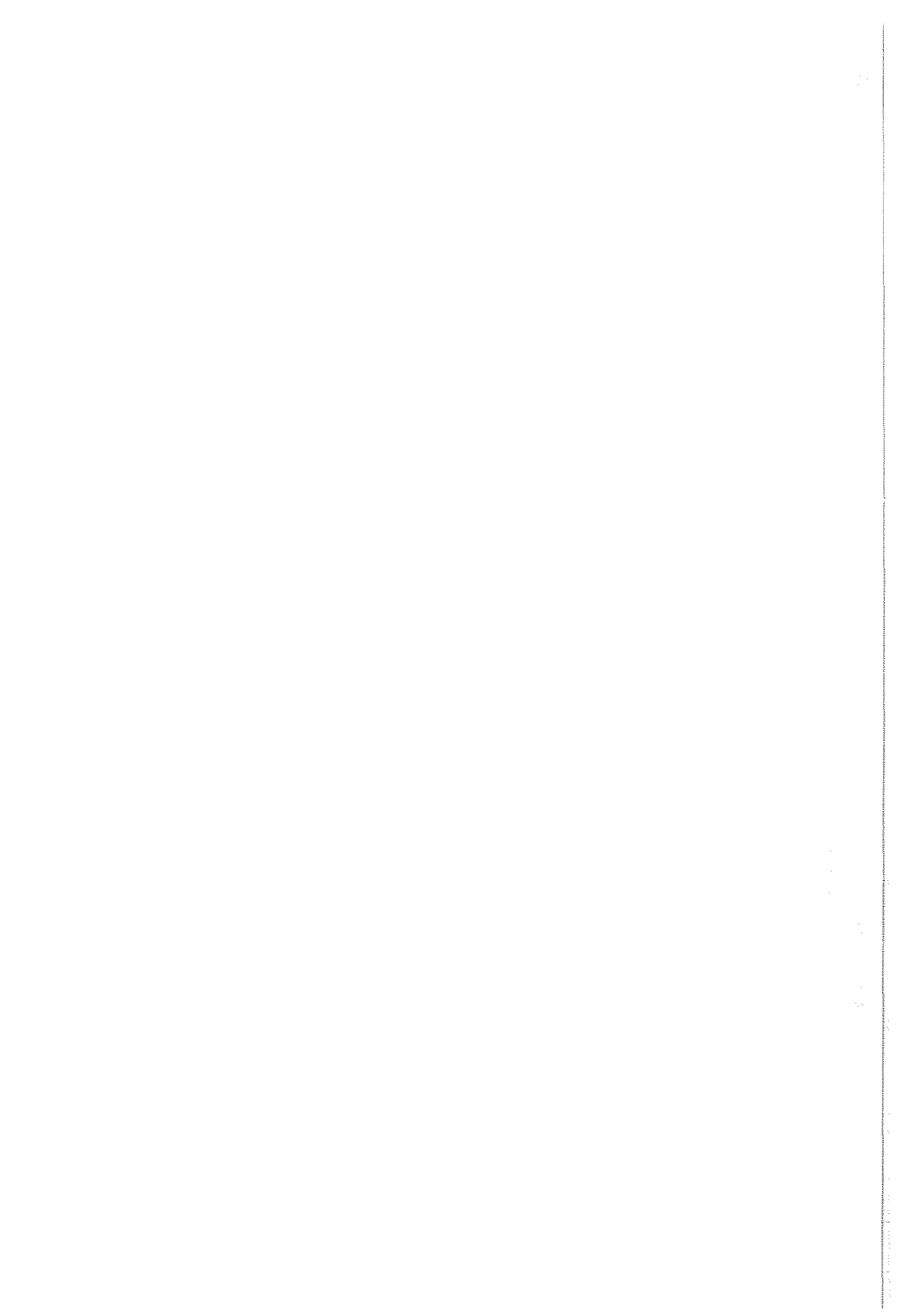


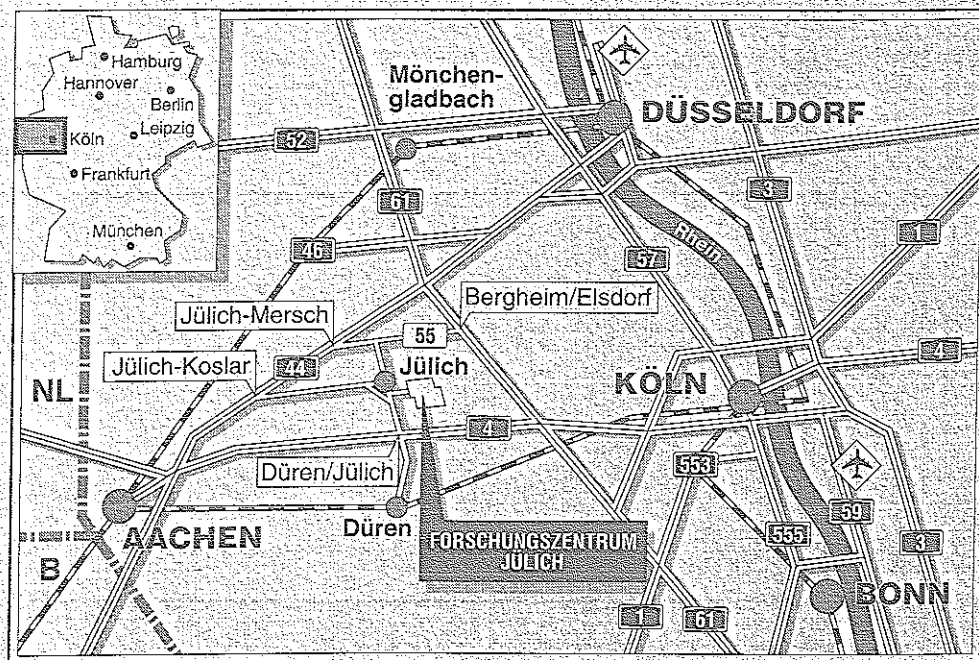
*Institut für Schicht- und Ionentechnik*

