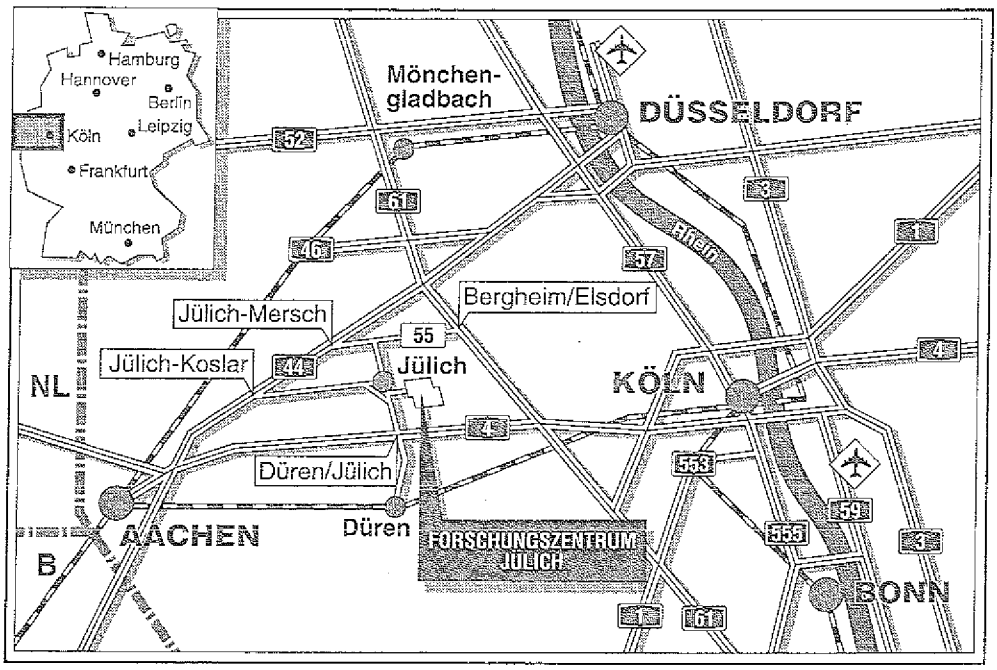
FORSCHUNGSZENTRUM JÜLICH GmbH

Institut für Festkörperforschung

Dynamische Rasterkraftmikroskopie

Untersuchungen zu Funktionsweise und Anwendungsmöglichkeiten

Josef Menslage



Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 2693
ISSN 0366-0885
Institut für Festkörperforschung Jül-2693
D 82 (Diss. RWTH Aachen)

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

Dynamische Rasterkraftmikroskopie

Untersuchungen zu Funktionsweise und Anwendungsmöglichkeiten

Josef Menslage

Inhalt

Kapitel 1

Einführung

1982 entwickelten G. Binnig, H. Rohrer und ihre Mitarbeiter das Rastertunnelmikroskop (RTM). Eine fast atomar scharfe Spitze wird mittels Piezoelementen kontrolliert an Oberflächen angenähert, indem die kurz vor Berührung einsetzende Leitfähigkeit des Spitze-Probe-Tunnelkontaktes gemessen wird. Bei lateraler Bewegung (Rastern) tastet die Spitze die Oberfläche ab. Die Aufzeichung der Bewegung ermöglicht es erstmals, einzelne Atome sichtbar zu machen. Schon jetzt darf man von einer neuen Ära der Mikroskopie sprechen, die hierdurch eingeleitet wird.

Die Abb. 1.1 zeigt das Prinzip. Sie deutet an, daß bei Annäherung anstelle der Tunnelleitfähigkeit auch andere Wechselwirkungen zwischen Spitze und Oberfläche gemessen werden können.

Kräfte etwa treten ebenfalls bei gegenseitiger Annäherung zweier Oberflächen auf. G. Binnig und Mitarbeiter selbst verwenden in dem 'atomic force microscope' (AFM) erstmals die repulsiven Kräfte, die nach erfolgtem mechanischen Kontakt zwischen Spitze und Oberfläche wirksam werden [1]. Durch die Auslenkung der feinen, weichen Biegefeder, die die Spitze trägt, kann die Spitze beim Rastern der Oberflächentopographie folgen — wie im Schallplattenspieler. Die Auslenkung wird zunächst mit einem mit einer weiteren Spitze arbeitenden Tunnelmikroskop gemessen.

Im Gegensatz zur *statischen* Federauslenkung mißt das von Y. Martin und H.K. Wickramasinghe [2] entwickelte Rastersondenmikroskop erstmals Kräfte über die Veränderung der *dynamischen* Federeigenschaften. Ausgenutzt werden die bei kontaktfreier Spitze noch vorhandenen schwachen anziehenden Kräfte. Da die Spitze nun frei schwingen kann, kann jetzt die kraftinduzierte Verschiebung der Resonanzfrequenz (Verstimmung) gemessen werden — und zwar sehr empfindlich. Abb. 1.2 skizziert die prinzipiellen Unterschiede dieses dynamischen RKM zu dem statisch arbeitenden RKM.

In dieser Arbeit geht es insbesondere um die Frage, inwieweit mit der dynamischen Betriebsart der Anwendungsbereich gegenüber dem statischen RKM erweitert werden kann. Es wird ein nach dem Prinzip von Martin und Wickramasinghe hierfür

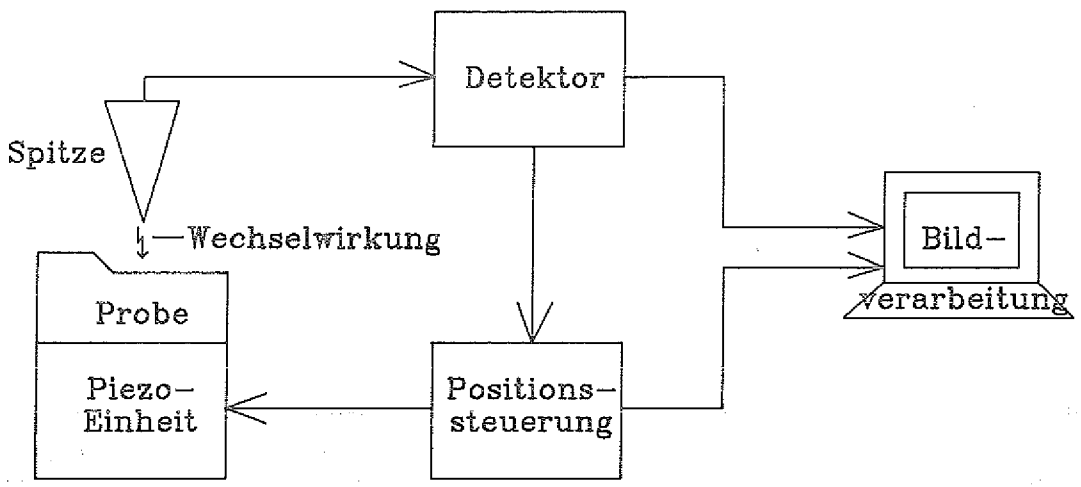


Abbildung 1.1: *Prinzipieller Aufbau eines Rastersondenmikroskops*

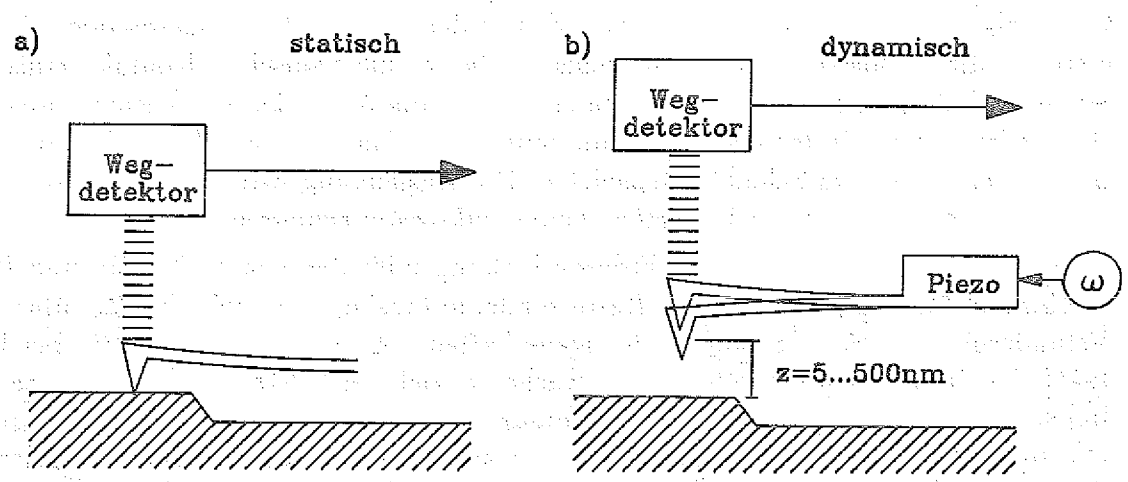


Abbildung 1.2: *Prinzip des statischen (a) und des dynamischen RKM (b).*

aufgebautes Gerät, mit dem zur höchstauflösenden Messung der Biegefederschwingung bestens geeigneten Heterodyninterferometer, verwendet. Anordnungen zum elektrolytischen Ätzen von Metalldrähten müssen zunächst ausprobiert werden, um Methoden zur Herstellung der mikroskopisch feinen Spitzen einschließlich der sie tragendenden Biegefedern zu entwickeln.

Mit der von Martin et al. [2] vorgestellten Betriebsart, der sog. 'slope detection' (s. auch [3]), ist dabei die theoretisch erreichbare Meßgeschwindigkeit (sowie damit auch die praktisch erreichbare Empfindlichkeit) noch nicht erreicht. Die jüngst von Albrecht et al. [4] entwickelte Technik, die Spitze in einen Resonanzkreis zu setzen, wird hier mittels eines Phasenregelkreises realisiert. Die Charakterisierung dieser Betriebsart in Gegenüberstellung zur konventionellen ist Gegenstand von Kapitel 3.

In Kapitel 4 werden Untersuchungen zur Natur der auf die Spitze wirkenden Kräfte behandelt. Hierzu werden Annäherungskurven aufgenommen, die die Kräfte in Abhängigkeit vom Abstand liefern. Es geht vor allem um die van- der-Waals-Kräfte sowie um die durch Anlegen von Spannungen induzierten elektrostatischen Kräfte; genau diese dienen zur Abbildung der Topographie. Weiterhin werden damit die bei Kontakt auftretenden Effekte untersucht (Adhäsion).

Welche Oberflächeneigenschaften können nun mit der dynamischen Rasterkraftmikroskopie untersucht werden? Ist das Material der Probe und seine Struktur weitgehend homogen, so ist die Kraft nur eine Funktion des Abstandes. Da Profile konstanten Kraftgradients aufgenommen werden, liefert das RKM dann ein reines Abbild der Topographie. Kapitel 5 berichtet über die Anwendung des RKM auf eine Vielzahl von im Nanometerbereich strukturierten Oberflächen. Dies soll zum einen die Möglichkeiten des Meßgerätes demonstrieren. Unter Verwendung definierter, einfacher Strukturen kann zudem die Wiedergabetreue qualitativ und quantitativ untersucht werden.

Gegenstand des Kapitel 6 ist nun die methodische Variante des RKM, die sich unter Verwendung magnetischer Spitzen bei Anwendung auf magnetisch strukturierte Oberflächen ergibt. Definiert beschriebene Dünnfilmproben aus der magnetischen Speichertechnologie dienen als Untersuchungsobjekt. Die an den Domänenwänden entstehenden magnetischen Streufelder führen zu einer magnetischen Kraft, die sich auf das gemessene Profil auswirkt. An den verschiedenen Proben werden Profile bei unterschiedlichen Voreinstellungen des RKM aufgenommen. Diese werden mit berechneten Profilen verglichen, die aus den Streufeldverteilungen unter Annahme einfacher Spitzenformen ermittelt werden.

Kapitel 2

Die Apparatur

2.1 Theorie der Biegefeder

Die Spitze im RKM wird von einer Biegefeder der Steifigkeit k getragen (Abb. 1.2). Eine Kraft F führt zu einer Auslenkung:

$$\delta = -\frac{F}{k} \tag{2.1}$$

Im sog. *statischen Betrieb* wird diese Auslenkung gemessen.

Der elastische Balken ist massebehaftet und bildet deshalb ein schwingungsfähiges System. Bei der im allgemeinen verwendeten Grundmode liegt gerade am freien Ende die stärkste Auslenkung vor. Ihre Resonanzfrequenz, ω_r, ist näherungsweise gleich der einer Feder, bei der die Gesamtmasse m am Balkenende konzentriert ist [5]:

$$\omega_r = \sqrt{\frac{k}{m}} \tag{2.2}$$

Wirken auf die Spitze äußere, vom Abstand z abhängige Kräfte $F(z)$, so sind die Federrückstellkräfte davon überlagert. Die Resonanz wird dann von einer effektiven Federkonstante k_{eff} bestimmt, die sich durch Hinzufügen des Kraftgradienten $F' = dF/dz$ zur Federkonstante k der 'freien' Feder ergibt:

$$\omega_r = \sqrt{\frac{k_{\text{eff}}}{m}} \quad \text{mit} \quad k_{\text{eff}} = k - F' \tag{2.3}$$

Für kleine Kraftgradienten ist dessen Einfluß auf ω_r linear, und Taylorentwicklung um $F' = 0$ führt auf eine relative Frequenzverschiebung (*Verstimmung*) von:

$$\frac{\Delta\omega_r}{\omega_r} = -\frac{F'}{2k} \tag{2.4}$$

Die sog. *dynamische Kraftmikroskopie* mißt den Kraftgradienten über diese Verstimmung.

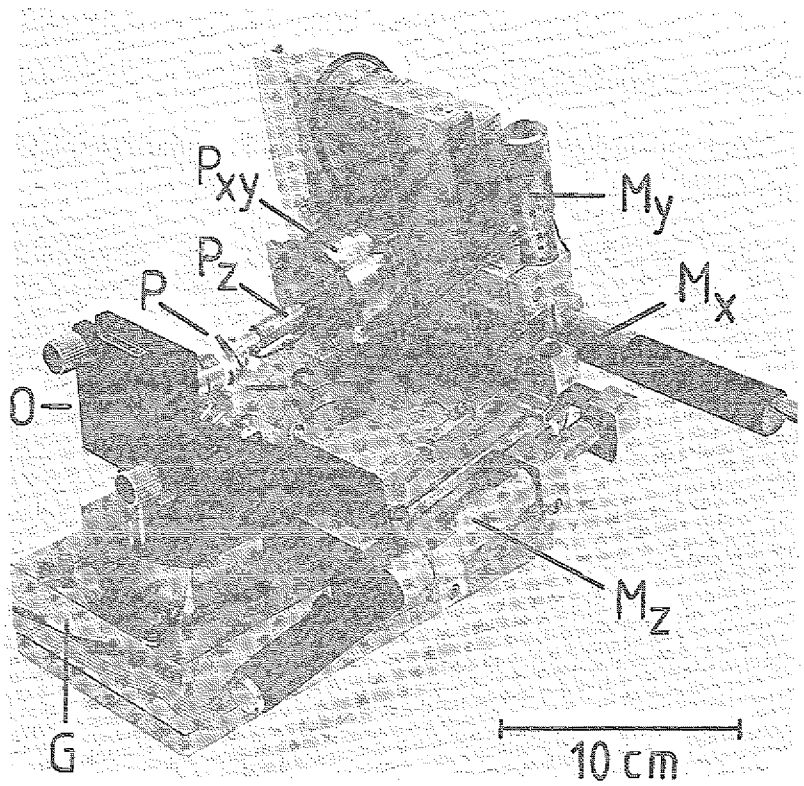


Abbildung 2.1: *Zentraler Teil des RKM. Die Bestandteile sind im Text beschrieben.*

2.2 Gesamtanordnung

Das in dieser Arbeit behandelte RKM besteht im wesentlichen aus 3 Teilen:

- Einem diskret aufgebautes Heterodyn-Interferometer zur Detektion der Biegebalken-Bewegung (Abschnitt 2.3)
- Der Biegefeder mitsamt einem Piezo-Aktuator zur Schwingungsanregung (Abschnitt 2.4)
- Der Proben-Positioniereinheit (Abschnitt 2.5 und Abschnitt 2.6)

Hinzu kommen natürlich noch die Teile zur elektronischen Signalsteuerung und Signalverarbeitung, auf die in Kapitel 3 eingegangen wird.

Abb. 2.1 zeigt den wesentlichen Teil des Aufbaus. Das Objektiv O (Newport, Modell L-15X) fokussiert den von links kommenden zylindrischen Interferometerstrahl auf die Rückseite der Biegefeder. Die Spitze sitzt direkt aufgeklebt auf den in flacher Form (Bimorph) ausgebildeten Piezo-Aktuator S (Valvo, Hamburg), gegenüber der Probe P. Die Proben-Positioniereinheit besteht aus (in Abb. 2.1 von links nach rechts):

- dem z-Piezo P_z zur Abstandsreglung (langer Zylinder),

- dem x-y-Piezo-Scanner P_{xy} (breiter Zylinder),
- einem x-y-Tisch zur gezielten lateralen Probenpositionierung mittels den seitlich angebrachten stabförmigen Motoren M_x und M_y und,
- einem z-Tisch für die - mit M_z ebenfalls motorgesteuerte - Annäherung (unterhalb liegend).

Größtes Augenmerk bei der Konzeption wurde auf Positionsstabilitität gerichtet, vor allem in der Relativposition Spitze-Oberfläche, dann aber auch in der Position der Spitze im Interferometer-Strahl. Die Position mechanischer Komponenten kann durch 2 Effekte gestört werden:

- thermische Ausdehnungen bei Temperaturschwankungen
- Schwingungen bei mechanischen Resonanzfrequenzen des Systems, angeregt durch akustische Einkopplung über den Boden und die Umgebungsluft. Die Amplitude eines durch äußere Rauschquellen angeregten Systems ist in der Regel (wie z.B. bei weißem oder bei 1/f-Rauschen) um so kleiner, je höher die Resonanzfrequenz ist. Hohe Resonanzfrequenzen sind daher die entscheidende Bedingung für akustische Stabilität.

Die Forderung zur Vermeidung beider Störeffekte veranlaßte zu einer möglichst kompakten Bauweise und zur einheitlichen Verwendung eines Materials (V2A-Stahl).

Zur Abschirmung von Bodenvibrationen ist die gesamte Apparatur zunächst auf einem luftgepolsterten Tisch für optische Aufbauten montiert. Der unter den höchsten Anforderungen stehende — d.i. der in Abb. 2.1 gezeigte, von der Grundplatte G getragene — Teil ist weiterhin über als Druckfedern (Gutekunst & Co., Metzingen) arbeitende, unter der Grundplatte G eingesetzte Stahlspiralen mechanisch entkoppelt. Das Verhalten bezüglich der Schwingungsübertragung gleicht einem Tiefpaß. Die zur Anregung der hochfrequenten Resonanzen des Aufbaus in Frage kommenden Anteile des Rauschspektrums werden dadurch vollständig aufgehalten, vgl. [6]. Auch eine Variation der Rückreflexion des Interferometerstrahls an der Biegefeder infolge möglicher Bewegungen des Aufbaus durch diese gefederte Lagerung trat - bei einer expermientellen Nachweisempfindlichkeit von besser 1% Lichtintensität - nicht auf.

Zur Reduzierung von Konvektion wurde der mechanische Teil mit einer Plexiglashaube abgedeckt.

Die durch thermische Ausdehnung bedingten Schwankungen der Position der Spitze gegenüber der Probe lagen bei Normalbetrieb unter 1 nm innerhalb einer Minute. Schallstörungen beeinflußten das Signal im Rahmen der Meßungenauigkeit des Interferometers nicht.

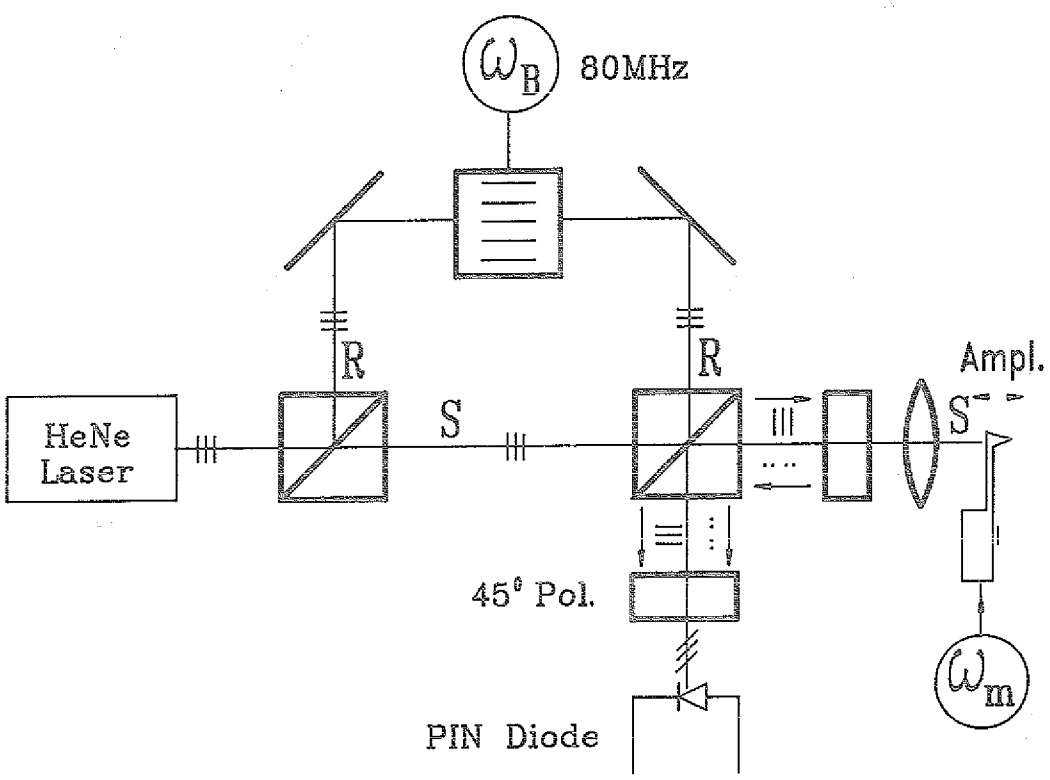


Abbildung 2.2: *Strahlengang des Heterodyn-Interferometers*

2.3 Das Interferometer

2.3.1 Aufbau und Prinzip

Das Interferometer arbeitet nach dem optischen Heterodyn-Prinzip. Heterodyn-Interferometer in ähnlicher Art sind schon anderweitig realisiert bzw. beschrieben worden [7, 8]. Dieses Interferometer verwendet einen 2 mm breiten Strahl aus einem konventionellen HeNe-Laser mit 633 μm Wellenlänge (Uniphase, Modell 1303P). Es ist diskret aus einzeln justierbaren Komponenten (Newport GmbH, Darmstadt) aufgebaut. Abb. 2.2 zeigt den Strahlengang.

Der Laserstrahl wird zunächst in Meßstrahl S und Referenzstrahl R aufgeteilt. Der Meßstrahl wird mit einem Mikroskopobjektiv auf den Biegebalken fokussiert, reflektiert von dort zurück und gelangt nach Ablenkung im 2. Strahlteiler zur Photodiode. Die Amplitude des Meßstrahls am Ort der Photodiode stellt sich dar durch

$$A_S = Se^{i(\omega_L t + \phi_S(t))} \tag{2.5}$$

Dabei ist ω_L die Laserfrequenz,

$$\phi_S(t) = 2k_L\delta(t) = 2k_L A\cos\omega t \tag{2.6}$$

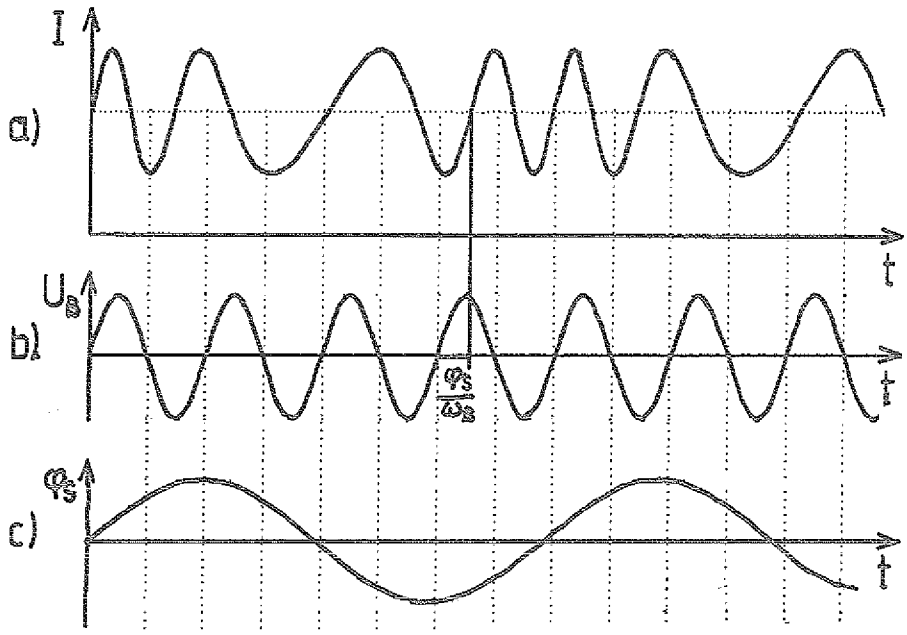


Abbildung 2.3: *Qualitative Darstellung des zeitlichen Verlaufs des Detektor-Signals im Heterodyn-Interferometer (a). Darunter im gleichen Zeitfenster das Treibersignal der Braggzelle (b). Ganz unten die jeweils ermittelte Zeitdifferenz zwischen korrespondierenden Nulldurchgängen des vom Mittelwert bereinigten Detektorsignals und des Treibersignals (c).*

die durch die mit der Amplitude A erfolgende Oszillation der Spitze hervorgerufene Modulation der Lichtphase, k_L der Wellenzahlvektor des Laserlichts und ω die Frequenz der Spitzenschwingung.

Der Referenzstrahl durchläuft einen Umweg durch eine Braggzelle (Isomet, Modell 1205C-2). Mit ihrem HF-Treiber (Isomet) wird ein Signal der Frequenz $\omega_B/2\pi = 80.00$ MHz eingeführt. Durch akustooptische Wechselwirkung (Stokes- bzw. Anti-Stokes-Prozeß) erfährt das Licht dabei eine Farbverschiebung um genau diese Frequenz. Das Referenzsignal an der Photodiode ist damit:

$$A_R = Re^{i(\omega_L t + \omega_B t)} \tag{2.7}$$

Die Intensität am Detektor berechnet sich daraus unter Verwendung des Cosinussatzes zu:

$$I = |A_R + A_S|^2 = |R|^2 + |S|^2 + 2|R||S|\cos(\omega_B t + \phi_S(t)) \tag{2.8}$$

Abb. 2.3 zeigt qualitativ den zeitlichen Verlauf des Detektorsignals (a). Durch die Überlagerung von Meßstrahl und frequenzverschobenem Referenzstrahl ergibt sich eine Schwebung, die sowohl die Frequenz ω_B wie die zeitliche Variation $\phi_S(t)$ der Phase, enthält. Abb. 2.3.c verdeutlicht, daß sich $\phi_S(t)$ aus dem zeitlichen Abstand zwischen

den Nulldurchgängen des vom Mittelwert bereinigten Interferometer-Signals und des Treibersignals U_B ergibt.

Gemäß Gl. 2.5 und 2.6 wird die Bewegung $\delta(t)$ der Spitze der Frequenz des von der Spitze reflektierten Lichts aufmoduliert. Durch die Interferenz mit dem Referenzstrahl, der seinerseits die Braggzelle passierte, erscheint sie im Detektor nun als Frequenzmodulation des Treibersignals U_B. Es findet also ein Wechsel der Trägerfrequenz von ω_L zu ω_B statt. Als Heterodyn-Technik bezeichnet, ermöglicht dieses Prinzip den Zugang zum Signal der Spitzenschwingung, welcher aus dem reflektierten Meßstrahl allein nicht möglich war.

Als Detektor wird eine PIN-Photodiode verwendet, die HF-empfindlich beschaltet wurde. Ihr ist ein HF-Vorverstärker (Avantek, Modell UTCS-222-1) nachgeschaltet.

2.3.2 Ermittlung der Schwingungsamplitude der Spitze

Für den konventionellen Betrieb des dynamischen RKM (sog. slope-detection, s. Abschnitt 3.1)) muß die Amplitude der Spitzenschwingung ermittelt werden. Diese wird aus dem Interferometersignal durch einen HF-Demodulator (Meßempfänger, Rohde & Schwarz, Modell ESV) im Amplitudenbetrieb erhalten.

Hierzu betrachte man die Frequenzzerlegung (Fouriertransformation) des Detektorsignals:

$$\begin{aligned} I &= |R|^2 + |S|^2 + 2|R||S| \left[J_0(\alpha)\cos\omega_B t + \sum_{n=1}^{\infty} J_n(\alpha)\cos(\omega_B + n\omega)t \right. \\ &\quad \left. + \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n J_n(\alpha)\cos(\omega_B - n\omega)t \right] \end{aligned} \tag{2.9}$$

Neben dem Anteil bei Frequenz Null liegt die Trägerfrequenz ω_B sowie symmetrisch um ω_B und äquidistant im Abstand ω angeordnete Satelliten vor. Die Fourierkoeffizienten sind gerade Besselfunktionen $(\pm 1)^n J_n(\alpha))$ vom Modulationsgrad der aus Gl. 2.8 erhaltenen Interferometersignalphase $\omega_R t + \phi_S(t)$, also der über

$$\phi_S(t) = \alpha \cos\omega t \tag{2.10}$$

definierten Amplitude α der Phasenmodulation. Mit Gl. 2.6 ist diese gleich

$$\alpha = 2k_L A \tag{2.11}$$

und damit Funktion der Schwingungsamplitude A. Sie wird zur Bestimmung herangezogen, unter Verwendung des Meßempfängers im Amplitudenbetrieb. Da in den Anwendungen A klein ist gegen die Lichtwellenlänge, ist $\alpha \ll 1$. In dieser Näherung ist

$$J_0(\alpha) = 1 \text{ und } J_1(\alpha) = \frac{\alpha}{2} \tag{2.12}$$

und somit Amplitude des 1. Satelliten proportional zu A.

Die Amplituden der Frequenzanteile sind außer von A auch noch vom Produkt $|R||S|$ der Intensitäten der Interferometerteilstrahlen abhängig. Zur absoluten Bestimmung von A aus der Satellitenamplitude muß hierdurch dividiert werden. Der Faktor wird ermittelt durch Demodulation der von A unabhängigen Amplitude des Trägers.

Mit dem Interferometer wurde experimentell eine Empfindlichkeit von 3 pm in der Amplitude der Spitzenbewegung erreicht.

2.4 Die Kraftsonde

Die Kraftsonde ist eine Biegefeder, die am Ende eine Spitze trägt, auf die die Kraft wirken kann. Die Steifigkeit k beträgt je nach Anwendung zwischen 0.1 N/m und 100 N/m[1]. Wie auch für die übrigen mechanischen Komponenten ist für Störunempfindlichkeit eine hohe Resonanzfrequenz unerläßlich. Dies erfordert, daß der bewegliche Teil der Feder besonders leicht sein muß. Damit ein harmonischer Schwinger der Steifigkeit 1 N/m eine Resonanzfrequenz von 20 kHz erhält, ist eine Masse von 0.1μg notwendig. Das ist die eines Si-Würfels von 50 μm Kantenlänge. Strukturen solch kleiner Abmessungen können nur mit Ätztechniken erzielt werden.

Hierzu wurde die in der Tunnelmikroskopie verwandte Technik zum Ätzen von Spitzen aus Metalldrähten weiterentwickelt, um eine vollständige Kraftsonde aus einem Stück zu präparieren. Es gelingt nun, Sonden wie die in Abb. 2.4 gezeigte zu produzieren. Die im Laufe der Entwicklungsarbeit gewonnenen Erkenntnisse sind im Anhang A dargelegt. Sie dienen als Grundlage für den im folgenden zu beschreibenden Fertigungsablauf.

Verwendet werden 0.1 bis 0.2 mm starke Metalldrähte (Goodfellow Metals). Die fertige Sonde wird sich damit, trotz ihrer Feinheit - bequem manipulieren lassen. Wie im Anhang beschrieben, wird zunächst ein millimeterlanges Ende des Drahtes auf die erforderliche Balkendicke homogen heruntergeätzt. Die entstehende Schulter ist das feste Ende der Feder. Sie wird festgelegt durch die Eintauchtiefe. Die Basis, also der nichtgeätzte Teil des Drahtes, kann auch definiert werden durch eine vorher, mittels Eintauchen in Lack, aufgebrachte Isolation. Zu Schwierigkeiten kann führen, daß der geätzte Teil unterhalb der Schulter nicht gleichmäßig abgedünnt wird, sondern sich über einen Bereich von 100 μm verjüngt oder eine Kehle erhält (s. Anhang). Dies wird umgangen, indem der Abdünnprozeß nach ca. 3/4 der Zeit unterbrochen wird. Er wird dann fortgesetzt nach Verlagerung der Grenze in den homogen geätzten Bereich. Dies führt zu der auch in Abb. 2.4 zu sehenden zweiten Schulter.

Die Länge des Biegebalkens wird festgelegt durch eine scharfe Biegung im freien Ende. Hierzu wird der Draht - nach Montage auf den Piezo-Bimorph, der seinerseits

[1] Zum Vergleich: Unter Verwendung einer Küchenwaage und eines Zentimetermaßstabs wurde die Steifigkeit der Feder eines Kugelschreibers zu etwa 500 N/m bestimmt.

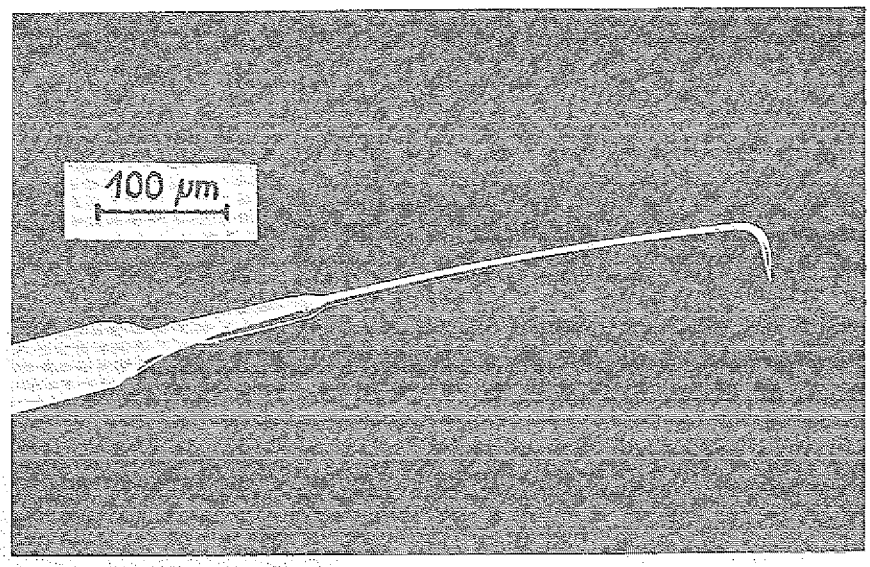


Abbildung 2.4: *REM-Aufnahme einer aus Draht geätzten Kraftsonde*

schon auf dem in Abb. 2.1 erkennbaren Sondenhalter sitzt - in einen eigens entwickelten Manipulator eingesetzt (Abb. 2.5). Durch gegenseitiges Verschieben zweier aus Skalpell- oder Rasierklingen hergestellter Messer wird der zwischen ihnen positionierte Draht wie von einer stumpfen Schere umfaßt und gebogen. Zuverlässiger und präziser Ablauf wird erst durch die Verwendung feiner Mikropositioniertische ermöglicht.

