                    if Diff>Dat_Max then Dat_Max:=Diff;
                    if Diff<Dat_Min then Dat_Min:=Diff;
                    Dat_Max_Old:=Dat_Max;
                    Dat_Min_Old:=Dat_Min;
                  End;
                if XX=XRASTER then
                  Begin
                    Dat_Min_Old:=Dat_Min;
                    Delta:=Dat_Max-Dat_Min;
                  End;
                if YY>1 then
                  Begin
                    if Diff>Dat_Max then Dat_Max:=Diff;
                    if Diff<Dat_Min then Dat_Min:=Diff;
                    if XX<3 then
                      Begin
                        Steigung:=MatrixLine<YY+(YRASTER
                          *(Datensatz_Darstellung-1))-1>^<XRaster-5>
                          -MatrixLine<YY+(YRASTER
                          *(Datensatz_Darstellung-1))-1>^<5>;
                        Steigung:=(Steigung<XX>) div XRASTER;
                        Bruch:=Delta-Steigung;
                        if Delta=0 then inc(Delta);
                      End;
                    if Delta=0 then inc(Delta);
                    GrauWert:=32+(((Diff-Dat_Min_Old)*192) div Delta);
                    Plot(XX+1,YY+1,GrauWert);
                  End;
                End;
              End;
            End;
          End;
        End;
      End;

```

```

else
  Begin
    Diff:=(Diff+2048) div Faktor;
    DiffDummy:=maxresy-y-Diff-Offset1-Offset;
    DLine(x_old,y_old,x,DiffDummy);
  End;
  x_old:=x;
  y_old:=DiffDummy;
End;

Procedure Kennlinien(Var Messpunkt_mitteln,Zeilen_Zahl;Integer;
  X_Min,Y_Min,X_Max,Y_Max,X_Raster,Y_Raster;Word);
Var incdata:Real;
  datafile: File of Integer;
  xxold,yyold,X_Res,Y_Res,xx,yy,
  Schritte_in_X,Schritte_in_Y,
  i,x,x_o,Delta,Delta_x,Zachler,y_Zachler;Integer;
  Delta_Min,Delta_Max;Word;
  divi,Wert_Min,Wert_Max,Wert_o;Word;
  Over:Boolean;
  Data:Real;
  Max_Diff,Mittel_Diff,Schwellwert,max_Schwellwert,min;
  Counter,Counter_Old,inc_x,Kennlinien_Zachler;Integer;
  Wert;Word;
  Summe;LongInt;
  DeltaA:Array<1..110> of Integer;
  Col_a_Count,Cenn_Count,Diff;Integer;
  Str_X_Zachler,Str_Y_Zachler:String<3>;
  Str_Schwell,Str_Max:String<3>;
  Str_Zachler:String<3>;
  DATEN_Filename:String<14>;
  Werte:Array<0..7> of Integer;
Const Display_Flag:Boolean=True;
  Kennlinie_Flag:Boolean=True;
  Pre_Scan:Boolean=True;
Begin
  Cenn_Count:=1;
  Grafik_Ein;
  Display_Flag:=True;
  Pre_Scan:=True;
  Wert_Min:=60000;
  Wert_Max:=0;
  Schwellwert_max:=300;
  Schwellwert_min:=3;
  Mittel_Diff:=0;
  Schritte_in_X:=X_Max-X_Min;
  Schritte_in_Y:=Y_Max-Y_Min;
  YY:=Y_Min;
  X_Res:=(X_Max-X_Min) Div X_Raster;
  Y_Res:=(Y_Max-Y_Min) Div Y_Raster;
  Open_Matrix(Y_Raster);
  Clear_Matrix(Y_Raster);
  for y_Zachler:=1 to Y_Raster do
    Begin
      Str(Y_Zachler,3,Str_Zachler);
      DATEN_Filename:='Spektro.'+Str_Zachler;
      Assign(datafile,DATEN_Filename);
      Reset(datafile);
      XX:=X_Min;
      xxold:=X_Min;
      for x_Zachler:=1 to X_Raster do
        Begin
          if Smooth_Flag then
            Begin
              for i:=xxold to XX do
                Begin
                  if Vscan>400 then
                    DelayTime(TimeperStep);
                    Out(Xi);
                  if OrthoFaktor<>0 then Out(Y(yy.Round(((i-X_Min)
                    /Schritte_in_X)*OrthoFaktor)));
                End;
              End;
            End;
          else
            Out(XXXX);
            if OrthoFaktor<>0 then
              Out(Y(yy.Round(((i-X_Min)/Schritte_in_X)*OrthoFaktor)));
            if Vscan>400 then
              DelayTime(TimeperStep);
            End;
          xxold:=XX;
          if Display_Flag=False then
            Begin
              ClrScr;
              Writeln('Zeile: ',y_Zachler,3);
            End;
          repeat
            Kennlinie_Flag:=true;
            incdata:=(HiData-LoData) / Zeilen_Zahl;
            inc_x:=300 div Zeilen_Zahl;
            if incdata=0 then incdata:=1;
            if Display_Flag then
              Begin
                Rectangle(0,0,301,GetMaxY);
                SetViewPort(1,1,300,GetMaxY-1,true);
                ClearViewPort;
              End;
            Out DAC3(0); (* Regelkreis sperren *)
            Data:=HiData;
            Counter:=Round(Data);
            Counter_old:=Counter;
            x:=1;
            Delta_Min:=60000;
            Delta_Max:=0;
            repeat (* Hinlauf *)
              if Display_Flag then
                SetColor(LightGreen);
              for i:=Counter_Old Downto Counter do
                Out DAC4(0); (* Tunnelspannung vorgeben *)
                Counter_old:=Counter;
                Summe:=0;
                if Alle=0 then
                  Begin
                    for i:=1 to Messpunkt_mitteln do
                      Begin
                        IN ADC(Delta,0,Over);(* Kanal 0 einlesen *)
                        Col:=LightGreen;
                        Summe:=Summe+Delta;
                      End;
                    Delta:=Summe div Messpunkt_mitteln;
                  End;
                else
                  Begin
                    Begin
                      IN ADC(Delta,0,Over);(* Kanal 0 einlesen *)
                      Col:=White;
                      Summe:=Summe+Delta;
                    End;
                    Delta:=Summe div Messpunkt_mitteln;
                  End;
                DeltaA<j>:=Delta;
                DeltaA:=Delta;
                if Delta<Delta_Min then Delta_Min:=Delta;
                if Delta>Delta_Max then Delta_Max:=Delta;
                divi:=Wert_Max-Wert_Min;
                Wert:=0;
                if Divi<>0 then
                  Wert:=((Delta-Wert_Min)*GetMaxY) div Divi;
                if display_flag then
                  Begin
                    PutPixel(x,Wert,Col);
                    Wert_o:=Wert;
                    x_o:=x;
                  End;
                  x:=x+inc_x;
                  inc(i);
                  Data:=Data-incdata;
                  Counter:=Round(Data);
                  until Data<LoData;
                dec(i);
                Data:=Data+incdata;
                Wert_Min:=Delta_Min;
                Wert_Max:=Delta_Max;
                Mittel_Diff:=0;
                Max_Diff:=0;
                repeat (* Rcklauf *)
                  if Display_Flag then SetColor(LightRed);
                  for i:=Counter_Old to Counter do
                    Out DAC4(0);(* Tunnelspannung vorgeben *)
                    Counter_Old:=Counter;
                    if (i<Zeilen_Zahl) and (j>1) then
                      Begin
                        Divi:=Abs(Wert_Max-Wert_Min);
                        Wert:=0;
                        if Divi<>0 then
                          Begin
                            Diff:=DeltaA<j>-DeltaA<i+1>;
                            if Abs(Diff) > Max_Diff then Max_Diff:=Abs(Diff);
                            Mittel_Diff:=Mittel_Diff+Diff;
                            Wert:=Diff*(1000 div Divi);
                          End;
                        End;
                        Wert:=Wert+(GetMaxY div 2);
                        if display_flag then
                          Begin
                            PutPixel(x,Wert,LightRed);
                            Wert_o:=Wert;
                            x_o:=x;
                          End;
                          x:=x+inc_x;
                          Dec(i);
                          Data:=Data+incdata;
                          Counter:=Round(Data);
                          until Data>HiData;
                        for i:=1 to 7 do
                          Begin
                            IN ADC(DeltaA<Zeilen_Zahl+i>,i,Over);
                            if Invert_Flag then DeltaA<Zeilen_Zahl+i>:=-DeltaA<Zeilen_Zahl+i>;
                          End;
                        Out DAC3(StabData); (* Regelkreis freigeben *)
                        Mittel_Diff:=Abs(Mittel_Diff div (Zeilen_Zahl-2));
                        if Max_Diff > Schwellwert_max then
                          Kennlinie_Flag:=False
                        else
                          if Max_Diff < Schwellwert_min then
                            Kennlinie_Flag:=False
                          else
                            Kennlinie_Flag:=True;
                            Cenn_Count:=1;
                          End;
                        if Display_Flag then
                          Begin
                            Str(Y_Zachler,3,Str_Y_Zachler);
                            Str(X_Zachler,3,Str_X_Zachler);
                            OutTextXY(5,8,'Zelle: '+Str_Y_Zachler);
                            OutTextXY(5,16,'Spalte: '+Str_X_Zachler);
                            Str(Schwellwert_Min,Str_Schwell);
                            Str(Schwellwert_Max,Str_Max);
                            OutTextXY(5,24,'Min: '+Str_Schwell);
                            OutTextXY(5,32,'Max: '+Str_Max);
                            Str(Mittel_Diff,Str_Schwell);
                            Str(Max_Diff,Str_Max);
                            OutTextXY(5,46,'MittelDiff: '+Str_Schwell);
                            OutTextXY(5,48,'MaxDiff: '+Str_Max);
                          End;
                        else
                          Begin
                            Writeln('Spalte: ',x_Zachler,3);
                            Writeln('Min: ',Schwellwert_min);
                            Writeln('Max: ',Schwellwert_max);
                            Writeln('MittelDiff: ',Mittel_Diff,3);
                            Writeln('MaxDiff: ',Max_Diff,3);
                            Writeln;
                          End;
                        Delay(DTime); (* fr DTime in ms *)
                        if Kennlinie_Flag=False then
                          Begin
                            Beep(1000,1);
                            Delay(1000); (* 1s warten und stabilisieren *)
                            inc(Cenn_Count);
                            if Cenn_Count > 5 then
                              Begin
                                Cenn_Count:=1;
                                Clear_Tip(XX,YY);
                              End;
                            End;
                          End;
                        if keypressed then
                          Begin
                            Key1:=Readkey;
                            if Pre_Scan then
                              Begin
                                CloseGraph;
                                ClrScr;
                                Write('Max_Schwellwertselektor in
                                ADC-Werten zwischen zwei Messpunkten: ');
                                ReadLn(Schwellwert_max);
                                Write('Min_Schwellwertselektor in
                                ADC-Werten zwischen zwei Messpunkten: ');
                                ReadLn(Schwellwert_min);
                              End;
                            End;
                          End;
                    End;
                  End;
                End;
              End;
            End;
          End;
        End;
      End;
    End;
  End;
  for a_Count:=1 to Alle do
    if j=A_wert<a_Count> then
      Begin
        Summe:=0;
        for i:=1 to Messpunkt_mitteln do

```