**Aufbau einer UHV-Kombination von  
Rasterelektronen- und Rastertunnelmikroskop**

**Lokale Untersuchung der Austrittsarbeit an  
definierten Oberflächen**

Alexander Birkner





**Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 2993**

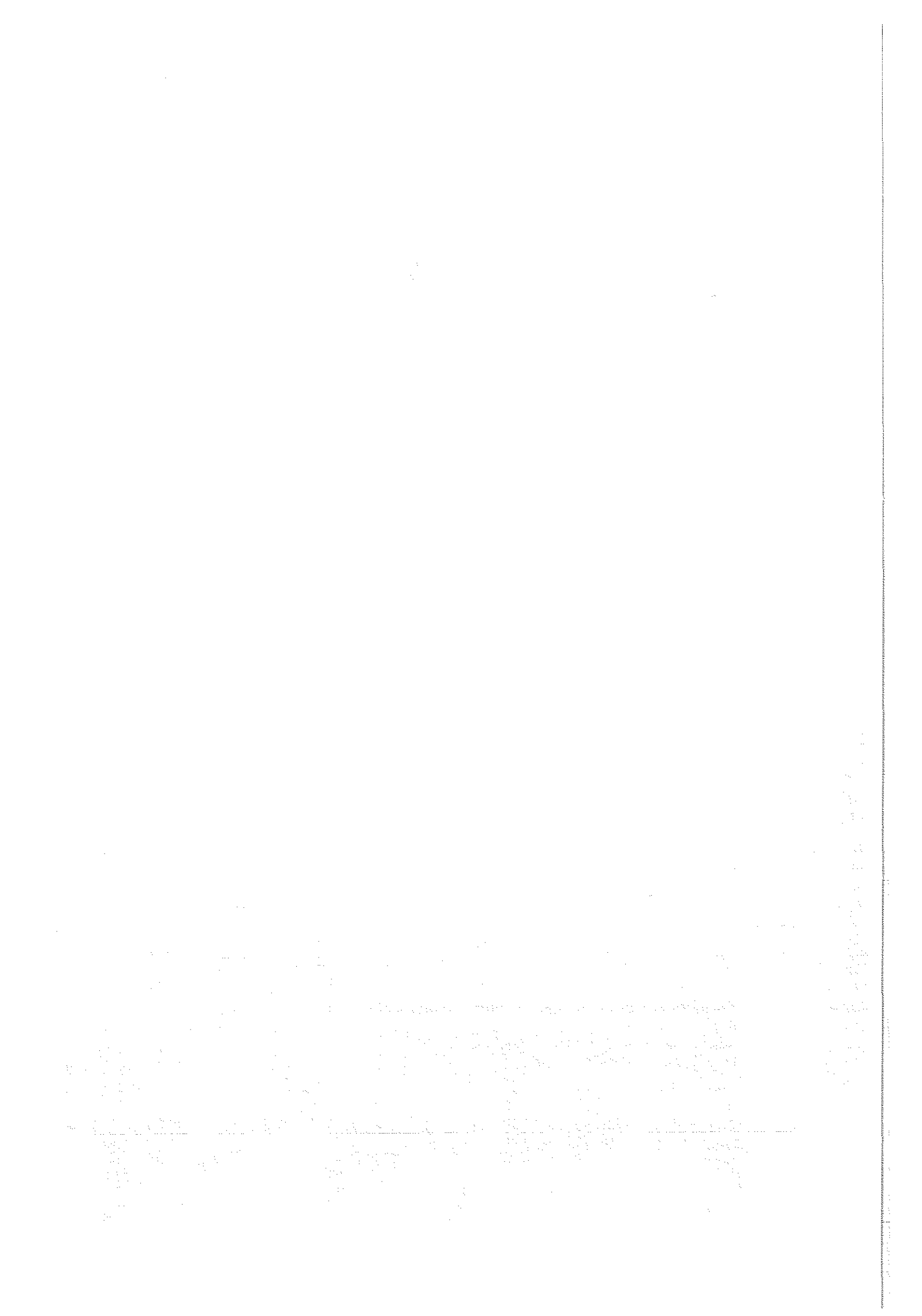
ISSN 0944-2952

Institut für Schicht- und Ionentechnik Jül-2993

D26 (Diss. Universität Gießen)

Zu beziehen durch : Forschungszentrum Jülich GmbH · Zentralbibliothek  
D-52425 Jülich · Bundesrepublik Deutschland

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



# **Aufbau einer UHV-Kombination von Rasterelektronen- und Rastertunnelmikroskop**

## **Lokale Untersuchung der Austrittsarbeit an definierten Oberflächen**

Alexander Birkner

Handwritten text, possibly bleed-through from the reverse side of the page. The text is illegible due to fading and bleed-through.

Handwritten text, possibly bleed-through from the reverse side of the page. The text is illegible due to fading and bleed-through.

Large block of handwritten text at the bottom of the page, appearing to be bleed-through from the reverse side. The text is extremely faint and illegible.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Rastertunnelmikroskopie</b>	<b>2</b>
2.1	Beschreibung von RTM-Experimenten mit dem Modell von Tersoff und Hamann	3
<b>3</b>	<b>Planung des UHV-Systems mit REM/RTM-Kombination</b>	<b>8</b>
3.1	Konstruktion und Aufbau des Rastertunnelmikroskopes	8