Aus dem umgebogenen Ende des Drahtes wird anschließend mit der im Anhang beschriebenen Meniskusmethode eine Spitze herauspräpariert.

Zur Überprüfung der Qualität der Spitzen erwies sich das REM als zuverlässige Abbildungsmethode mit einer Auflösung von 20 nm. Abb. 2.6 zeigt eine typische Aufnahme. Wie auch in den Aufnahmen deutlich wird, konnte generell ein Verrundungsradius von 100 nm oder weniger erreicht werden. Die mit der Meniskusmethode erhaltenen Spitzen wiesen Schaftwinkel von $\vartheta = 15^o \ldots 30^o$ auf.

Die gewünschten mechanischen Eigenschaften (Federkonstante k und Resonanzfrequenz ω_r der Grundschwingung) werden generell durch die Abmessungen des Biegebalkens bestimmt, die generell Rotationssymmetrie aufweisen. Für einen zylindrischen Balken der Länge L und der Dicke d aus einem Material mit Elastizitätsmodul E und Dichte ρ ist [9, 10, 11]:

$$k = \frac{3\pi}{64}\frac{Ed^4}{L^3} \quad \text{und} \quad \omega_r = 0.879\sqrt{\frac{E}{\rho}}\frac{d}{L^2} \tag{2.13}$$

Brauchbare Werte erhält man für Längen von einigen 100 μm und Dicken von größenordnungsmäßig 10 μm.

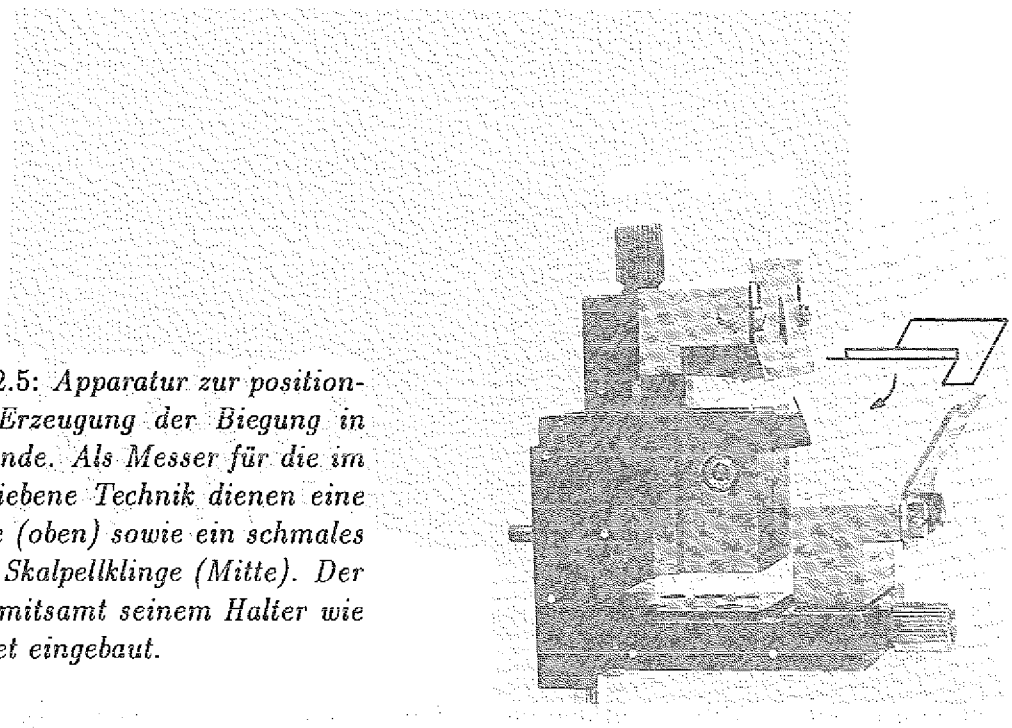


Abbildung 2.5: *Apparatur zur positionsgerechten Erzeugung der Biegung in der Drahtsonde. Als Messer für die im Text beschriebene Technik dienen eine Rasierklinge (oben) sowie ein schmales Stück einer Skalpellklinge (Mitte). Der Draht wird mitsamt seinem Halter wie eingezeichnet eingebaut.*

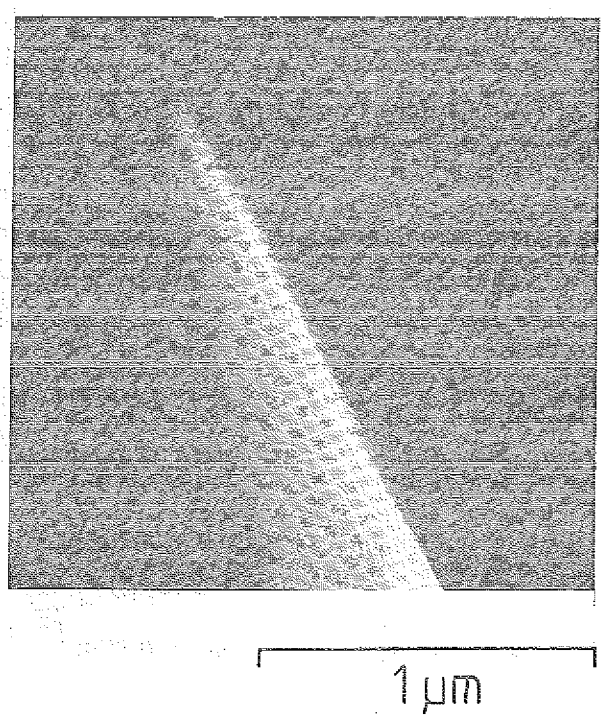


Abbildung 2.6: *REM-Aufnahme einer typischen Spitze für das RKM, erhalten nach Ätzen mit HCl nach der Meniskusmethode.*

Zur Bestimmung der Resonanzeigenschaften des Biegebalkens wurden Amplituden-Frequenz-Kurven aufgenommen. Sie zeigen deutliche Resonanzmaxima bei Frequenzen von $\omega/2\pi = 10 \ldots 50$ kHz. Die Resonanzfrequenzen stimmen mit den Werten, die aus den mittels REM-Aufnahmen erhaltenen Abmessungen theoretisch berechnet wurden, auf besser als 20% überein. Auch die ersten Oberfrequenzen wurden ermittelt, in näherungsweiser Übereinstimmung zu theoretisch berechneten [11]. Die aus den Halbwertsbreiten der Resonanzkurven bestimmten mechanischen Güten liegen bei $Q = 200 \ldots 300$.

2.5 Die Piezo-Positionierung

Für die signalgesteuerte Probenpositionierung werden Aktuatoren aus Piezoelementen in Stapelbauweise verwendet (Niedervolt-Piezos, Physik Instrumente PI, Waldbronn). Die Elemente bestehen aus gesinterten Blei-Zirkonat-Titanat-Verbindungen (PZT). Durch Anlegen von Spannungen (bis ca. 150 V) können Hübe bis zu einem Tausendstel der Aktuatorabmessung erzielt werden. Da folglich Aktuatoren mit großen Stellwegen groß werden und niedrige Resonanzfrequenzen besitzen, wird ein lateraler Dehnbereich von 30 μm gewählt. Ein integrierter x-y-Scanner erfüllt diese Anforderung bei noch vertretbarer Größe (Abb. 2.1). Er hat eine Resonanzfrequenz um 5 kHz. Ein eindimensionaler Scanner mit einem Dehnbereich von 15 μm (PI, Modell P-830.10) wird als vertikaler Aktuator eingesetzt. Seine Resonanzfrequenz ermittelt sich experimentell zu etwa 10 kHz.

Zur Funktionsprüfung wurde die Spannungsabhängigkeit der Ausdehnung mit einem optischen Profilometer (Laser Stylus RM 600, Rodenstock, München) ermittelt. Abb. 2.7 zeigt die Aussteuerung eines Piezos wie im RKM-Betrieb, mit Signalen in Dreiecksform. Die erkennbaren Charakteristika sind typisch für alle Piezoaktuatoren:

- Das Verhalten weicht von der Linearität ab und führt zu Hysteresen von einigen bis zu 10 Prozent, letztere definiert als remanente Ausdehnung (oder halbe Dicke der Lanzette) dividiert durch Endausdehnung (oder halbe Länge der Lanzette). Der Hysteresegrad nimmt mit der Endausdehnung zu.
- Die mittlere Ausdehnung pro Spannung (Steigung der Lanzette) steigt mit der Endausdehnung.

2.6 Die Motor-Positionierung

Eine präzise Positionierbarkeit in einem weitaus größeren Bereich ist notwendig, um einen Probenwechsel zu ermöglichen und um einen großen Bereich der Probe zugänglich

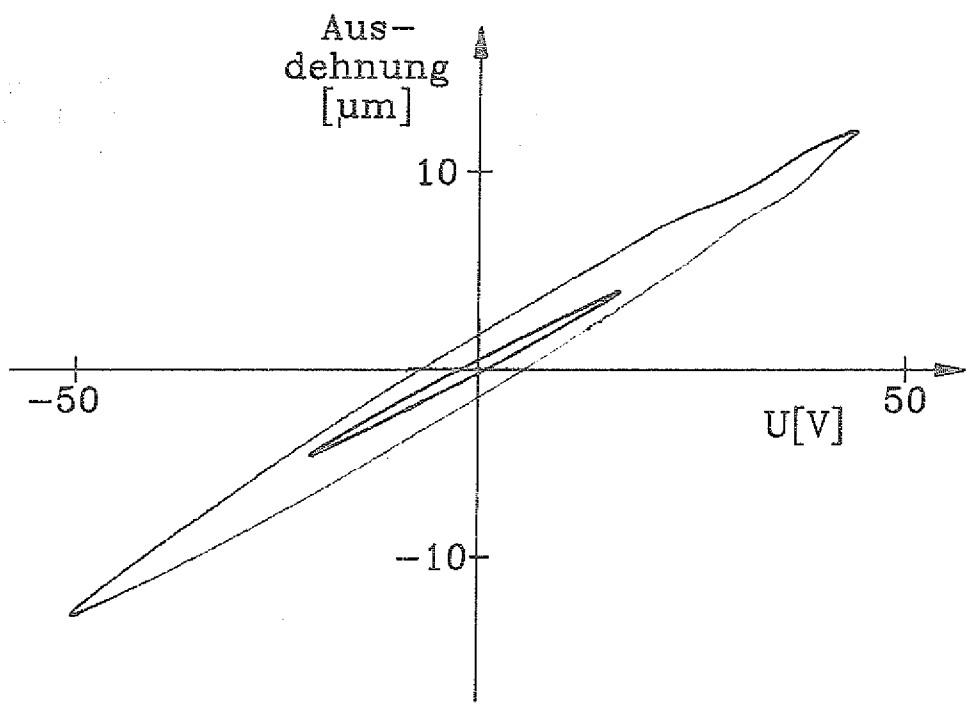


Abbildung 2.7: *Gemessene Kennlinien eines Piezo-Aktuators*

zu machen. Die Probe mitsamt der Piezoeinheit sitzt dazu auf einem Sytem aus einem einachsigen Verstelltisch (PI, Modell P-013), beweglich in lateraler y-Richtung, und einem zweiachsigen Verstelltisch (PI, Modell P-015), der Bewegung lateral in x und vertikal zur Oberfläche (z) durchführt (Abb. 2.1). Durch eine Neigung der Probeneinheit um x erreicht man eine ungehinderte Annäherung der Probe an die nach oben ragende Biegefeder, die ihrerseits senkrecht zur Laborhorizontalen stehen muß, um eine Reflektion des horizontal ausgerichteten Interferometerstrahls *in sich* zu ermöglichen. In den Tischen sind seitlich lineare Kugelführungen integriert, die laut Hersteller über 12 mm Verstellweg ein vertikales Rumpeln von weniger als 0.3 μm haben.

Die Mikrometerschrauben zur Verstellung der Tische sind (im Bild bis auf eine) durch seitlich angebrachte DC-Motor-Triebe (PI, Modell M-224) ersetzt. Diese enthalten Gleichstrommotore, die eine axiale Spindel antreiben, sowie magnetische Encoder zum Auslesen der absoluten Spindelposition. Die Motor-Ansteuerung wurde zunächst deshalb installiert, um bei Betrieb im Vakuum eine Positionierung in situ zu ermöglichen.

Neben den großen Verstellwegen von 25 mm pro Koordinate leistet das System durch die mittels PC-Einschubkarte (PI, Modell C-810) vollzogene Reglung der Motorgleichspannung über das Encodersignal eine gleichförmige, rumpelfreie Bewegung mit einer *absoluten* Wiederholgenauigkeit von 0.1 μm . Nichtberücksichtigt ist hierbei lediglich das bei Wechsel der Bewegungsrichtung wirksame Spiel. Dies wurde experimentell zu ca. 5 μm ermittelt.

Kapitel 3

Signalführung

Im vorigen Kapitel wurde das System aus den mechanischen und optischen Teilen des RKM beschrieben. Hinzu kommen jetzt die Teile der (elektronisch realisierten) Signalführung. Diese besteht zum einen in der *(vertikalen)* Reglung der Spitzenhöhe, durch die ein konstanter Kraftgradient eingestellt wird. Hierzu wurden zwei unterschiedliche, in den Abschnitten 3.1 und 3.2 beschriebene Methoden realisiert. Zum anderen behandelt Abschnitt 3.3 die *horizontale* Steuerung, die die Signalaufnahme als Funktion der lateralen Position (Bildentstehung) einschließlich der nachfolgenden Bildverarbeitung vollzieht.

3.1 Anregung mit fester Frequenz

3.1.1 Prinzip der slope detection

Die slope detection ist die konventionelle Methode zur Ermittlung der Verstimmung der Biegefeder in der dynamischen Rasterkraftmikroskopie. Sie wurde hierfür erstmals von Y. Martin und H. K. Wickramasinghe [2] sowie von G. M. McClelland et al. [3] angewandt.

Wird die Biegefeder mit einer festen Frequenz ω angeregt, wobei ihr Fuß die Bewegung

$$\delta_F(t) = A_F \cos(\omega t) \tag{3.1}$$

ausführt, so läßt sich die stationäre Bewegung der Spitze beschreiben durch:

$$\delta(t) = A \cos(\omega t + \phi) \tag{3.2}$$

Sie ist also in Phase und Amplitude verändert. Amplitude A und Phasenverschiebung ϕ hängen von der Resonanzabweichung

$$\nu = \frac{\omega - \omega_r}{\omega_r} \tag{3.3}$$

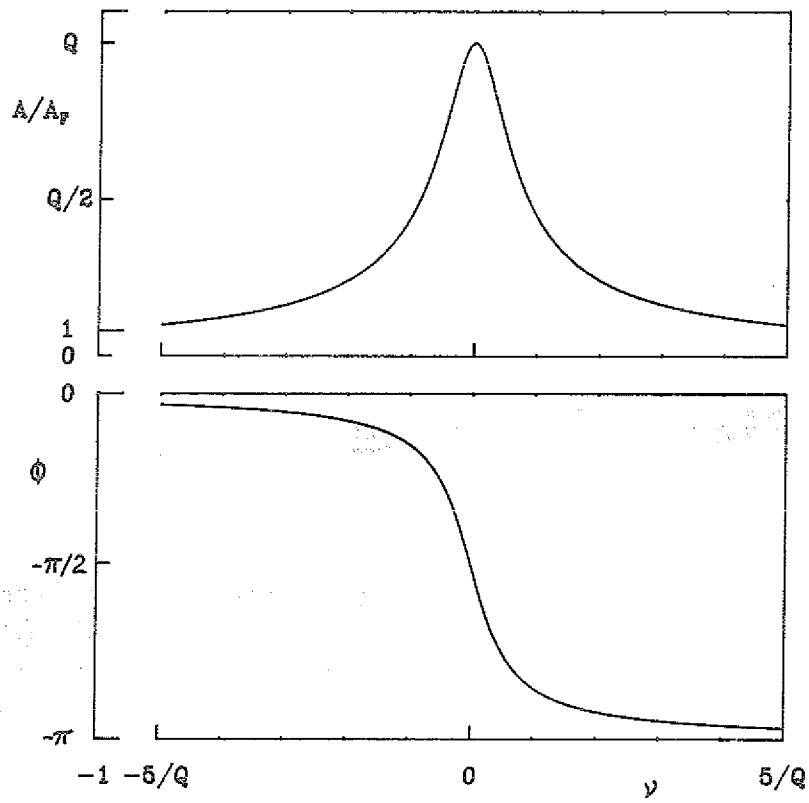


Abbildung 3.1: *Amplitude und Phase der erzwungenen Schwingung als Funktion der Resonanzabweichung.*

ab.

Man betrachte die Biegefeder als gedämpften harmonischen Oszillator der Güte Q. Bei hohem Q und kleiner Resonanzabweichung sind A und ϕ dann gegeben durch [11]

$$\frac{A}{A_F} = \frac{Q}{\sqrt{1+(2Q\nu)^2}} \tag{3.4}$$

sowie:

$$\phi = -\frac{\pi}{2} - \arctan(2\nu Q) \tag{3.5}$$

Abb. 3.1 zeigt die Frequenzabhängigkeit beider Meßgrößen.

Unter Einfluß eines Kraftgradienten F' ändert sich die Resonanzfrequenz und damit die Resonanzabweichung ν gemäß Gl. 2.4 um:

$$\Delta\nu = \frac{\Delta\omega_r}{\omega_r} = -\frac{F'}{2k} \tag{3.6}$$

Dies führt zu einer Änderung der Amplitude A und der Phasenverschiebung ϕ.

Den Verlauf der Frequenzabhängigkeit der Amplitude (Resonanzkurve) für den kräftefreien und den kraftbeeinflußten Fall zeigt Abb. 3.2. Liegt die Anregungsfrequenz, wie üblich, im steilen Bereich der kräftefreien Resonanzkurve, so ist die relative

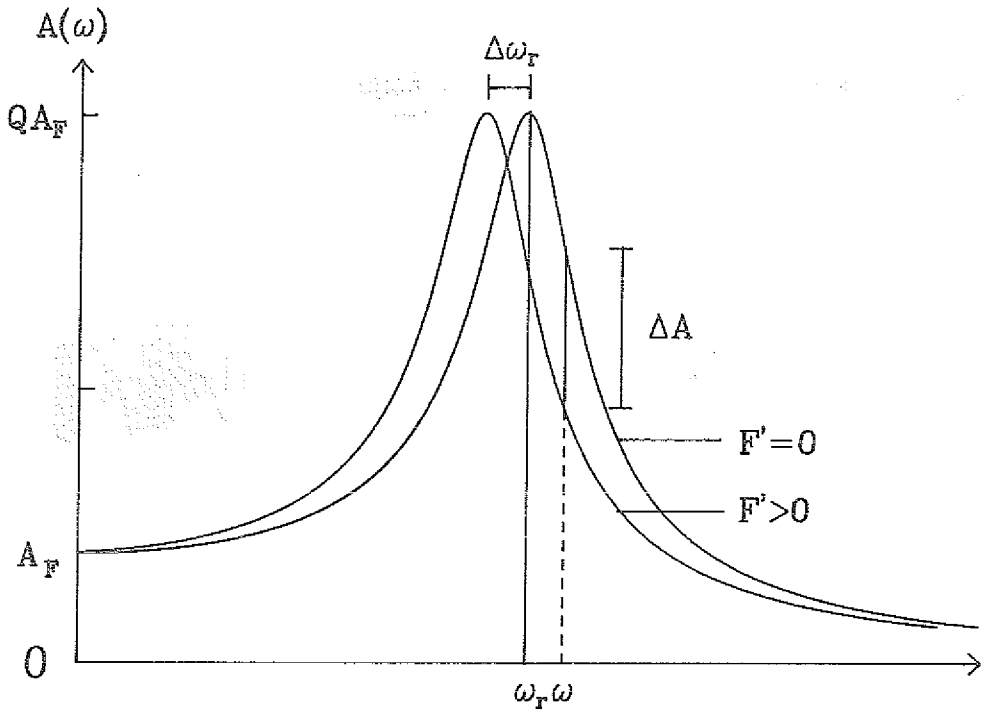


Abbildung 3.2: *Resonanzkurven der Biegefeder mit und ohne Vorhandensein einer z-abhängigen Kraft.*

Amplitudenänderung $\Delta A/A$ etwa gleich dem Q-fachen der Verstimmung $\Delta\nu$. Sie ist also ein empfindliches Maß, da Q üblicherweise Werte von mindestens 100 hat. Es ergibt sich dann:

$$\frac{\Delta A}{A} \approx Q\Delta\nu = Q\frac{F'}{2k} \tag{3.7}$$

3.1.2 Verschaltung beim geregelten Betrieb

Für die meisten Untersuchungen dieser Arbeit wurde der konventionelle Betrieb des RKM realisiert, und zwar durch die in Abb. 3.3 gezeigte Verschaltung. Die Amplitude der Biegefeder wird dabei mit dem Heterodyninterferometer und dem zur Amplitudendemodulation auf das Seitenband abgestimmten Meßempfänger (Rohde & Schwarz, Modell ESV) gemessen. Ein Analogregler (Integrierer I mit zuschaltbarem Proportionalregler P) bewirkt eine Konstantreglung des Amplitudensignals, indem er über den z-Piezo den Abstand zwischen Spitze und Probe variiert.

Der auf die Spitze wirkende Kraftgradient wird also stets konstant gehalten. Das Stellsignal, welches an den z-Piezo geführt wird, liefert ein Maß für die Höhe der Probenoberfläche. Wie in Abschnitt 3.3 genauer beschrieben, wird durch laterale Bewe-

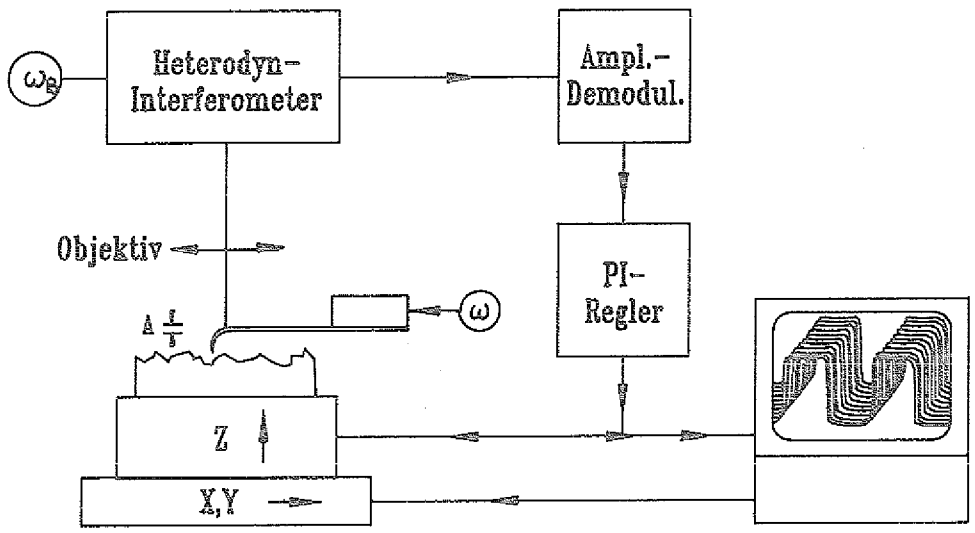


Abbildung 3.3: *Die in dieser Arbeit meist verwendete Verschaltung des RKM*

gung der Probe mittels Rechner-Ansteuerung der x/y-Piezos die Topographie integral ermittelt.

3.1.3 Grenzen der slope detection

Die Bestimmung des Kraftgradienten aus Amplitude oder Phase unterliegt infolge der thermischen Anregung (Brownsche Molekularbewegung) einem Fehler. Die thermische Anregung verteilt sich nach dem Äquipartitionsgesetz auf die mechanischen Freiheitsgrade des Biegebalkens mit je einem Energiebeitrag von $k_BT/2$. *Ein* Freiheitsgrad bildet die Auslenkung in z-Richtung. Die damit verbundene potentielle Energie ist:

$$\frac{1}{2}k < z^2 >= \frac{k_BT}{2} \tag{3.8}$$

Für die mittlere quadratische Auslenkung ergibt sich daraus:

$$< z^2 >= \frac{k_BT}{k} \tag{3.9}$$

Sie ist also unter Normalbedingungen (T = 293K) nur eine Funktion der Federkonstante. Bei einem typischen Wert von k = 1 N/m beträgt sie $\sqrt{< z^2 >} = 6.4$ Å.

Dieses Störsignal liefert einen Fehler in der Amplituden- bzw. Phasendetektion. Der Fehler hängt ab von der Bandbreite B (d.i. die reziproke Integrationszeit für die Messung) und beträgt für Amplitudendetektion [3, 2, 12]:

$$\Delta F' = \frac{1}{A}\sqrt{2k_BT\frac{kB}{Q\omega_r}} \tag{3.10}$$

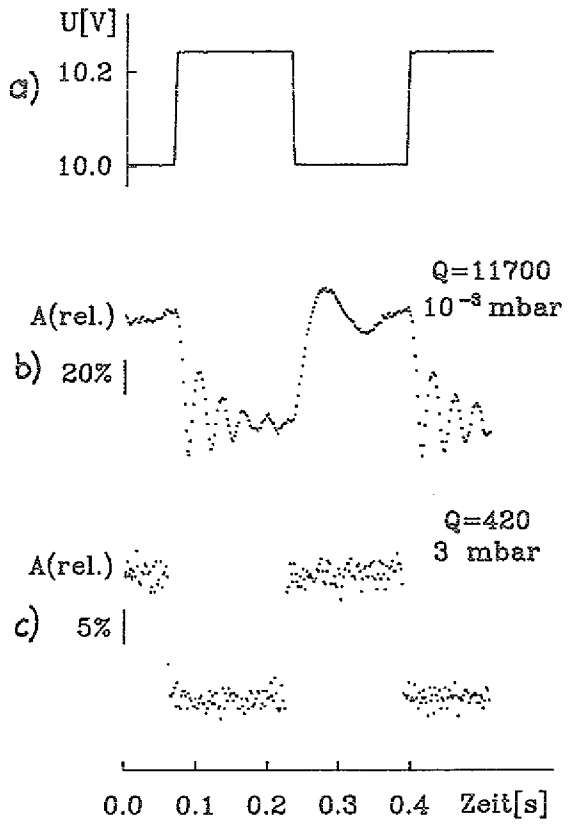


Abbildung 3.4: *Zeitlicher Verlauf des Kraftgradienten im Schaltexperiment (hierzu s. Text) sowie der synchron aufgenommenen Schwingungsamplitude des Biegebalkens bei zwei die Güte beeinflussenden Umgebungsdrucken.*

Für Phasendetektion erhöht er sich um den Faktor 2 [5].

Weiterhin soll uns das Antwortverhalten der Schwingung auf einen sich sprunghaft ändernden Kraftgradienten Aufschluß geben über die maximal verfügbare Bandbreite, also die größtmögliche Meßgeschwindigkeit. Dies werde exemplarisch untersucht, indem mit dem Heterodyn-Interferometer die Amplitude einer fest angeregten Si_3N_4-Zunge [13] zeitabhängig gemessen wird. Durch ein rechteckiges Spannungssignal (Abb. 3.4a), das zwischen der Zunge und einer im Abstand von einigen Mikrometern positionierten Gegenelektrode angelegt wird, wird dabei ein elektrostatischer Kraftgradient ein- und ausgeschaltet. Gleichzeitig wird die Schwingungsamplitude gemessen. Dabei werden durch Variation des Umgebungsdrucks zwei unterschiedliche Güten des Schwingers eingestellt ($Q = 11700$ bzw. $Q = 420$, Halbwertsbreiten Δf der Resonanzkurven entsprechend 10 Hz bzw. 280 Hz). Die Verläufe des Amplitudensignals für die beiden Fälle zeigt Abb. 3.4b bzw. c.

Daraus ist abzulesen, daß sich die Amplitude bei sprunghafter Änderung des Kraftgradienten nicht sofort auf den durch die Resonanzkurve definierten stationären Wert einstellt, sondern in einer gewissen Zeit τ relaxiert (etwa 0.1 s in a, weniger als 5 ms in b). Diese Relaxationszeit τ beträgt 0.1 s (b) für die hohe Güte und weniger als 5 ms für die niedrige Güte (c). Sie korreliert im Rahmen der Meßgenauigkeit mit der reziproken Halbwertsbreite $1/\Delta f$ der Resonanzkurve.

Dieses relaxierende Verhalten wurde auch anderweitig beobachtet, wo auch eine Erklärung des Phänomens geliefert wird [4]. Die Relaxation ist nach Rechnung im

Grenzfall kleiner Sprünge in F' eine exponentiell gedämpfte Schwebung mit der Abklingdauer

$$\tau = \frac{2Q}{\omega_r} = \frac{\sqrt{3}}{\pi \Delta f} \tag{3.11}$$

Diese Relaxation begrenzt also die maximale Geschwindigkeit zur Bestimmung von F' aus der Amplitude bei der Methode der slope detection. Die Phasenverschiebung unterliegt im übrigen einer ähnlich starken zeitlichen Verzögerung [5].

3.2 Anregung mit auf Resonanz nachgeführter Frequenz

Die Anregung mit fester Frequenz war Stand der Technik am Anfang unserer Untersuchungen über die dynamische Rasterkraftmikroskopie [2]. Im Verlauf dieser Arbeit wurde eine Variante dieser Betriebsart entwickelt und getestet.

Bei diesem sog. *Betrieb mit Frequenzreglung* ist die Frequenz der Federschwingung nicht fest. Vielmehr läßt man die Feder bei der Resonanzfrequenz schwingen, sodaß also die Frequenz möglichen Änderungen von F' instantan folgt. Ist man in der Lage, diese Frequenz oder auch nur die Phase zu ermitteln, so hat man eine unverzögerten Zugang zu F'.

Die Empfindlichkeit in der Messung von F' steigt nach Gl. 3.10 mit der mechanischen Güte der verwendeten Feder. Mit den kommerziellen Si_3N_4-Spitzen [13] sind unter Vakuum Güten bis zu $Q \approx 100000$ erreichbar. Wie gezeigt, bedeutet dies für die slope detection allerdings eine Meßzeit von etwa $\tau = 1$s, oder eine Bildaufnahmedauer von mehreren Stunden. Mit der neuen Betriebsart sollen solche Meßzeiten drastisch reduziert werden. Die in Abb. 3.5 gezeigte Schaltung beschreibt die Realisierung der Idee. Sie besteht aus zwei ineinandergeschachtelten Schaltkreisen, die in den folgenden Abschnitten 3.2.1 und 3.2.2 beschrieben werden.

3.2.1 Der Schwingkreis

Aufgabe des Schwingkreises ist es, die Biegefeder stets bei ihrer möglicherweise sich verändernden Resonanzfrequenz schwingen zu lassen. Um eine stationäre Schwingung zu erhalten, wird das System in eine Oszillatorschaltung eingesetzt, wie es auch beim Betrieb von Schwingquarzen (z. B. in Uhren oder in Schichtdickenmessern in Aufdampfanlagen) geschieht.

Der Schwingkreis besteht aus dem Detektorzweig D und dem Anregungszweig A der Abb. 3.5. Er ist im Prinzip nur eine Rückkopplung der Federbewegung auf den

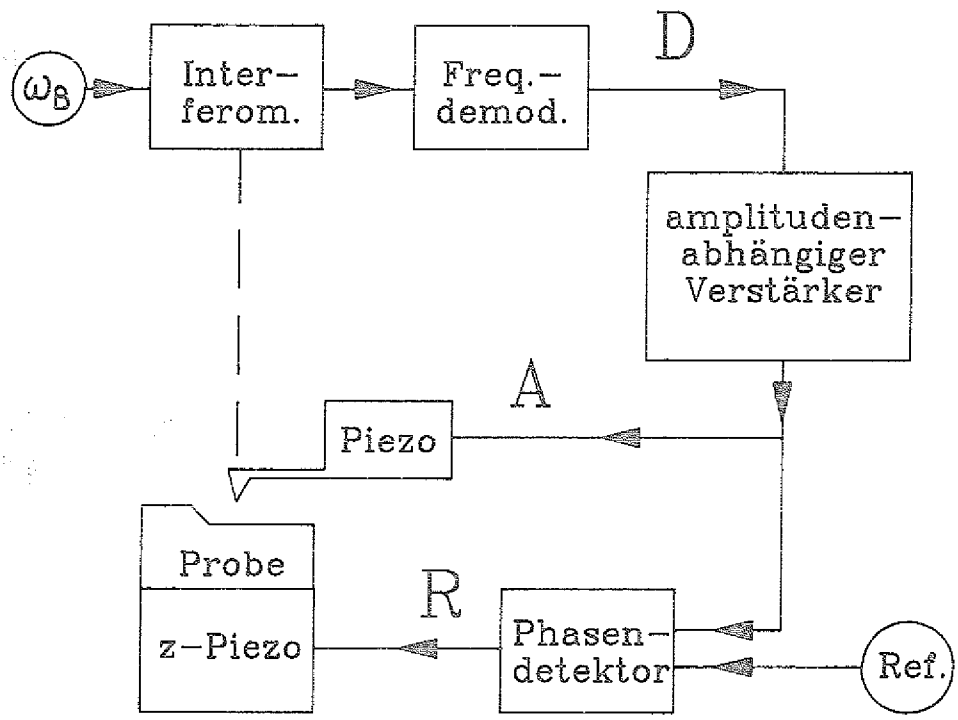


Abbildung 3.5: *Blockschaltbild zum Betrieb des RKM mit Frequenzreglung.*

treibenden Piezo über einen geeigneten Verstärker. Nach Schließen des Kreises kann folgendermaßen eine Schwingung aufgebaut werden:

Thermisches Rauschen führt zu einer zunächst unkontrollierten Bewegung der Feder mit vielen Frequenzanteilen. Diese wird mit dem Heterodyninterferometer detektiert. Im Gegensatz zum bisherigen Vorgehen wird das Detektorsignal (Gl. 2.8) aber (mittels alternativer Betriebsart des Rohde- und Schwarz- Meßempfängers ESV) frequenzdemoduliert, um die vollständige Information der Bewegung zu erhalten. Das Ergebnis ist die zeitliche Ableitung der Phasenmodulation ϕ_S, gemäß Gl. 2.6 also die Bewegungsgeschwindigkeit der Spitze. Dies wird auf den Piezo zur Anregung der Feder rüchgekoppelt. Die Bewegung wird also verstärkt, jedoch nur in den Frequenzanteilen, die nach Phasenverzögerung infolge der Federträgheit konstruktiv mit den Anteilen der ursprünglichen Bewegung interferieren. Hierzu muß die Phasenverzögerung der Feder die bei der Frequenzdemodulation erzeugte Verzögerung von 90° kompensieren. Dies trifft gerade auf den bei Resonanz liegenden Frequenzanteil zu. Es baut sich also eine Schwingung bei der Resonanzfrequenz auf, vorausgesetzt, der Verstärker kompensiert die Eigendämpfung der Feder.