```

Begin
  repeat
    key1:='x';
    if keypressed then key1:=ReadKey;
    if Key1=#0 then Key1:=ReadKey;
    Case Key1 of
      #72 : Tri_Level:=Tri_Level-5;
      #80 : Tri_Level:=Tri_Level+5;
      #75 : Tri_Kanal:=3;
      #77 : Tri_Kanal:=2;
    End;
    Oszilloskop(Tri_Kanal,Tri_Level);
  until key1='x';
End;
if key1='k' then Clean_Tip(x,y);
if Key1=#0 then Key1:=ReadKey;
Case Key1 of
  #72 : Begin Faktor:=Faktor div 2; if Faktor
    <=0 then Faktor:=1; End;
  #80 : Begin Faktor:=Faktor * 2; if Faktor
    > 32000 then Faktor:=32000; End;
  #81 : Begin Offset:=Offset-10; if Offset<-32000
    then Offset:=-32000; End;
  #73 : Begin Offset:=Offset+10; if Offset>32000
    then Offset:=32000; End;
  #71 : Begin Beep(3000,1); Wahlparameter:=1; end;
  #75 : Begin Beep(2000,1); Wahlparameter:=2; End;
  #79 : Begin Beep(1000,1); Wahlparameter:=3; End;
  #45 : if Wahlparameter > 0 then
    Case Wahlparameter of
      1: Begin Vscan:=Vscan+100;
        if Vscan<400 then vscan:=400; end;
      2: Begin DA_Kanal2:=DA_Kanal2+10; end;
      3: Begin DA_Kanal3:=DA_Kanal3+10; End;
    End;
  #43 : if Wahlparameter > 0 then
    Case Wahlparameter of
      1: Vscan:=Vscan+100;
      2: Begin DA_Kanal2:=DA_Kanal2+10; end;
      3: Begin DA_Kanal3:=DA_Kanal3+10; End;
    End;
  End;
  if (key1 in <#45,#43>) and (Wahlparameter>0) then
  Begin
    StabData:=Round((DA_Kanal2+10000)*(4095/20000));
    Out DAC3(StabData);
    HidData:=Round((DA_Kanal3+10000)*(4095/20000));
    Out DAC4(HidData);
    TimeperStep:=vscan/(DAC_End_X-DAC_Start_X);
    TimeperStep:=TimeperStep/(400/(DAC_End_X-DAC_Start_X));
  End;
  Messen(x,y);
  if key1='p' then YYBuffer:=YY;
  Inc(XX);
  X:=X+Round(X Res-0.5);
  until (X>X_Max) or (XX>XRaster) or (key1='e');
  if Fluehoehen_Flag then Out DAC3(StabData);
  if Test_Flag and (Top_Flag=False) then
  Begin
    ClearViewPort;
    if Spektroskopie then
    Begin
      SetViewPort(0,GetMaxYY+20,GetMaxX,GetMaxY,true);
      ClearViewPort;
      SetViewPort(0,0,GetMaxX,GetMaxY,true);
    end;
    OutTextXY(20,80,'Differenzscan');
    yold:=32000;
  End;
  Dat_Min:=20000;
  Dat_Max:=-20000;
  Repeat
    if Smooth_Flag then
    Begin
      for i:=xxold downto X do Begin if Vscan>400 then
        DelayTime(TimeperStep);
        Out X(i);
        If OrthoFaktor<>0 then Out Y(y-Round(((i-X Min)
          /Schritte_in_X)*OrthoFaktor));
        End;
      End;
    else
    Begin
      Out X(X);
      If OrthoFaktor<>0 then Out Y(y-Round(((i-X Min)
        /Schritte_in_X)*OrthoFaktor));
      End;
    End;
    if Vscan>400 then
      DelayTime(TimeperStep);
  End;
  xxold:=X;
  Dec(XX);
  (* DelayTime2;*)
  if Test_Flag and (YY>1) and (Top_Flag=False) then
  Begin
    xpos:=x div 6;
    ypos:=maxresy-(((MatrixLine<YY+(YRASTER
      *(Datensatz_Darstellung-1))>^<XX>)
      -MatrixLine<YY-1+(YRASTER
      *(Datensatz_Darstellung-1))>^<XX>)
      div Faktor) -Offset+100;
    if yold<>32000 then
      DLinc(xold,yold,xpos,ypos);
      xold:=xpos;
      yold:=ypos;
    End;
    X:=X-X Res;
    until X<X_Min;
    Inc(YY);
    XX:=1;
    Y_Old:=Y;
    Y:=Y+Y Res;
    Move Tip(X Min,Y Old,X Min,Y);
    if Verzerz_Flag then YY:=YRaster+1;
    until (Y>Y_Max) or (YY>YRaster) or (key1='e') or (key1='p');
    if (Test_Flag=True) and (Top_Flag=False) then Test_Flag:=False;
    Move Tip(X Min,Y Min,Y Min);
    until Test_Flag=False;
    if not Top_Flag then SetViewPort(0,0,GetMaxX,GetMaxY,false);
  End;
End;

Procedure Berechne_X_Offset;
Var i:Integer;
Half:Real;

Function Y(x:Real):Real;
Var B1,B2,B3,B4:Real;
Begin
  B1:=1.176111;
  B2:=-1.768525;
  B3:=3.853688;
  B4:=-2.130207;
  Y:=B1/(1+Exp(B2+B3*x+B4*Sqr(x)));
End;

Begin
  Half:=Y(0.5);
  For i:=1 to XRaster do
  Begin
    X_Offset<i>:=Y(i/XRaster)/Half;
  End;
End;

Procedure Messe_X_Offset;
Var i:Integer;
Diff:Real;
Begin
  Verzerz_Flag:=True;
  XY_Scan(DAC_Start_X,DAC_Start_Y,DAC_End_X,DAC_End_Y,
    XRaster,32000);
  Diff:=MatrixLine<1+(YRASTER*(Datensatz_Darstellung-1))>^<XRaster>
    -MatrixLine<1+(YRASTER*(Datensatz_Darstellung-1))>^<1>;
  Ampl_Diff:=Round(Diff)/(DAC_End_X-DAC_Start_X)*2;
  For i:=1 to XRaster do
  Begin
    X_Offset<i>:=MatrixLine<1+(YRASTER
      *(Datensatz_Darstellung-1))>^<1>
      -MatrixLine<1+(YRASTER*(Datensatz_Darstellung-1))>
      <1>+(Diff*(i-1)/(XRaster-1));
  End;
End;

Procedure Scanplot;
Var X,XRes:Integer;
Begin
  X:=(DAC_End_X-DAC_Start_X) div XRaster;
  Repeat
    ClrScr;
    WriteLn('Bitte den X/Y-Schreiber an die Ausgange der digitalen
      Rampe anschließen. ');
    WriteLn;
    WriteLn('Die X-Empfindlichkeit des X/Y-Schreibers auf X=0.5
      V/cm einstellen. ');
    WriteLn('Die Y-Empfindlichkeit des X/Y-Schreibers anpassen. ');
    WriteLn;
    WriteLn('Die Schreiberausgabe mit <RETURN> starten. ');
    WriteLn('oder mit <e> beenden. ');
    Repeat until Keypressed; Key1:=ReadKey;
    if Key1<>'e' then
    Begin
      WriteLn;
      WriteLn('Der Scan wird geplottet ...');
      For X:=1 to XRaster do
      Begin
        Delay(50);
        Out XX(X*XRes);
        Out_Y(((MatrixLine<YYBuffer+(YRASTER*(Datensatz_Darstellung
          -1))>^<X>)+(DAC_End_X-DAC_Start_X) div 2);
      End;
    End;
    until Key1='e';
    WriteLn;
    WriteLn('Fertig! Bitte den Plott entnehmen und den
      X/Y-Schreiber abschalten. ');
  End;
  Key1:=#p;
End;