3.1.1	Aufbau der Feinpositioniereinheit des RTM	10
3.1.2	Funktionsweise und Charakterisierung des RTM	13
3.2	Elektronik	16
3.2.1	Elektronik zur Ansteuerung der Feinpositioniereinheit	16
3.2.2	Regelelektronik	17
3.3	Kalibrierung der Feinpositioniereinheit des Rastertunnelmikroskopes	18
3.4	Konzeption des UHV-Systems	24
3.4.1	Präparationskammer mit Probenschleuse	26
3.4.2	Kombination von REM und RTM im Ultrahochvakuum	29
3.4.3	Probentransfer	32
<b>4</b>	<b>Präparation der Tunnelspitzen</b>	<b>34</b>
4.1	Elektrolytische Herstellung und Vakuumglühung	35
<b>5</b>	<b>Präparation und LEED/Auger-Charakterisierung von Silizium(111)-Proben</b>	<b>39</b>
5.1	Näßchemische Vorbehandlung und Heizvorgang im UHV	40
5.2	Gold auf Silizium(111)	40
5.2.1	Aufdampfen von Gold auf Si(111) bei Substrattemperaturen von 500°C	41
<b>6</b>	<b>Messung der Barrierenhöhe mit dem RTM</b>	<b>44</b>
6.1	Austrittsarbeit: Definition und absolute Meßmethoden	44
6.2	Darstellung der Meßmethoden der Barrierenhöhe mit dem RTM und der bisherigen Ergebnisse	47
6.2.1	Verhalten der Barrierenhöhe für Tunnelabstände kleiner 3Å	50
6.3	Experimentelles Verfahren zur Messung der Barrierenhöhe mit dem RTM	56
6.3.1	RTM-Messung der Barrierenhöhe auf HOPG	59
6.3.2	RTM-Messung der Barrierenhöhe auf Si(111)	61
6.3.3	RTM-Messung der Barrierenhöhe auf einer Monolage Gold auf einem Si(111)-Substrat	64
6.4	Diskussion der Meßergebnisse	66