Um ungehinderten Amplitudenanstieg (Resonanzkatastrophe) zu vermeiden, ist der Verstärker nichtlinear ausgelegt. Die Verstärkung muß mit zunehmender Signalamplitude soweit abnehmen, daß sie die Eigendämpfung der Feder irgendwann nicht mehr übersteigt. Es wird hierzu ein auf OP-Basis realisierter Schmitt-Trigger verwendet.

Der Pegel am Ausgang dieses Bausteins nimmt - je nach Vorzeichen des Eingangssignals - einen von zwei Werten an. Bei sinusförmigem Eingangssignal erhält man am Ausgang ein Rechteck fester Amplitude. Die Verstärkung ist daher exakt umgekehrt proportional zur Eingangsamplitude. Die Einstellung der im Betrieb gewünschten Amplitude geschieht durch einen dem Schmitt-Trigger nachgeschalteten abstimmbaren Abschwächer.

3.2.2 Der Phasenregelkreis

Ziel des Phasenregelkreises ist es, die Nachführung des Abstands Spitze-Probe durchzuführen derart, daß ein konstanter Kraftgradient auf die Spitze wirkt (geregelter Betrieb), also der Schwingkreis frequenzstabilisiert wird. Hierzu wird das Signal des Schwingkreises mit einem von einem Synthesizer (Hewlett Packard, Modell 3325A) mit der gewünschten Frequenz erzeugten stabilen Referenzsignal verglichen, und zwar mittels eines Phasendetektors.

Ein Phasendetektor liefert ein Signal, das ein Maß der Phasendifferenz seiner beiden Eingangssignale ist. Es wird hier eine Komponente eingesetzt, die Bestandteil des CMOS-IC's '4046' ist, und zwar der flankengetriggerte Phasendetektor 'PC2'. Er arbeitet als logischer digitaler Baustein mit Schaltzeiten weit unter 1 μs, und wird deswegen den mit 100 μs für diese Anwendung unter Umständen zu trägen analogen Phasendetektoren vorgezogen. Er enthält zwei sog. Flip-Flops vom D-Typ, die eine MOSFET- Ausgangsstufe zwischen 3 möglichen Zuständen hin- und her- schaltet, wenn eines der Eingangssignale eine ansteigende Flanke hat (s. Abb. 3.6). Die Zustände sind 1) Masse, 2) Versorgungsspannung V_{CC} sowie 3) ein hochohmiger Neutralzustand, der durch symmetrische Beschaltung mit 2 Widerständen zu je 5 kΩ auf 1/2 V_{CC} gelegt wird. Durch die 3 Niveaus wird ein grobes Raster definiert, das als Maß für die Phasendifferenz dient.

Das im allgemeinen zwischen den Zuständen springende Phasensignal wird mittels eines RC-Siebes geglättet. Damit wird über das Raster interpoliert, und das gemittelte Signal wird eine lineare Funktion der Phasendifferenz. Es wird an den z-Piezo herangeführt, und damit ein Phasenregelkreis geschlossen. Dieser besteht somit aus dem als 'black box' zu betrachtenden Schwingkreis und der aus Phasendetektor, Referenzoszillator und z-Piezo bestehenden Rückkopplungsschleife (R in Abb. 3.5). Unter geeigneten Bedingungen kann die Phasendifferenz zeitlich konstant werden. Eventuelle Phasenabweichungen, etwa durch Änderung des Kraftgradienten bzw. der Frequenz des Schwingkreises, führen mittels Wirkung des Phasendetektors zu Änderungen der z-Piezo-Spannung und damit des Abstandes Spitze-Probe soweit, daß sie ausgeglichen werden. Der Schwingkreis wird damit auf den Referenzoszillator synchronisiert, hat also dessen Frequenz. Der Phasenregelkreis arbeitet somit wie eine 'phase locked loop' (PLL) [14].

Der entscheidende Unterschied zur slope detection ist nun der, daß die mit dem

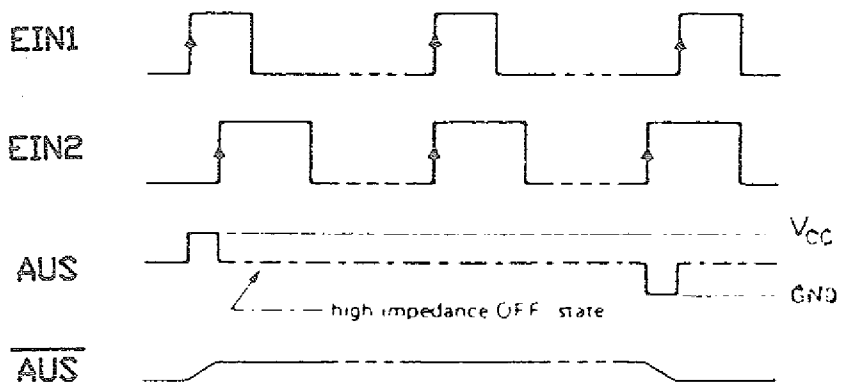


Abbildung 3.6: *Typischer zeitlicher Verlauf der Eingangssignale (EIN1,EIN2) sowie des reinen und des geglätteten Ausgangssignals (AUS bzw. AUS') am Phasendetektor PC2 des IC's '4046'*

Abstand veränderliche Kraft instantan auf die Frequenz der quasifreien Schwingung wirkt. Die Kompensation von Änderungen in F' über die Höhennachführung erfolgen mittels des Phasenregelkreises jetzt ebenfalls instantan.

Die unverzögerte Frequenzantwort des Schwingkreises wurde von T. Albrecht ebenfalls erfolgreich angewandt [4]. Er benutzte in der Signalrückführung allerdings einen Frequenzdetektor. Dieser liefert einen Pegel abhängig von der Frequenz des Schwingkreises, der konventionell über einen Integrator an den z-Piezo rückgekoppelt wird. Gegenüber diesem Prinzip ist die hier entwickelte Frequenzreglung apparativ einfacher zu realisieren. Sie wird dadurch auch unanfälliger gegenüber Störungen.

3.2.3 Messungen und Erfahrungswerte

Der Betrieb mit Frequenzreglung in der soeben beschriebenen Schaltung erwies sich als sehr zuverlässig. Der Schwingkreis erreicht seinen stationären Zustand generell innerhalb von Millisekunden. Nur bei Betrieb im Vakuum - mit Spitzen, die einen hohen Q-Faktor erzielten - verlängerte sich die Einschwingzeit erwartungsgemäß, und zwar bis auf Bruchteile einer Sekunde.

Unter Bedingungen, bei denen anfangs mit slope detection gearbeitet wurde - es wurden Drahtspitzen mit ca. 20 kHz Resonanzfrequenz an Luft betrieben ($Q \approx 200$) - konnte generell eine Erhöhung der maximalen Meßgeschwindigkeit um den Faktor 5 erhalten werden. Für ein typisches Bild mit 128×128 Punkten benötigt man dann nur noch 1 min Aufnahmezeit.

Mit der neuen Betriebsart erschließen sich neue Möglichkeiten, da unter Beibehaltung angemessener Meßzeiten nun Biegefedern hoher Güte verwendet werden können.

Zwei RKM-Aufnahmen (Abb. 3.7) an einer von der Struktur her wohldefinierten Compact Disc (CD) sollen dies demonstrieren. Die erste Aufnahme (a) wurde via slope detection, die zweite mit dem Phasenregelkreis erzeugt. In beiden Aufnahmen wurde - unter Anpassung der Scangeschwindigkeit auf 0.9 Zeilen/sec (a) bzw. 1.8 Zeilen/sec (b) bei gleicher Gesamtmeßzeit von 38 s - die Bildauflösung optimiert. Durch Variation des Umgebungsdrucks werden wieder verschiedene Güten der Si_3N_4-Feder [13] eingestellt. Abb. 3.7a entspricht den üblichen Arbeitsbedingungen an Luft.

Der aus Abb. 3.7b ersichtliche Gewinn an Aufnahmequalität resultiert, wie eingangs erwähnt, aus der nun ermöglichten Erhöhung der mechanischen Güte. Der Meßfehler $\Delta F'$ des Kraftgradienten folgt jetzt aus dem Frequenzrauschen des Schwingkreises. Unter Verwendung des von T. Albrecht et al. [4] ermittelten Ausdrucks des Frequenzrauschen eines verstärker-rückgekoppelten Resonanzkreises erhält man:

$$\Delta F' = \frac{2}{A}\sqrt{k_B T \frac{kB}{Q\omega_r}} \tag{3.12}$$

Man erhält bis auf den Vorfaktor dasselbe Ergebnis wie für den Fehler bei slope detection (Gl. 3.10.

Hiermit berechnet sich der Fehler für typische experimentelle Parameter (k = 1N/m, $\omega_r/2\pi$ = 50kHz, Amplitude A = 10Å, 5 ms Meßzeit entsprechend einer Bandbreite B = 200Hz) zu $0.8 \cdot 10^{-3}$ N/m bei einer Güte von $Q = 200$, wie sie bisher typisch war. Mit einer Güte von $Q = 50000$ reduziert er sich auf $0.05 \cdot 10^{-3}$ N/m. Man erhält also etwa eine Verzehnfachung der Genauigkeit.

3.3 Bildaufnahme und -verarbeitung

Die Bildaufnahme besteht aus der Ansteuerung des x- und des y-Piezos durch Sägezahnsignale derart, daß ein rechteckiger Stellbereich überfahren wird. Simultan wird das Höhensignal eingelesen. Beide Funktionen werden von einem im Zentralen Elektronik-Labor der KFA entwickelten System für PC (IBM AT 286) erfüllt. Dies besteht aus einer Signalprozessor- Erweiterungskarte mit dem DSP 32 von AT&T als Zentralprozessor, aus dem unter MS-DOS laufenden Benutzerprogramms ERFASS2D (in Turbo-Pascal), sowie aus für den DSP 32 vorgesehenen Kernroutinen (in Maschinencode). Die digital generierten Sägezahnsignale sowie die Höhensignalleitung werden dem RKM über DAC- und ADC-Wandler zugeführt.

Zur Bildverarbeitung, einschließlich der Bildwiedergabe, dienen die auch zu diesem System gehörenden Benutzerprogramme DAME2 und PRODAS [15]. Sie werden ebenfalls durch obige Hardware unterstützt. Die farbige Darstellung erfolgt mittels Tintenstrahldrucker (HP PaintJet).

Die direkte Ansteuerung des x- und des y-Piezos geschieht über bipolare Hochspannungsverstärker (Kepco, Modell BOP 500M). Um den Stellbereich variieren zu können, sind einstellbare, auf OP-Basis (Eigenbau) arbeitende Verstärker zwischengeschaltet.

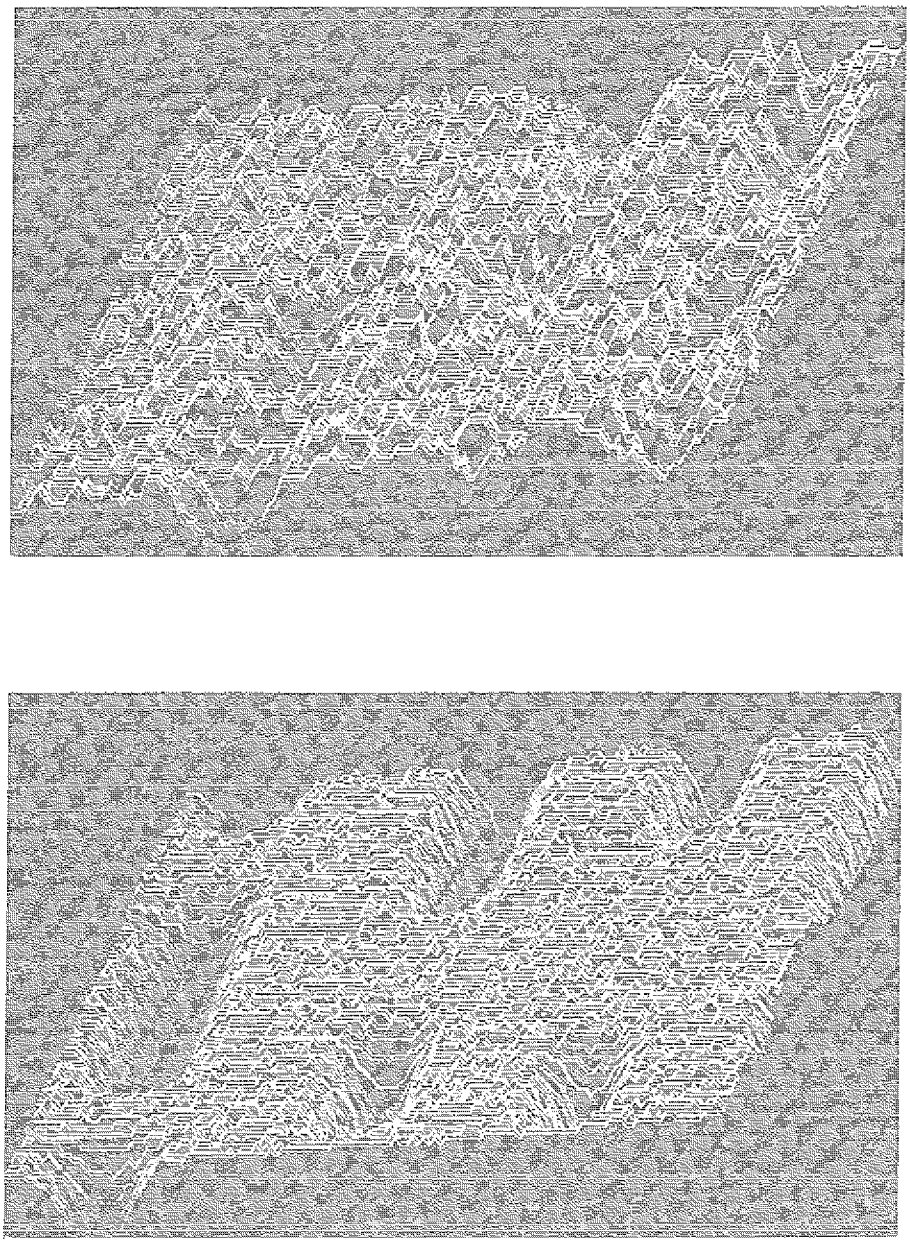


Abbildung 3.7: *Im geregelten Betrieb aufgenommene RKM-Bilder der Oberfläche einer aus der Produktionslinie der Fa. Sonopress, Gütersloh, entnommenen, noch nicht lackgeschützten CD. Wie im Text beschrieben, ist die Qualitätsverbesserung des zweiten Bildes möglich allein durch Steigerung der Güte der Spitze mittels Evakuierung - ein Effekt, welcher erst im Betrieb mit Frequenzreglung ausnutzbar wird. Zwischen schwarz und weiß im Bild liegt eine Höhendifferenz von etwa 100 nm. Der Rasterbereich ist* $5\mu m \times 5\mu m$.

Kapitel 4

Kräfte an homogenen ebenen Oberflächen

Zur gezielten Verwendung des RKM ist eine Kenntnis der zwischen Spitze und Oberfläche herrschenden Kräfte notwendig. Ihre Messung und Interpretation ist Gegenstand des folgenden Kapitels. Die nur in bestimmten Anwendungen auftretenden magnetischen Kräfte sind Gegenstand von Kapitel 6.

4.1 Prinzip und Durchführung der Messung

Die direkte Messung der Kräfte im RKM geschieht durch Aufnahme von *Annäherungskurven.* Bei diesen wird das RKM-Signal, d.h. der Kraftgradient als Funktion der z-Piezo-Spannung bzw. des Spitze-Probe-Abstands aufgenommen.

Dabei ist im Auge zu behalten, daß die Eigendämpfung der Biegefeder bei deren Annäherung an die Probe durch zusätzliche Viskositätskräfte erhöht und damit die Amplitude der erzwungenen Schwingung zusätzlich verändert werden kann. Insbesondere die durch das Luftpolster zwischen stark verrundeten Spitzen und der Oberfläche hervorgerufene Dämpfung ist der in der sog. akustischen Nahfeldmikroskopie ausgenutzte Effekt [16]. Wie Abb. 4.1 verdeutlicht, kann sowohl ein Kraftgradient F' wie auch eine Zusatzdämpfung zum selben Ergebnis für eine bei einer festen Anregungsfrequenz gefundenen Amplitudenänderung ΔA führen.

Bei der Diskussion von Annäherungskurven ist ferner zu berücksichtigen, daß im Prinzip die Biegefeder durch die statischen Kräfte eine nicht direkt meßbare Auslenkung erfährt. Diese soll abgeschätzt werden unter der vereinfachten Annahme, daß die z-Abhängigkeit der Kraft einem Potenzgesetz folgt, d.h.:

$$F(z) \sim z^{-\alpha} \quad \text{und} \quad \frac{F'}{F} = -\frac{\alpha}{z} \tag{4.1}$$

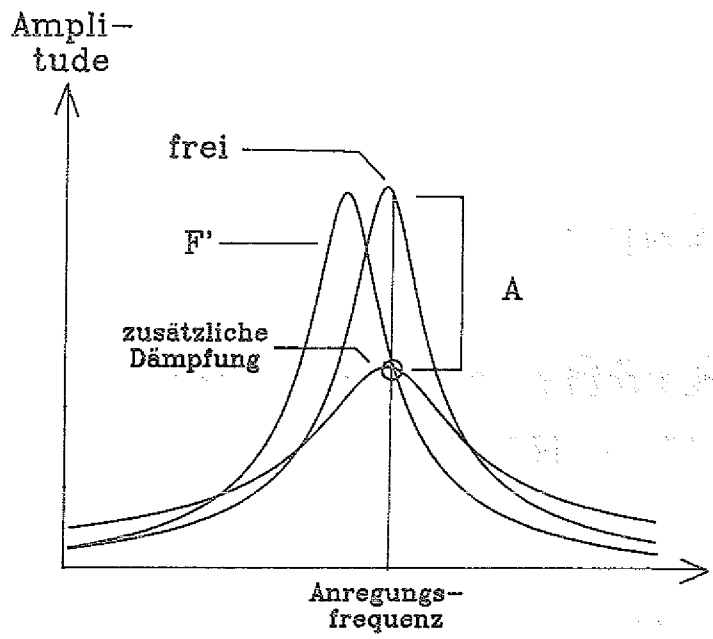


Abbildung 4.1: *Resonanzkurven der RKM-Biegefeder in freiem Zustand, unter Einfluß eines Kraftgradienten F' sowie bei zusätzlicher Dämpfung. . Unterschiedliche Effekte können bei Annäherung im RKM zu demselben Ergebnis in der Amplitudenmessung führen.*

Mit dem Hookeschen Gesetz (Gl. 2.1) und mit Gl. 2.4 erhält man für die statische Auslenkung δ der Biegefeder:

$$\frac{\delta}{z} = \frac{F}{kz} = \frac{F'}{ka} = \frac{2}{a}\frac{\Delta\omega_r}{\omega_r} \tag{4.2}$$

Der durch die Verbiegung der Feder auftretende *relative* Positionsfehler δ/z liegt also in der Größenordnung der *relativen* Frequenzverschiebung $\Delta\omega_r/\omega_r$. Solange, wie im geregelten Betrieb üblich, nur Frequenzverschiebungen von einigen Prozent verwendet werden, ist dieser Beitrag vernachlässigbar.

Zur Aufnahme von Annäherungskurven wird die Probe durch Anlegen eines Dreieckssignals an den z-Piezo mit Zyklusdauern von meist 1 bis 10 sec an die Spitze angenähert und entfernt. Der Biegebalken wird mit fester Frequenz angeregt und die Amplitude wird - üblicherweise innerhalb eines Zyklus - als Funktion des Piezostellwegs aufgezeichnet.

Die Messungen wurden generell mit geätzten W- und Ni-Spitzen unter Umgebungsbedingungen durchgeführt. Die Biegebalken hatten Resonanzfrequenzen von 20 bis 50 kHz und Güten von 200 bis 300.

4.2 Elektrostatische Kräfte

Mit einer Ni-Spitze der Steifigkeit $k = 1.5$N/m, der Resonanzfrequenz $\omega_r/2\pi = 33.13$ kHz und der Güte $Q = 250$, und einer magnetooptischen Platte, die eine 30 nm starke Versiegelungsschicht aus Al trägt, wurden die in Abb. 4.2 gezeigten

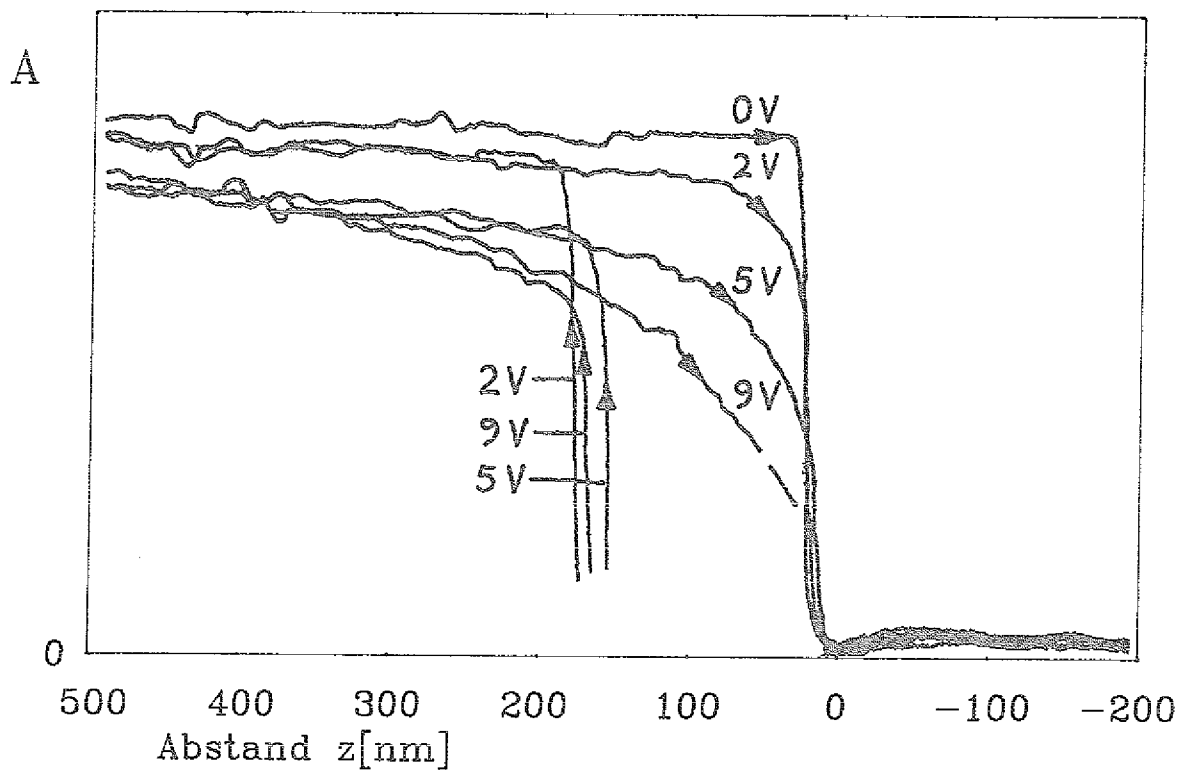


Abbildung 4.2: *Annäherungskurven bei Variation der zwischen Metallspitze und -probe angelegten Servospannung U_S. Bei jeder Messung wurde zunächst aus größererer Entfernung angenähert; dabei wurde der obere Zweig aufgenommen. Der untere Zweig entstand bei der im Anschluß erfolgten Entfernung. Die Spitze setzt hierbei erst verspätet wieder zu Schwingungen ein. Auf diesen Hystereseeffekt wird in Abschnitt 4.4 eingegangen.*

Annäherungskurven erhalten. Dabei wurden verschiedene Gleichspannungen U_S, sog. *Servospannungen*, zwischen Spitze und Probe angelegt. Die Spitze wurde mit einer Frequenz knapp oberhalb der Resonanzfrequenz (etwa im Wendepunkt der Resonanzkurve) zu Schwingungen mit Amplituden vom Bruchteil eines Nanometers angeregt. Die Schwingung erfährt bei Annäherung eine Amplitudenabnahme. Offensichtlich ist sie die Folge einer durch die Servospannung induzierten elektrostatischen Kraft.

In diesem Abschnitt soll die Wirkung derartiger Kräfte auf die Schwingung der Spitze genauer untersucht werden. Dabei geht es insbesondere um die Abstandsabhängigkeit des Kraftgradienten F'. Die z-Piezospannung liefert dabei Werte für die Verstellung der Spitze gegen die Probe. Der Abstand Null wird festgelegt durch den Punkt, wo die Schwingungsamplitude bei Annäherung (oberer Zweig der Annäherungskurve) verschwindet. Zu $U_S = 0$ V und $U_S = 5$ V wurden weiterhin Annäherungskurven bei verschiedenen Anregungsfrequenzen aufgenommen. Es wurden Frequenzen unterhalb der Resonanz gewählt. Abb. 4.3 zeigt eine Kurve bei Annäherung unter

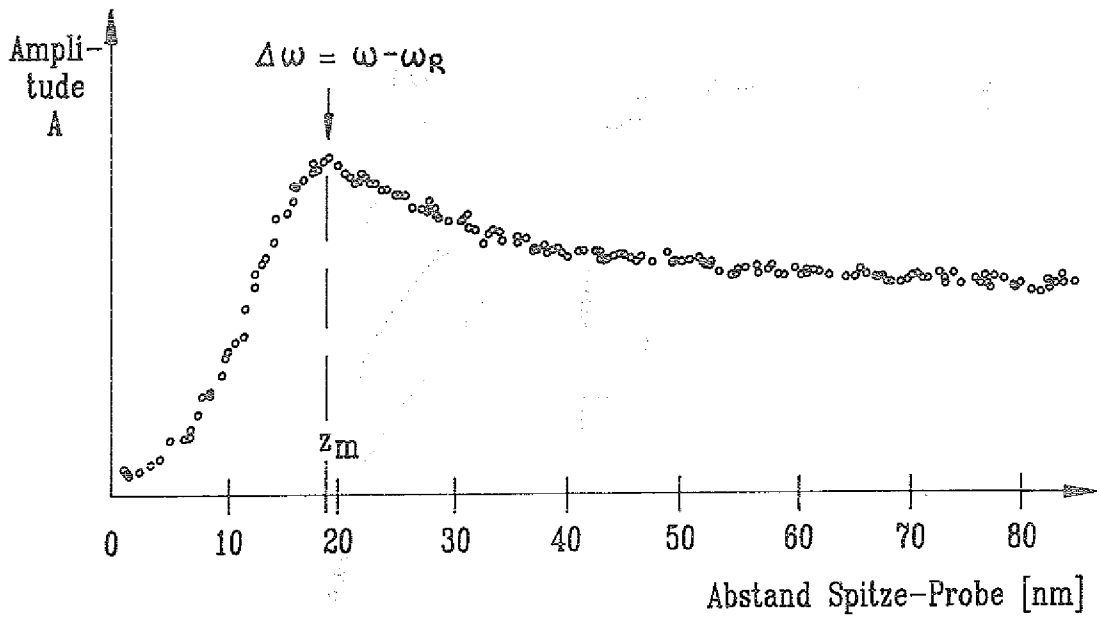


Abbildung 4.3: *Annäherungskurve bei Anregung unterhalb der Resonanzfrequenz.*

$U_S = 5$ V. Die Kurven weisen stets ein Maximum bei einem gewissen Abstand z_m auf. Die Amplituden in den Maxima kommen den Werten gleich, die man ohne Annäherung bei Anregung der Biegefeder in ihrer Resonanz erhält. Dämpfungseffekte spielen keine große Rolle.

Die Amplitudenabnahme bei Anregung oberhalb der Resonanz sowie das Auftreten und die Höhe der Maxima bei Anregung unterhalb der Resonanz weisen eindeutig daraufhin, daß eine Absenkung der Resonanzfrequenz, gemäß Gl. 2.4 infolge eines positiven Kraftgradienten, erfolgt.

Das Maximum ist dadurch gekennzeichnet, daß die Verstimmung $\Delta\omega_r/\omega_r$ der Resonanzfrequenz hier gerade gleich der im Experiment vorgegebenen Resonanzabweichung ν ist. Damit ist es möglich, F' für $z = z_m$ direkt zu bestimmen. Diese Ermittlung ist in erster Näherung unabhängig vom Auftreten von Dämpfungseffekten.

Eine Abstandsabhängigkeit von F' wird aus diesem Grunde nicht aus einer einzigen Annäherungskurve, sondern aus den aus Annäherungskurven zu unterschiedlichen Anregungsfrequenzen erhaltenen z_m-Werten ermittelt. Abb. 4.4 zeigt die bei $U_S = 5$ V sowie bei $U_S = 0$ V erhaltenen Werte.

Der Verlauf der mit $U_S = 5$ V erhaltenen Daten kann mit einer Abstandsabhängigkeit der Spitze-Probe-Kapazität C folgendermaßen erklärt werden. Der Kraftgradient ist [3, 17]:

$$F'(z) = \frac{1}{2}C''(z)U_S^2 \tag{4.3}$$

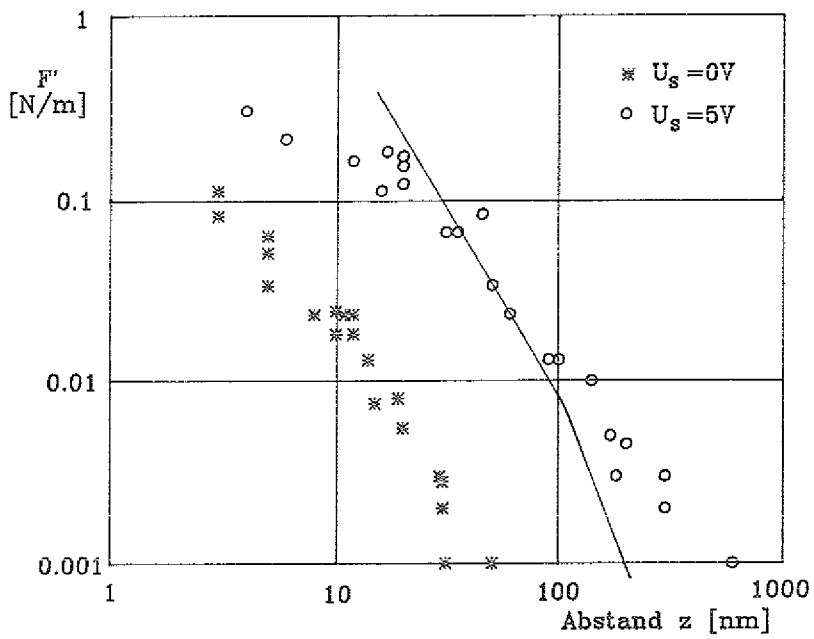


Abbildung 4.4: *Aus gemessener Resonanzfrequenzverschiebung ermittelter Kraftgradient in Abhängigkeit vom Spitze-Probe-Abstand für Servospannungen 5 V (o) bzw. 0 V (*). Dazu im Modell Ebene-Kugel (R = 110 nm) gemäß Gl. 4.4 berechnete Verläufe für kapazitive Kräfte bei 5 V.*

Dabei ist $C''(z)$ die zweite Ableitung der Kapazität nach dem Abstand z.

Eine allgemeine Berechnung der Kapazität zwischen Spitze und Probe für beliebige Spitzengeometrie ist recht schwierig. Für einfache Spitzengeometrien, nämlich für die Platte und die Kugel, sind jedoch Näherungslösungen bekannt. Die Kapazität zwischen einer Kugel vom Radius R und einer Ebene im Abstand z ist [18]:

$$C = 4\pi\epsilon_0 R \sinh a \sum_{n=1}^{\infty} \operatorname{arsinh}(na) \quad \text{mit} \quad a = \operatorname{arcosh}(1 + z/R) \tag{4.4}$$

Für $z \ll R$ gilt die Näherung:

$$C = 2\pi\epsilon_0 R \log \frac{z}{R} \tag{4.5}$$

Unter Annahme eines Kugelradius von $R = 110$ nm läßt sich der aus Gl. 4.4 ermittelte Verlauf von $C''(z)$ an die Meßdaten der Abb. 4.4 anpassen.

Die gemessenen F'-Werte sind unter anderem zu kleinen Abständen hin kleiner als im Modell ermittelt. In diesem für den RKM-Betrieb eher untypischen Abstandsbereich ist die relative Verstimmung $\Delta\omega_R/\omega_R$ groß und eine statische Auslenkung δ der Biegefeder auf die Probe zu darf nicht mehr vernachlässigt werden. Der wahre Abstand z der Spitze zur Probe stimmt nicht mehr mit dem im Experiment festgelegten

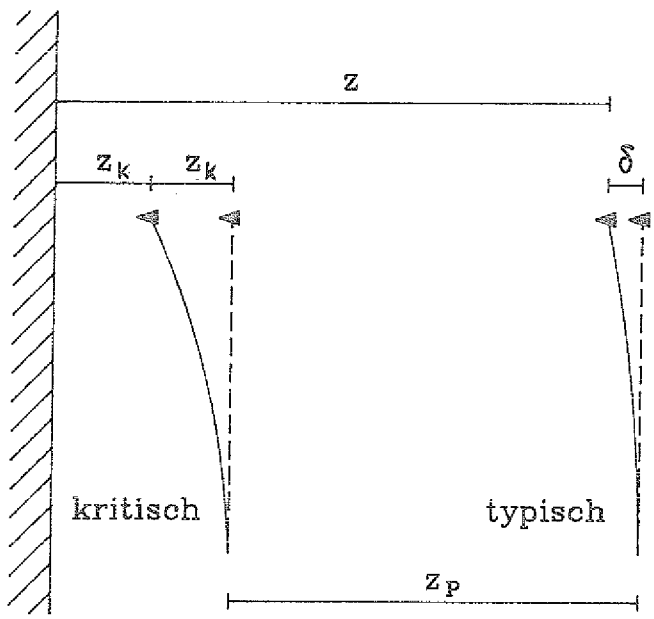


Abbildung 4.5: *Biegefederstellungen mit (durchgezogen) und ohne Krafteinwirkung (gestrichelt) in der kritischen Stellung (links) sowie in größerem Abstand (rechts).*

Abstand überein, der im folgenden mit z_P bezeichnet sei. z_P war definiert als die durch den Piezo erzeugte Verschiebung des Fußpunktes der Biegefeder gegenüber der kritischen Stellung, in der die Amplitude bei Annäherung verschwindet (s. Abb. 4.5). Es sei angenommen, daß diese in dem kritischen Abstand z_k erreicht wird, in dem $F' = k$ wird. Bei Annäherung über diesen Punkt hinaus reicht die Rückstellkraft der Feder nicht mehr aus, um der Anziehung durch die Probe das Gleichgewicht zu halten, sodaß die Spitze auf die Probenoberfläche stürzt.

Der Fehler in der z-Bestimmung soll nun aus den gemessenen Daten herauskorrigiert werden, unter Annahme des Modells Ebene-Kugel in der Näherung $z \ll R$. Die kritische Bedingung $F' = k$ führt hierin auf einen kritischen Abstand von

$$z_k = \sqrt{\frac{\pi \epsilon_0 U_S^2 R}{k}} \tag{4.6}$$

Er beträgt bei unseren Parametern 8.7 nm. Die einfache, aus Gl. 4.5 folgende z-Abhängigkeit von F' führt dazu, daß die Auslenkung $\delta_k = F(z_k)/k$ der Biegefeder aus der Ruhelage in der kritischen Stellung ebenfalls gerade z_k beträgt.