Begin
  End;

```

UNIT Main: Menuegesteuerte Arbeitsumgebung

INTERFACE

```

uses
  Crt,
  Dos,
  Graph,
  Types,
  VGA256,
  Units,
  Per3D,
  MESSBURR,
  Include1,
  Include2,
  Include3;

```

```

Procedure Messung;
Procedure Scan_Area;
Procedure Frame(x,y:An_Aus:Integer);
Procedure Mouse_MainMenu;
Procedure Main_Menu;

```

IMPLEMENTATION

```

Procedure Messung;
Var str1,str2,str3:String;
Zahl:Integer;
Dummy:String;
Endios_Flag:Boolean;
Files:String<8>;

Begin
  Endios_Flag:=False;
  Move Tip(Old_DAC_Start_X,Old_DAC_Start_Y,DAC_Start_X,DAC_Start_Y);
  Old_DAC_Start_X:=DAC_Start_X;
  Old_DAC_Start_Y:=DAC_Start_Y;
  Fluehoehen_Flag:=False;
  Open Window(50,2,78,24,1,>>> Messung <<<);
  ClrScr;
  if NOT Header_Load_Flag then
  Begin

```

```

WriteLn('Der File RASTER.HDR');
WriteLn('wird geladen, weil');
WriteLn('kein Header vorbe-');
WriteLn('wurde. ');
AlertMenu('Kein Header vorhanden -');
Filename:=HDR_Filename;
Load Header;
Header_Load_Flag:=true;
ClrScr;
if Header_Load_Flag then
Begin
if vscan < 400 then vscan:=400;
Repeat
TimeperStep:=vscan/(DAC_End_X-DAC_Start_X);
TimeperStep:=(TimeperStep-(400/(DAC_End_X-DAC_Start_X)));
(* zusätzliche Verzögerungszeit
pro X/Y Schritt in ms *)
ClrScr;
TextColor(Yellow);
WriteLn('X-Messpunkte :XRaster:5);
WriteLn('Y-Messpunkte :YRaster:5);
WriteLn('Messp. mitteln :Messpunkt_mitteln:5);
WriteLn('Zeit pro Scan :vscan:5,ms);
WriteLn('Messzeit ca. :Round(YRaster*2*(vscan/1000)):5,sec);
WriteLn('DA-Kanal2 (St):Round(DA_Kanal2:5,mV);
StabData:=Round((DA_Kanal2+10000)/(4095/20000));
Out DAC32(StabData);
WriteLn('DA-Kanal3 (Li):Round(DA_Kanal3:5,mV);
HiData:=Round((DA_Kanal3+10000)/(4095/20000));
Out DAC4(HiData);
TextColor(LightBlue);
if Drift_Flag then
WriteLn(' <d> mit Driftkomp. ') else
WriteLn(' <d> ohne Driftkomp. ');
Write(' <F3> ADC/DAC-Linear ');
if Linear_Flag then WriteLn('Ein') else
WriteLn('Aus');
Write(' <F4> Spike unterdr. ');
if Spike_Flag then WriteLn('Ein') else
WriteLn('Aus');
Write(' <F5> Messwerte inv. ');
if Invert_Flag then WriteLn('Ja') else
WriteLn('Nein');
if Top_Flag then
WriteLn(' <F6> Graustufenbild')
else
WriteLn(' <F6> Linescan');
WriteLn(' <F7> Scanzeit/Mitteln');
WriteLn(' <F8> Stabilisierung');
WriteLn(' <F9> Tunnelspannung');
TextColor(LightGray);
WriteLn('OK? Dann Messung mit!');
TextColor(LightRed);
WriteLn(' <F0> Konst.Flughöhe');
WriteLn(' <F1> = Topographie');
WriteLn(' <F2> = Spektroskopie');
TextColor(LightGray);
WriteLn('Starten ...');
TextColor(LightGreen);
Write(' <End> = Abbruch');
TextColor(LightGray);
Offset:=0;
Key1:=ReadKey;
if Key1=#0 then Key1:=ReadKey;
if Key1=#60 then
Begin
Repeat
ClrScr;
WriteLn(' <F3> Kennlinien');
WriteLn(' <F2> Lock-In Technik');
Key1:=ReadKey;
if Key1=#0 then Key1:=ReadKey;
until Key1 in <#59,#60>;
if Key1=#59 then Key1:=#69;
End;
if Key1=#69 then
Begin
Open Window(10,5,60,20,1,'Kennliniendaten');
ClrScr;
WriteLn('Tunnelspannung aus DA-Kanal #3');
WriteLn('fr Kennlinienmessungen bei');
WriteLn('abgeschaltetem Regelkreis');
HiVoltage:=DA_Kanal3;
WriteLn('Der AD-Kanal #0 wird zum');
WriteLn('einlesen benutzt');
WriteLn('Tunnelspannung <mV> : ReadLn(LoVoltage);
HiData:=Round((HiVoltage+10000)/(4095/20000));
LoData:=Round((LoVoltage+10000)/(4095/20000));
WriteLn('Anschalten des Regelkreises');
WriteLn('An-Zeit <ms> : ReadLn(DTime);
WriteLn('Messpunkte mitteln (1..500) : ');
ReadLn(Messpunkt_mitteln);
WriteLn('Messpunkte/Kennl max. 100');
WriteLn('Wieviele Messpunkte/Kennl. ? : ReadLn(Zeilen_Zahl);
if Zeilen_Zahl>100 then Zeilen_Zahl:=100;
WriteLn('Wieviele Messpunkte mitteln ?');
Write(' (Alle = 0) : ReadLn(Alle);
if Alle>0 then
Begin
for i:=1 to Alle do
Begin
Write(i,'Punkte Messpunkt Nr. : ReadLn(A_Wert<i>);
End;
End;
Open Window(1,1,80,25,1,'');
Kennlinien(Messpunkt_mitteln,Zeilen_Zahl,DAC_Start_X,
DAC_Start_Y,DAC_End_X,DAC_End_Y,XRaster,YRaster);
Close Window;
Close Window;
End;
if Key1=#61 then
if Linear_Flag then Linear_Flag:=False else Linear_Flag:=True;
if Key1=#62 then
if Spike_Flag then Spike_Flag:=False else Spike_Flag:=True;
if Key1=#63 then
if Invert_Flag then Invert_Flag:=False else Invert_Flag:=True;
if Key1=#64 then
if Top_Flag then Top_Flag:=False else Top_Flag:=True;
if Key1=#65 then
if Drift_Flag then Drift_Flag:=False else Drift_Flag:=True;
if Key1=#65 then Begin
Repeat
ClrScr;
WriteLn('Zeit pro Scan');
WriteLn('in Millisekunden');
WriteLn('400=Fastscan');
Write(' ');
ReadLn(vscan);
until vscan>399;
Repeat
ClrScr;
WriteLn('Messpunkt mitteln');
WriteLn(' ');
Write(' ');
ReadLn(Messpunkt_mitteln);
until Messpunkt_mitteln>0;
Repeat
ClrScr;
WriteLn('Smooth scan');
WriteLn('Rough scan');
Write(' ');
Repeat until keypressed;
key:=ReadKey;
until Uppcase(key) in <'S','R'>;
if Uppcase(key)='S' then
Smooth_Flag:=True
else Smooth_Flag:=False;
End;
if Key1=#66 then Begin
Repeat
ClrScr;
WriteLn('Stabilisierung');
WriteLn('in Millivolt');
WriteLn('max. q10000mV');
Write(' ');
ReadLn(DA_Kanal2);
until Abs(DA_Kanal2)<10001;
End;
if Key1=#67 then Begin
Repeat
ClrScr;
WriteLn('Tunnelspannung');
WriteLn('in Millivolt');
WriteLn('max. q10000mV');
Write(' ');
ReadLn(DA_Kanal3);
until Abs(DA_Kanal3)<10001;
End;
until Key1 in <#79,#59,#60,#68>;
Wahlparameter:=0;
if Key1=#68 then
Begin
Flughoehe_Flag:=true;
Key1:=#59;
End;
if (Key1=#60) and Offizielle_Version then
Begin
if Datensatz>1 then
Begin
Spektroskopie:=true;
Open Window(15,10,55,15,1,'Spektroskopiedaten');
ClrScr;
WriteLn('Tunnelspannung aus DA-Kanal 3');
WriteLn('fr Spektroskopiemessungen bei');
WriteLn('abgeschaltetem Regelkreis');
HiVoltage:=DA_Kanal3;
WriteLn('Tunnelspannung <mV> : ReadLn(LoVoltage);
HiData:=Round((HiVoltage+10000)/(4095/20000));
LoData:=Round((LoVoltage+10000)/(4095/20000));
ClrScr;
WriteLn('Wartezeit zum stabilisieren');
WriteLn('des Regelkreises <ms> : ReadLn(DTime);
Close Window;
end
else
AlertMenu('Fr Spektroskopie min. 2 Datensätze !!');
end
else Spektroskopie:=false;
if Key1 in <#59,#60> then
Begin
Key1:=#0;
Faktor:=100;
Open Window(1,1,80,25,1,'');
Open Matrix(YRaster);
Clear Matrix(YRaster);
Test_Flag:=True;
if Not Top_Flag then
Begin
Grafik_Ein;
if Linear_Flag then
Begin
Verzerr_Flag:=True;
Messe_X_Offset;
End;
Verzerr_Flag:=False;
Repeat
if Offizielle_Version then
XY_Scan(DAC_Start_X,DAC_Start_Y,DAC_End_X,
DAC_End_Y,XRaster,YRaster);
if not Top_Flag then ClearDevice;
until (key1='e') or (key1='p');
End;
if Key1<>'p' then
Begin
if Keypressed then Key1:=ReadKey;
Key1:=#0;
Clear Matrix(YRaster);
Test_Flag:=False;
if Top_Flag then Test_Flag:=True;
if Top_Flag then
Begin
VideoMode($7F); a oder $13 u
Palette_256_Grau;
End;
index:=1;
Repeat
Date:=Date Read;
Time:=Time Read;
GetTime(Str3,Min3,Sek3,HSek3);
XY_Scan(DAC_Start_X,DAC_Start_Y,DAC_End_X,
DAC_End_Y,XRaster,YRaster);
GetTime(Str4,Min4,Sek4,HSek4);
Time_Diff(Str3,Min3,Sek3,Str4,Min4,Sek4);
str(Str3:2,Str1);
if Str3<10 then Str1:='0'+Copy(Str1,2,1);
str(Min3:2,Str2);
if Min3<10 then Str2:='0'+Copy(Str2,2,1);
str(Sek3:2,Str3);
if Sek3<10 then Str3:='0'+Copy(Str3,2,1);
acquisitiontime:=Str1+' '+Str2+' '+Str3;
if Endlos_Flag=False then
Begin
ya:=pos('HDR_Filename');
ye:=pos('HDR_Filename');
if ya=2 then ya:=3 else ya:=1;
Dummy:=Copy(HDR_Filename,ya,2);
if (Dummy='xx') or (Dummy='XX') then
Endlos_Flag:=True else Endlos_Flag:=False;

```