<b>7 Zusammenfassung</b> . . . . .	<b>67</b>
<b>8 Literaturverzeichnis</b> . . . . .	<b>69</b>
<b>Anhang</b> . . . . .	<b>74</b>
<b>Anhang 1 Zusammenstellung der verwendeten Daten des piezoelektrischen Röhrens</b> . . . . .	<b>74</b>
<b>Anhang 2 Schaltplan der Elektronik zur Ansteuerung der Feinpositioniereinheit des Rastertunnelmikroskopes</b> . . . . .	<b>75</b>
<b>Anhang 3 Schaltplan der Regelektronik des Rastertunnelmikroskopes</b> . . . . .	<b>76</b>

# 1 Einleitung

In Jahren 1981 und 1982 wurde von Binnig und Rohrer [1.1] mit dem Rastertunnelmikroskop ein neues Instrument für oberflächenphysikalische Untersuchungen entwickelt, mit dem auf leitenden und halbleitenden Oberflächen eine Abbildung mit atomarer Auflösung möglich ist.

Die Kombination eines Rasterelektronenmikroskopes (REM) mit einem Rastertunnelmikroskop (RTM) bietet nun darüber hinaus die Möglichkeit, die RTM-Untersuchungen an einem bestimmten Ort der Probe durchzuführen, an den die Tunnelspitze zuvor unter Kontrolle des REM geführt worden ist. Eine solche Kombination wurde erstmals von Gerber et al. [1.2] im Jahr 1986 vorgestellt und daraufhin in einer Reihe von Arbeitsgruppen für verschiedene Anwendungen mit unterschiedlichem Erfolg aufgebaut. Für oberflächenphysikalische Untersuchungen mit dem RTM im Ultrahochvakuum (UHV) sind jedoch die Mehrzahl dieser REM/RTM-Kombinationen nicht ausgelegt.

Im Rahmen dieser Arbeit soll eine bei UHV-Bedingungen arbeitende Kombination eines Rasterelektronenmikroskopes mit einem Rastertunnelmikroskop geplant und aufgebaut werden. Für eine solche Kombination sind zwei wichtige Komponenten neu zu konstruieren, die zu Beginn dieser Arbeit kommerziell nicht verfügbar waren: ein für UHV-Bedingungen geeigneter Probenstisch für das REM und ein möglichst nah unter dem Polschuh arbeitendes RTM. Dieses RTM muß so konstruiert sein, daß es ohne zusätzliches Dämpfungssystem Abbildungen mit atomarer Auflösung erlaubt und gleichzeitig eine hochaufgelöste Abbildung mit dem REM möglich ist. Das REM ermöglicht das Wiederauffinden von markanten Probenpositionen nach zwischenzeitlicher Behandlung der Probenoberflächen in der Präparationskammer.