Zur Korrektur ist die Relation zwischen z_P und z gesucht. Sie hängt in jedem Punkt von der jeweiligen Auslenkung δ ab. Wie aus Abb. 4.5 ablesbar, ist:

$$\delta = z_P - z + 2z_k \tag{4.7}$$

δ kann aus dieser Gleichung eliminiert werden, da es über das Hookesche Gesetz und dem $F(z)$-Verlauf direkt mit z in Beziehung steht. Man erhält für $F' \propto z^{-2}$:

$$z(z_P) = \frac{z_P}{2} + z_k + \sqrt{(\frac{z_P}{2} + z_k)^2 - z_k^2} \tag{4.8}$$

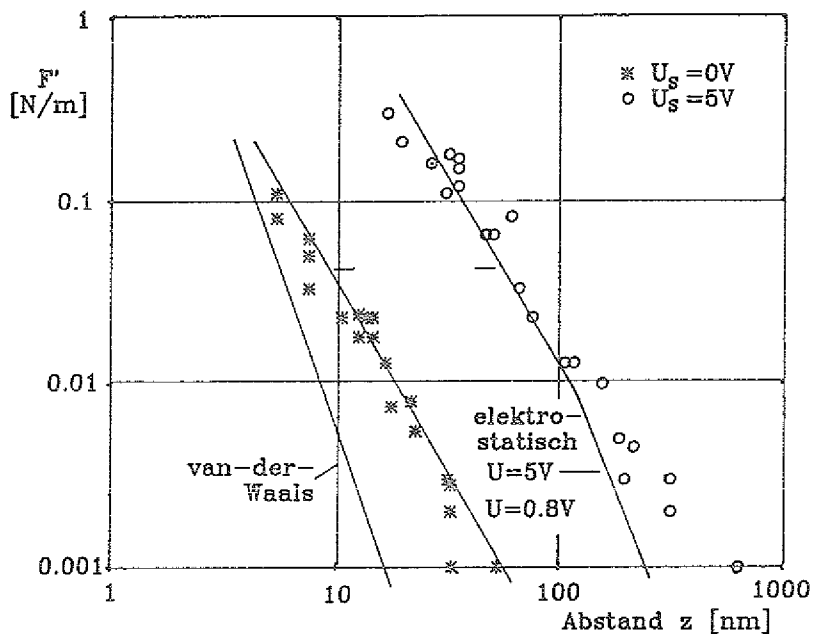


Abbildung 4.6: *Daten zum F'(z)-Verlauf, jetzt nach Korrektur der z-Werte. Dazu berechnete Verläufe für elektrostatische Kräfte bei 5 V bzw. 0.8 V Servospannung sowie für van-der- Waals-Kräfte.*

Abb. 4.6 zeigt die hiermit korrigierten Meßdaten. Das Ebene-Kugel-Modell wurde an diese Werte unter leichter Veränderung des Kugelradius auf $R = 150$ nm angepaßt. Die gute Übereinstimmung bestätigt die Gültigkeit dieses Modells auch in kleinen Abständen sowie den im Experiment vorhandenen Einfluß einer statischen Auslenkung.

Der Abfall der korrigierten Daten ist bei großen Abständen weiterhin schwächer als berechnet. Das der Rechnung zugrundeliegende Modell vernachlässigt die rückwärtigen Teile der Spitze. Es ist verständlich, daß die theoretischen Werte gerade bei großen Abständen zu klein werden, denn dort trägt der rückwärtige Bereich in zunehmendem Maße zur Kapazität bei.

Bei $U_S = 0$V sind, wie in Abb. 4.4 ersichtlich, ebenfalls Kräfte meßbar. Sie sind weitaus schwächer wie die Kräfte bei 5 V, ihre Abstandsabhängigkeit zeigt jedoch dieselbe Tendenz. Es liegt somit nahe anzunehmen, daß hier trotz Ausschalten der Servospannung (Kurzschluß) noch eine elektrische Potentialdifferenz vorliegt. Eine Anpassung in dem Modell Ebene-Kugel mit dem aus den 5-V-Daten gefitteten Radius $R = 110$nm gelingt unter Annahme einer Spannung von betragsmäßig $|U_K| = 0.8$V .

Mit diesem Wert wurde ebenfalls die die Federauslenkung berücksichtigende Korrektur durchgeführt und das Ergebnis in Abb. 4.6 eingebracht. Der kritische Abstand ergab sich dabei zu $z_k = 1.6$ nm.

Die Spannung U_K ist wahrscheinlich das Resultat von Kontaktspannungen. Diese

entstehen generell an Kontaktstellen zwischen unterschiedlichen Metallen aufgrund unterschiedlicher Austrittsarbeiten. Der bei $U_S = 0$ vorliegende Kurzschluß zwischen Spitze und Probe sollte dann eine resultierende Spannung liefern, die gleich der Differenz der Austrittsarbeiten von Spitzenmaterial Ni und Oberflächenmaterial Al ist. In der Tat arbeitet die Kelvin-Sonde, mit der Austrittsarbeiten ermittelt werden, nach einem mit der dynamischen Rasterkraftmikroskopie verwandten Prinzip. Der Gradient der elektrostatischen Kraft im RKM ist im allgemeinen damit

$$F'(z) = \frac{1}{2}C''(z)(U_S + U_K)^2 \tag{4.9}$$

4.3 Van-der-Waals-Kräfte

Gemäß Gl. 4.9 sollte der Gradient der elektrostatischen Kraft durch eine geeignete Servospannung auf 0 reduziert werden können ('Kompensation'). Im Experiment konnte tatsächlich der Kraftgradient durch Variation von U_S minimiert werden. Jedoch verblieb auch dann noch eine meßbare Restkraft. Ihre Reichweite erwies sich im Experiment, auch bei Verwendung weicher Biegefedern, als sehr kurz. Sie betrug weniger als 10 nm. Die Kraft wird der van-der-Waals-Wechselwirkung zugeschrieben.

Mit einer vom Prinzip her dem dynamischen RKM ähnlichen Apparatur wurden van-der-Waals-Kräfte zwischen leicht gekrümmten Glimmeroberflächen schon eingehend gemessen [19]. Unterhalb einer Distanz, die materialabhängig zwischen 10 und 50 nm liegt, herrscht die sog. nichtretardierte van-der-Waals-Wechselwirkung vor. Der Gradient der van-der-Waals-Kraft zwischen Ebene und Kugel vom Radius R aus gleichem Material ist nach Berechnung im Rahmen der Lifshitztheorie im Nahbereich ($z \ll R$) damit:

$$F' = \frac{A}{3}\frac{R}{z^3} \tag{4.10}$$

Dabei hängt die sog. Hamakerkonstante A von den beteiligten Materialien ab und liegt bei $(30 \ldots 50) \cdot 10^{-20}$ J für Metalle bzw. bei $(5 \ldots 15) \cdot 10^{-20}$ J für Isolatoren.

Der für obige Experimente mit Gl. 4.10 berechnete Verlauf ist in Abb. 4.6 eingetragen. Die Reichweite liegt um 5 nm. Die van-der-Waals-Kraft wurde im Experiment offensichtlich von der mehrfach stärkeren Kontaktkraft überdeckt.

Abb. 4.7 zeigt für den typischen Spitzenradius von 100 nm den gemäß Gl. 4.10 approximierten Verlauf für die beiden unterschiedlichen Klassen beteiligter Materialien und weiterhin die im gleichen Modell zu erwartenden elektrostatischen Kräfte bei verschiedenen Spannungen $U_S + U_K$. Der dargestellte Ausschnitt überdeckt den typischerweise mit weichen bis mittelharten Drahtpitzen meßbaren F'-Bereich. Offensichtlich werden van- der-Waals-Kräfte nur bei exakter Kompensation der Kontaktspannung, auf besser als 0.2 V, dominant gegen die elektrostatischen.

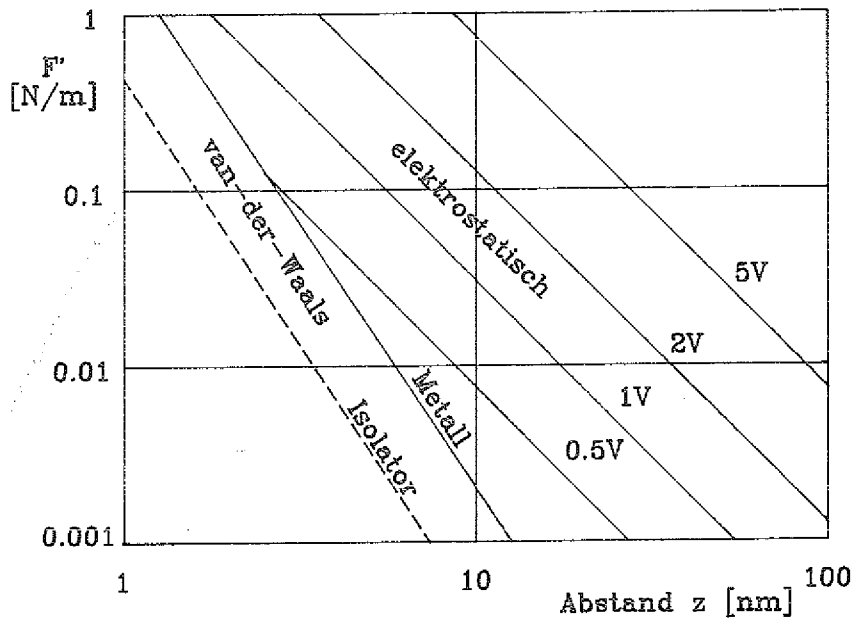


Abbildung 4.7: *Modellverläufe des z-Gradienten der zwischen typischer leitender Spitze (Verrundungsradius 100 nm) und Probe auftretenden Kräfte im kontaktfreien Abstandsbereich. In kurzem Abstand ist die van-der-Waals-Kraft dominant. Sie wird in größerem Abstand von langreichweitigeren elektrostatischen Kräften überlagert, mehr oder weniger stark je nach der um die Kontaktspannung korrigierten Servospannung.*

Mit zunehmender Servospannung U_S entfernt sich der Positionsbereich der Spitze, in dem F' meßbar ist, von der Oberfläche. Entsprechend kann im geregelten Betrieb, also bei festem F', der Abstand mit der Servospannung vergrößert werden. Es sei hier darauf hingewiesen, daß Servospannungen im Betrieb fast stets hinzugeschaltet werden, um eine hinreichende Regelstabilität, wie sie ohne elektrostatische Kräfte nur schwer erreichbar ist, zu erhalten.

4.4 Kräfte bei Kontakt

Die soeben behandelten Kräfte bestimmen den in den Annäherungskurven dargestellten Amplitudenverlauf in dem Bereich, wo kein Kontakt vorliegt. Kontakt (zwischen Spitze und Oberfläche) setzt ein, wenn die Spitze bei Annäherung die Probenoberfläche erreicht. Die Amplitude verschwindet dann, in der Regel erscheint ein Sprung in der Annäherungskurve (s. Abb. 4.8 und 4.2).

Im Annäherungsexperiment wird die Biegefeder anschließend von der Oberfläche weggezogen. Charakteristisch ist dabei ein zweiter Amplitudensprung. Die Amplitude erreicht dabei stets wieder die ursprünglichen Werte — die Feder schwingt dann of-

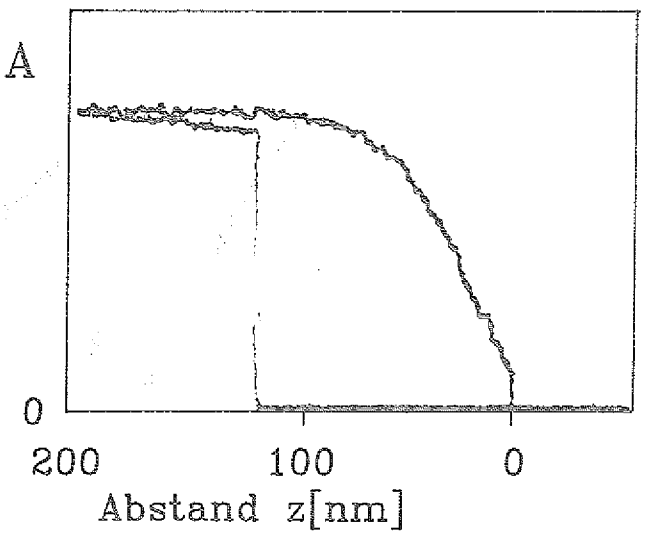


Abbildung 4.8: *Weitere Annäherungskurve. Anregung oberhalb der Resonanzfrequenz, etwa im Wendepunkt der Resonanzkurve. $U_S = 2$ V.*

fensichtlich wieder frei. Zunächst sei festgehalten, daß dieser Rücksprung in einer um einige nm bis zu einigen 100 nm größeren Entfernung zur Oberfläche auftritt. Diese 'Hysterese' erweist sich generell als unabhängig vom Gesamtumfang des Stellwegs im Annäherungszyklus. Damit ist ausgeschlossen, daß sie eine Folge der Hysterese des z-Piezos ist.

Die Breite z_H der Hysterese wurde in Abhängigkeit verschiedener Parameter untersucht. Zunächst ist anzumerken, daß für eine gegebene Spitze-Probe-Konfiguration von Versuch zu Versuch sich eine Variation um etwa 30 % als typisch erwies.

Von einer Reihe von Spitzen wurde die Steifigkeit ermittelt und deren Einfluß auf die Hysteresebreite untersucht. Abb. 4.9 zeigt, daß trotz unterschiedlicher Spitzenmaterialien und unterschiedlicher Proben sich im Rahmen obiger Ungenauigkeit eine systematische Abhängigkeit ergibt. Die Hysterese z_H nimmt für weiche Biegefedern stark zu. Daten anderer Autoren [2, 20] lassen sich konsistent in die Darstellung einfügen.

Offensichtlich kann eine weiche Biegefeder weiter gedehnt werden, bevor die Spitze beim Rücksprung von der Oberfläche abgelöst wird. Nimmt man an, daß zum Ablösen eine von den Materialien und der Spitzengeometrie unabhängige Kraft F_a erforderlich ist, so ist nach dem Hookeschen Gesetz eine reziproke Abhängigkeit der Hysteresebreite von der Steifigkeit zu erwarten:

$$z_H = \frac{F_a}{k} \tag{4.11}$$

Wie Abb. 4.9 zeigt, läßt sich diese Relation an die Daten anpassen. Man erhält eine Ablösekraft von $F_a = 300$nN .

Adhäsion zwischen Festkörpern allgemein wie auch die von Spitzen an Oberflächen wurde in den letzten Jahrzehnten intensiv untersucht [21]. Yamada et al. [22] erhalten

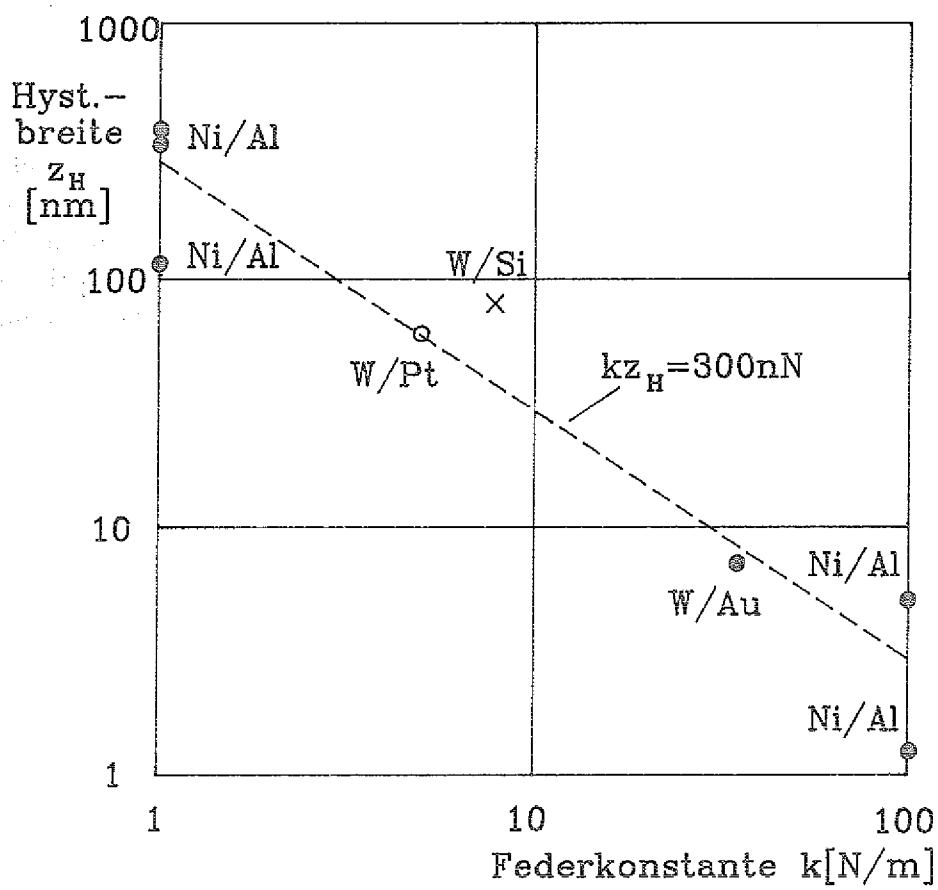


Abbildung 4.9: *Aus Annäherungskurven von verschiedenen Probe-Spitze-Konfigurationen ermittelte Hysterese, aufgetragen gegen die Steifigkeit der Biegefeder (•). Dazu Daten von Y. Martin et al.* [2] *(×) und R. Richter* [20] *(○). Angegeben ist jeweils die Materialkombination Spitze/Probe. Die Gerade ist unter Annahme einer konstanten Ablösekraft zu erwarten.*

für Adhäsionskräfte zwischen W-Spitze (R = 100 nm) eines modifizierten Tunnelmikroskops und Graphit-Oberfläche Werte von 100 nN bis 1000 nN. Burnham et al. [23] erhalten im Kontakt-RKM für W-Spitzen mit 2.5 μm Verrundungsradius gegen Glimmer bzw. Graphit 330 nN bzw. 220 nN, gegen Oberflächen aus organischen Materialien jedoch Werte hinunter bis 5 nN.

Die Adhäsion beruht auf Kräften, die im wesentlichen an der Kontaktstelle wirksam sind. Diese werden durch eine auf die Berührfläche bezogene Grenzflächenenergie $\Delta\gamma$ beschrieben. Diese Energie ist größenordnungsmäßig proportional zur latenten Wärme, also zum Siedepunkt der beteiligten Materialien. Für hochschmelzende Metalle liegt sie etwa bei 1 J/m^2, kann aber durch Adsorption von Verunreinigungen (Wasser, Kohlenwasserstoffe) um ein Mehrfaches reduziert werden. Hinzu kommen die auch außerhalb der Kontaktregion wirksamen van-der-Waals-Kräfte. Die Größe der Kontaktregion wird durch die elastische Deformierbarkeit der Materialien wesentlich beeinflußt.

Für die Ebene-Kugel-Geometrie sind von verschiedenen Autoren Berechnungen der Adhäsionskraft durchgeführt worden, s. etwa [24, 21]. Sie liefern Ergebnisse, die allesamt näherungsweise der Derjaguin-Approximation

$$F_a = 2\pi R \Delta\gamma \tag{4.12}$$

gleichkommen. In dieser erhalten man für R = 100 nm den Wert F_a = 300 nN unter Annahme einer Grenzflächenenergie von $\Delta\gamma$ = 0.5 J/m^2.

Kapitel 5

Abbildung von Topographien

Die Frage, inwieweit das dynamische RKM die Topographie von Oberflächen ermitteln kann, soll durch Probeaufnahmen an verschiedenen natürlichen und künstlichen Strukturen untersucht werden. Kenntnis der Bildfehler und deren Abhängigkeit von Betriebsparametern des Geräts ist wichtig, um in der Anwendung Fehlinterpretationen zu vermeiden.

5.1 Versuchsdurchführung

Es wurden geätzte und gebogene W- und Ni-Drähte verwendet. Die nach Gl. 2.13 ermittelten Federkonstanten lagen zwischen 1 N/m und 20 N/m, die Güten bei Q = 200. REM-Aufnahmen zeigten typische Spitzen-Verrundungsradien unter 100 nm. Die Kraftdetektion erfolgte via slope detection mit dem Heterodyn-Interferometer, soweit nicht anders erwähnt.

Die RKM-Untersuchungen zur Abbildung der Topographie geschehen generell im geregelten Betrieb. Hierzu wird die Spitze oberhalb ω_r bei ca. 70 % der Maximalamplitude angeregt. Als Sollwert der Schwingungsamplitude wurde sodann ein niedriger Wert vorgegeben. Die nach Annäherung der Spitze an die Probe einsetzende Reglung setzt die Schwingungsamplitude auf diesen Wert. Damit wird F' und somit der Arbeitsabstand vorgegeben.

Der Arbeitsabstand z ergibt sich aus dem Verlauf von $F'(z)$. Bei Metallproben werden zur Stabilisierung schwache elektrostatische Kräfte durch Anlegen von Servospannungen $|U_S| \approx 2$V erzeugt. Bei ungeladenen Isolatorproben liegt ausschließlich van-der-Waals-Kraft vor.

Der Arbeitsabstand wird dann, unter Beibehaltung stabiler Reglung, minimiert. Hierzu wird der Sollwert der Amplitude möglichst weit abgesenkt. Die maximal erreichbare Absenkung liegt typischerweise bei 20 % bis 50 % der freien Amplitude, der dazugehörige Arbeitsabstand dann bei 10 bis 20 nm.

5.2 Beispiele topographischer Aufnahmen

5.2.1 Schleifspuren

Als Ausgang für viele technische Fabrikationsprozesse wie auch für wissenschaftliche Untersuchungen sind glatte Oberflächen wünschenswert. Oberflächenbehandlungen hinterlassen jedoch gewollt oder ungewollt entsprechende Spuren. Es soll hier die Anwendung des RKM zur Rauhigkeitskontrolle einer Oberfläche eines $LiNbO_3$-Kristalls gezeigt werden. Für seine Verwendung muß die Oberfläche mittels mechanischem Polieren geglättet werden. Verwendet wurde Diamantspray, eine Emulsion von 1/4 μm großen Diamantpartikeln in Alkohol.

Abb. 5.1 zeigt die Aufnahme eines kleineren Ausschnitts der Oberfläche. Sie zeigt eine allgemeine Rauhigkeit mit mittlerer Höhenvariation von 2 nm. Verschiedene waagerecht verlaufende Streifen sind eine Folge von Langzeitdrifts, die einen Niveauunterschied zwischen den Zeilen bewirken. Abgesehen hiervon treten schmale, kreuz und quer verlaufende Rillen auf, deren Tiefe bis zu 5 nm beträgt. Diese sind als Folge des Polierprozesses anzusehen. Sie erscheinen durch die Vertikalstreckung der Darstellung übertrieben tief. Die schwächsten noch erkennbaren Strukturen demonstrieren eine vertikale Auflösung von besser als 1 nm.

5.2.2 Al-Dünnschichtpräparat

Ein in der Herstellung integrierter Schaltkreise stets vorkommender Prozeßschritt ist das Aufbringen von Al auf ein oxidiertes Si-Substrat. Von daher sind Oberflächenuntersuchungen an diesem System von Interesse. Hier wird zunächst die Untersuchung eines bei 260°C aufgedampften Al-Films von 3 μm Dicke [25] vorgenommen. Abb. 5.2 zeigt eine in typischer Weise mit dem REM gewonnene Aufnahme. Der Film weist an der Oberfläche offensichtlich eine aus einkristallinen Körnern aufgebaute Struktur auf. Die Korngrenzen erscheinen als dunkle Linien.

Eine RKM-Aufnahme zeigt Abb. 5.3. Die Kornstruktur wird in gleicher Weise wiedergegeben. Die Korngrenzen bilden an der Oberfläche offensichtlich grabenartige Vertiefungen aus; ihre Tiefe beträgt im RKM-Bild im Mittel 7 nm. Die Oberflächentopographie wird durch das RKM quantitativ unverfälscht wiedergegeben, da der Verrundungsradius der Spitze mit ca. 100 nm und der Arbeitsabstand mit ca. 20 nm gegenüber der Grabenbreite vergleichsweise klein sind. Die Körner selbst sind an der Oberfläche flach ausgebildet, mit einer geringen Welligkeit von im Mittel 2 nm.

5.2.3 Film aus Industrie-Zellulose

In letzter Zeit sind für kommerzielle Zwecke auch zunehmend Polymermaterialien mit guten mikroskopischen Oberflächeneigenschaften von Interesse. Zur Kontrolle der To-

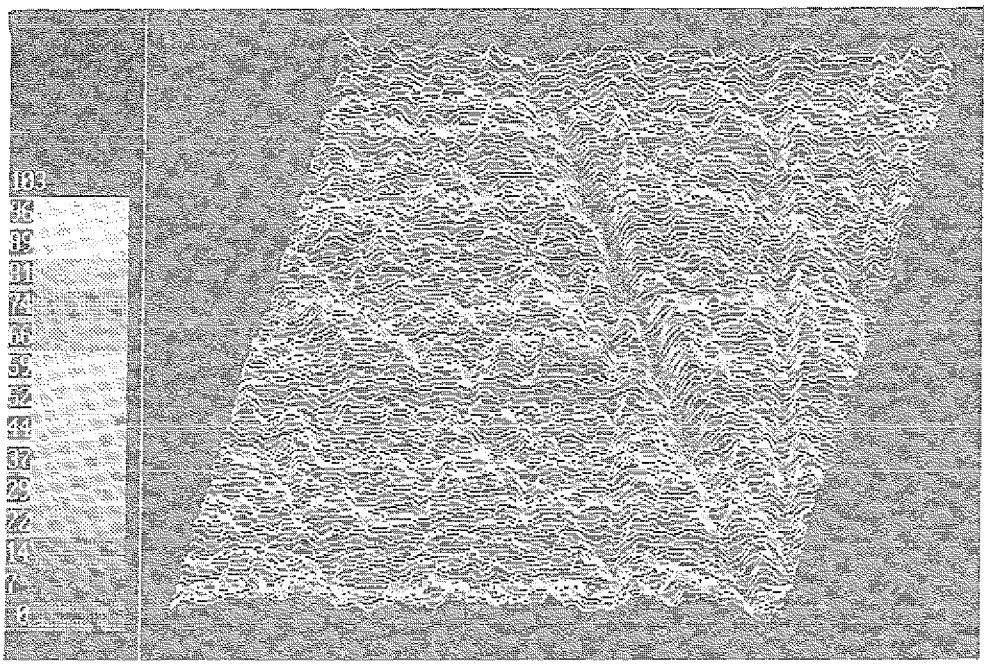


Abbildung 5.1: *RKM-Aufnahme der Oberfläche eines mechanisch polierten $LiNbO_3$-Kristalls. Der Rasterbereich ist $1\mu m \times 1\mu m$, die Höhenskala in Å.*

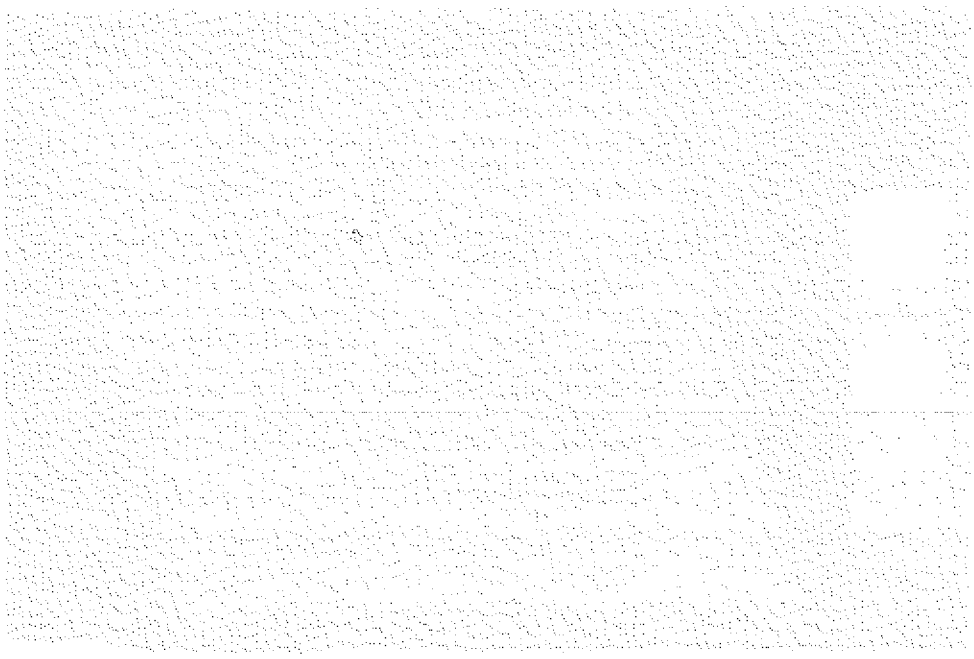
pographie sollte das RKM besonders gut geeignet sein, da es für Isolatoren ebenso gut arbeiten sollte wie für Metalle - im Gegensatz zum REM.

Das nächste Untersuchungsbeispiel ist ein aus industrieller Produktion entnommener Film aus Zellulose, zur Verfügung gestellt von der AKZO AG, Werk Obernburg. Zur Charakterisierung wurden REM-Untersuchungen durchgeführt. Hiefür ist Beschichtung mit einem dünnen Au-Film erforderlich. Abb. 5.4 zeigt eine Aufnahme. Über den Ursprung der erkennbaren Riffelstruktur konnte keine Aussage gemacht werden.

Die RKM-Untersuchung wurde an einer Probe gleichen Ausgangsmaterials durchgeführt, die nicht metallisiert werden mußte. Die Aufnahme der Abb. 5.5 zeigt wiederum die Riffelstruktur und identifiziert sie mit höherer Auflösung als Wellen von 15 nm Höhe und ca. 100 nm Länge. Weiterhin treten Hügel von ca. 100 nm Größe auf, die durch nachträgliche Untersuchungen des Herstellers als Glaspartikel identifiziert wurden.

5.2.4 Mikrofabrizierte elektrische Leiterbahn

Kenntnis der Topographie von Leiterbahnstrukturen der Mikroelektronik ist wichtig zur Kontrolle des Herstellungsprozesses.



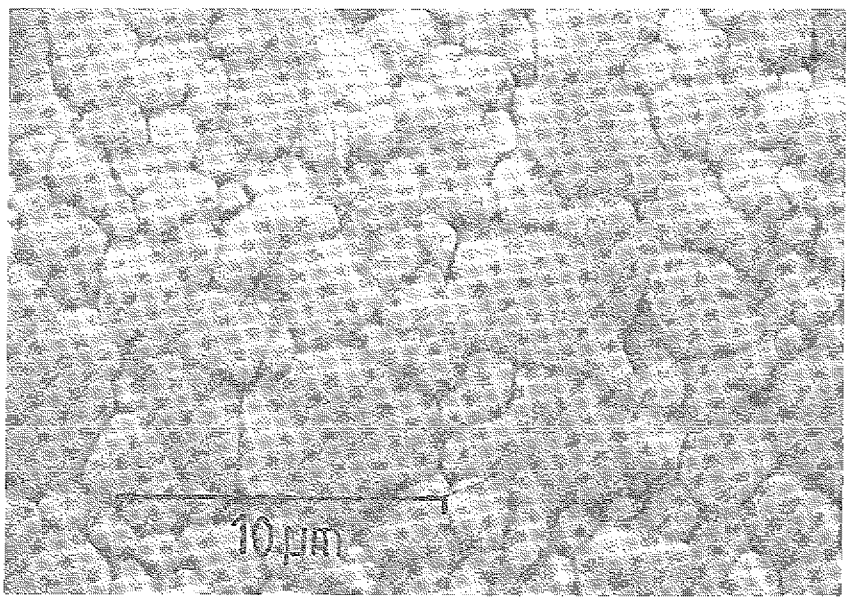


Abbildung 5.2: *REM-Aufnahme der Oberfläche eines aufgedampften, 3 µm dicken Al-Films.*

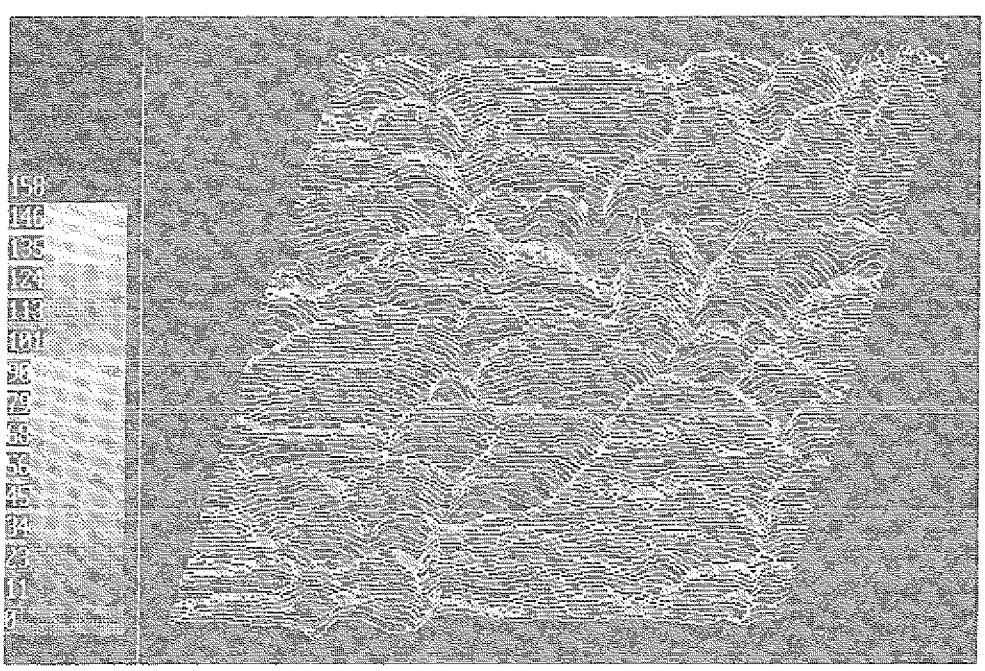


Abbildung 5.3: *Oberfläche des Al-Films mit dem RKM. Der Rasterbereich ist* $11\mu m \times 11\mu m$*, die Höhenskala in Å.*