```

File:=Copy(HDR_Filename,ya+2,ye-ya-2);
End;
if Endlos_Flag then
Begin
  if index<10 then
    str(index:1,Dummy) else
    str(index:2,Dummy);
    HDR_Filename:='C:\';
    DAT_Filename:='C:\';
    if index<10 then
      Begin
        HDR_Filename:=HDR_Filename+'0';
        DAT_Filename:=DAT_Filename+'0';
      End;
    HDR_Filename:=HDR_Filename+Dummy+File+'.HDR';
    DAT_Filename:=DAT_Filename+Dummy+File+'.DAT';
  End;
  inc(index);
  Save_Daten;
  if Key1<>'p' then Save_Header;
  if Endlos_Flag=False then Key1:='e';
  Test_Flag:=True;
  until Key1='e'
End;
if Top_Flag then VideoMode($03) else CloseGraph;
if Key1='p' then
Begin
  Scanplot;
  YBuffer:=0;
End;
Release_Matrix;
Close_Window;
Spektroskopie:=false;
End;
Close_Window;
End;

```

```

Procedure Scan_Area;
Var HX,x,y,o;
  DDAC_Start_X;
  DDAC_Start_Y;
  DDAC_End_X;
  DDAC_End_Y;
  Ges_X,Ges_Y;
  Red_X,Red_Y,Integer;
  XScan,YScan,XStr,YStr:String<5>;
  XDScan,YDScan:Word;
  XTemp,YTemp:Real;
Const
  End_Flag:Boolean = False;
Begin
  if not Header_Load_Flag then
  Begin
    AlertMenu('Erst den Header laden ...');
    LoadHeader;
  End
  else
  Begin
    Open_Window(1,1,80,25,1);
    Open_Window(30,50,53,17,1);
    ClrScr;
    Ges_X:=DAC_End_X-DAC_Start_X;
    Ges_Y:=DAC_End_Y-DAC_Start_Y;
    Red_X:=100*(Ges_X-XRaster) div Ges_X;
    Red_Y:=100*(Ges_Y-YRaster) div Ges_Y;
    WriteLn('Der Suchbereich ist:');
    WriteLn('Sich nach:');
    WriteLn('in X-Richtung um 'Red_X:3:');
    WriteLn('in Y-Richtung um 'Red_Y:3:');
    WriteLn('reduzieren:');
    Write 'Weiter' = < RETURN >;
    if (Red_X<=50) or (Red_Y<=50) then
    Begin
      AlertMenu('Eine weitere Verkleinerung ist nicht mglich. ');
      Close_Window;
    End
    else
    Begin
      ReadLn;
      Close_Window;
      Grafik_Ein;
      SetColor(LightGreen);
      SetLineStyle(SolidLn,0,ThickWidth);
      Rectangle(0,0,GetMaxX,GetMaxY);
      Str(XRaster,XStr);
      Str(YRaster,YStr);
      OutTextXY(10,10,'Maximaler Scanbereich:');
      OutTextXY(10,20,'(analoge Einstellung)');
      OutTextXY(10,30,'Rasterpunkte in X: '+XStr);
      OutTextXY(10,40,'Rasterpunkte in Y: '+YStr);
      Str(DAC_Start_X,XStr);
      OutTextXY(10,50,'DAC-Start in X: '+XStr);
      OutTextXY(10,60,'DAC-Start in Y: '+YStr);
      Str(DAC_End_X,XStr);
      OutTextXY(10,70,'DAC-Ende in X: '+XStr);
      OutTextXY(10,80,'DAC-Ende in Y: '+YStr);
      Str(XScan,XStr);
      OutTextXY(10,90,'X-Spannung <mV> : '+XStr);
      OutTextXY(10,100,'Y-Spannung <mV> : '+YStr);
      Rectangle(180,15,200,5);
      SetColor(LightRed);
      HX:=GetMaxX div 2;
      OutTextXY(HX,20,'(Einstellung durch Fenster)');
      OutTextXY(HX,30,'DAC-Start in X:');
      OutTextXY(HX,40,'DAC-Start in Y:');
      OutTextXY(HX,50,'DAC-Ende in X:');
      OutTextXY(HX,60,'DAC-Ende in Y:');
      OutTextXY(HX,70,'X-Spannung <mV> :');
      OutTextXY(HX,80,'Y-Spannung <mV> :');
      SetLineStyle(SolidLn,0,NormalWidth);
      Rectangle(HX+140,15,HX+160,5);
      if Mouse then
      Begin
        Set horizontal mouse borders(0,GetMaxX);
        Set vertical mouse borders(0,GetMaxY);
        SetWriteMode(XORPut);
        WITH mouse_status DO
          Begin
            repeat
              get mouse position and button status;
              DDAC_Start_X:=Position<1>* (Ges_X div GetMaxX);
              DDAC_Start_Y:=Position<2>* (Ges_Y div GetMaxY);
              Str(DDAC_Start_X,XStr);
              Str(DDAC_Start_Y,YStr);
              WaitSync;
              Line(Position<1>,Position<2>,Position<1>+10,Position<2>);
              Line(Position<1>,Position<2>,Position<1>,Position<2>+10);
            until (Button_pressed=(Button_state>0));
            if (Button_pressed=(Button_state>0)) then
              Begin
                OutTextXY(HX+150,30,XStr);
                OutTextXY(HX+150,40,YStr);
                x:=Position<1>;
                y:=Position<2>;
                Repeat
                  get mouse position and button status;
                  Button_pressed:=(Button_state>0);
                  if (Position<1>>x_o) and (Position<2>>y_o) then
                    Begin
                      DDAC_End_X:=Position<1>* (Ges_X div GetMaxX);
                      DDAC_End_Y:=Position<2>* (Ges_Y div GetMaxY);
                      DDAC_End_X:=DDAC_End_X-(DDAC_End_X-DDAC_Start_X);
                      MOD XRaster;
                      DDAC_End_Y:=DDAC_End_Y-(DDAC_End_Y-DDAC_Start_Y);
                      MOD YRaster;
                      XTemp:=(-DDAC_Start_X+DDAC_End_X)/Ges_X;
                      YTemp:=(-DDAC_Start_Y+DDAC_End_Y)/Ges_Y;
                      XDScan:=Round(XTemp*XScan);
                      YDScan:=Round(YTemp*YScan);
                      Str(DDAC_End_X,XStr);
                      Str(DDAC_End_Y,YStr);
                      Str(XDScan,XStr);
                      Str(YDScan,YStr);
                      WaitSync;
                      Rectangle(x_o,y_o,Position<1>,Position<2>);
                      OutTextXY(HX+150,50,XStr);
                      OutTextXY(HX+150,60,YStr);
                      OutTextXY(HX+150,70,XStr);
                      OutTextXY(HX+150,80,YStr);
                      WaitSync;
                      Rectangle(x_o,y_o,Position<1>,Position<2>);
                      SetColor(LightRed);
                      OutTextXY(HX+150,50,XStr);
                      OutTextXY(HX+150,60,YStr);
                      OutTextXY(HX+150,70,XStr);
                      OutTextXY(HX+150,80,YStr);
                      SetColor(LightRed);
                    End;
                  until (Button_pressed=false) and
                    ((DDAC_End_X-DDAC_Start_X)>XRaster) and
                    ((DDAC_End_Y-DDAC_Start_Y)>YRaster);
                  End;
                  End_Flag:=True;
                  XScan:=XDScan;
                  YScan:=YDScan;
                  DAC_Start_X:=DDAC_Start_X;
                  DAC_End_X:=DDAC_End_X;
                  DAC_Start_Y:=DDAC_Start_Y;
                  DAC_End_Y:=DDAC_End_Y;
                End;
                until End_Flag;
              End;
            End_Flag:=False;
            SetWriteMode(CopyPut);
            CloseGraph;
            if Mouse then Init_Mouse;
            Close_Window;
            End;
          End;
        End;
      End;
    End;
  End;
End;

```