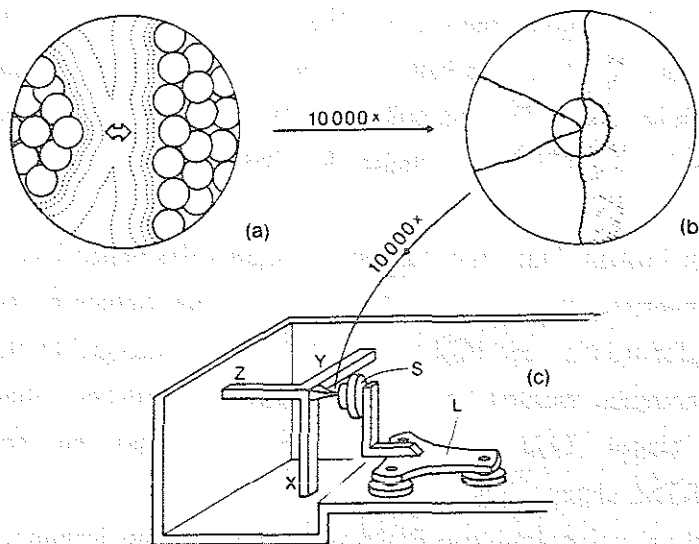
Die Herstellung der Proben findet in der zweiten Kammer des neuen UHV-Systems statt, in der neben einer Probenreinigung und der Deposition dünner Schichten eine Kontrolle der Reinheit und der Gitterstruktur der Proben mit Augerelektronenspektroskopie und LEED-Experimenten vorgenommen werden kann. Die Übergabe der Proben innerhalb des UHV-Systems wird mit einem Transfersystem vorgenommen, das an alle Komponenten, insbesondere an das RTM, angepaßt ist.

Die neu aufgebaute Kombination von REM und RTM soll im Rahmen dieser Arbeit zur Untersuchung lokaler physikalischer Eigenschaften sauberer Oberflächen am Beispiel der Austrittsarbeit eingesetzt werden. Im Gegensatz zu den bisher bekannten Verfahren zur absoluten Messung der Austrittsarbeit mittels Feldemission, Glühemission und Photoemission, bei denen man jeweils eine über einen großen Probenbereich gemittelte Austrittsarbeit bestimmt, ermöglicht das RTM eine lokale Messung der Austrittsarbeit.

## 2 Rastertunnelmikroskopie

In der Rastertunnelmikroskopie wird der quantenmechanische "Tunneleffekt" ausgenutzt: Sind zwei Elektroden nur etwa einen Nanometer voneinander entfernt, kommt es zu einer Überlappung der Elektronenwolken, und Elektronen tunneln in beiden Richtungen durch die Potentialbarriere. Das Anlegen einer kleinen Spannung begünstigt eine der beiden Richtungen, so daß zwischen den Elektroden ein Strom fließt. Die Größe dieses Tunnelstromes steigt mit abnehmendem Abstand der beiden Elektroden exponentiell an.

Der Aufbau eines Rastertunnelmikroskopes ist sehr einfach. Die eine Elektrode ist eine Metallspitze, die an einem Dreibein aus Piezostäben befestigt ist, und im folgenden als Tunnelspitze bezeichnet wird. Die Lage der Symmetrieachse der Tunnelspitze und einer der Piezostäbe - im folgenden als z-Richtung bezeichnet- stimmen überein und sind normal zur zweiten Elektrode, der Probe. Ist nun mit Hilfe einer geeigneten Grobpositionierungseinrichtung der Abstand zwischen Tunnelspitze und Probe so weit verkleinert, daß bei angelegter Tunnelspannung ein Tunnelstrom fließt, kann bei zeilenweisem Abrastern eines rechteckigen Probenausschnittes das sich lateral verändernde Tunnelstromsignal aufgezeichnet werden. Dieser Betriebsmodus wird als Konstant-Flughöhen-Modus bezeichnet; er eignet sich



**Abb 2.1:** Prinzipieller Aufbau eines Rastertunnelmikroskopes nach Binnig et al. [2.1]: Die Probe S wird mit dem Trägheitsantrieb L, der sogenannten Laus, grob an die Spitze angenähert. Mit den Piezostäben X, Y und Z kann die Spitze dann fein angenähert und für eine Aufzeichnung des Tunnelstromes zeilenweise über einen rechteckigen Probenausschnitt geführt werden.

für atomar glatte Proben und ist beschränkt auf kleine Probenausschnitte mit einer Kantenlänge von wenigen Nanometern. Häufiger wird mit einer zusätzlichen Regelung gearbeitet, bei der die Größe des Tunnelstromes mit einem vorgegebenen Sollstromwert  $I_0$  verglichen wird. Die Differenz wird durch eine Veränderung des Tunnelabstandes minimiert.