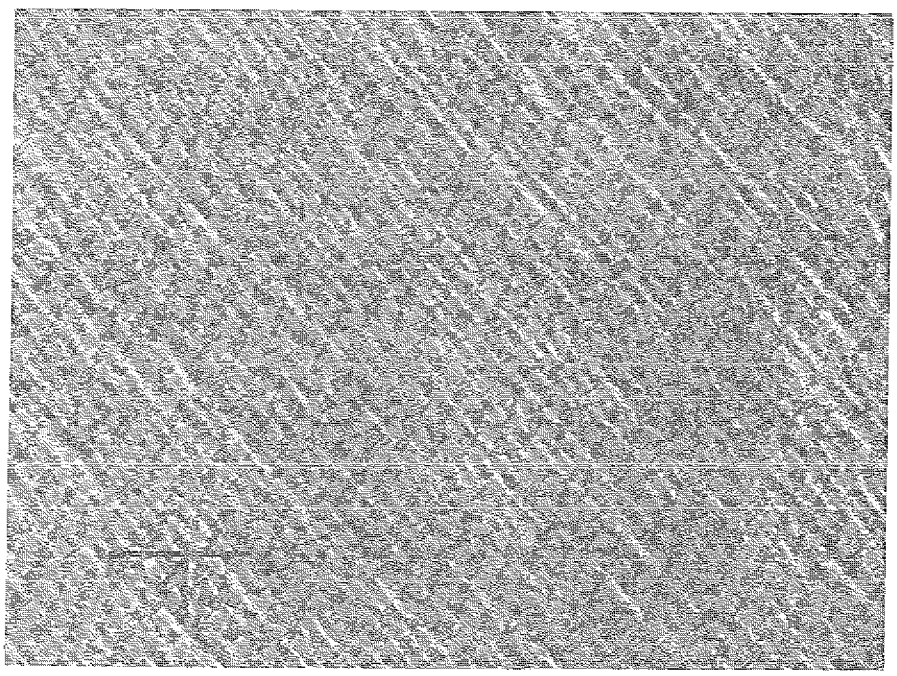


Abbildung 5.4: *REM-Aufnahme des mit Au beschichteten Zellulose-Films.*

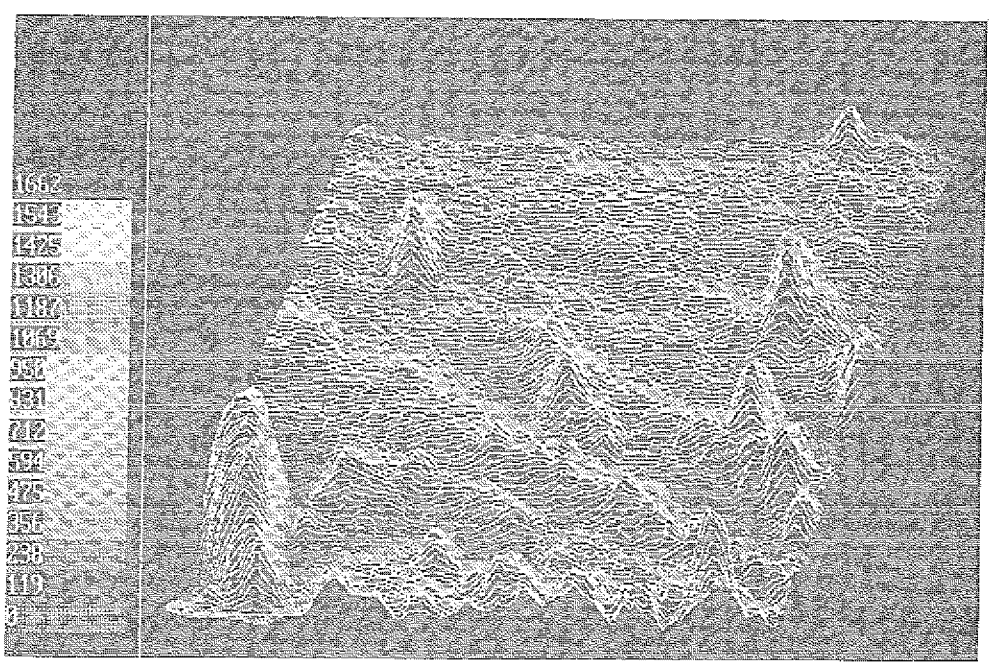
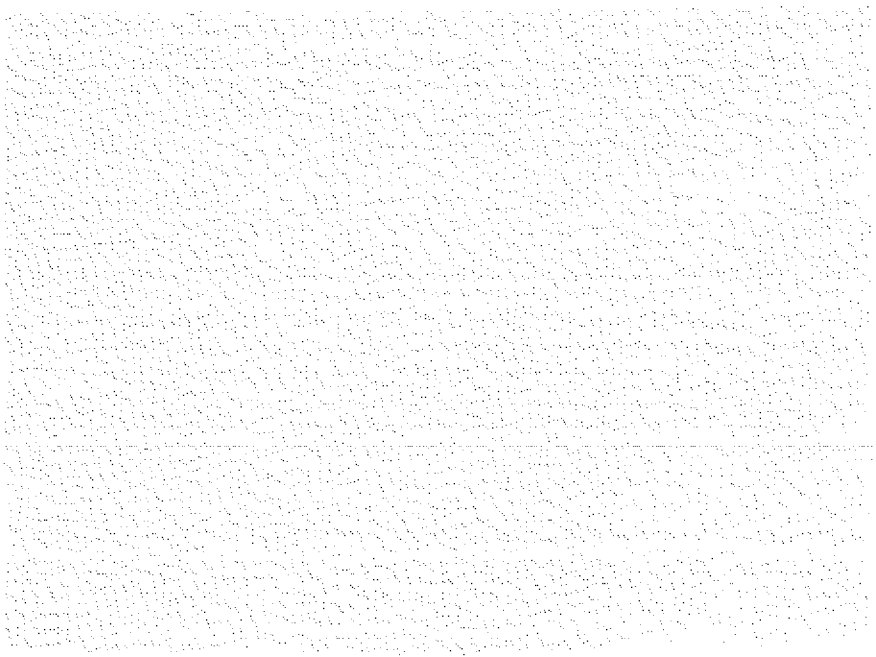
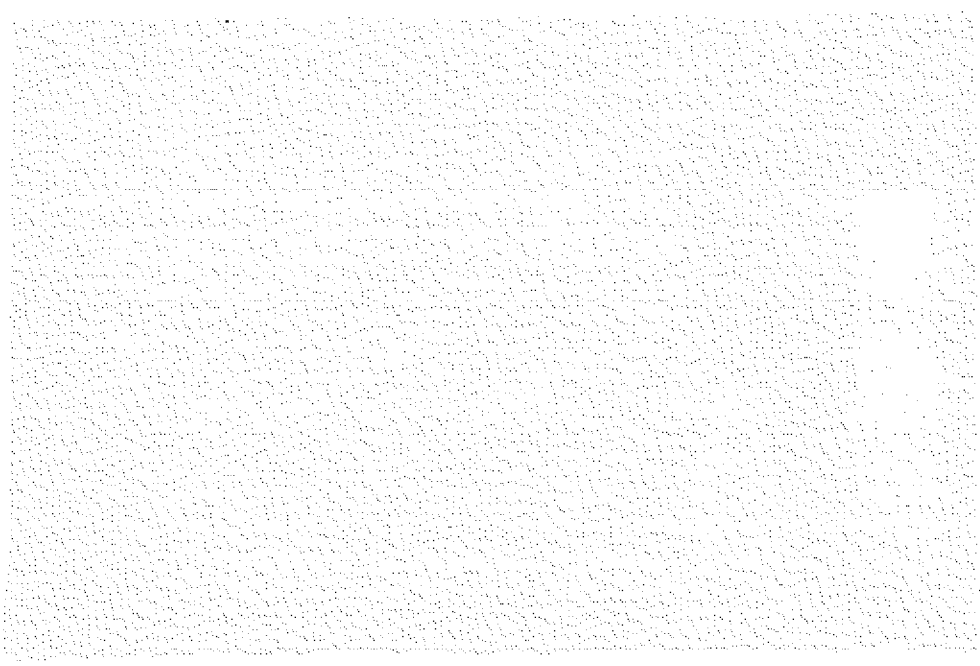


Abbildung 5.5: *RKM-Aufnahme an einem Polymerfilm, der bis auf das Auftreten von 100 nm großen Glaspartikeln mit dem in der vorigen Abbildung gezeigten übereinstimmt. Der Rasterbereich ist $2\mu m \times 2\mu m$, die Höhenskala in Å.*





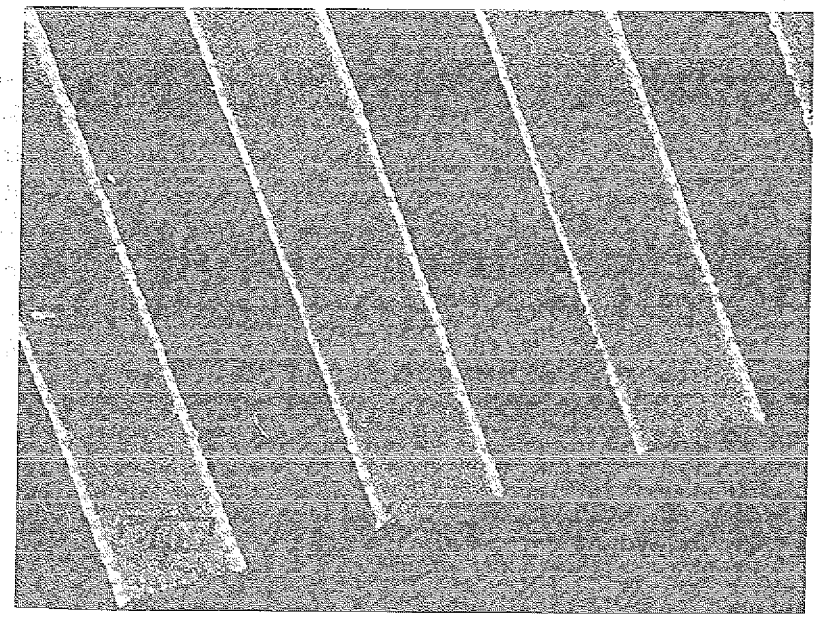


Abbildung 5.6: *REM-Aufnahme einer Bruchkante des mit Co-Bahnen bestückten Si-Wafers.*

Bei vorliegender Probe handelt es sich um Leiterbahnen auf einem Si-Wafer. Mit lift-off-Technik wurden äquidistante Streifen aus Co im 3.0 μm-Raster aufgebracht. Die Bahnen sind 80 nm hoch und 1.5 μm breit (Abb. 5.6).

Abb. 5.7 zeigt hierzu eine RKM-Aufnahme. Die Darstellung ist dementsprechend vertikal überhöht. Sie läßt Höhenvariationen weniger Nanometer auf Distanzen mehrerer Mikrometer erkennen. Die Bahnen erscheinen trapezförmig verzeichnet, an der Basis 0.5 μm breiter als sie in Wirklichkeit sind. Auf diesen mit der Spitzenform zusammenhängenden Effekt wird in Abschnitt 5.4.2 noch eingegangen.

Die Probe eignet sich also zur Spitzenkontrolle, ist aber auch Gegenstand einer Untersuchung zur Planarisierung der Leiterbahnen [26]. Abb. 5.8 zeigt die Aufnahme an einer gleichermaßen hergestellten Probe, die jedoch nachträglich bei 600 ^{0}C in reduzierender $He_{0.96}H_{0.04}$-Atmosphäre 1 h getempert wurde. Die Bahnen sind zu 80% in der Höhe abgesunken. Gleichzeitig erscheint die Oberfläche rauher, mit einer Höhenvariation von 20 nm. An den Bahnenrändern ist eine systematische Erhöhung zu sehen. Diese waren als Folge des Herstellungsprozesses (Lift-off- Verfahren) wahrscheinlich schon vor dem Tempern vorhanden, wie Vergleichsmessungen einiger ungetemperter Proben bestätigten.

Die Co-Bahnen sinken ein, indem das Co unter fast vollständigem Volumenverlust durch Reaktion zu $CoSi_2$ in das Substrat gelangt [26]. Es entsteht hierbei eine eingebettete Bahn aus leitendem Material in einer halbleitenden Umgebung.

5.2.5 Compakt-Disk

Die Compakt-Disk (CD) ist ebenfalls eine künstlich erzeugte Mikrostruktur von großem technischen Interesse. In der Herstellung erhält die Rohplatte aus Polykarbonat durch Pressung die Struktur von einer Mutterplatte. Die Qualität dieser Pressung kann nur in diesem Herstellungsstadium überprüft werden, bevor nämlich die Platte metallisiert und mit einer Schutzschicht bedeckt wird. Da Polykarbonat ein Isolator ist, ist ohne vorhergehende Metallisierung keine aussagefähige REM-Untersuchung möglich.

Nachdem in Abb. 3.7 schon Aufnahmen gezeigt worden sind, sollen hier nur noch Details gezeigt werden. Die folgenden Aufnahmen sind im Betrieb mit Frequenzreglung aufgenommen worden. Die Aufnahmedauer betrug ca. 1 min. In Abb. 5.9 sind zwei "Pits" zu sehen. Abb. 5.10 zeigt einen größeren Ausschnitt in Grauwertdarstellung. Die Schattenerscheinungen an den rechten Rändern der Pits sind Verfälschungen, verursacht durch die Ausdehnung der Spitze. Es wurde vermutlich mit einer Doppelspitze gerastert. Die kleinen hellen Punkte in der zweiten Abbildung erwiesen sich als reproduzierbar und sind vermutlich Staubpartikel.

5.3 Betrieb mit Motorsteuerung

Es wurde untersucht, inwieweit anstelle von Piezoelementen die Motoren im RKM-Aufbau (Abschnitt 2.6) zum Rastern mit gleichzeitiger Datenaufnahme verwendet werden können. Die Lateralbewegung erfolgt bei konstanter Geschwindigkeit in Zeilen und ist nach obigen Untersuchungen reproduzierbar auf etwa 0.1 μm. Für die Vertikalbewegung im geregelten Betrieb wird weiterhin der Piezo verwendet, da die konturabhängigen Auf- und Abbewegungen vom Motor nur langsam und wegen dessen großer Hysterse sicherlich nicht präzise genug durchgeführt werden können.

Die Probe ist eine am ISI der KFA Jülich von A. Schüppen photolithographisch hergestellte Struktur. Ein mit 300 nm SiO_2 beschichteter Si-Wafer wurde mit Photolack beschichtet und dieser mittels Kontaktbelichtung und Entwicklung strukturiert. Durch Trockenätzen (RIE) wurden an den lackfreien Stellen die SiO_2-Schicht bis auf den Grund entfernt. Die Technik ist materialselektiv und greift daher weder den Photolack noch den Si-Untergrund an. Infolge der Maskierung bilden die stehengebliebenen Teile der Schicht nun Balken unterschiedlicher Breite. Der Photolack wurde anschließend abgelöst. Die Untersuchung an dieser Probe geschieht im geregelten Betrieb bei fester Anregungsfrequenz mit einer geätzten Ni-Spitze unter Anlegen von ca. 5 V Servospannung.

In Abb. 5.11 sind zwei quer zu den Balken erhaltene Profile wiedergegeben. Die Schräglage der Profile ist eine Folge fehlender Probennivellierung, sie erscheint im Bild wegen der Maßstabsverzerrung jedoch stark übertrieben. Die Verfahrgeschwindigkeit betrug im kleinen Scan (a) 6 μm/s, im großen (b) 24 μm/s. Die Scans dokumentieren

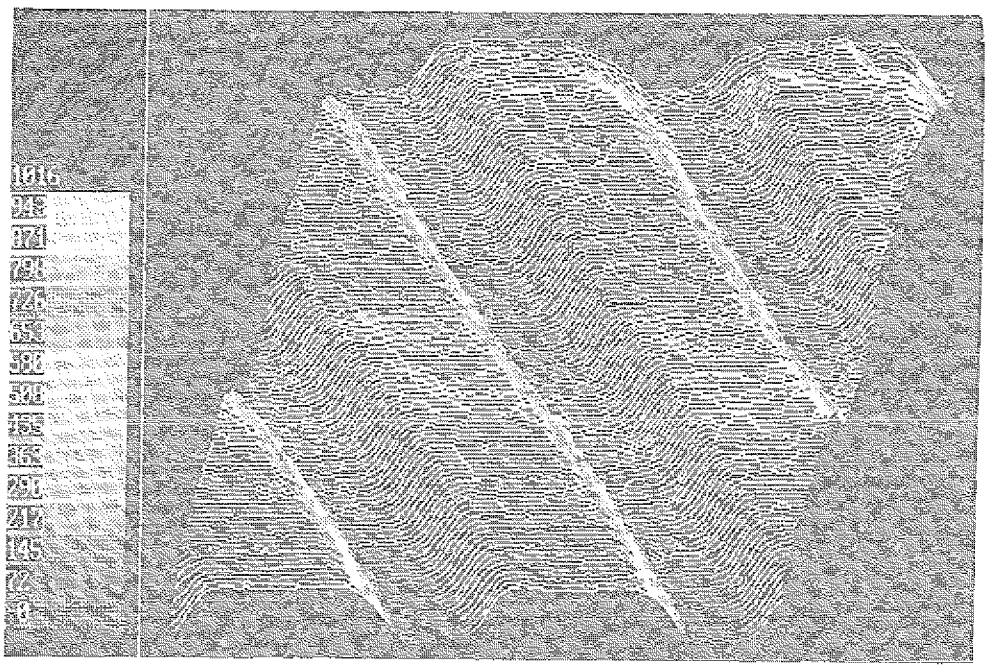


Abbildung 5.7: *RKM-Aufnahme der Co-Bahnen. Der Rasterbereich ist* $6\mu m \times 6\mu m$, *die Höhenskala in Å.*

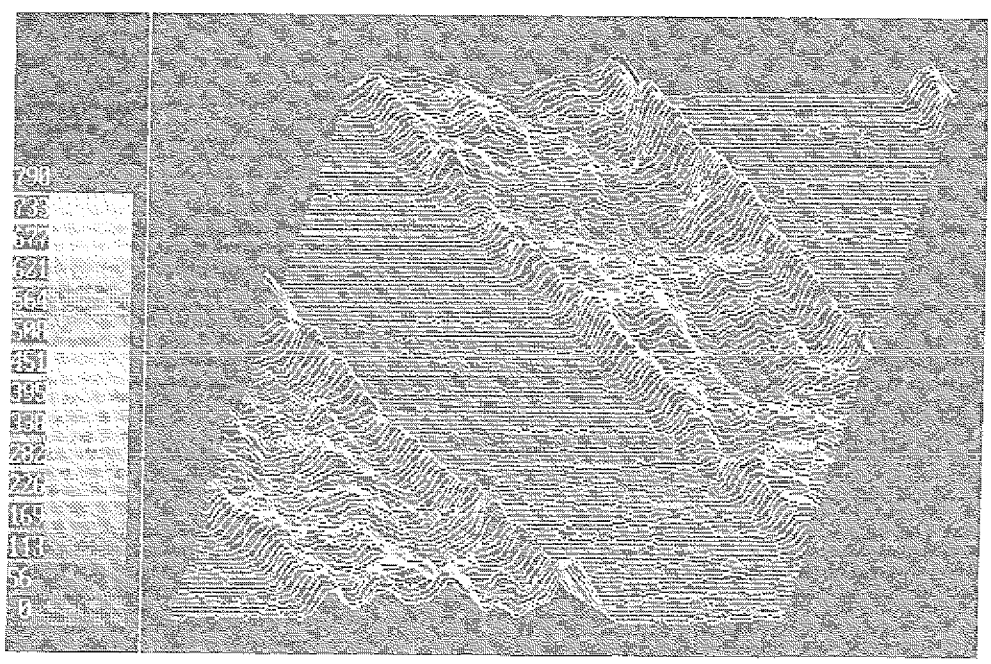


Abbildung 5.8: *RKM-Aufnahme der Leiterbahnstruktur nach Tempern. Der Rasterbereich ist* $4.2\mu m \times 4.2\mu m$, *die Höhenskala in Å.*

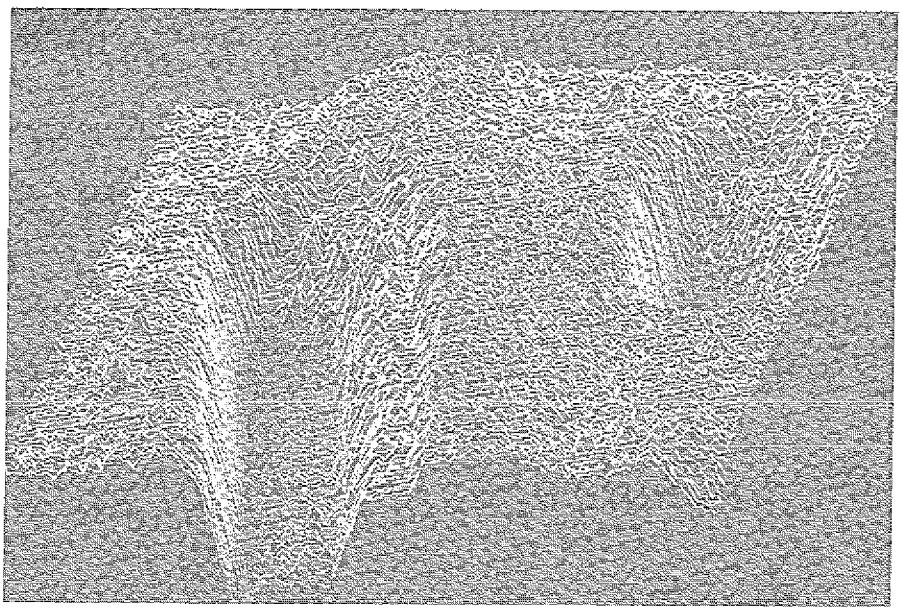


Abbildung 5.9: *RKM-Aufnahme einer aus dem Produktionsprozeß entnommenen CD. Die Dateninformation ist in der Position und der Größe der grubenförmigen "Pits" gespeichert. Der Rasterbereich ist* $2.2\mu m \times 2.2\mu m$.

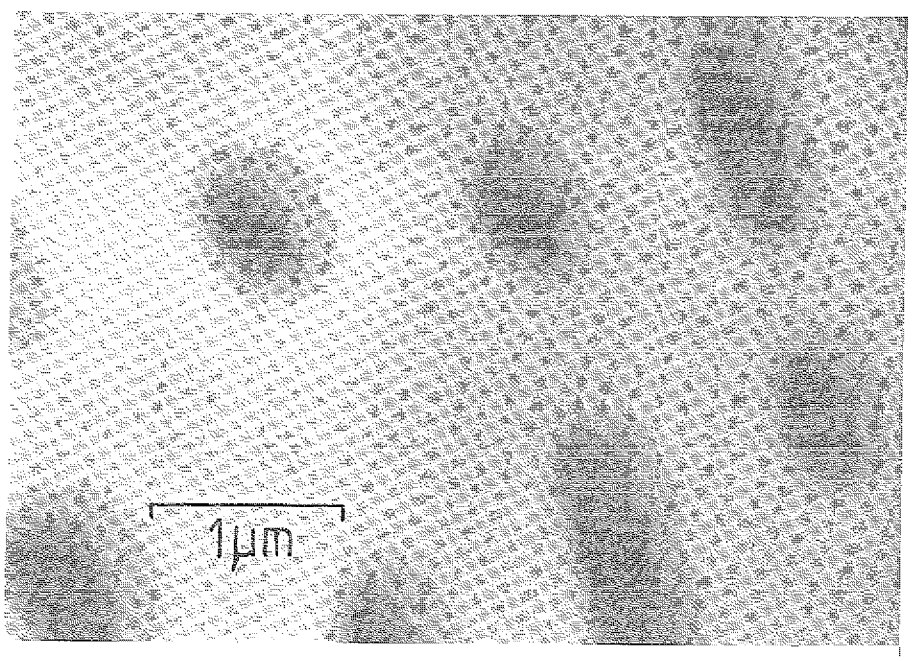


Abbildung 5.10: *RKM-Aufnahme der schon in voriger Abbildung gezeigte. CD-Oberfläche, in Grauwertdarstellung*

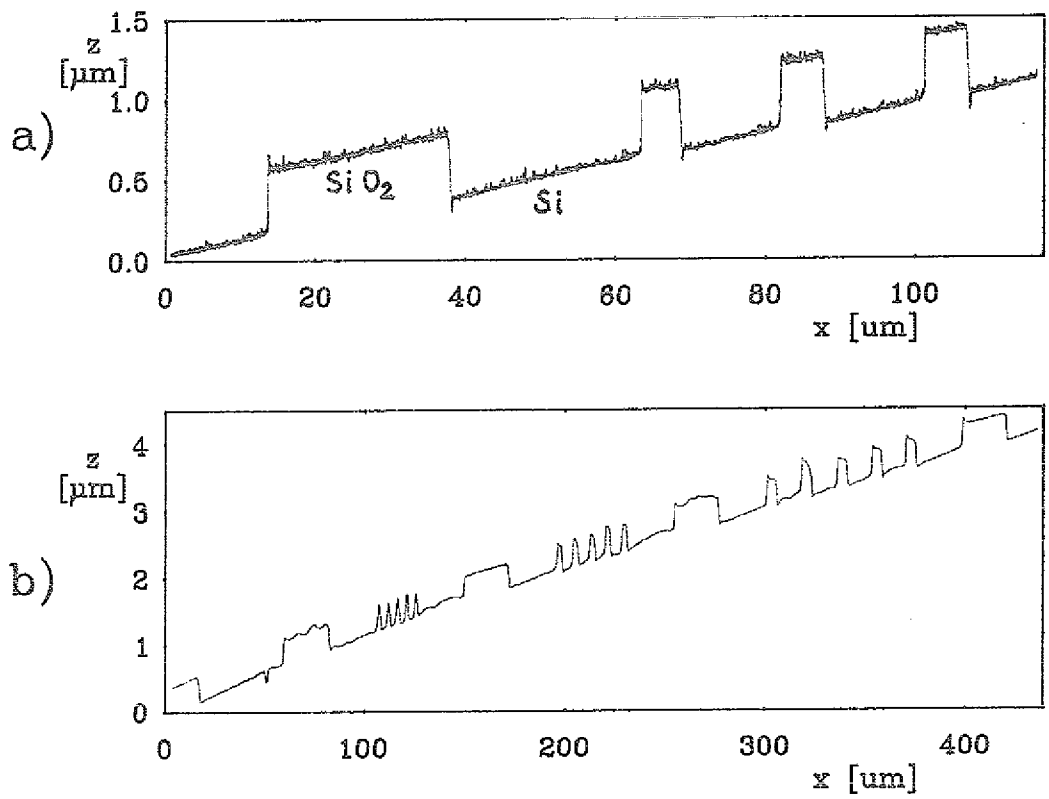


Abbildung 5.11: *Zwei Motor-Scans quer zu balkenförmigen SiO2-Strukturen auf einem Si-Wafer.*

eine erhebliche Erweiterung der bislang realisierten maximalen Rasterlänge. Sie sind die mit dem größten soweit bekannten Verfahrweg aufgenommenen Scans eines RSMs. Die leichten Profilverzerrungen des großen Scans erwiesen sich als Folge der hohen Rastergeschwindigkeit.

5.4 Kontrastfehler

5.4.1 Effekte in großem Abstand

Mit zunehmendem Spitze-Probe-Abstand rührt die Kraftwechselwirkung auf die Spitze von einem immer größeren Bereich der Oberfläche her (Abb. 5.12). Strukturen innerhalb dieses Bereiches können auch durch laterale Verschiebung der Spitze nicht vollständig erfaßt werden. Wie sich dies auf den Bildkontrast auswirkt, soll zunächst untersucht werden.

Als Beispiel wird der in Abschn. 5.2.2 gezeigte Al-Film genommen. Der Abstand wird während einer einzigen Aufnahme systematisch variiert, um einheitliche Bedin-

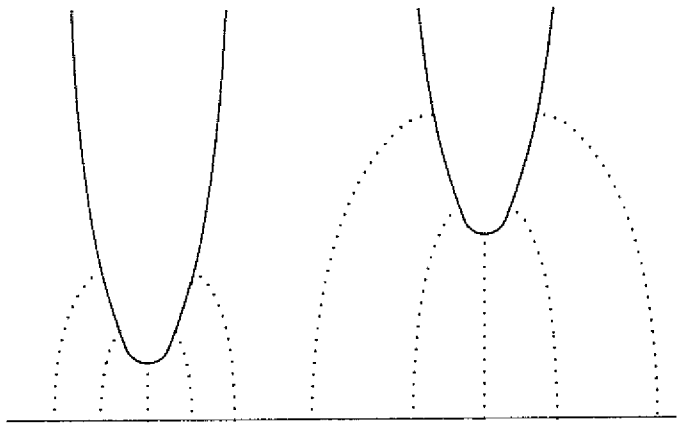


Abbildung 5.12: *Schematisch wird angedeutet, wie sich der Bereich, über den die Kraftwechselwirkung im RKM stattfindet, mit zunehmendem Abstand vergrößert*

gungen zu erhalten. Hierzu wird während eines 120-Zeilen-Scans der Sollwert der Abstandsreglung (Amplitude des fest angeregten Biegebalkens) nach jeweils 20 aufgenommenen Zeilen erhöht. Das überstrichene quadratische Rastergebiet wird somit in 6 Streifen aufgeteilt; jeder Streifen wird in einem bestimmten Abstand gefahren.

Abb. 5.13 zeigt das im geregelten Betrieb erhaltene RKM-Bild eines so geführten Scanvorgangs. Da die Spitzenposition relativ zur Probe absolut dargestellt ist; kann man die zwischen den Streifen erfolgte Abstandsänderung aus der Profilhöhe direkt ablesen. Der Höhen-Nullpunkt (Probenkontakt) wurde aus der Messung der Abstandsabhängigkeit des elektrostatischen Kraftgradienten von Abschnitt 4.2 ermittelt.

Die Grabenstrukturen der Korngrenzen sind bei kleinen Abständen fein aufgelöst; es sind etwa 5 Vertiefungen pro Streifen sichtbar. Die Vertiefungen verwischen in den darauffolgenden Streifen zunehmend. So verliert sich die Korngrenze A in Streifen 4. Korngrenze B führt als einzige noch zu einer Vertiefung in Streifen 5, während in Streifen 6 praktisch keine Struktur mehr auszumachen ist. Die Korngrenze verschwindet etwa bei 400 nm Abstand; dieser Wert korreliert also mit deren Breite (ca. 700 nm).

Letzteres bestätigt die folgende, mit der Anschauung übereinstimmende Regel: Topographische Strukturen werden aufgelöst, solange deren Ausdehnung größer ist als Spitzen-Abstand.

5.4.2 Effekte in kleinem Abstand

In diesem Abschnitt geht es um Effekte, die von der Form der Spitze abhängen. Es sei dabei der Grenzfall betrachtet, daß der Abstand — und damit die laterale Ausdehnung des Bereichs auf der Probe, über den sich die Kraftwechselwirkung erstreckt — vernachlässigbar klein ist gegenüber dem Verrundungsradius der Spitze.

Bei Untersuchung der Co-Bahnen aus Abschn. 5.2.4 wurde, insbesondere bei geringer Sorgfalt in der Spitzenpräparation, eine Verfälschung der Topographie festgestellt,

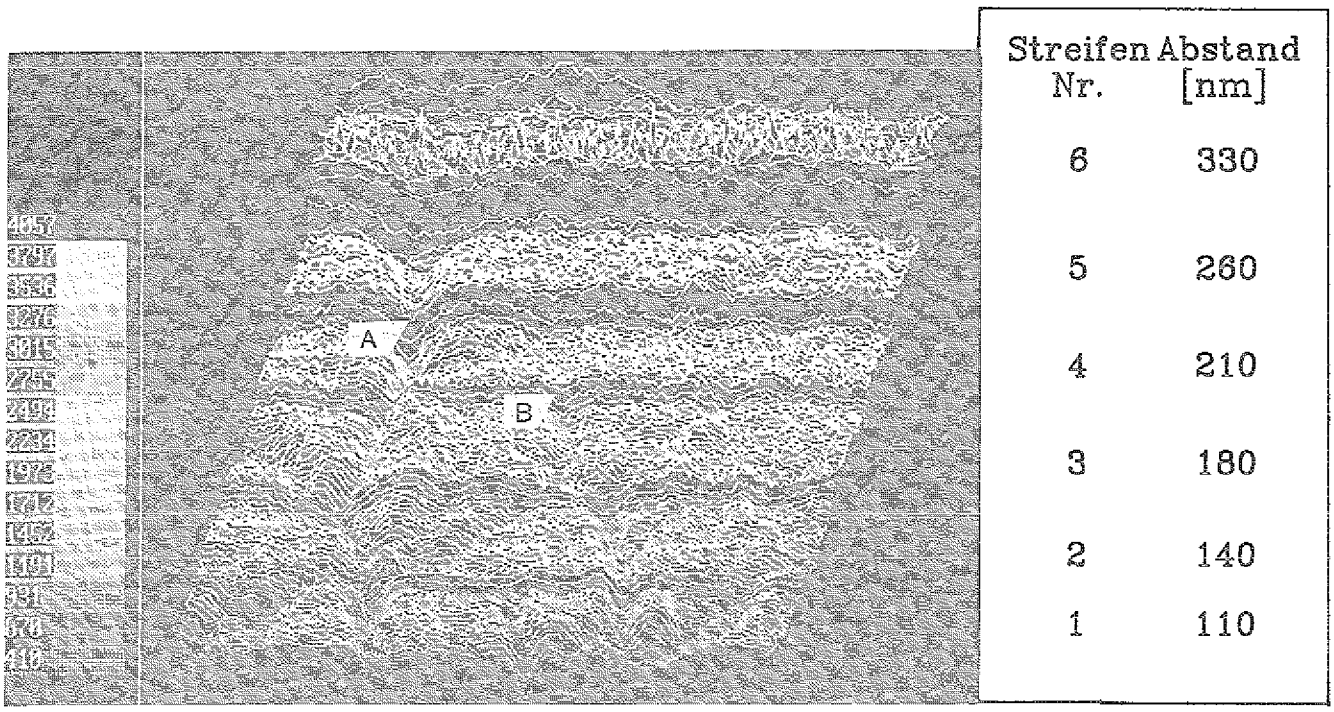


Abbildung 5.13: *RKM-Scan der Kornstruktur eines Al-Films unter abschnittsweiser Variation des Spitze-Probe-Abstands. Der Rasterbereich ist* $11\mu m \times 11\mu m$. *Die Höhenskala gibt den absoluten Abstand zur Probenoberfläche, in Å.*

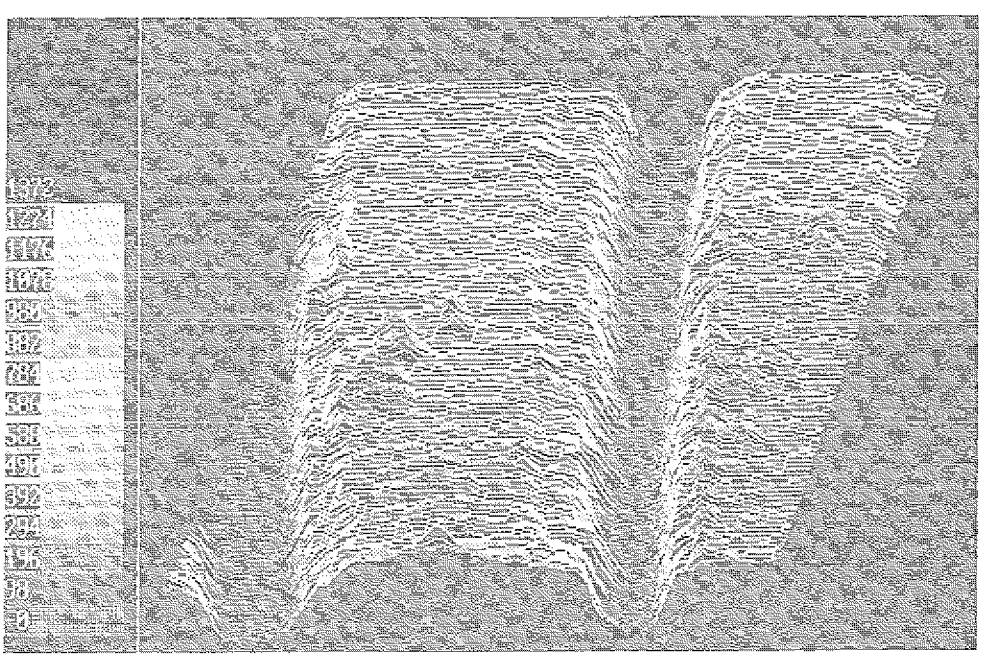


Abbildung 5.14: *RKM-Aufnahme der mit Co-Bahnen strukturierten Si-Probe. Die gegenüber der im vorigen Abschnitt gezeigten Abbildung deutliche Bildverzerrung wird durch eine 'stumpfe' Spitze hervorgerufen. Der Rasterbereich ist* $5.2\mu m \times 5.2\mu m$, *die Höhenskala in Å.*

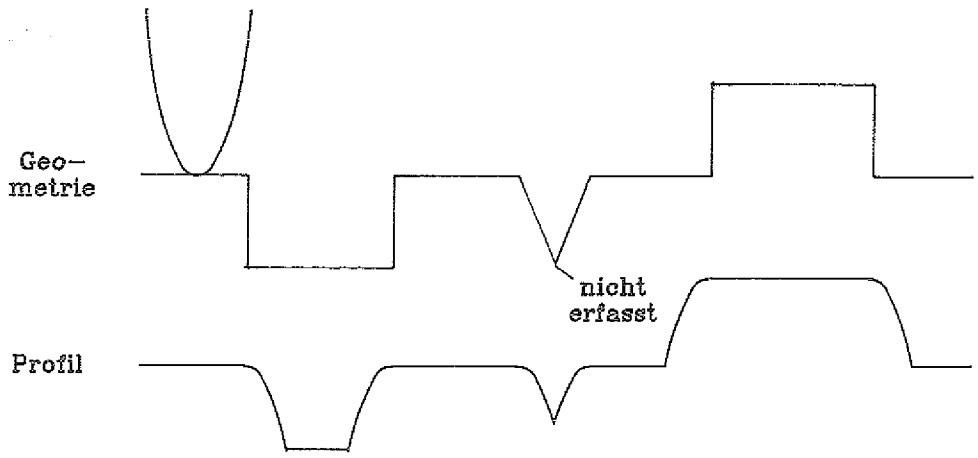


Abbildung 5.15: *Geometrie und resultierendes Rasterprofil elementarer topographischer Strukturen bei ausgedehnter Spitze und vernachlässigbarem Spitze-Probe-Abstand*

wie sie etwa in Abb. 5.14 gezeigt ist. Der Spitze-Probe-Abstand betrug etwa 20 nm, war also klein gegen die Probenstruktur und wahrscheinlich auch gegen die Spitzenausdehnung. Die Linien erscheinen hier viel breiter bzw. der Zwischenraum enger als in Abb. 5.6 bzw. 5.7.