```

Line(Position<1>,Position<2>,Position<1>+20,Position<2>+20);
OutTextXY(HX+150,30,XStr);
OutTextXY(HX+150,40,YStr);
WaitSync;
Line(Position<1>,Position<2>,Position<1>+10,Position<2>);
Line(Position<1>,Position<2>,Position<1>,Position<2>+10);
Line(Position<1>,Position<2>,Position<1>+20,Position<2>+20);
SetColor(LightRed);
OutTextXY(HX+150,30,XStr);
OutTextXY(HX+150,40,YStr);
SetColor(LightRed);
Button_pressed:=(Button_state>0);
if Button_pressed then
Begin
  OutTextXY(HX+150,30,XStr);
  OutTextXY(HX+150,40,YStr);
  x:=Position<1>;
  y:=Position<2>;
  Repeat
    get mouse position and button status;
    Button_pressed:=(Button_state>0);
    if (Position<1>>x_o) and (Position<2>>y_o) then
      Begin
        DDAC_End_X:=Position<1>* (Ges_X div GetMaxX);
        DDAC_End_Y:=Position<2>* (Ges_Y div GetMaxY);
        DDAC_End_X:=DDAC_End_X-(DDAC_End_X-DDAC_Start_X);
        MOD XRaster;
        DDAC_End_Y:=DDAC_End_Y-(DDAC_End_Y-DDAC_Start_Y);
        MOD YRaster;
        XTemp:=(-DDAC_Start_X+DDAC_End_X)/Ges_X;
        YTemp:=(-DDAC_Start_Y+DDAC_End_Y)/Ges_Y;
        XDScan:=Round(XTemp*XScan);
        YDScan:=Round(YTemp*YScan);
        Str(DDAC_End_X,XStr);
        Str(DDAC_End_Y,YStr);
        Str(XDScan,XStr);
        Str(YDScan,YStr);
        WaitSync;
        Rectangle(x_o,y_o,Position<1>,Position<2>);
        OutTextXY(HX+150,50,XStr);
        OutTextXY(HX+150,60,YStr);
        OutTextXY(HX+150,70,XStr);
        OutTextXY(HX+150,80,YStr);
        WaitSync;
        Rectangle(x_o,y_o,Position<1>,Position<2>);
        SetColor(LightRed);
        OutTextXY(HX+150,50,XStr);
        OutTextXY(HX+150,60,YStr);
        OutTextXY(HX+150,70,XStr);
        OutTextXY(HX+150,80,YStr);
        SetColor(LightRed);
      End;
    until (Button_pressed=false) and
      ((DDAC_End_X-DDAC_Start_X)>XRaster) and
      ((DDAC_End_Y-DDAC_Start_Y)>YRaster);
    End;
    End_Flag:=True;
    XScan:=XDScan;
    YScan:=YDScan;
    DAC_Start_X:=DDAC_Start_X;
    DAC_End_X:=DDAC_End_X;
    DAC_Start_Y:=DDAC_Start_Y;
    DAC_End_Y:=DDAC_End_Y;
  End;
  until End_Flag;
End;
End_Flag:=False;
SetWriteMode(CopyPut);
CloseGraph;
if Mouse then Init_Mouse;
Close_Window;
End;
End;

```

```

Procedure Frame(x,y,An,Aus:Integer);
Begin
  if AN=Aus=1 then
  Begin
    GotoXY(x,y-1);Write('ZDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDD?');
    GotoXY(x,y);Write('3');
    GotoXY(x+26,y);Write('3');
    GotoXY(x,y+1);Write('SDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDY');
  End
  else
  Begin
    GotoXY(x,y-1);Write(' ');
    GotoXY(x,y);Write(' ');
    GotoXY(x+26,y);Write(' ');
    GotoXY(x,y+1);Write(' ');
  End;
End;

```

```

Procedure Mouse_MainMenu;
Begin
  Klack;
  case Yold of
    5 : New_FileName;
    7 : New_Dataset;
    9 : LoadHeader;
    11 : LoadPick;
    13 : Scan_Area;
    15 : if Offizielle_Version then Messung;
    17 : Grafik;
    21 : Begin Close_Window; ClrScr; Give_WorkTime; Halt(1); End;
  end;
End;

```

```

Procedure Main_Menu;
Begin (* Main *)
  Grafik_Ein;
  Titelbild;
  Init_Variables;
  Messpunkt_Mittel:=1;
  Set_standard_Colors;
  Open_Window(1,1,80,25,1,'Hauptmenue');
  ClrScr;
  Mouse:=True;
  Time_and_Date;
  Write_MainMenu;
  if Mouse then Init_Mouse;
  if keypressed then Key1:=readkey;
  Yold:=100;
  WITH mouse_status DO

```

```

repeat
  CursorOff;
  if header_load_flag then
    Begin
      TextColor(14);
      WriteXY(53,2,Header = '+HDR Filename);
      WriteXY(53,3,Daten = '+DAT Filename);
      TextColor(15);
      WriteXY(53,5,Maximale Datensatz : '); TextColor(10);
      Write(Datensatz);TextColor(15);
      WriteXY(53,7,Aktueller Datensatz : '); TextColor(12);
      Write(Datensatz Darstellung);TextColor(7);
      WriteXY(5,5,' <F2> Neuer DATENSATZ DDDDDDDDD
      DDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDDD
      DDDDDDD?');
      WriteXY(75,6,3);
    End;
    TextColor(7);
    if Mouse then get_mouse_position_and_button_status;
    mouse_y old:=mouse_y;
    Mouse_Cursor_X:=round(position<1>/8);
    Mouse_Y:=round(position<2>/8);
    if mouse_y<>mouse_y old then mouse_Cursor_y:=mouse_y;
    if Mouse_Cursor_Y in <3,5,7,9,11,13,15,17,19,21> then
      Begin
        if Mouse_Cursor_Y=Yold then
          Frame(4,Mouse_Cursor_Y,1) else
          Frame(4,Yold,0);
          Yold:=Mouse_Cursor_Y;
        End;
        button_pressed := (button_state > 0);
        key:=0;
        if keypressed then key:=ReadKey;
        if (key=#13) or (button_state>0) then Mouse_MainMenu;
        if key=#0 then
          Begin
            key:=ReadKey;
            Case Key of
              #80: Begin INC(Mouse_Cursor_Y);
                    INC(Mouse_Cursor_Y); end;
              #72: Begin DEC(Mouse_Cursor_Y);
                    DEC(Mouse_Cursor_Y); end;
              #59: Begin Yold:=3; Mouse_MainMenu; End;
              #60: Begin Yold:=5; Mouse_MainMenu; End;
              #61: Begin Yold:=7; Mouse_MainMenu; End;
              #62: Begin Yold:=9; Mouse_MainMenu; End;
              #63: Begin Yold:=11; Mouse_MainMenu; End;
              #64: Begin Yold:=13; Mouse_MainMenu; End;
              #65: Begin Yold:=15; Mouse_MainMenu; End;
              #66: Begin Yold:=17; Mouse_MainMenu; End;
              #67: Begin Yold:=19; Mouse_MainMenu; End;
              #68: Begin Yold:=21; Mouse_MainMenu; End;
            End;
            if Mouse_Cursor_Y>21 then Mouse_Cursor_Y:=21;
            if Mouse_Cursor_Y<1 then Mouse_Cursor_Y:=1;
            TextColor(13);
            WriteXY(67,22,Time_Read);
            TextColor(13);
          End;
        until key=#27;
      CursorON;
      Close Window;
      ClrScr;
      Give WorkTime;
    end;
  end;

```

```

Begin
End.

```

Program RASTER;

```

(*SN+*) ämit Co-Prozessorü
(*SE-*) äohne Co-Pro. emulationü

```

```

uses äFertig Compilierte Einheitenü
  Crt, äTurbo-Bildschirm und Tastatur Unitü
  Dos, äTurbo-Dateiverwaltungs Unitü
  Graph, äTurbo-Grafik Unitü
  Types, äeigene Typendeklarationsunitü
  VGA256, äeigene VGA-256-Farben Grafikunitü
  Utils, äeigene Hilfsprozedureunit z.B. Window und
        Maus-Routinenü
  Per3D, äeigene 3D-Netzgrafikunitü
  MESSBURC, äeigene Messdatenerfassungunit fr
        Burr-Brown-Karteü
  Include1, äProgramm Teil1ü
  Include2, äProgramm Teil2ü
  Include3, äProgramm Teil3ü
  Main; äHauptprogrammü

```

```

(*$FOPT N+ *)
Type Real=Extended;
(*$ENDIF*)

```

```

Begin
  Main_Menu; äAufruf des Hauptprogrammsü
End.

```



```

Procedure Residuals;
var a,b:Integer;
    ye:Real;
label start,next;ende;
Begin
  WriteLine('Ende - E');
  WriteLine('Weiter - BLANK');
  if m4=0 then
  Begin
    WriteLine('Das Problem muss erst gelöst werden!');
    WriteLine('Press E');
    Mode:=ReadKey;
  end
  else
  Begin
    WriteLine('Abweichungen:');
    WriteLine(' ');
    a:=1; b:=2;
start: for i:=a to b do
  Begin
    UserFunction(i);
    ye:=y1-y<i>;
    str('<i>:nstr1');
    str('<i>:nstr2');
    str(ye,nstr3);
    str(i,nstr4);
    WriteLine('X('nstr4+')='nstr1);
    WriteLine('Y('nstr4+')='nstr2);
    WriteLine('Yes-'nstr3); WriteLine(' ');
    if i=n then Begin WriteLine(' ');
      WriteLine('ENDE (RETURN)');Mode:=ReadKey;
      goto next; End;
    End;
    a:=a+2; b:=b+2;
    Mode:=ReadKey;
    Mode:=1 pcase(Mode);
    Case Mode of
      'E' : goto start;
    End;
  next: End;
ende: Hauptmenue;
End;

Begin
m4:=0; n:=0; w0:=0; w1:=1; w2:=2; w3:=3; w4:=4; w5:=5;
Grafik Ein;
Hauptmenue;
Repeat;
  Fenster1;
  Menue;
  Mode:=ReadKey;
  if (Mode=#27) and Keypressed then
  Begin
    Mode:=ReadKey;
    FuncKey:=True;
  End;
  if Mode in <#59..#67> then
  Begin
    Fenster2;
    Case Mode of
      #59 : Solve;
      #60 : Dateneingeben;
      #61 : Begin Load; Plot_Daten: end;
      #63 : Dateneioeschen;
      #62 : Datensichern;
      #64 : Datenlisten;
      #66 : Estimates;
      #65 : Residuals;
      #67 : Parameters;
    End;
    ClearViewPort;
  End;
until Mode=#68;
CloseGraph;
End.

```

A6 Auflistung des Streufeld-Simulationsprogramms

```

Program Feldsimulation;
Uses VGA256,CRT;

Const End_Flag:Boolean = False;
      Umschalt_Flag:Boolean = True;

Var Matrix1:Array<1..151,0..101> of Word;
    Matrix2:Array<1..151,0..101> of Word;
    n,x,y:Integer;
    Tip_Pos,
    Tip_Laenge,
    Tip_Breite:Integer;

Procedure Kegel_Tip;
Begin
  Tip_Laenge:=90;
  Tip_Breite:=10;
  Tip_Pos:=30;
  For y:=50-Tip_Breite to 50 do
    Begin
      For x:=Tip_Pos-Round(((50-Tip_Breite)/(Tip_Breite)-0.4)
        →3.8*Tip_Pos*(50-y)/(50-Tip_Breite)))
        to Tip_Pos+Tip_Laenge do
        Begin
          if ((x-Tip_Pos) in <0..30>) or ((x-Tip_Pos) in
            <50..60>) or ((x-Tip_Pos) in <70..80>) then
            Begin
              Matrix1<x,y>:=16065;
              Matrix2<x,y>:=16065;
            End
          else
            Begin
              Matrix1<x,y>:=0;
              Matrix2<x,y>:=0;
            End;
          End;
          Matrix1<Tip_Pos+Tip_Laenge,y>:=0;
          Matrix2<Tip_Pos+Tip_Laenge,y>:=0;
        End;
      End;
    End;
  For y:=50 to 50+Tip_Breite do
    Begin
      For x:=Tip_Pos-Round(((50-Tip_Breite)/(Tip_Breite)-0.4)*3.8*
        Tip_Pos*(50-y)/(50-Tip_Breite)))
        to Tip_Pos+Tip_Laenge do
        Begin
          if ((x-Tip_Pos) in <0..30>) or ((x-Tip_Pos) in
            <40..50>) or ((x-Tip_Pos) in <60..70>) then
            Begin
              Matrix1<x,y>:=16065;
              Matrix2<x,y>:=16065;
            End
          else
            Begin
              Matrix1<x,y>:=0;
              Matrix2<x,y>:=0;
            End;
          End;
          Matrix1<Tip_Pos+Tip_Laenge,y>:=0;
          Matrix2<Tip_Pos+Tip_Laenge,y>:=0;
        End;
      End;
    End;
End;

Procedure Parabel_Tip;
Begin
  Tip_Laenge:=90;
  Tip_Breite:=10;
  Tip_Pos:=30;
  For x:=0 to Tip_Laenge do
    Begin
      For y:=50-Round(2*sqrt(x)) to 50+Round(2*sqrt(x)) do
        Begin
          if x in <0..60> then
            Begin
              Matrix1<x+Tip_Pos,y>:=16065 - Round( 16065 /
                ((30*(Abs(sqrt(x+1))-sqrt(x)))));
              Matrix2<x+Tip_Pos,y>:=16065 - Round( 16065 /
                ((30*(Abs(sqrt(x+1))-sqrt(x)))));
            End;
          if ((x in <61..70>) and (y<50)) or ((x in <71..90>)
            and (y>50)) then
            Begin
              Matrix1<x+Tip_Pos,y>:=0;
              Matrix2<x+Tip_Pos,y>:=0;
            End;
          if ((x in <61..70>) and (y>50)) or ((x in <71..90>)
            and (y<50)) then
            Begin
              Matrix1<x+Tip_Pos,y>:=16065;
              Matrix2<x+Tip_Pos,y>:=16065;
            End;
          End;
        End;
      End;
    End;
End;

Procedure Blochwand;
Begin
  y:=50;
  For x:=1 to 150 do
    Begin
      if x in <70..80> then
        Begin
          Matrix1<x,y>:=16065;
          Matrix2<x,y>:=16065;
        End;
      if x in <59..69,81..91> then
        Begin
          Matrix1<x,y>:=0;
          Matrix2<x,y>:=0;
        End;
      End;
    End;
End;

Procedure Tip;
Begin
  aKegel_Tip;
  aBlochwand;
  Parabel_Tip;
End;

Procedure Initialisiere;
Begin
  n:=1;
  Set_Color(255,10,63,63);
  Set_Color(0,62,62,62);
  for y:=1 to 256 do
    Set_Color(y div 4,y div 4,y div 4);
  For y:=0 to 101 do
    For x:=1 to 151 do
      Begin
        Matrix1<x,y>:=8000;
        Matrix2<x,y>:=8000;
      End;
    End;
  End;
Tip; End;

Procedure Berechne_Aquipot;
Var Wert:Word;
    Teiler:Byte;
Begin
  Tip;
  For y:=1 to 100 do
    Begin
      if y=1 then Teiler:=4 else Teiler:=4;
      For x:=1 to 150 do
        Begin
          if x=1 then
            Begin
              Matrix2<x,y>:=(Matrix1<150,y>-Matrix1<x+1,y>
                -Matrix1<x,y-1>-Matrix1<x,y+1>+2) div Teiler;
            End
          else
            if x=150 then
              Begin
                Matrix2<x,y>:=(Matrix1<x-1,y>-Matrix1<1,y>
                  -Matrix1<x,y-1>-Matrix1<x,y+1>+2) div Teiler;
              End
            else
              Begin
                Matrix2<x,y>:=(Matrix1<x-1,y>+Matrix1<x+1,y>
                  +Matrix1<x,y-1>+Matrix1<x,y+1>+2) div Teiler;
              End;
            End;
            if Matrix2<x,y><1 then Matrix2<x,y>:=1;
          End;
          if (n mod 10)=1 then
            Begin
              Farbe:=Matrix2<x,y> div 63;
              Plot(x,y,Farbe);
            End;
          End;
        End;
      End;
    End;
  End;
  For y:=1 to 100 do
    Begin
      if y=1 then Teiler:=4 else Teiler:=4;
      For x:=1 to 150 do
        Begin
          if x=1 then
            Begin
              Matrix1<x,y>:=(Matrix2<150,y>-Matrix2<x+1,y>
                -Matrix2<x,y-1>-Matrix2<x,y+1>+2) div Teiler;
            End
          else
            if x=150 then
              Begin
                Matrix1<x,y>:=(Matrix2<x-1,y>-Matrix2<1,y>
                  -Matrix2<x,y-1>-Matrix2<x,y+1>+2) div Teiler;
              End
            else
              Begin
                Matrix1<x,y>:=(Matrix2<x-1,y>+Matrix2<x+1,y>
                  +Matrix2<x,y-1>+Matrix2<x,y+1>+2) div Teiler;
              End;
            End;
            if Matrix1<x,y><1 then Matrix1<x,y>:=1;
          End;
          if (n mod 10)=1 then
            Begin
              Farbe:=Matrix1<x,y> div 63;
              Plot(x,y,Farbe);
            End;
          End;
        End;
      End;
    End;
  End;
End;