Abb. 5.15 soll die Entstehung von Verzerrungseffekten bei Abbildung modellmäßig erläutern. Die darin gezeigte ausgedehnte Spitze wird unter ständigem Kontakt über rechteckige und V-förmige Gräben bzw. Erhebungen der Oberfläche entlanggefahren. Die Verzerrungseffekte lassen sich in folgende Regeln zusammenfassen:

1. Vertiefungen (Gräben, Löcher) erscheinen stets enger, Erhebungen (Wälle, Berge) dagegen stets breiter als in Wirklichkeit.

2. Enge Vertiefungen können gar nicht bis auf den Grund erfaßt werden. In der Abbildung erscheinen sie daher nicht so tief.

3. Eine scharfe Erhebung steht beim Überfahren innerhalb eines ausgedehnten Abschnittes des Verschiebungsweges mit der Spitze in Kontakt. Dabei wird die Kontur der Spitze abgefahren. Sie erscheint invertiert (auf den Kopf gestellt) in der Abbildung.

Mit der 1. Regel erklärt sich offensichtlich die Verzerrung der Co-Bahnen in Abb. 5.14. Die schrägen Flanken der Co-Bahnen in Abb. 5.7 sind möglicherweise die Folge einer verrundeten Spitze gemäß der 3. Regel.

Kompliziertere Spitzenformen führen zu komplizierteren Bildverzerrungen. So könnte beispielsweise die Stufen- bzw. Schattenstruktur am Rand der Pits der CD in den Aufnahmen 5.9 und 5.10 auf eine Doppelspitze zurückzuführen sein.

Aus dem aufgenommenen Profil kann im allgemeinen auf die wahre Topographie nur partiell zurückgeschlossen werden. Es läßt sich eine einfache mathematische Beziehung für die Steigung im Berührpunkt angeben, auf dessen Basis auch Algorithmen zur Entfaltung des Spitzenprofils realisiert wurden [27, 28]. Ein Problem in deren Anwendbarkeit liegt allerdings darin, daß die Geometrie der Spitze in der Regel nicht exakt genug bekannt ist, um die Verzerrungsfehler wesentlich reduzieren zu können.

Kapitel 6

Magnetische Kraftmikroskopie

6.1 Theoretische Grundlagen

6.1.1 Zur magnetischen Kraftwechselwirkung

In der magnetischen Kraftmikroskopie wird die Wechselwirkung der magnetischen Momente an der Probenoberfläche mit denen in der Spitze ausgenutzt. Die magnetischen Momente der Probe erzeugen ein Streufeld oberhalb der Oberfläche, in das die Spitze eindringt [1]. Es wirkt eine Kraft auf die Spitze, die gegeben ist durch die Verteilung des Streufeldes $\vec{H}$ der Probe innerhalb des Spitzenvolumens:

$$\vec{F} = \int \vec{M} \cdot \vec{\nabla} \vec{H} d^3 x_S \tag{6.1}$$

Eine verständlichere und einfachere Formulierung liefert die Einführung der magnetischen Ladungsdichte:

$$\rho = -div\vec{M} \tag{6.2}$$

Die Kraft ist nämlich direkt die Faltung des Streufeldes mit der Ladungsdichte:

$$\vec{F} = \int \rho \vec{H} d^3 x_S \tag{6.3}$$

[1] Es muß dabei angenommen werden können, daß keine Einwirkung des magn. Streufeldes der Spitze auf die Probenmagnetisierung stattfindet. Hinreichendes Kriterium hierfür ist, daß die Anisotropiefeldstärke der Probe groß ist gegen die Magnetisierung in der Spitze [29].

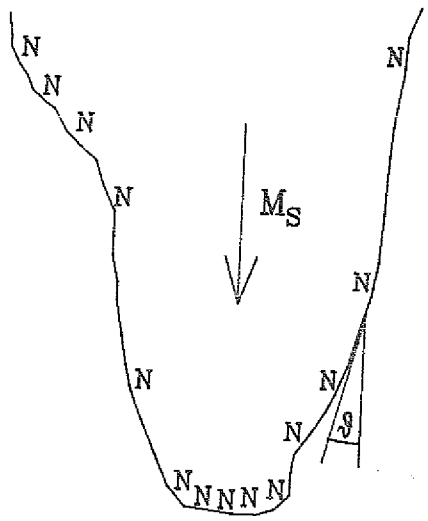


Abbildung 6.1: *Skizze eines Querschnitts durch eine homogen magnetisierte Spitze. Die magnetische Ladung (hier Nordpole N)sitzt an der Oberfläche und häuft sich an Stellen großer Oberflächenneigung ϑ.*

6.1.2 Mikromagnetische Eigenschaften der Ni-Spitzen

Für diese Arbeit werden ausschließlich geätzte Ni-Spitzen verwendet. Für die Spitzen kommen nämlich ausschließlich ferromagnetische Materialien in Frage, da andere Stoffe wesentlich schwächer magnetisiert sind. Für aus polykristallinen Drähten geätzte Spitzen eignet sich dabei Ni am besten. Der magnetische Zustand von Co-Spitzen ist schlechter definiert, da bei diesem Material die magnetische Domänenstruktur an die Kristallstruktur koppelt. Fe-Spitzen erwiesen sich schon bei ihrer Herstellung als anfällig gegen Oxidation.

Bei Ni-Objekten bestimmt primär die (magnetostatische) Formanisotropie die magnetische Orientierung, da Ni weichmagnetisch ist. Dies gilt insbesondere für einen Körper mit schlanker Spitzenform, der einen Entmagnetisierungsfaktor N $\approx$ 1 in Richtung der Spitze aufweist. Unsere Spitzen sollten daher homogen in Achsenrichtung magnetisiert sein. Diese magnetische Struktur ist einfach genug, um die Spitze als MKM-Sonde quantitativ charakterisieren zu können. Untersuchungen des Spitzenstreufelds mit elektronenmikroskopischen Methoden [30, 31] zeigen, daß Ni-Spitzen größenordnungsmäßig 10 μm große Abschlußdomänen haben. Es wird erwartet, daß diese homogen in Spitzenachse magnetisiert sind und zwar vom Betrag der Sättigungsmagnetisierung des Ni. In diesem Zustand ist die magnetostatische Energie minimiert. Da die magnetischen Streufelder mit einer negativen Potenz des Abstands variieren, trägt hier nur diese Abschlußdomäne zur magnetischen Kraft bei.

Die homogene Magnetisierung in der Abschlußdomäne führt dazu, daß die magnetische Ladungsdichte ρ an der Oberfläche lokalisiert ist s. Abb. 6.1. Die Oberflächenladungsdichte σ ergibt sich nach Gl. 6.2. Sie hängt nur noch von der Neigung ϑ der Oberfläche gegen die Achse ab:

$$\sigma = \pm M_s \sin\vartheta \tag{6.4}$$

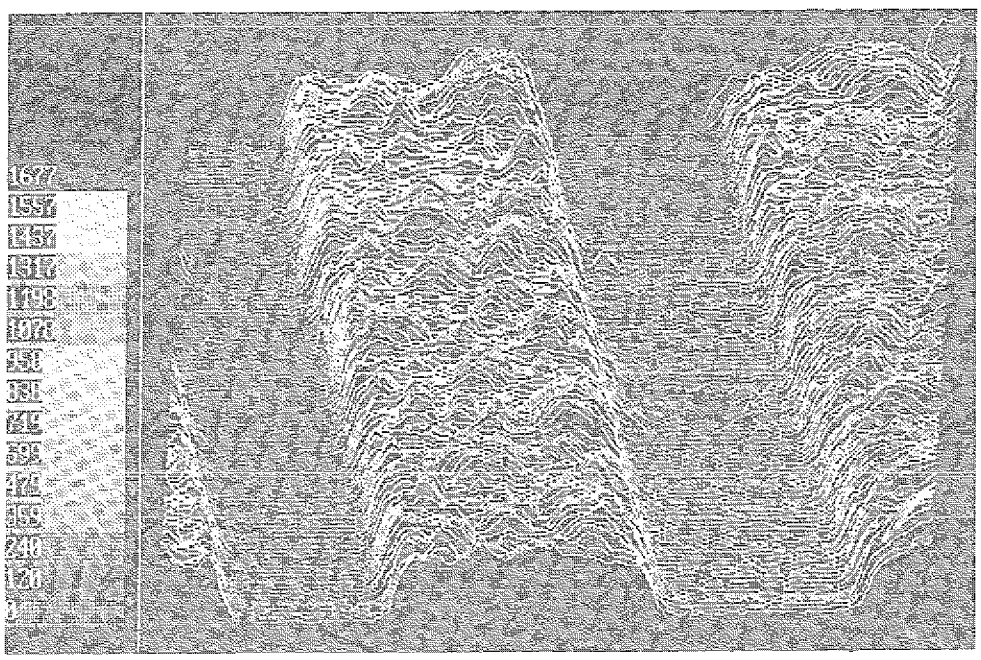


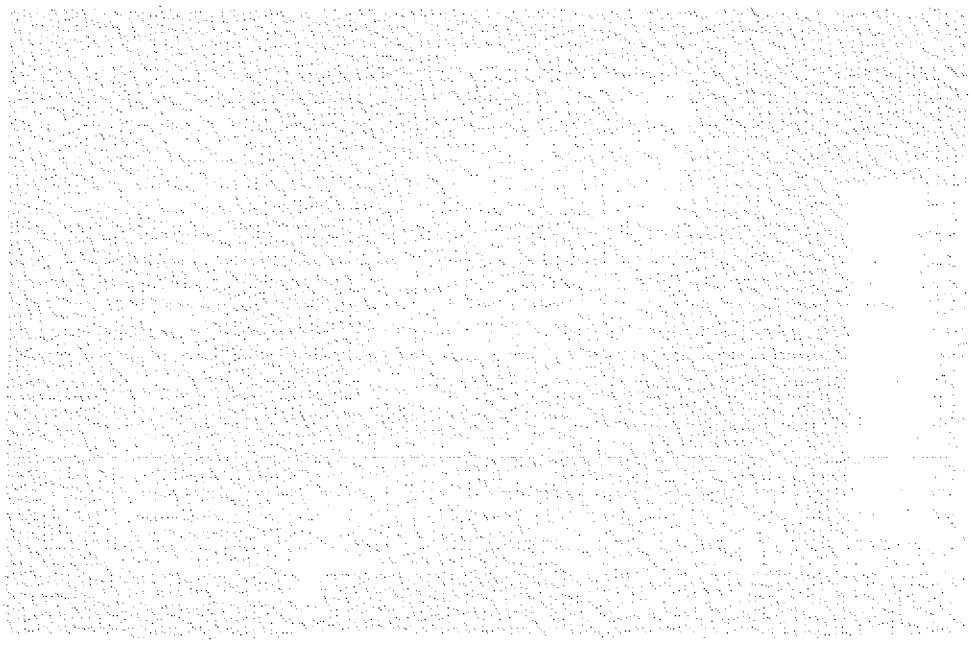
Abbildung 6.2: *Mit einer Spitze aus ferromagnetischem Ni erhaltene RKM-Aufnahme an der Co-Linien-Struktur. Der Rasterbereich ist* $5.0\mu m \times 5.0\mu m$, *die Höhenskala in Å.*

6.2 Beispiel: Co-Bahnen

Als erstes Anwendungsbeispiel dient die in Kapitel 5.2.4 schon behandelte Co-Struktur auf Si-Substrat. Analog zur in Abb. 5.7 gezeigten Aufnahme der Topographie ist in Abb. 6.2 eine mit einer Ni-Spitze mittlerer Steifigkeit (k = 6.5 N/m) gemachte Aufnahme dargestellt. Die Co-Bahnen tragen jetzt eine deutlich stärkere unregelmäßige Struktur.

Störungsfreier Betrieb konnte nur bei Anlegen einer vergleichsweise hohen Servospannung U_s von 19 V erreicht werden. Der mit slope detection arbeitende Regelkreis wurde auf eine Frequenzverschiebung eingestellt, die gerade der Halbwertsbreite der Resonanzkurve entspricht. Mit einer Güte von $Q = 135$ errechnet sich der Kraftgradient zu dieser Messung zu F' = 0.17 N/m. Durch Vergleich typischer Abstandsabhängigkeiten der induzierten elektrostatischen Kraft (wie z.B. in Abb. 4.4) kann der mittlere Abstand zu (50 ± 20) nm abgeschätzt werden.

Die im MKM-Profil über den Co-Linien auftretenden Rauhigkeiten sind offensichtlich Folge eines lateral variierenden magnetischen Streufeldes, welches von einer entsprechend unregelmäßigen Magnetisierungsstruktur herrührt. Über diese ist an dieser Stelle keine anderweitige Information verfügbar, Hierzu ist zumindest eine genaue Kenntnis der Kristallstruktur des Materials erforderlich, die ihrerseits sehr vielschichtig von den Herstellungsbedingungen abhängt.



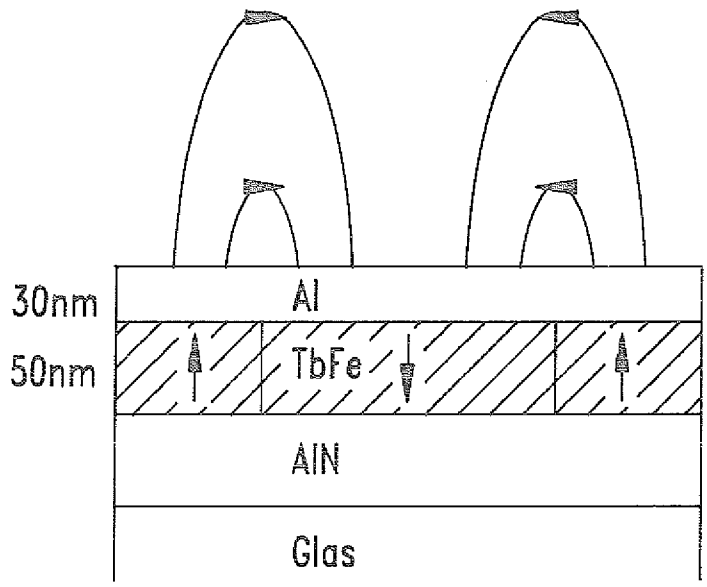


Abbildung 6.3: *Querschnitt durch die Oberfläche der MOP. In der Mitte eine Domäne. Die Darstellung ist in vertikaler Richtung maßstabsgerecht, in horizontaler Richtung demgegenüber gestaucht.*

6.3 Beschriebene magnetooptische Platte

Zur genaueren Untersuchung der Wirkungsweise des MKM sind Proben mit gut definierter, einfacher Magnetisierungstruktur wünschenswert. Als Testobjekte eignen sich insbesondere fest eingeschriebene Strukturen aus der magnetischen Datenspeicherung.

6.3.1 Charakterisierung der Probe

Es wurden Untersuchungen an einer magneto-optischer Platte (MOP) aus der Produktentwicklung der Firma Philips [32] durchgeführt. Sie trägt einen Film der Dicke d =50 nm aus TbFeCo mit 30 at% Tb (siehe Abb. 6.3). Der magnetische Film ist zur Vermeidung athmosphärischer Oxidation mit einer 30 nm starken Al-Schutzschicht versiegelt. Das magnetische Material wurde anderweitig eingehend untersucht [33, 34]. Es ist unterhalb der Neeltemperatur von T_N = 460 K ferrimagnetisch. Der Wachstumsprozeß der magnetischen Schicht bei der Herstellung führte zu einer uniaxialen magnetischen Anisotropie von $K_a = 6*10^5$ J/m^3 senkrecht zur Filmebene. Die senkrecht zur Ebene ausgerichtete Magnetisierung hat (ohne äußeres Feld) bei Raumtemperatur die Stärke der remanenten Magnetisierung, d.i. M_r = 0.02 T.

Die TbFeCo-Schicht ist magnetooptisch aktiv, d.h. die Magnetisierungsrichtung kann durch eine von der Unterseite her erfolgende Kerrbeobachtung, eine Reflektivitätsmessung mit polarisiertem Licht, festgestellt werden. Wie eine solche Kerraufnahme (Abb. 6.4) zeigt, trägt der Film kreisförmige magnetische Domänen (schwarze Punkte in der Abbildung). Diese sind die informationstragenden Bits der MOP. Die Magnetisierung in ihnen ist entgegengesetzt zu der in der Umgebung. Die Domänen

wurden durch lokales Aufheizen (im Brennpunkt eines gebündelten Laserstrahls), über die Kompensationstemperatur hinaus, eingeschrieben.

Ausgangsobjekt der Herstellung der MOP ist eine Glasplatte. Sie wird mit einer ca. 100 nm starken AlN-Schicht versehen. Diese wurde mittels Photolithographie in Bahnen zerlegt, die voneinander durch einen ca. 200 nm breiten Zwischenraum getrennt sind. Auf diese Rillenstruktur wird der TbFeCo-Film und die Al-Versiegelung flächendeckend aufgebracht.

Die Topographie wurde mit dem (nichtmagnetischen) RKM überprüft (Abb. 6.5). Die Spitze hatte bei der Messung einen Verrundungsradius von weniger als 100 nm, der Abstand z war geringer als 20 nm. Es zeigt sich, daß die in die AlN-Schicht eingebrachte Grabenstruktur sich auf die danach aufgebrachten Schichten bis zur Oberfläche hin überträgt.

6.3.2 Streufeld

Zum Verständnis und als Grundlage für spätere Modellrechnungen wird nun die Berechnung des Streufeldes durchgeführt. Die größenordnungsmäßig 100 nm betragende Dicke d der Domänenwand sei vernachlässigt. Der Magnetisierungswechsel von $\vec{M}_1$ zu $\vec{M}_2$ an einer Domänenwand führt zu einem Streufeld, wie es auch von der durch

$$\vec{j}_v = \vec{n}_{12} \times (\vec{M}_2 - \vec{M}_1) \tag{6.5}$$

defnierten, 'virtuellen', Grenzflächenstromdichte erzeugt wird [18]. n_{12} ist dabei der von Medium 1 nach Medium 2 zeigende Normalenvektor der Wand. In dem TbFeCo-Film mit senkrechter Magnetisierung M führt dies zu einem virtuellen Gesamtstrom von

$$I_v = 2dM \tag{6.6}$$

entlang der Wand, die im folgenden unter Vernachlässigung der vertikalen Ausdehnung als Linie betrachtet wird.

Die Probe trägt Domänen von einer Form dünner kreisförmiger Scheibchen. Von Interesse ist das Streufeld oberhalb einer Querschnittslinie. Der Einfachheit halber sei die Domäne angenähert durch eine unendlich lange Streifendomäne mit dem Kreisdurchmesser als Breite. Für den interssanten Bereich, nahe der Oberfläche, sollte die Feldverteilung qualitativ richtig wiedergegeben werden; bei Annäherung an die Wand sogar quantitativ exakt. Der Streifendomäne äquivalent ist ein Paar aus geraden, in entgegengesetzter Richtung stromdurchflossenen gerader Leitern (Lechersystem). Das Streufeld *eines* solchen Leiters berechnet sich nach dem Satz von Biot-Savart zu:

$$\vec{B} = \pm\frac{\mu_0}{2\pi}\frac{I_v}{r^2}(z\vec{e}_x - x\vec{e}_z) \tag{6.7}$$

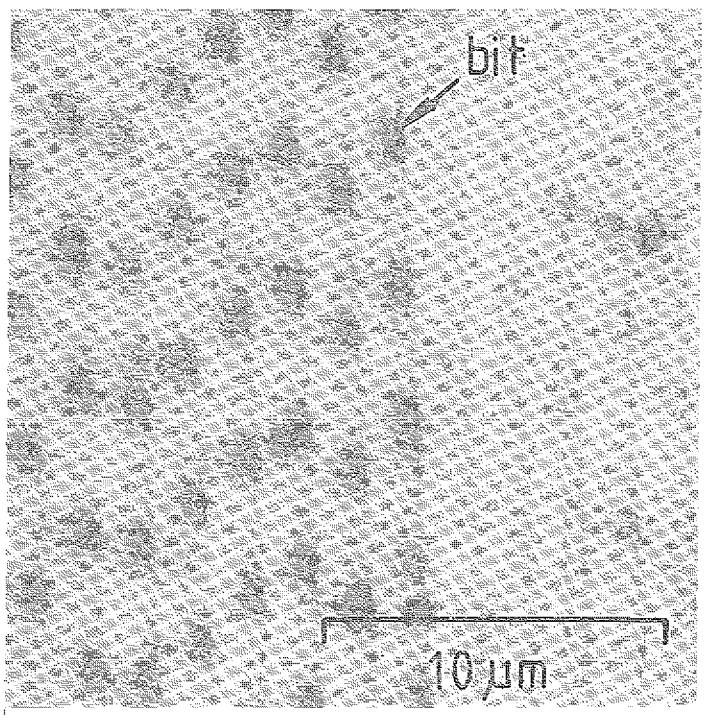


Abbildung 6.4: *Kerrmikroskop-Aufnahme der MOP. Die Doppellinien sind Furchen, ihre Erscheinung ist durch Interferenzeffekte allerdings stark im Kontrast verfälscht. Die Bit-Positionen sind nicht über verschiedene Spuren hinweg korreliert.*

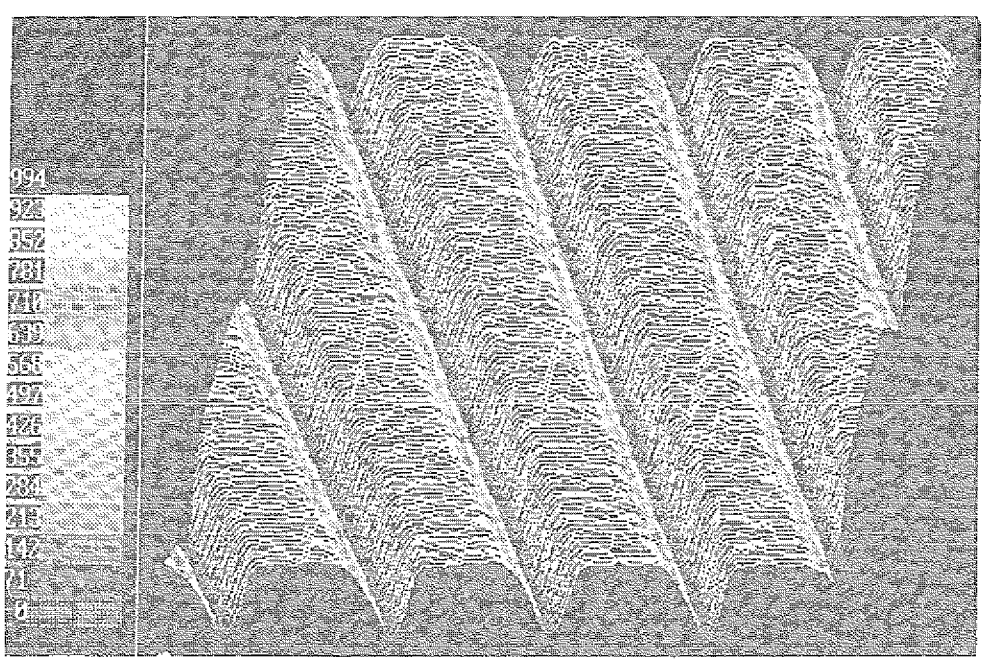


Abbildung 6.5: *RKM-Aufnahme der Topographie der MOP. Der Rasterbereich ist* $5.3\mu m \times 5.3\mu m$, *die Höhenskala in Å.*

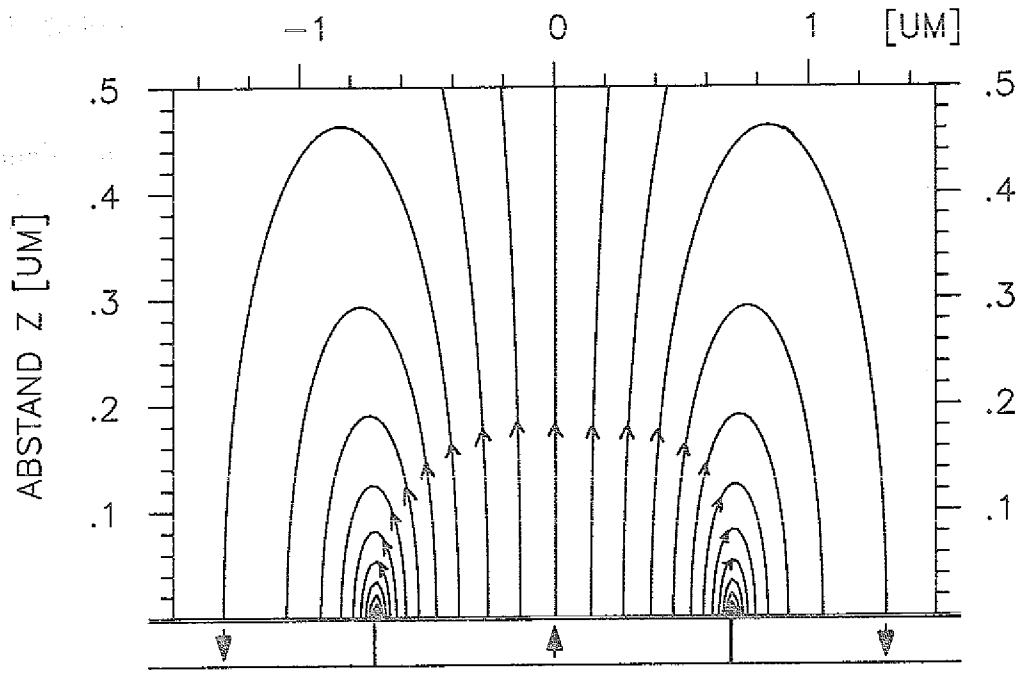


Abbildung 6.6: *Querschnitt durch das berechnete Streufeld oberhalb einer streifenförmigen Domäne eines magnetischen Dünnfilms mit senkrechter Anisotropie*

Abb. 6.6 zeigt das berechnete Streufeld in der Feldliniendarstellung. Die Darstellung ist für spätere Vergleiche in z-Richtung gedehnt; die Feldlinien erscheinen daher auch nahe der Wände nicht kreisförmig.

6.3.3 MKM-Aufnahmen

Die folgenden Untersuchungen wurden mit der geätzten Ni-Spitze durchgeführt, mit der schon die elektrostatischen Kräfte gegen die MOP-Oberfläche eingehend untersucht wurden (Abschnitt 4.2). Die dort gewonnenen Ergebnisse können hier direkt zur Interpretation verwendet werden, insbesondere da die Oberfläche der MOP mit einer 30 nm Vergütungsschicht ebenfalls aus Al versehen ist.

Es wurden Profile zu zwei verschiedenen, konstanten Werten des mit 'slope detection' gemessenen Kraftgradienten aufgenommen. Abb. 6.7 zeigt das Profil bei $F' = 6{*}10^{-3}$ N/m. Man erkennt zwischen den senkrecht verlaufenden Furchen jetzt durch Wälle begrenzte ovale Bereiche, die eindeutig den Domänen ('bits') zuzuordnen sind. Charakteristisch ist die Profilanhebung an den Domänenwänden ('Wandkontrast'). Dies ist verständlich, da dort der Gradient dB_z/dz des Streufeldes sehr groß wird (Abb. 6.3.2). Die Furchen sind ebenso präsent wie in Abb. 6.5, jedoch etwas verrundet. Dies liegt am Arbeitsabstand, der, wie noch deutlich wird, mit einigen 10

nm größer war als bei der Aufnahme der Topographie. Zudem können forminduzierte Streufelder, die an den Wänden der Furchen austreten, den Kontrast mitbeeinflußt haben.

Die Domänen erscheinen etwas oval. Die Ursache hierfür wurde gefunden, indem die Spitze im Experiment gegenüber der Probe um die Oberflächenormale gedreht wurde. Dabei drehte sich die Orientierung des Ovals in gleicher Weise mit. Die Elliptizität im Domänenbild rührt also nicht von der Probe her, sondern offensichtlich davon, daß das magnetische Verhalten der Spitze von deren Orientierung abhängt. Die Spitze ist nicht homogen in Achsenrichtung aufmagnetisiert, oder aber nicht senkrecht zur Probenoberfläche ausgerichtet.

In einer zweiten Aufnahme (Abb. 6.8) wurde mit $F' = 0.5*10^{-3}$ N/m der Abstandsreglung ein viel geringerer Sollwert vorgegeben. Das Bild unterscheidet sich vom ersten in folgenden Punkten:

- Die Domänen erscheinen jetzt als ausgefüllte Kreise. Diese überlappen sich.
- Die topographischen Strukturen (die Furchen) sind verschwunden.
- Die Korrugation (Amplitude der Profilhöhe) der magnetischen Strukturen ist weitaus höher (500 nm hier gegenüber 25 nm im ersten Bild).

Diese Feststellungen werden aufgrund von Modellrechnungen in Abschnitt 6.3.5 diskutiert.

6.3.4 Messung des Kraftgradienten-Feldes

Um die Abhängigkeit der MKM-Profile vom (über den Sollwert von F' einstellbaren) Abstand genauer zu untersuchen, wird nun F' im ungeregelten Betrieb direkt gemessen. Es wird die Ortsabhängigkeit $F'(x, z)$ (Kraftgradienten-Feld, F'-Feld), ermittelt. Diese erstreckt sich vertikal (in z) oberhalb einer quer durch eine Domäne - in Spurrichtung - gelegten Schnittlinie. x ist die Koordinate längs dieser Linie. Für einen solchen Schnitt wurde in Abschnitt 6.3.2 das Streufeld berechnet.

Die Aufzeichnung geschieht im Rasterbetrieb mit Hilfe dem Bilderfassungsprogramm ERFASS2D. Das Dreieckssignal, mit dem üblicherweise die Zeilenablenkung betrieben wird, wird dabei an den z-Piezo gelegt. Die Polarität wird so gewählt, daß während der Zeilenaufzeichnung Probe und Spitze sich annähern.

Abb. 6.9 zeigt das so aufgenommene F'-Feld in Grauwert-Darstellung. Die Grenzlinien zwischen den Farbfeldern sind also Linien zu ganz bestimmten (in der Abb. angegebenen) Werten von F' - und sind damit genau die Profillinien aus dem geregelten Betrieb.