Procedure Berechne_Feld;
Var Farhed:Integer;
    Max:Integer;
    Matrix3:Array<1..151,0..101> of Integer;
Begin
  Max:=0;
  Tip;
  For y:=1 to 100 do
    Begin
      For x:=1 to 149 do
        Begin
          Begin
            Farbe:=(Matrix1<x+1,y>-Matrix1<x,y>);
            Farhed:=128+(Farbe) div 10;
            Plot(x+100,y,Farbe);
          End;
        End;
      End;
    End;
  End;
  For y:=1 to 99 do
    Begin
      For x:=1 to 150 do
        Begin
          Begin
            Farbe:=(Matrix1<x+1,y>-Matrix1<x,y>);
            Farhed:=Abs(Farbe) div 10;
            if Farhed>0 then Farhed:=Round(LN(Farbe)*35);
            Plot(x,y+100,Farbe);
          End;
        End;
      End;
    End;
  End;
End;

Begin
  VideoMode($13);
  Initialisiere;
  Repeat
    Berechne_Aquipot;
    inc(n);
  until Keypressed or End_Flag;
  VideoMode($03);
End;

```

Literaturverzeichnis

- 1.1 A.P.Malozenoff, J.C.Slonzewski; Academic Press, New York, (1979)
- 1.2 S.Konishi; IEEE Trans. Magn. MAG-19, 1838 (1983)
- 1.3 G.Binnig, C.F.Quate; Phys. Rev. Lett. 56, 930 (1986)
- 1.4 R.Allenspach, H.Salemink, A.Bischof, E.Weibel; Z. Phys. B 67, 125 (1987)
- 1.5 F.Bitter; Phys. Rev. 38, 1903 (1931)
- 1.6 R.Corey, E.D.Isaac; Academic Press, New York, (1966)
- 1.7 M.H.Kryder, T.J.Gallagher, R.A.Scranton; J. Appl. Phys. 53, 5810 (1982)
- 1.8 U.Hartmann, H.H.Mende; J. Phys. (Paris) 46, C6, 279 (1985)
- 1.9 U.Hartmann, H.H.Mende; J. Phys. D, Appl. Phys. 18, 2285 (1985)
- 1.10 B.Kostyshyn, J.E. Brophy, I.Oi, D.D. Roshon jr.; J. Appl. Phys. 31, 772 (1960)
- 1.11 H.Schäfer; Dissertation im Fach Physik, Universität Münster (1987)
- 1.12 J.Kerr; Phil. Mag. 3, 321 (1877)
- 1.13 K.Koike, H.Matsuyama, H.Todokoro et al.; Scanning Micros. Suppl. 1, 241 (1987)
- 1.14 F.Schmidt, W.Rave, A.Hubert; IEEE Trans. Magn. MAG-21, 1596 (1985)
- 1.15 J.Unguris, G.Hembree, R.J.Celotta, O.T.Pierce; J. Magn. Mater. 54-57, 1629 (1986)
- 1.16 T.Suzuki, K.Suzuki; IEEE Trans. MAG-13, 1505 (1977)
- 1.17 J.N.Chapman, G.R.Morrison et al.; J. Magn. Mater. 49, 277 (1985)
- 1.18 J.N.Chapman, S.McVitie, I.R.McFadyen; Scan. Micr. Suppl. 1, 221 (1987)
- 1.19 A.Tonomura, J. Appl. Phys. 61, 4297 (1987)
- 1.20 A.Birkner, Diplomarbeit im Fach Physik, Universität Münster (1988)
- 1.21 A.Böttcher, Diplomarbeit im Fach Physik, Universität Münster (1987)
- 1.22 P. Herrmann, K.-A.Steinhauser, R.Gähler, A.Steyerl, W.Mampe;
Phys. Rev. Lett. 54, 1970 (1985)
- 1.23 G.Binnig, H.Rohrer, Ch.Gerber, E.Weibel; Phys. Rev. Lett. 50, 120 (1983)
- 1.24 R.Young, J.Ward, F.Scire; Rev. Sci. Instrum. 43, 999 (1972)
- 1.25 H.K. Wickramasinghe, J. Vac. Sci. Technol. A8, 363 (1990)
- 1.26 U.Dürig, D.Pohl, F.Rohner; IBM J. Res. Develop. 30, 478 (1986)
- 1.27 P.K. Hansma, B.Drake, O.Marti, S.A.C.Gould, C.B.Prater;
Science, 243 (1989)
- 1.28 C.C.Williams, H.K.Wickramasinghe; Appl. Phys. Lett. 49, 1587 (1986)
- 1.29 J.J.Saenz, N.Garcia, P.Grütter, E.Meyer, H.Heinzelmann, R.Wiesendanger,
L.Rosenthaler, H.R.Hidber, H.J.Güntherodt; J. Appl. Phys. 62, 4293 (1987)
- 1.30 Y.Martin, H.K.Wickramasinghe; Appl. Phys. Lett. 50, 1455 (1987)
- 1.31 H.Heinzelmann, E.Meyer, P.Grütter, L.Rosenthaler, H.-R.Hidber,
H.-J.Güntherodt; J. Vac. Sci. Technol. A6, 275 (1988)
- 1.32 C.M.Mate, G.M.McClelland, R.Erlandsson, Phys. Rev. Lett. 59, 1942 (1987)

- 1.33 R.Erlandsson, G.M.McClelland, C.M.Mate, S.Chiang; J. Vac. Sci. Technol. A6, 266 (1988)
 - 1.34 Y.Martin, D.W.Abraham, H.K.Wickramasinghe; Appl. Phys. Lett. 52, 1103 (1988)
 - 1.35 B.D.Terris, J.E.Stern, D.Rugar, H.J.Mamin, Phys. Rev. Lett. 63, 2669 (1989)
-
- 2.1 R.W.Pohl; "*Mechanik · Akustik und Wärmelehre*", 17.Aufl. Springer Verlag Berlin
 - 2.2 P.Grütter; Dissertation, Basel (1989)
 - 2.3 G.G.McClelland, R.Erlandsson, S.Chiang; "*Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation*", Plenum New York, Vol. 6B, 307, (1987)
 - 2.4 N.A.Burnham, D.D.Dominguez, R.L.Mowery, R.J.Colton; Phys. Rev. Lett. 64, 1931 (1990)
 - 2.5 A.L.Weisenhorn, P.K.Hansma, T.R.Albrecht, C.F.Quate; Appl. Phys. Lett. 54, 2651 (1989)
-
- 3.1 J.N.Israelachvili; "*Intermolecular and Surface Forces*", Academic Press London (1985)
 - 3.2 R.Erlandsson, G.Hadzioannou, C.M.Mate, G.M.McClelland, S.Chiang; J. Chem. Phys. 89, 5190 (1988)
 - 3.3 P.Güthner, V.Ch. Fischer, K.Dransfeld; Appl. Phys. B 48, 92 (1989)
 - 3.4 H.B.G.Casimir, D.Polder; Phys. Rev. 73, 360 (1948)
 - 3.5 B.V.Derjaguin; Kolloid Zeits. 69, 155 (1934)
 - 3.6 B.V.Derjaguin, V.M.Muller, Yu.P.Toporov; J. Coll. Interf. Sci. 53, 314 (1975)
 - 3.7 H.Hertz; "*Gesammelte Werke*", Leipzig (1895)
 - 3.8 C.Gerthsen; H.O.Kneser, H.Vogel; "*Physik*", 13. Aufl. Springer-Verlag Berlin
 - 3.9 U.Hartmann; Phys. Rev. B42, 1541 (1990)
 - 3.10 H.Frohne; "*Elektrische und magnetische Felder*", Teubner Studienskripten (1983)
 - 3.11 H.Buchholz; "*Elektrische und magnetische Potentialfelder*", Springer-Verlag Berlin (1957)
 - 3.12 W.Greiner; "*Theoretische Physik Band 3, Klassische Elektrodynamik*", Verlag H.Deutsch
 - 3.13 E.M.Lifshitz; Sov. Phys. 2, 73 (1956)
-
- 4.1 L.Landau, E.Lifschitz, Phys. Z. Sowjet. 8, 153 (1935)
 - 4.2 J.D.Jackson, "*Klassische Elektrodynamik*", Verlag W. de Gryter, Berlin (1981)
 - 4.3 E.Kneller, "*Ferromagnetismus*", Springer-Verlag, Berlin (1962)
 - 4.4 K. Jost; F-Praktikum im 1. physikalischen Institut der Univ. Münster
 - 4.5 J.J.Saenz, N.Garcia, J.C.Slonczewski, Appl. Phys. Lett. 53, 1449 (1988)
 - 4.6 A.Wadas, J. Magn. Magn. Mater. 71, 147 (1988)
 - 4.7 A.Wadas, J. Magn. Magn. Mater. 72, 295 (1988)
 - 4.8 U.Hartmann, J. Appl. Phys. 64, 1561 (1988)
 - 4.9 A.Wadas, P.Grütter, Phys. Rev. B 39, 12013 (1989)
 - 4.10 M.Mansuripur, IEEE Trans. Magn. 25, 3467 (1989)

- 4.11 U.Hartmann, Phys. stat. sol. (a) 115, 285 (1989)
 - 4.12 U.Hartmann, J. Vac. Sci. Technol. A8, 411 (1989)
 - 4.13 U.Hartmann, Phys. Rev. B, 40, 7421 (1989)
 - 4.14 U.Hartmann, Phys. Lett. A, 137, 475 (1989)
 - 4.15 C.Schönenberger, S.F.Alvarado, Z. Phys. B 80, 373 (1990)
-
- 5.1 M.Anders; Dissertation im Fach Physik, Universität Giessen (1990)
 - 5.2 T.Göddenhenrich, H.Lemke, U.Hartmann, C.Heiden;
J. Vac. Sci. Technol. A8, 383, (1990)
 - 5.3 G.Brändli, R.Griessen; Cryogenics 13, 299 (1973)
 - 5.4 J.R.Matey, J.Blanc; J. Appl. Phys. 57, 1437 (1985)
 - 5.5 C.C.Williams, W.P.Houston, S.A.Rishton; Appl. Phys. Lett. 55, 203 (1989)
 - 5.6 J.Moreland, P.Rice; Appl. Phys. Lett. 57, 310 (1990)
 - 5.7 W.J.McG.Tegart; *"The Elektrolytic and Chemical Polishing of Metals"*, Pergamon Press,
London, Oxford, New York, Paris (1959)
 - 5.8 P.J.Bryant, H.S.Kim, Y.C.Zheng, R.Yang; Rev. Sci. Instrum. 58, 1115 (1987)
 - 5.9 H.Lemke, Diplomarbeit im Fach Physik, Universität Giessen (1990)
 - 5.10 T.Göddenhenrich, U.Hartmann, M.Anders, C.Heiden;
J. Microscopy, 152, 527 (1988)
 - 5.11 H.J.Mamin, D.Rugar, J.E.Stern, R.E.Fontana Jr., P.Kasiraj;
Appl. Phys. Lett. 55, 318 (1989)
 - 5.12 D.W.Pohl, Rev. Sci. Instrum. 58, 54 (1987)
 - 5.13 M.Anders, M.Thaer, C.Heiden; *"Proceedings of the 1st International Conference on
Scanning Tunneling Microscopy"*, edited by N.Garcia, North-Holland,
Amsterdam, 176 (1987)
 - 5.14 Burleigh-Instruments Datenblatt Inchworm
 - 5.15 U.Hartmann, R.Berthe, T.Göddenhenrich, H.Lemke und C.Heiden; IMO-
Fall Symposium Wetzlar (1990)
 - 5.16 H.Frohne; *"Einführung in die Elektrotechnik"*, Bd. 2 Teubner Studienskripten (1983)
-
- 6.1 Valvo Datenbuch Piezooxide (1986)
 - 6.2 K.-H.Hellwege; *"Einführung in die Festkörperphysik"*, 2. Aufl. Springer-Verlag
Berlin (1981)
 - 6.3 C.H.Weißmatel, C.Hamann; *"Grundlagen der Festkörperphysik"*, Springer-Verlag
Berlin (1979)
 - 6.4 T.Göddenhenrich, H.Lemke, U.Hartmann, C.Heiden; Appl. Phys. Lett. 56,
2578 (1990)
 - 6.5 C.Schönenberger, S.F.Alvarado, S.E.Lambert, I.L.Sanders; J. Appl. Phys. 67,
7278 (1990)

- 6.6 T.Göddenhenrich, M.Mück, H.Lemke, U.Hartmann, C.Heiden; Appl. Phys. Lett. 57, 2612 (1990)
- 6.7 K.Küpfmüller, "*Einführung in die theoretische Elektrotechnik*", 8.Aufl. Springer-Verlag Berlin (1956)
- 6.8 A.Wadas, P.Grütter, H.-J.Güntherodt; J. Vac. Sci. Technol. A8, 416 (1990)
- 6.9 T.Göddenhenrich, Diplomarbeit im Fach Physik, Universität Münster (1987)
- 6.10 R.V.Jones, J.C.S.Richards; J. Phys. E.: Sci. Instrum. 6, 589 (1973)
- 7.1 G.Binnig, Ch.Gerber, E.Stoll, T.R.Albrecht, C.F.Quate; Europhys. Lett. 3, 1281 (1987)
- 7.2 H.Heinzelmann, E.Meyer, P.Grütter, L.Rosenthaler, H.-R.Hidber, H.-J.Güntherodt; J. Vac. Sci. Technol. A6, 275 (1988)
- 7.3 H.J.Mamin, E.Ganz, D.W.Abraham, R.E. Thomson, J.Clarke; Phys. Rev. B 34, 9015 (1986)
- 7.4 U.Hartmann, Dissertation im Fach Physik, Universität Münster (1986)
- 7.5 A.Birkner, Diplomarbeit im Fach Physik, Universität Münster (1988)
- 7.6 S.S.Brenner, Acta Met. 4, 62 (1956)
- 7.7 A.Arrot, persönliche Mitteilung
- 7.8 H.J.Schneider; "*Lexikon der Informatik und Datenverarbeitung*", 2. Aufl., Oldenburg (1986)
- 7.9 Spektrum der Wissenschaft 6 (1980)
- 7.10 J.Tersoff, D.R.Hamann; Phys. Rev. B 31, 805 (1985)
- 7.11 M.Anders, persönliche Mitteilung
- 7.12 R.Berthe, Dissertation im Fach Physik, in Vorbereitung
- 8.1 mc Mikro-Computer-Zeitschrift 7, 38 (1984)
- 8.2 W.Zinn, 21. IFF-Ferienkurs, 34.1 (1990)
- 8.3 H.J.Mamin, D.Rugar, J.E.Stern, B.D.Terris, S.E.Lambert; Appl. Phys. Lett. 53, 1563 (1988)
- 8.4 G.Herzer, INTERMAG '89 Washington
- 8.5 B.A.Lilley, Phil. Mag. 41, 792 (1950)
- 8.6 L.Nèel, C. R. Acad. Sci. Paris 241, 533 (1955)
- 8.7 U.Hartmann, H.H.Mende; J. Phys. D: Appl. Phys. 18, 2285 (1985)
- 8.8 A.Hubert; Phys. Status Solidi (b), 32, 519 (1969)
- 8.9 A.E.LaBonte; J. Appl. Phys. 40, 2450 (1969)
- 8.10 M.R.Scheinfeld, J.Unguris, R.J. Celotta, D.T.Pierce; Phys. Rev. Lett. 63, 668 (1989)
- 8.11 J.Shtrikman, D.Treves; J.Appl.Phys. 31, 1304 (1960)
- 8.12 R.W.De Blois, C.D.Graham; J. Appl. Phys. 29, 931 (1958)
- 8.13 U.Hartmann, H.H.Mende; J. Appl. Phys. 59, 4125 (1986)

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

Ich möchte mich ausdrücklich bei Herrn Prof. Dr. C. Heiden für die Anregung zu dem Thema dieser interessanten Dissertation, die mir zur Verfügung gestellte Arbeitsmöglichkeit, für sein Interesse und seine Unterstützung am Fortgang dieser Arbeit bedanken.

Herrn Dr. U. Hartmann danke ich für viele klärende Gespräche und wertvolle fördernde Hinweise die viel zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Neben allen Mitgliedern der Arbeitsgruppe, denen ich für die gute Zusammenarbeit, die vielen fruchtbaren Diskussionen und das ausgesprochen gute Arbeitsklima danke, möchte ich mich besonders bei Herrn Dr. M. Anders für seine Starthilfe und Herrn Dipl.-Phys. A. Birkner für die Herstellung der Eisenwhisker Einkristalle bedanken. Ganz besonders danke ich auch Herrn Dipl.-Phys. R. Berthe für die gute Kooperation und die gegenseitige Rücksichtnahme bei den empfindlichen Messungen. Mein Dank gilt auch Herrn Dipl.-Phys. H. Lemke für seine Arbeit an der Entwicklung der Magnetkraft-Sonden.

Ferner möchte ich den Mitarbeitern der elektronischen Werkstätten des Instituts für Angewandte Physik in Gießen und des Instituts für Schicht- und Ionentechnik der KFA für ihre Hilfe bei der Anfertigung elektronischer Geräte danken, sowie Frau K. Bartels und Frau E. Brauweiler für die Herstellung der vielen Fotos.

Desweiteren gilt mein Dank, stellvertretend für alle Mitarbeiter der feinmechanischen Werkstatt des Instituts für Angewandte Physik in Gießen, Herrn M. Wagner und Herrn Y. Kücük Kaplan für ihre hilfreichen praktischen Ratschläge bei der Planung und für ihre Sorgfalt bei der Herstellung der mechanischen Komponenten des Kraft-Mikroskops.

Mein besonderer Dank gilt meiner Verlobten B. Carstensen für ihre Geduld und Unterstützung während der Anfertigung dieser Arbeit.

Ich versichere, daß ich die vorliegende Arbeit selbständig angefertigt und keine anderen als die angegebenen Hilfsmittel verwendet habe.

Jülich, den

JüI-2442

Februar 1991

ISSN 0366-0885