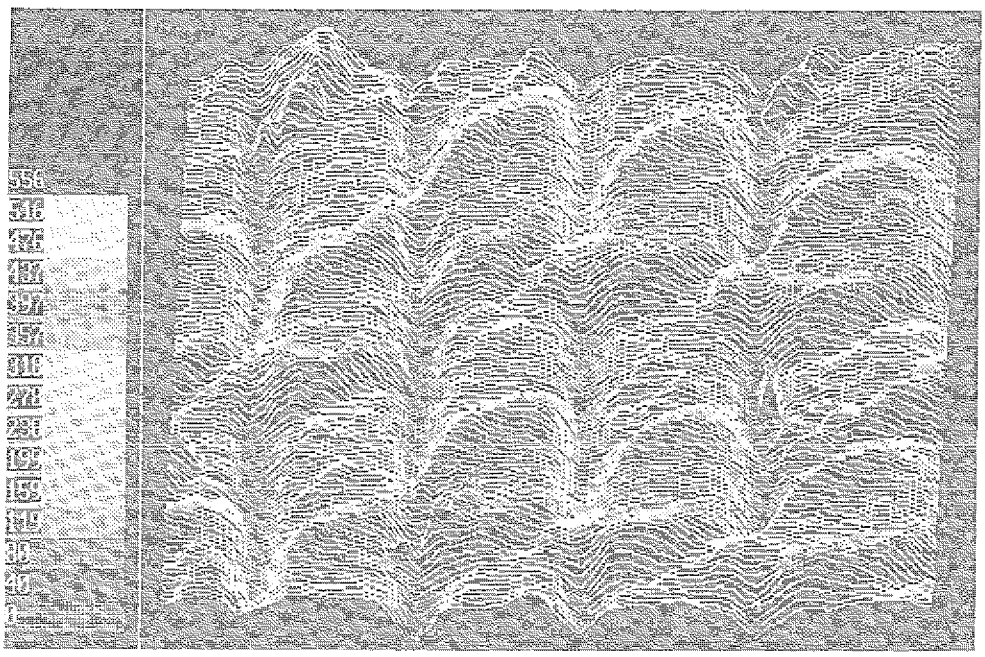


Abbildung 6.7: *MKM-Aufnahme der MOP im geregelten Betrieb bei* $F' = 6 \cdot 10^{-3}$ *N/m. Der Rasterbereich ist* $5.7\mu m \times 5.7\mu m$*, die Höhenskala in Å.*

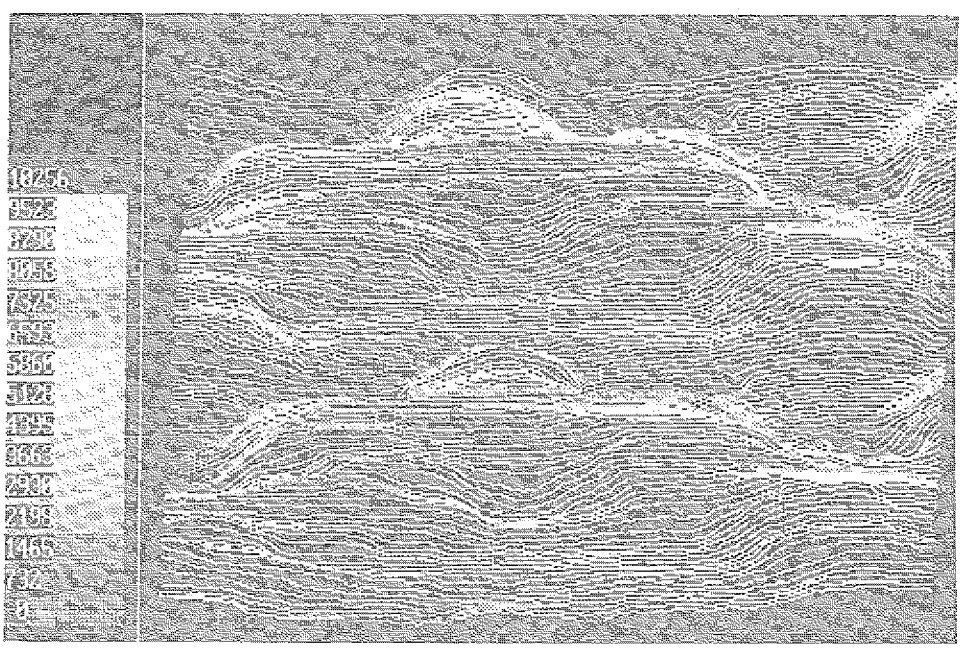
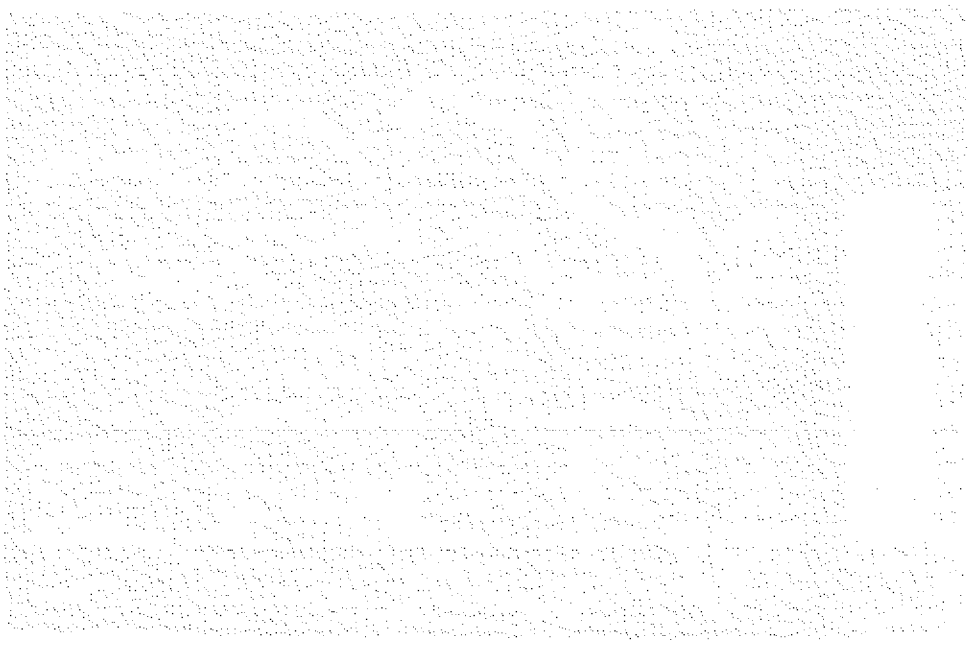
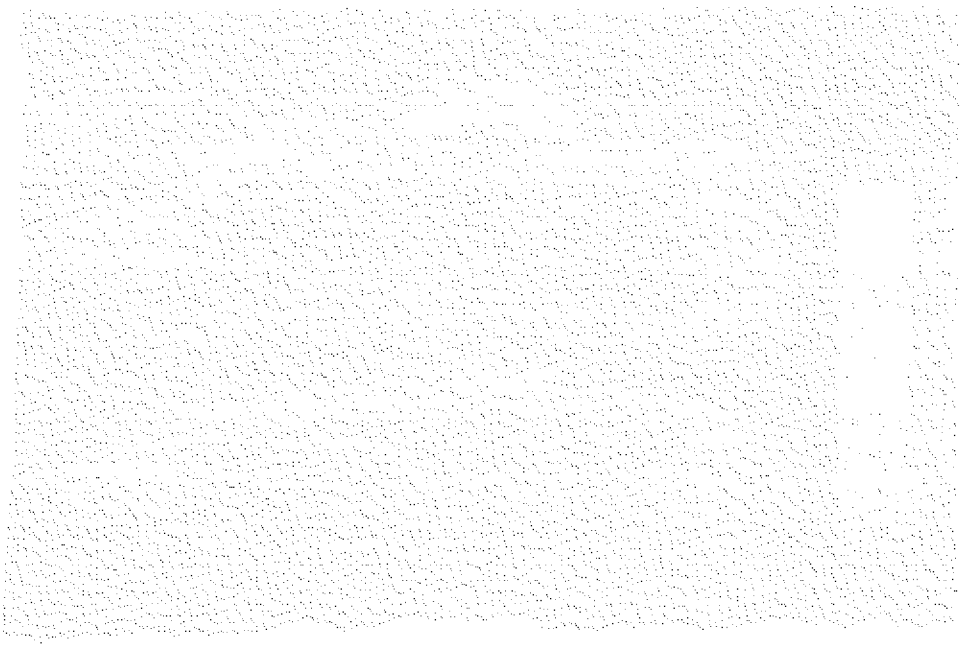


Abbildung 6.8: *MKM-Aufnahme, erhalten wie in voriger Abbildung, jedoch bei einem Kraftgradienten von* $F' = 5 \cdot 10^{-4}$ *N/m.*





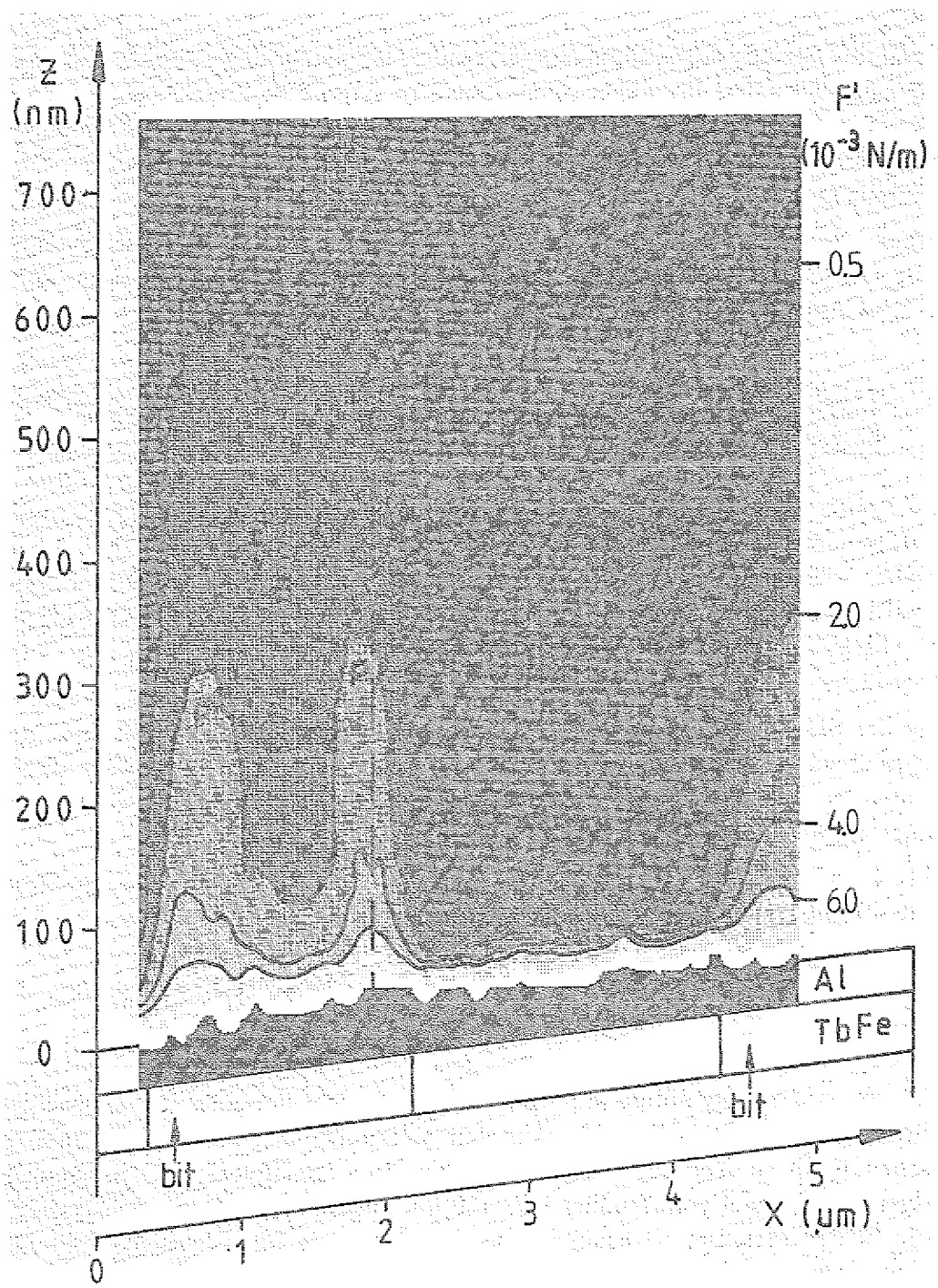


Abbildung 6.9: *Grauwertdarstellung des Kraftgradienten-Feldes der MKM-Spitze über der beschriebenen MOP. Orte gleicher Farbe bzw. Helligkeit entsprechen F'-Werten innerhalb eines bestimmten Intervalls. Zu einigen F'-Werten sind deren Profile nachgezeichnet.*

Die in den vorigen Abbildungen auftretenden Profile an den Domänenwänden (der Wall in Abb. 6.7 sowie die abgerundete Stufe in Abb. 6.8) finden sich - auch in ihrer absoluten Höhe - in dieser Darstellung wieder. Hierdurch wurde die Lage der Domänenwände identifiziert und die Domänenkonfiguration maßstabsgetreu der Darstellung hinzugefügt.

Anhand des Modells der Streifendomäne soll nun auf der Basis obiger Streufeldberechnung (Abschnitt 6.3.2) unter Annahme einer homogen magnetisierten, genügend großen Abschlußdomäne das F'-Feld berechnet werden.

6.3.5 Diskussion anhand Berechnung des Kraftgradienten-Feldes

Für die Spitze als Magnetfeldsonde wird zunächst die Form eines Stabes angenommen. Dessen magnetisches Verhalten kann gemäß Gl. 6.4 durch eine Ladungsdichte beschrieben werden, die homogen auf der Stirnfläche verteilt ist. Zur weiteren Vereinfachung wird diese Ladung konzentriert zu einem Monopol. Es wird der Kraftgradienten gemäß Abschnitt 6.1 für die 'ausgerichtete' Spitze, deren Schwingung also senkrecht zur Oberfläche erfolgt, berechnet.

Aus der Stärke der im vorigen Abschnitt gemessenen Kräfte ergibt sich, daß die nichtmagnetische Servokraft mitberücksichtigt werden muß. Es können direkt die Daten aus der Messung mit der Ni-Spitze an Al mit Servospannung $U_S = 0$ V aus Abschnitt 4.2 übernommen werden.

Abb. 6.10 zeigt das Ergebnis. Es wurde unter Variation der Stärke des Monopols an die Kraftfeldmessung angepaßt und zeigt qualitativ wie auch quantitativ recht gute Übereinstimmung.

Folgende Abweichungen sind es, die uns dennoch zu einem verfeinerten Ansatz veranlassen:

- Die zur Anpassung nötige Monopolstärke entspricht der eines Ni-Stabes mit einer Stirnfläche von 300·300 nm^2. Aus den Messungen der induzierten elektrostatischen Kraft in Abschnitt 4.2 konnte allerdings die Spitze im Apexbereich gut durch eine Kugel vom Radius $R = 110$ nm angenähert werden. Die Spitze trägt die in der Messung wirksamen magnetischen Pole offensichtlich nicht nur am Ende, sondern auch am Schaft.

- Die zu allen F'-Werten berechneten Profile in der Abb. 6.10 laufen an den Domänenwänden gegen die Probenoberfläche. Dies tritt im Experiment in keinem Fall auf.

Gemäß Abb. 6.1 ist bei einer realistischen Spitze eine magnetische Polverteilung auf der Oberfläche zu erwarten. Die im Experiment verwendeten Spitzen weisen eine

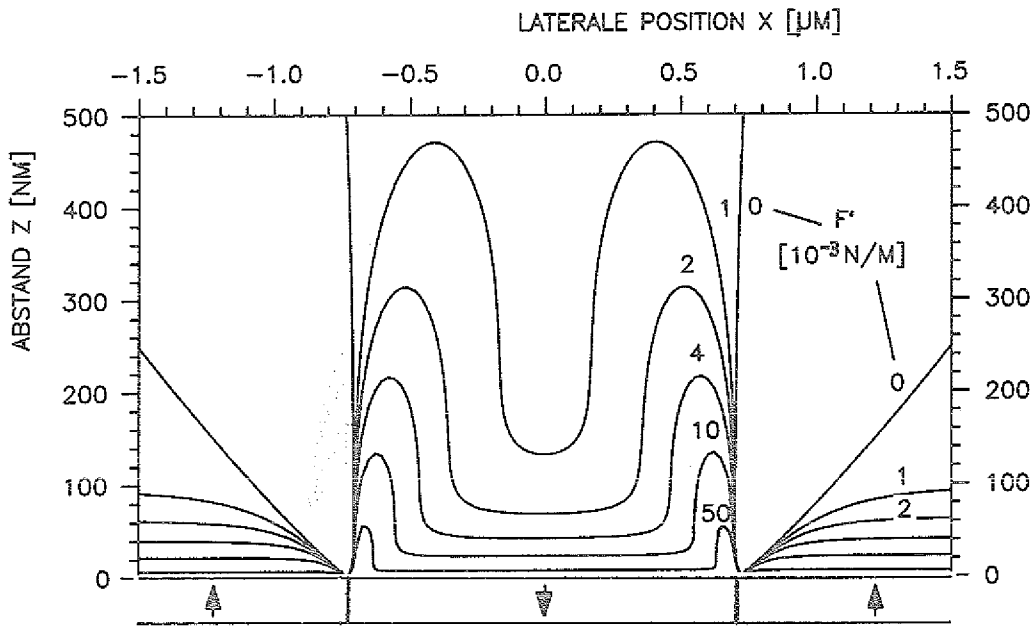


Abbildung 6.10: *Berechnetes Feld des Gradienten der auf die Spitze wirkenden Kraft oberhalb einer Domäne eines Dünnfilms mit vertikaler Anisotropie, wie sie z.B. in der MOP vorliegt. Die Spitze ist durch einen magnetischen Monopol charakterisiert.*

schlanke Gestalt auf. Eine einfache, gute Näherung wird erhalten, wenn eine auf der Spitzenachse konzentrierte Polverteilung angenommen wird, welche sich aus der senkrechten Projektion der Oberflächenladung ergibt. Der Monopol ist im übrigen das Ergebnis dieser Näherung für den Spezialfall einer stabförmigen Spitze.

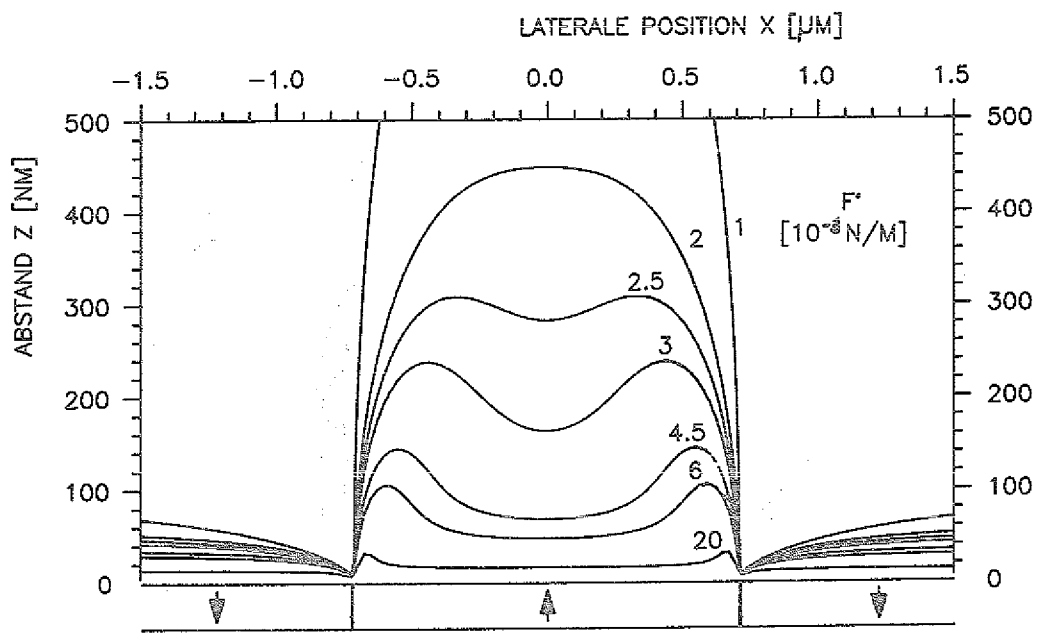
In diesem Modell wurden Berechnungen des F'-Feldes durchgeführt. Dabei wurden (neben dem Stab weitere) einfache Spitzengestalten angenommen, nämlich ein Paraboloid vom variablen Apexradius R sowie ein Konus mit dem halben Öffnungswinkel ϑ. Für die Parameter R bzw. ϑ wurden jeweils verschiedene Werte eingesetzt.

Abb. 6.11 zeigt von den in beiden Modellen berechneten Feldern diejenigen, die am besten mit dem gemessenen Feld übereinstimmen. Sie wurden mit realistischen Spitzenparametern erhalten: $R = 50$ nm bzw. $\vartheta = 15^0$.

Das mit dem Konus erhaltene Feld (Abb. 6.11.a) weist Profile auf, die an den Domänenwänden nun nicht mehr gegen die Probenoberfläche laufen. Die im Experiment beobachteten Wälle treten jedoch nicht mehr auf. Anstelle dessen ist der Profilverlauf nahe der Domänenwand stufenförmig.

Mit dem Paraboloid (Abb. 6.11.b) erhält man offensichtlich die beste Annäherung an die Messung. Gegenüber Abb. 6.10 konnte die Wiedergabe hier insbesondere noch im Bereich großer Abstände verbessert werden.

RKM-Aufnahmen an laser-geschriebenen Domänen in einer magnetooptischen



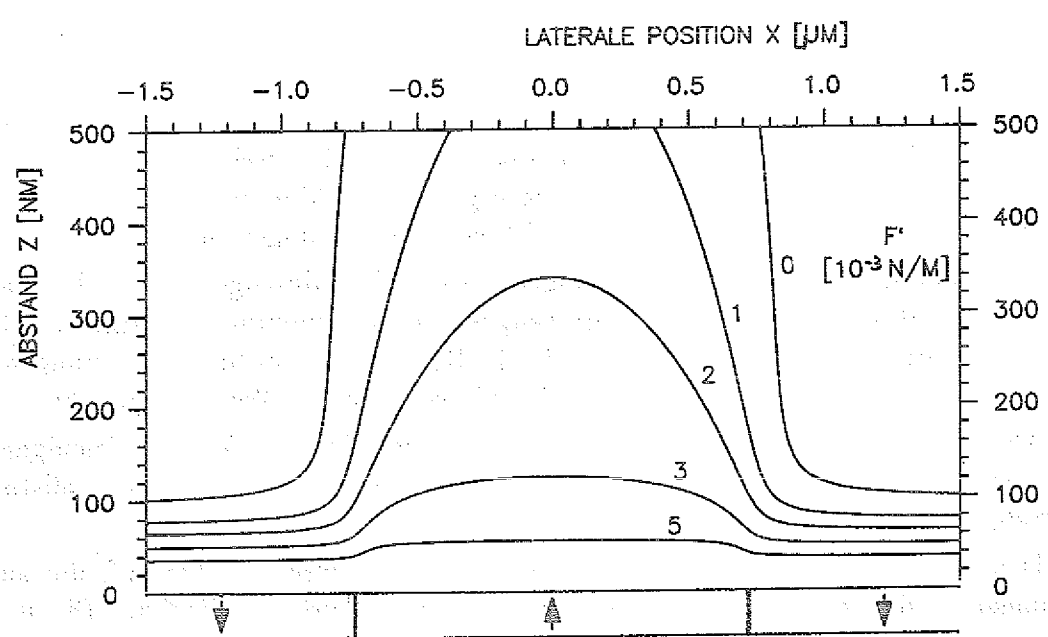


Abbildung 6.11: *Unter optimaler Parameteranpassung errechnete Kraftfelder, jetzt für Spitzen mit vertikal ausgedehnter Polverteilung. Spitzenform im Modell war ein Paraboloid (a) bzw. ein Konus (b).*

Platte wurden ebenfalls durchgeführt von Martin et al. [35], unter Verwendung einer geätzten Eisen-Spitze. Sie erhielten allerdings generell, auch bis zu 20 nm nah an der Oberfläche, die scheibchenförmigen Profilflächen der Abb. 6.8. Für diese Beobachtung konnten bisher nur aufwendige Erklärungen erreicht werden [36, 37]. Mit dem Konus ist eine einfache Modellannahme gefunden worden, die offensichtlich diesen Bildkontrast in allen Abständen liefern kann.

6.4 Dünnfilm für magnetische Longitudinal- Aufzeichnung

6.4.1 Probencharakterisierung

Im Gegensatz zur MOP weisen die meisten magnetischen Speichermedien eine Anisotropie *parallel* zur Oberfläche auf. Gegenstand folgender Untersuchung ist ein d = 40 nm starker CoPt-Dünnfilm aus der Entwicklung der Firma BASF [38]. Das Material wurde auf eine Polyimid-Folie aufgesputtert und erhielt durch eine schräge Anordnung der Quelle eine kristalline und magnetische Vorzugsrichtung, die aus der Ebenennormale herausgedreht ist. Die Magnetisierung liegt dadurch nahezu in der Ebene. Sie beträgt M = 1.0 T, die Koerzitivfeldstärke ist 140 kA/m. Die magnetische Funktionsschicht ist gegen Umgebungseinflüsse durch eine 20 nm starke C-Abdeckschicht geschützt.

Unter Bewegung längs zur Vorzugsrichtung wurde mit einem 27 μm breiten Videokopf eine periodische Magnetisierungsstruktur einbeschrieben. Zur Kontrolle wurden Ausschnitte der Oberfläche mit Ferrofluid dekoriert, um die Domänenwände sichtbar zu machen (Bitter-Technik). Eine davon erstellte Lichtmikroskop- Aufnahme (Abb. 6.12) zeigt nahezu senkrecht zur Spur ausgerichtete streifenförmige Domänen. Die Magnetisierung in den Domänen hat abwechselndes Vorzeichen. Die Periode λ der Magnetisierungsstruktur (also die doppelte Domänenbreite) wurde über die Aufzeichnungsgeschwindigkeit variiert. Die Magnetisierung ist innerhalb der Domäne konstant; der Magnetisierungswechsel an der Domänenwand vollzieht sich vollständig innerhalb von weniger als 0.5 μm. Dies wurde durch Aufnahme des in einen Video-Lesekopf induzierten Signals bestätigt [39].

6.4.2 Streufeld

Analog zur MOP soll das Streufeld über den Streifendomänen berechnet werden. Die Domänen seien als unendlich breit angenommen. Die Wände tragen gemäß Gl. 6.2 hier eine magnetische Ladungsdichte. Unter Vernachlässigung der lateralen und vertikalen Wandausdehnung ist die Wand einer magnetischen Linienladung äquivalent, die sich ergibt zu:

$$\lambda_m = \pm 2Md \tag{6.8}$$

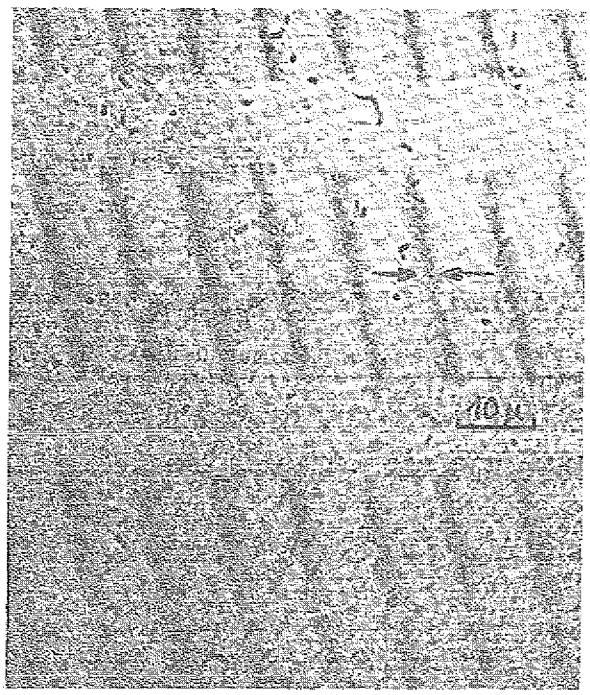


Abbildung 6.12: *Mit Bittertechnik sichtbar gemachte Domänenstruktur des Dünnfilms.*

Ihr Vorzeichen wechselt von Wand zu Wand.

Im Gegensatz zur MOP wird nicht nur das Streufeld einer einzigen Wand berechnet, sondern gleich der sich unendlich oft wiederholenden Domänenstruktur. Die Geometrie ist längs der Linien translationsinvariant. Das Problem kann daher mit der Theorie der konformen Abbildungen gelöst werden, und zwar wie folgt:

Unter Einführung der aus Abstand z und lateraler Koordinate x gebildeten komplexen Ortsvariablen

$$\hat{x} = x + iz \tag{6.9}$$

stellt sich das Potential einer *einzigen*, durch den Koordinatenursprung gehenden Linienladung dar durch:

$$V_e = \frac{\lambda_m}{2\pi} \ln |\hat{x}| \tag{6.10}$$

Für die sog. analytische Erweiterung auf das komplexe magnetische Potential [18] $\hat{V}_m$, d.h. diejenige analytische Funktion, deren Realteil obige Funktion ist, erhält man

$$\hat{V}_e = V_e + \frac{i}{\mu_0}\Phi = \frac{\lambda_m}{2\pi} \ln \hat{x} \tag{6.11}$$

Man findet nun, daß die durch $\hat{a}(\hat{x}) = \exp ik\hat{x}$ gegebene analytische Abbildung $\hat{a}$ die auf der x-Achse äquidistant verteilten Orte der alternierenden Linienladungen bei geeigneter Wahl des Ursprungs x=0 simultan und alternierend auf +1 und −1 abbildet. Dabei ist $k = 2\pi/l$ die Periodenlänge des reziproken Liniengitters. Das komplexe magnetische Potential der periodischen Domänenstruktur ist daher die Verkettung der Summe der Potentiale *einer* positiven Ladung bei +1, $\frac{\lambda_m}{2\pi}\ln(\hat{x}-1)$, und *einer* negativen Ladung bei −1, $\frac{\lambda_m}{2\pi}\ln(\hat{x}-1)$, mit dieser Abbildung, also

$$\hat{V}_m = \frac{\lambda_m}{2\pi}\ln(\exp ik\hat{x} - 1) - \frac{\lambda_m}{2\pi}\ln(\exp ik\hat{x} + 1) \tag{6.12}$$

oder nach Gl. 6.11 gleich:

$$\hat{V}_m = \frac{\lambda_m}{2\pi}\ln\tan\frac{k}{2}\hat{x} + \text{const.} \tag{6.13}$$

Die Komponenten B_x und B_z des Magnetfeldes berechnen sich wegen des Nichtvorhandenseins von Strömen gemäß:

$$\vec{B} = -\mu_0\vec{\Delta}V_m \tag{6.14}$$

Sie sind die Komponenten des komplexen Magnetfeldes $\hat{B}$; dieses berechnet sich dann einfach als komplexe Ableitung von $\hat{V}$ nach $\hat{x}$:

$$\hat{B} = B_x + iB_z = -\mu_0\frac{d\hat{V}_m}{d\hat{x}} = \mu_0\frac{\lambda_m}{2\pi}\frac{k}{\sin k\hat{x}} \tag{6.15}$$

Abb. 6.13 stellt das erhaltene Streufeld einer Magnetisierungsstruktur mit $\lambda = 4$ μm dar.

6.4.3 MKM-Aufnahmen

Die Aufnahmen wurden wieder mit einer Ni-Spitze durchgeführt. Es wurden Servospannungen von 2 V bis 4 V angelegt.

An einer Struktur mit Periodenlänge von $\lambda = 4$ μm wurden mit zwei unterschiedlichen Servospannungen Profile nach Abb. 6.14 aufgenommen. Sie zeigen markante Formen, die sich über die Periodenlänge λ hinweg regelmäßig reproduzieren. Der Kraftgradient war F' = $0.8\cdot10^{-3}$ N/m.

Abb. 6.15 ist die MKM-Aufnahme einer Struktur mit kleinerer Periode, $\lambda = 1$ μm. Die Servospannung betrug 3 V. Während des 128-Zeilen-Scans wurde wie schon in Abschn. 5.4 der Sollwert des Kraftgradienten stufenweise erhöht, um simultan Profile in verschiedenen Abständen zu erhalten. Das von der periodischen Domänenstruktur erzeugte Bildsignal ist offensichtlich bei mittelgroßen Abständen am besten meßbar. F' liegt hier bei größenordnungsmäßig $1\cdot10^{-3}$ N/m.

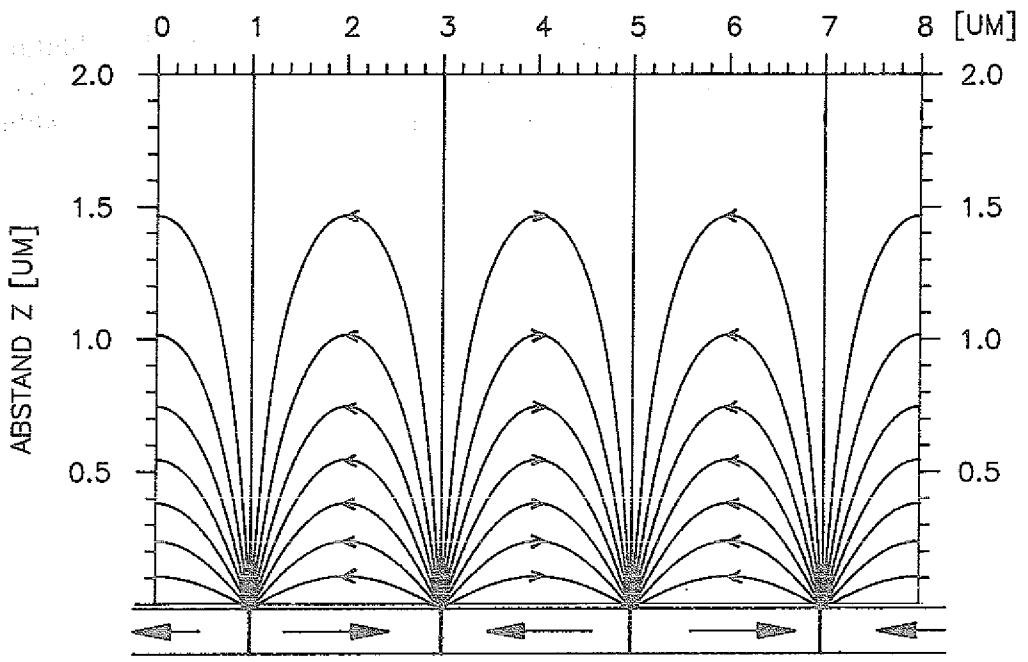


Abbildung 6.13: *Feldlinien des Streufelds über den Streifendomänen des CoPt-Films*

6.4.4 Diskussion anhand Modellrechnungen

An der Domänenstruktur mit Periodenlänge $\lambda = 4$ μm wurden wieder Berechnungen des F'-Feldes für die Spitzenmodelle Stab, Paraboloid und Konus durchgeführt. Nach Optimierung der Spitzenparameter (Stabendfläche A, Apexradius R bzw. halber Öffnungswinkel ϑ) wurden für die drei Fälle ähnliche Felder erhalten. Das gemessene Profil wurde dabei am besten vom Konus- Modell wiedergegeben. Das F'-Feld in diesem Modell zeigt Abb. 6.16.

Das Ergebnis der Modellrechnung an der Domänenstruktur mit Periodenlänge $\lambda = 1$ μm zeigt Abb. 6.17. Grundlage war die Konusgeometrie mit demselben Schaftwinkel ϑ. Die Rechnung reproduziert die in mittleren Abständen gemessenen periodischen Profile gut. Wie im Experiment liegen die F'-Werte hier größenordnungsmäßig bei $1 \cdot 10^{-3}$ N/m. Auch im Nahfeld werden die Profile gut wiedergegeben. Die Messung zeigt dort einen welligen Untergrund, der von der Topographie herrührt.

Die in großen Abständen gemessenen unregelmäßigen Variationen wurden rechnerisch nicht reproduziert. Der Verdacht auf Signalrauschen kann durch die Feststellung entkräftet werden, daß die Variationen sich von einer Zeile zur nächsten nahezu reproduzieren. Die Variationen rühren offensichtlich von langwelligen Inhomogenitäten der Probenoberfläche her. Diese machen sich in den Profilen erst bei größeren Abständen bemerkbar. Hier werden sie nicht mehr überlagert von den Anteilen der Streifenstruk-

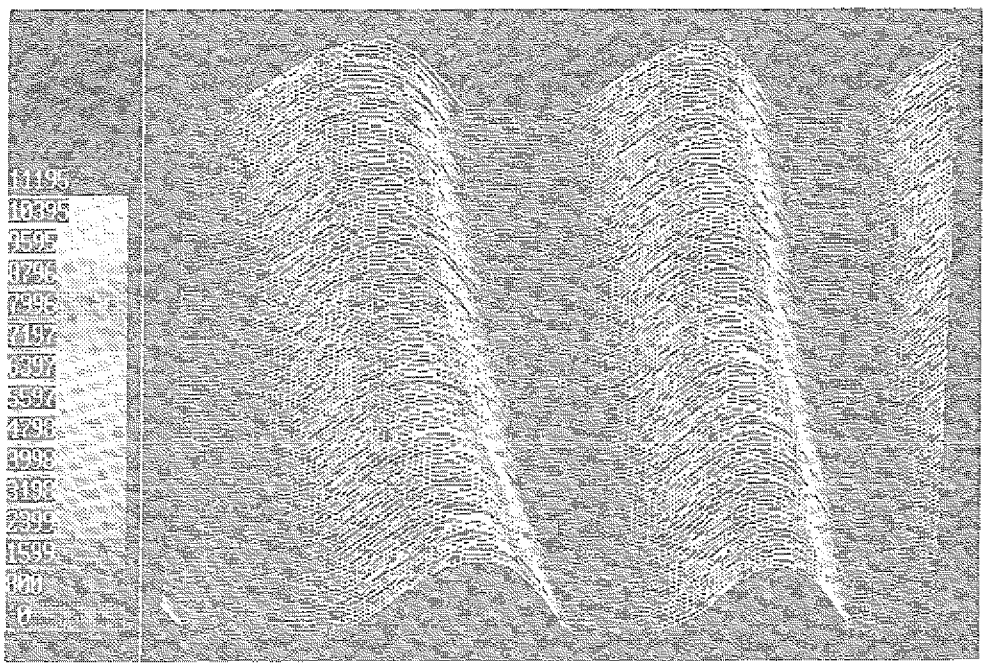


Abbildung 6.14: *MKM-Aufnahmen an der Magnetisierungsstruktur mit 4 μm Periodenlänge. Die Servospannung betrug 4 V. Der Rasterbereich ist* $4.5\mu m \times 4.5\mu m$*, die Höhenskala in Å.*

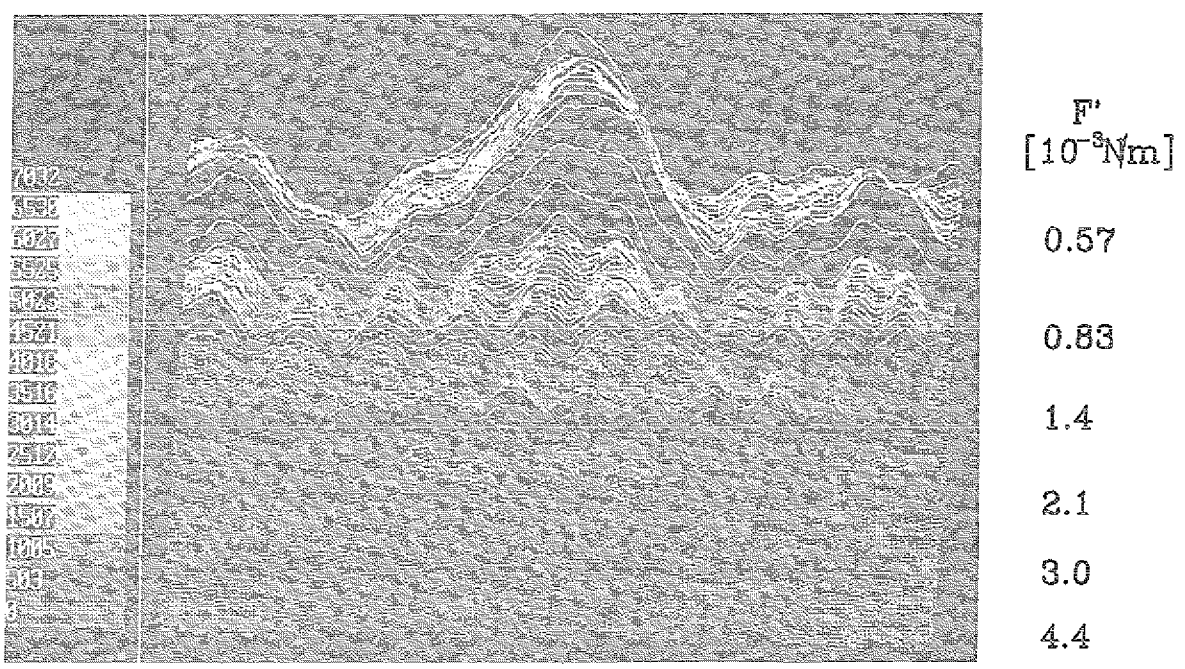


Abbildung 6.15: *MKM-Aufnahme an der Magnetisierungsstruktur mit 1 μm Periodenlänge. Abschnittsweise wurde der F'- Sollwert variiert, wie am rechten Bildrand angegeben. Der Rasterbereich ist* $11\mu m \times 11\mu m$*, die Höhenskala in Å.*

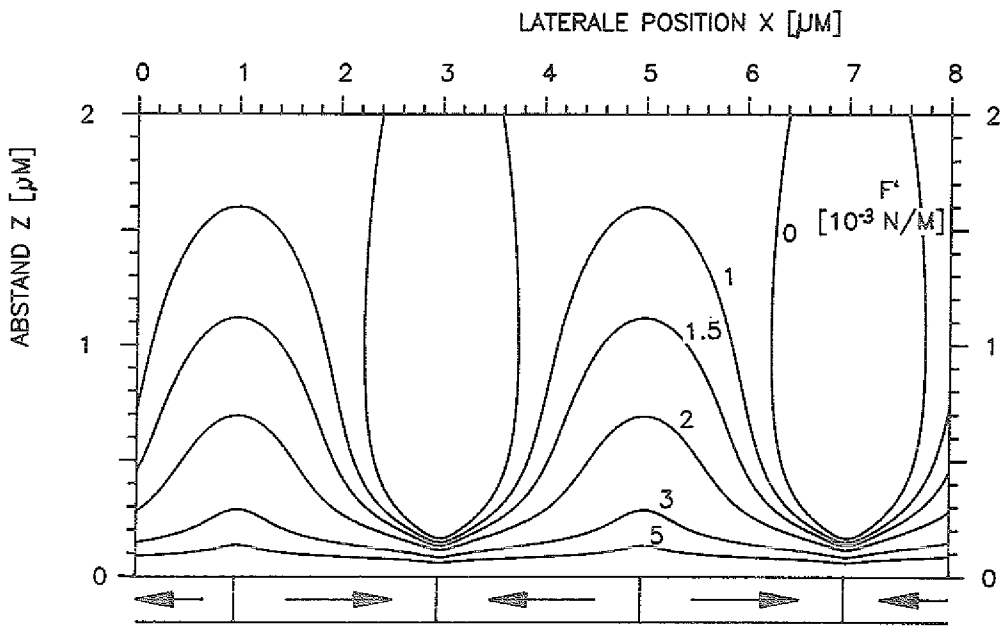


Abbildung 6.16: *F'-Feld einer Ni-Spitze über der langperiodischen Domänenstruktur des CoPt-Dünnfilms. Dargestellt sind berechnete Höhenlinien zu bestimmten Werten des Kraftgradienten. Die Spitze wurde charakterisiert durch einen axial magnetisierten Ni-Konus mit Schaftwinkel 15°.*

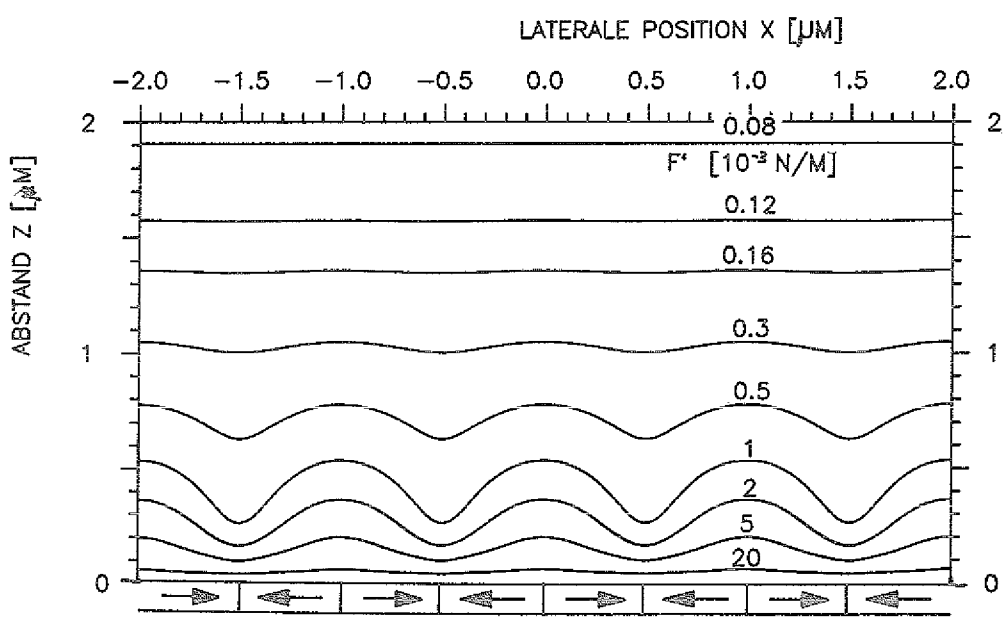


Abbildung 6.17: *F'-Feld, berechnet unter Bedingungen wie in der vorherigen Abbildung (Konus mit 15⁰ Schaftwinkel als Spitze), jetzt an der Domänenstruktur mit der Periodenlänge 1 µm.*

tur, die sich in größeren Abständen zunehmend kompensieren, da zunehmend mehr Domänen zum Streufeld an einem Aufpunkt beitragen.

Kapitel 7

Zusammenfassung

Ziel dieser Arbeit war der Aufbau eines dynamischen Rasterkraftmikroskops und die Untersuchung seiner Leistungsfähigkeit bei verschiedenen Anwendungsmöglichkeiten. Wesentliches Element dieses Geräts ist ein Sensor, der aus einer feinen Biegefeder besteht, die am freien Ende eine Spitze trägt. Bei Annäherung an die zu untersuchende Probenoberfläche auf die Spitze wirkende Kräfte führen zu einer Verschiebung der Resonanzfrequenz und damit zu einer Änderung der Schwingungsamplitude der Feder, wobei diese piezoelektrisch zu Schwingungen fester Frequenz angeregt wird. Die Amplitudenänderung wird mit einem Heterodyninterferometer mit 3 pm Genauigkeit gemessen. Wird über einen Regelkreis die Amplitude durch entsprechende Einstellung des Spitze-Probe- Abstands auf einen konstanten Wert gehalten, so kann durch zeilenweises Verfahren der Probenoberfläche ein 3-dimensionales Profil konstanten Kraftgradientens erhalten werden.

Eigens entwickelte elektrolytische Verfahren ermöglichen die Herstellung von einige 100 μm großen Sensoren und von Spitzen, die um weniger als 100 nm verrundet sind. Hiermit wird eine eine Empfindlichkeit von 1 N/m Federkonstante erzielt — bei gleichzeitig hoher Resonanzfrequenz von 50 kHz.

Gegen Ende der Arbeit wurde als methodische Variante und Verbesserung eine neue Betriebsart entwickelt und getestet. Die bei fester Frequenz erfolgende Anregung der Feder wird ersetzt durch einen Resonanz-Schwingkreis. Die F'-Reglung erfolgt dann mittels Phasensynchronisation der resonanten Schwingung. Dadurch konnte die erreichbare Meßgeschwindigkeit gesteigert und Federn hoher mechanischer Güte und damit hoher Empfindlichkeit in der F'-Detektion verwendet werden. Für die vielfach eingesetzten Si_3N_4-Federn reduziert sich der Fehler in der F'-Detektion damit von $1 \cdot 10^{-3}$ N/m auf $0.05 \cdot 10^{-3}$ N/m.

Alle im weiteren geschilderten Ergebnisse wurden noch in der eingangs erwähnten Betriebsart erhalten.

Zwischen Spitze und Oberfläche können van-der-Waals-Kräfte, elektrostatische Kräfte und magnetische Kräfte auftreten. Annäherungskurven — das sind Darstellun-

gen der Schwingungsamplitude in Abhängigkeit vom Abstand — sind als Kennlinien der Abstandsreglung für das RKM von zentraler Bedeutung. Sie dienen zur Untersuchung der Kräfte nichtmagnetischer Proben. Dabei werden zwischen Spitze und Probe angelegte elektrische 'Servospannungen' mit einbezogen.

Die Eigendämpfung der Federn bleibt bei Annäherung nahezu konstant. Durch Aufnahme von Annäherungskurven bei verschiedenen Anregungsfrequenzen wird F' für Abstände zwischen 5 nm und 500 nm direkt meßbar. Berechnungen der Kapazität zwischen Spitze und Oberfläche zeigen, daß bei angelegter Servospannung die elektrostatischen Kräfte dominieren. Die auch bei 0 V Servospannung vorhandenen Kräfte erweisen sich als Folge elektrischer Kontaktpotentiale; sie sind um ein Vielfaches stärker als die aus einer Modellrechnung abgeschätzten van-der-Waals-Kräfte. Systematische Abweichungen im Verlauf von F' als Funktion des gemessenen Abstands werden im Modell quantitativ richtig wiedergegeben, als Folge einer Dehnung der Feder um einige Nanometer. Diese wird durch die anziehenden Kräfte hervorgerufen.

Die Annäherungskurven zeigen zwischen Hin- und Rücklauf eine Hysterese aufgrund einer dabei auftretenden zusätzlichen Federdehnung. Diese nimmt bei Übergang zu weicheren Federn systematisch zu und erklärt eine Kraft von größenordnungsmäßig 300 nN, die benötigt wird, um die Spitze nach erfolgtem Kontakt mit der Oberfläche wieder von dieser zu lösen. Die Berechnung einer Adhäsionskraft in der Derjaguin-Approximation unter Annahme einer Spitzen-Proben- Grenzflächenenergie von 0.5 J/m^2 führt auf einen vergleichbaren Wert.

Liegen keine magnetischen Kräfte vor und sind die Kräfte auch nicht anderweitig vom Probenort abhängig, so liefert das RKM ein Abbild der Topographie der Oberfläche. Untersuchungen hierzu wurden an verschiedenen metallischen und isolierenden Proben durchgeführt. Optimale Arbeitsbedingungen wurden bei 2 V Servospannung und 10 bis 20 nm Arbeitsabstand erhalten; unter Verwendung von Spitzen mit Federkonstanten um 10 N/m und Resonanzfrequenzen um 50 kHz. Untersuchungen an Isolatoroberflächen und zudem an weichen Materialien wie Zellulose erweisen sich als möglich. Hierin ist das RKM dem RTM überlegen. Die typisch erreichte Auflösung betrug 0.5 nm vertikal und 10 nm lateral. Typische Bildfehler sind die verengte Wiedergabe von Gräben und Verbreiterungen von Erhebungen aufgrund des endlichen Spitzenradius. Die laterale Auflösung variiert im gleichen Maße wie der eingestellte Abstand zwischen Spitze und Oberfläche. Betrieb des RKM mit Motorantrieb anstelle piezoelektrischem Rastern der Probe ermöglicht eine Vergrößerung des in einer Aufnahme erfaßbaren Probenausschnitts von 30 μm auf 400 μm.

Weiterer Untersuchungsgegenstand war die Anwendung der Apparatur zur magnetischen Kraftmikroskopie (MKM). Hierbei wird die Wechselwirkung zwischen mikromagnetisch strukturierten Proben bzw. deren Streufelder einerseits und magnetischen Spitzen andererseits zur Abbildung ausgenutzt. Als Spitzenmaterial wurde für diese Untersuchungen Nickel eingesetzt.

Zur Untersuchung des Mechanismus der Kontrastentstehung im MKM wurden de-

finiert beschriebene Proben aus der magnetischen Speichertechnologie verwendet. Dies war zunächst ein 50 nm dicker TbFeCo-Film mit einer magnetischen Vorzugsachse senkrecht zur Schichtebene. In diese magnetooptische Platte waren 1.5 μm große kreisförmige Domänen mittels Laser eingeschrieben worden. Die MKM-Abbildungen zeigen verstärkten Kontrast an den Domänenwänden, wo der Gradient des magnetischen Streufelds besonders stark ist. Die Kontraständerungen wurden bei Zunahme des mittleren Abstands von Spitze zu Probe schwächer. Darüberhinaus geben auch die MKM- Aufnahmen die topographischen Strukturen wieder. Ihr Kontrast verschwindet bei großem Abstand völlig.

In gleicher Weise wurden mit dem MKM periodisch angeordnete streifenförmige Domänen aufgenommen, die mit einem Videokopf in einen 40 nm CoPt-Film in Längsrichtung eingeschrieben worden waren. An den Wänden der Streifendomänen wurde auch hier verstärkter Kontrast beobachtet.

Die Streufelder der magnetischen Strukturen wurden unter Annahme unendlich langer gerader Domänenwände berechnet. Dabei wurde mittels funktionentheoretischer Methoden für die periodische Streifenstruktur ein geschlossener analytischer Ausdruck erhalten. Die Kräfte auf die Spitzen wurden hieraus mittels einfachster Modelle zur Spitzenmagnetisierung errechnet. Die danach zu erwartenden MKM-Profile wurden als Höhenliniendiagramm des Kraftgradienten dargestellt. Dabei wurden stets eindomänige Spitzen mit axialer Magnetisierung angenommen. Verwendete Modelle für die Form der Spitze waren der Stab, das Paraboloid und der Konus. Für die Messungen an der magnetooptischen Platte wurden quantitative Übereinstimmungen unter Annahme eines Paraboloids mit 50 nm Öffnungsradius erhalten. Für die (mit einer anderen Spitze durchgeführten) Messungen am CoPt- Film führte die Annahme eines Konus mit halbem Öffnungswinkel 15^0 zur besten Übereinstimmung.

Anhang A

Ätzen von Drähten

Es wurde versucht, die für das RKM erforderlichen mikroskopisch kleinen Biegefedern mit ihrer scharfen Spitze am Ende mittels elektrolytischen Ätzen (bzw. Polieren) herzustellen. Spitzen werden hiermit ja schon seit Jahrzehnten für die Feldemissionsmikroskopie (FEM,FIM) hergestellt [40].

Es wird die einfachste Anordnung realisiert und studiert. Der Rohling ist ein fadendicker Draht aus polykristallinem W oder Ni, der einige mm tief in den Elektrolyten (50 g/l NaOH für W, 40- prozentige H_2SO_4 für Ni, etwa 10-prozentige HCl für Fe) eingetaucht wird (Abb. A.1). Elektrolytisches Ätzen bedeutet Materialabtrag durch Anlegen einer Spannung U zwischen diesem Rohling und einer Gegenelektrode, die hier ein zweckmäßigerweise mit inertem Pt beschichteter Draht ist. Die Ätzrate ist dabei der an der Oberfläche lokal vorliegenden Stärke des zwischen den Elektroden entstehenden Feldes proportional. Spitze Erhebungen in der Oberfläche sammeln das Feld lokal und werden daher im Ätzprozeß schneller abgetragen als die Umgebung - ein bekannter Glättungseffekt.

Generell wird im Experiment festgestellt, daß der Abtrag rotationssymmetrisch zur Drahtachse erfolgt, also die der Gegenelektrode zugewandte Seite nicht schneller geätzt wird als die abgewandte. Damit bleibt der Querschnitt auch kreisförmig.

Weiterhin wird der Draht auf der ganzen Länge gleichmäßig dünner, lediglich am Ende ätzt es schneller. Das Drahtende erhält dadurch qualitativ die Form eines Paraboloids (Abb. A.1c, Stufe 1). Dieses wird im weiteren Verlauf schärfer, bis ein kegelförmiges Ende mit halbem Schaftwinkel von etwa 40° entsteht (Stufe 2).

Bei weiterem Ätzen (Stufe 3) bleibt letzteres scharf. 'Scharf' beinhaltet dabei, wie REM-Untersuchungen zeigten (Abb. 2.4), eine Verrundung von typischerweise 100 nm. Der Konus wird immer schlanker. Es konnten halbe Schaftwinkel von weniger als 1° erzielt werden. Abb. A.2 zeigt das Ende des Drahtes in diesem Stadium. Der Bereich, über den der Kegel exakt ist — also der Querschnitt linear mit der Höhe anwächst — geht stets über eine Länge, die etwa der Dicke des Rohlings entspricht.

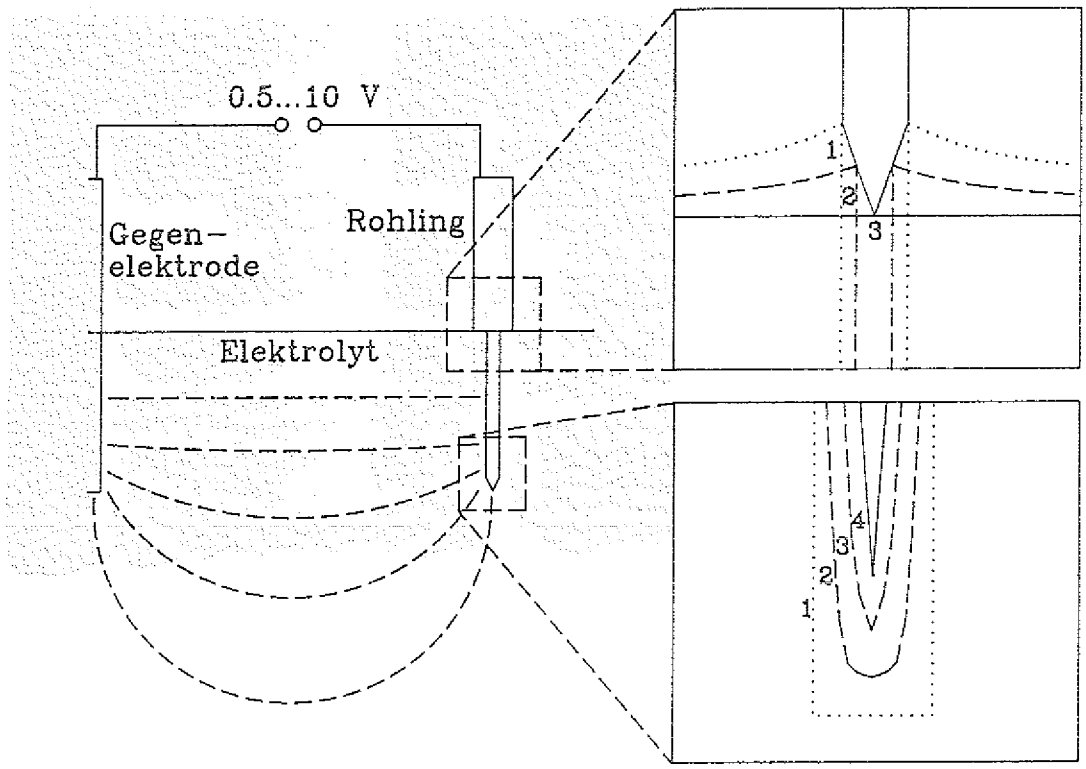


Abbildung A.1: *Geometrie des Ätzvorgangs. Die Ziffern bezeichnen verschieden Stadien des Prozesses.*

Durch hinreichend dicke Rohlinge ist man also in der Lage, entsprechend lange Kegel variabler Schlankheit zu erhalten.

Die Formentstehung ist eine Folge der Feldverteilung. Die Gegenelektrode ist um ein Vielfaches der Rohlingdicke entfernt. Lokal um den Draht ist das Feld daher das eines unendlich langen geladenen Zylinders (mit Gegenelektrode im Unendlichen). Dieses ist rotationssymmetrisch um die Zylinderachse.

Am Drahtende wird das Feld gesammelt. Dies geschieht bis zu einer Höhe, die größenordnungsmäßig der Dicke entspricht. In diesem Bereich verläuft der Abtrag schneller. Die Spitze entsteht, da am Apex des Paraboloids aus Geometriegründen vertikal nicht schnell genug abgetragen werden kann. Der Vertikalabtrag verlagert die Kegelspitze aber nach oben. Hier wurde anfangs im homogenen Feld geätzt. Der Kegel in diesem Stadium ist daher schlanker.

An der Eintauchstelle des Drahtes entsteht ein Meniskus. Während des Ätzens sinkt er kontinuierlich. Die freigelegten Bereiche der Drahtoberfläche werden nicht mehr geätzt, und es entsteht eine Verjüngung. Nach Abtrag allen Materials unter der Flüssigkeitsoberfläche liegt die Geometrie eines die Oberfläche berührenden gespitzten Bleiftstifts vor. Der halbe Schaftwinkel war $10^o - 12^o$ bei in NaOH geätzten W-Spitzen sowie auch bei Ni in H_2SO_4, und $15^o - 20^o$ bei Fe in HCl.

Eintauchexperimente zeigen bei Variation der Drahtdicke von 10 μm bis etwa 1 mm,

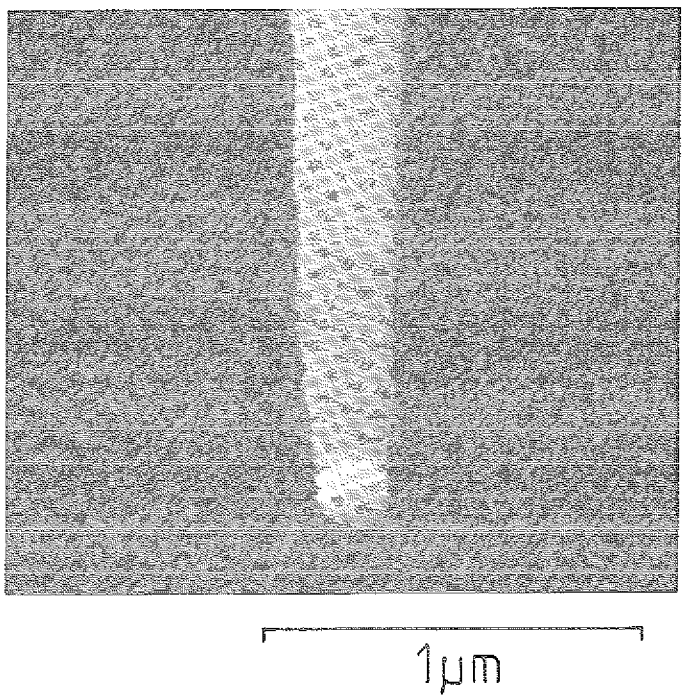


Abbildung A.2: *REM-Aufnahme einer durch Ätzen am Drahtende erzeugten Spitze*

daß die Meniskushöhe etwa gleich der Dicke ist. Bekanntlich wird die zum Anheben der Flüssigkeit im Bereich um den Draht benötigte Energie zur Verformung der Flüssigkeitsoberfläche durch die dabei erfolgende Benetzung des entsprechenden Drahtabschnitts aufgebracht. Letztere liefert einen der benetzten Fläche und damit des Drahtdurchmessers proportionalen Beitrag.

Der Meniskus sinkt folglich linear mit der Dicke des Drahtrestes im Elektrolyten. Daher sollte ein gerader Kegel nach dem Prozeß übrig bleiben.

Bei den W-Drähten sank der Meniskus häufig nicht kontinuierlich ab, sondern sprunghaft über unterschiedlich hohe Distanzen. Der Prozeß ist einer stick-and-slip-Bewegung vergleichbar. Dementsprechend bildete sich dann auch nicht eine glatte kegelförmige, sondern eine gestufte Verjüngung aus.

Die Experimente wurden teils mit Wechselspannungen zwischen 0.5 V_{AC} und 10 V_{AC}, teils Gleichspannungen von 0.5 V bis 10 V durchgeführt. Wie sich zeigte, hatte weder die Signalart noch die Signalstärke nennenswerten Einfluß auf die Formgebung.

Eine Biegefeder ist ein biegsamer Stab, der an einem Ende gehalten wird. Solch eine Struktur erhält man bei vorzeitigem Abbruch des Ätzprozesses. Voraussetzung ist nur, daß die an der Elektrolytoberfläche entstandene Verjüngung hinreichend scharf definiert ist. Die RKM-Kraftsonden dieser Arbeit wurden hieraus hergestellt (s. Kap. 2.4).

Die Experimente liefern zwei Verfahren zur Präparation einer Spitze. Die Methode, die die Spitze am Meniskus entstehen läßt, wurde im Rahmen dieser Arbeit angewandt. Alternativ wird auch das andere Verfahren angewandt [30]. Das konusförmige Ende des dabei erhaltenen Produktes läßt man dabei so schlank werden, daß es als Biegefe-

der selbst verwendbar ist. Der schlanke Konus wird an entsprechender Stelle an eine vorgesehene Halterung geklebt.

Anhang B

Literaturverzeichnis

[1] G. Binnig, C. F. Quate, Ch. Gerber, Phys. Rev. Lett. 56, 930 (1986)

[2] Y. Martin, C.C. Williams, H.K. Wickramasinghe, J. Appl. Phys. 61 (No. 10), 4723 (1987)

[3] G. M. McClelland, R. Erlandsson, S. Chiang, in Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation, hrsg. von D.O. Thompson und D.E. Chimenti (Plenum, New York, 1987), Bd. 6B, S. 1307

[4] R. R. Albrecht, P. Grütter, D. Horne, D. Rugar, J. Appl. Phys. 69 (2), 668 (1991)

[5] A. J. den Boef, Scanning Force Microscopy using Optical Interferometry, Proefschrift Universiteit Twente, Niederlande, 1991

[6] P. K. Hansma, J. Tersoff, J. Appl. Phys 61 (2), R1 (1986)

[7] D. Royer, E. Dieulesaint, Y. Martin, in: Proceedings of IEEE Ultrasonics Symposium at San Francisco, hrsg. von B. R. McAvoy (IEEE New York, 1985), S. 432

[8] R. M. DeLaRue, R. F. Humphryes, I. M. Mason, E. A. Ash, Proc. IEEE 119, 117 (1972)

[9] S. Timoshenko, Strength of Materials, 1. Ausgabe (D. Van Nostrand, New York, 1947)

[10] S. P. Timoshenko, J. M. Gere, Mechanics of Materials (Van Nostrand Reinhold Company, New York, 1972), S. 179

[11] E. Volterra, E. C. Zachmanoglou, Dynamics of Vibrations, 1. Ausgabe (Merrill Books, Columbus, Ohio, 1965)

[12] U. Dürig, J. K. Gimzewski, D. W. Pohl, R. Schlitter, IBM Res. Report No. RZ1513 (1986)

[13] Si_3N_4-Zunge 'Microlever', Park Scientific Instruments, Sunnyvale, CA 94089, USA

[14] U. Tietze, Ch. Schenk, Halbleiterschaltungstechnik, 9. Auflage (Springer Verlag, Berlin, 1989)

[15] Fa. Tscharntke, Drei-Rosen-Str. 23, 5100 Aachen

[16] P. Güthner, U. Ch. Fischer, K. Dransfeld, Beitr. Elektronenmikroskop. Direktabb. Oberfl. 21,27 (1988)

[17] Y. Martin, D.W. Abraham, H.K. Wickramasinghe, Appl. Phys. Lett. 52 (No. 13), 1103 (1988)

[18] E. Durand, Electrostatique et Magnetostatique (Masson, Paris, 1953)

[19] J. N. Israelachvili, D. Tabor, Proc. R. Soc. Lond. A 331, 19 (1972)

[20] R. Richter, Diplomarbeit, Forschungszentrum Jülich, 1990

[21] J.N. Israelachvili, Intermolecular and Surface Forces, Academic Press, London (1985)

[22] H. Yamada, T. Fujii, K. Nakayama, J. Vac. Sci. Technol. A6 (2), 293 (1988)

[23] N. A. Burnham, D. D. Dominguez, R. L. Mowery, R. J. Colton, Phys. Rev. Lett. 64 (16), 1931 (1990)

[24] J. B. Pethica und W. C. Oliver, Physica Scripta T19, 61 (1987)

[25] die Probe war u.a. Untersuchungsobjekt weiterer Untersuchungen mit dem RKM in einer Zusammenarbeit mit W. Weber, seinerzeit am IFF der KFA Jülich. Näheres hierzu findet man in: W. Weber, Untersuchungen der Oberflächenrauhigkeit dünner Schichten durch Messung der diffusen Streuung und der Reflektivität von harten Röntgenstrahlen, Dissertation, RWTH Aachen (1992)

[26] K.-H. Robrock, K. N. Tu, D. W. Abraham, J. B. Clabes, Appl. Phys. Lett. 54, 1543 (1989)

[27] G. Reiss, F. Schneider, J. Vancea, H. Hoffmann, Appl. Phys. Lett. 57 (9), 867 (1990)

[28] T. Göddenhenrich, Abbildung und Charakterisierung mikromagnetischer Oberflächenstreufelder mit einem neu entwickelten Magnetokraft-Mikroskop, Berichte des Forschungszentrums Jülich No. 2442 (1991)

[29] U. Hartmann, J. Appl. Phys. 64 (3), 1563 (1988)

[30] D. Rugar, H. J. Mamin, P. Guethner, S. E. Lambert, J. E. Stern, I. McFadyen, T. Yogi, J. Appl. Phys. 68 (3), 1169 (1990)

[31] L. v. Alvensleben, J. de Physique, Colloque C6, 335 (1988)

[32] Zur Verfügung gestellt von . H. Crasemann und D. Raasch, Philips Forschungslabor, Hamburg

[33] P. Hansen, C. Clausen, G. Much, M. Rosenkranz, K. Witter, J. Appl. Phys. 66 (2), 756 (1989)

[34] P. Hansen, H. Heitmann, IEEE Transactions on Magnetics 25 (6), 4390 (1989)

[35] Y. Martin, D. Rugar, H. K. Wickramasinghe, Appl. Phys. Lett. 52 (3), 244 (1988)

[36] J. J. Saenz, N. Garcia, J. C. Slonczewski, Appl. Phys. Lett. 53 (15), 1449 (1988)

[37] D. W. Abraham, F. A. McDonald, Appl. Phys. Lett. 56 (12), 1181 (1990)

[38] Zur Verfügung gestellt von Dr. Schildberg, Fa. BASF, Ludwigshafen

[39] Durchgeführt von Dr. Schildberg, Fa. BASF, Ludwigshafen

[40] E. W. Muller und T. T. Tsong, Field Ion Microscopy Principles and Application, (Elsevier, New York, 1969)

Anhang C

Dank

Ich möchte mich zuerst bei meinem Doktorvater, Prof. W. Schilling bedanken, der mir die Durchführung dieser Arbeit am Institut für Gitterfehlordnung des IFF ermöglichte. Ich bedanke mich ebenso bei Prof. W. Zinn, Leiter des Institus für Magnetismus. Seine Anregungen und seine geduldvolle Unterstützung waren sehr hilfreich.

Ich bedanke mich bei meinem Betreuer Prof. K.-H. Robrock, insbesondere für sein vielfältiges Verständnis sowie für die gute Zusammenarbeit in einer menschlichen Athmosphäre. Auch danke ich Prof. B. Lengeler für seine Bereitschaft zur betreuenden Unterstützung. Weiterhin möchte ich mich ganz besonders bei Dr. F. Saurenbach bedanken, der mir gerade in der letzten Phase der Arbeit in vielerlei Hinsicht verständnisvoll zur Seite gestanden hat.

Meinen Kollegen in der Arbeitsgruppe, den Herren Prof. K. Papathanossopoulos, R. Richter, M. Schneider und Dr. S. Müller-Pfeiffer möchte ich hier danken, insbesondere für die gute Zusammenarbeit und für ihr Verständnis.

Auch eine Dankeschön an die Mitarbeiter des Labors: R. Speen, G. Foster und M. Kostmann. Mit Eurer verständnisvollen Hilfsbereitschaft habt ihr für ein gutes Arbeitsklima gesorgt, in dem ich mich sehr wohl fühlte.

Bei Fr. Garcia bedanke ich mich insbesondere für die stets freundliche und zuvorkommende Erledigung meiner Maschinenschreibarbeiten.

Den Mitarbeitern der mechanischen Werkstatt des IFF unter Leitung von Herrn Hirts sowie den Mitarbeitern der Elektronik-Gruppe unter Leitung von Dr. Durczanski danke ich für die verständnisvolle Hilfsbereitschaft bei der Verwirklichung der im Rahmen dieser Arbeit anstehenden technischen Aufgaben. Weiterhin sei an dieser Stelle auch allen Mitarbeitern aus dem Verwaltungsbereich des IFF gedankt.

Für die stets vorhandene Bereitschaft zur Erledigung meiner vielzähligen Software-Wünsche danke ich den Herren H. Halling, H. Rongen und A. Schummers aus dem Zentralen Elektronik-Labor der KFA.

Den Doktorandenkollegen und den Diplomanden aus dem Institut für Gitterfehlordnung wie auch aus anderen Abteilungen des IFF danke ich für die kollegiale Zusammenarbeit und für eine gewiß unvergeßliche gemeinsame Zeit.

FORSCHUNGSZENTRUM JÜLICH GmbH

KFA

Jül-2693
November 1992
ISSN 0366-0885