Simmons leitet unter Verwendung der Näherung nach Wentzel-Kramers-Brillouin (WKB-Näherung) zur Berechnung der Transmissionswahrscheinlichkeit die Tunnelstromdichte in Abhängigkeit von der Austrittsarbeit  $\varphi$ , der angelegten Spannung  $U$  und der Breite der Potentialbarriere  $s$  ab [2.2]. Für Spannungen  $U$ , die die Bedingung  $eU \ll \varphi$  erfüllen, ergibt sich

$$I \sim U \cdot \exp(-2 \cdot \kappa \cdot s) \quad (2.1)$$

mit der inversen Dämpfungslänge für eine Wellenfunktion im Vakuum

$$\kappa = \sqrt{\left(\frac{2 \cdot m \cdot \varphi}{\hbar^2}\right)} \quad (2.1a)$$

Der Tunnelstrom ändert sich exponentiell mit dem Abstand  $s$  der Elektroden und ist proportional zur angelegten Spannung  $U$ .

Eine solche eindimensionale Theorie des Tunneleffektes reicht jedoch nicht für die Interpretation von RTM-Bildern aus, da unter anderem die komplexe geometrische und elektronische Struktur der Zustände um das Ferminiveau von Spitze und Probenoberfläche, die im wesentlichen zum Tunnelstrom beitragen, nicht berücksichtigt ist. Zur Beschreibung der lokalisierten Tunnelvorgänge bei Experimenten mit dem Rastertunnelmikroskop wurde eine Reihe von Theorien ausgearbeitet. Im nachfolgenden Abschnitt wird der weit verbreitete theoretische Ansatz von Tersoff und Hamann [2.3, 2.4] beschrieben.

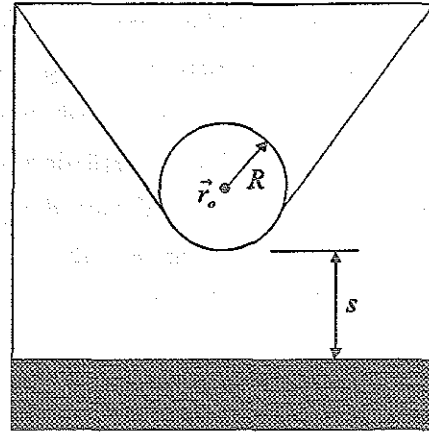
## 2.1 Beschreibung von RTM-Experimenten mit dem Modell von Tersoff und Hamann

Tersoff und Hamann [2.3, 2.4] sowie Baratoff [2.5] wenden die Störungsrechnung nach Bardeen [2.6] auf das Rastertunnelmikroskop an. Die zeitabhängige Störungsrechnung ergibt für den Tunnelstrom

$$I = \frac{2\pi e}{\hbar} \sum_{\mu, \nu} [1 - f(E_\mu - eU)] f(E_\nu) |M_{\mu\nu}|^2 \delta(E_\mu - E_\nu) \quad (2.2)$$

Die Verteilung der Zustände  $\Psi_\nu$  der Probe und der Zustände  $\Psi_\mu$  der Tunnelspitze wird durch

**Abb. 2.2:** Schematische Darstellung der Anordnung von Tunnelspitze und Probe nach Tersoff und Hamann [2.3,2.4]. Derjenige Teil der Tunnelspitze, der am nächsten zur dunkel dargestellten Probe liegt, wird als Kugel mit dem Radius  $R$  angenommen, die ihren Mittelpunkt im Zentrum des Verrundungsradius bei  $\vec{r}_0$  hat.



die Fermifunktion  $f(E)$  beschrieben. Die Energieerhaltung des Systems wird durch die  $\delta$ -Funktion gesichert.  $E_\mu$  sind die Energien der Zustände  $\Psi_\mu$  für den Fall, daß noch kein Tunnelkontakt besteht. Für Experimente bei Raumtemperatur oder einer kleineren Temperatur und Tunnelspannungen  $U$  mit  $eU \ll \varphi$  tragen im wesentlichen die Elektronen an der Fermikante zum Tunnelstrom bei, und die Entwicklung der Fermifunktion um  $E_F$  ergibt

$$I = \frac{2\pi}{\hbar} \cdot e^2 \cdot U \cdot \sum_{\mu,\nu} |M_{\mu\nu}|^2 \cdot \delta(E_\nu - E_F) \cdot \delta(E_\mu - E_F) \quad (2.3)$$

Nach Bardeen [2.6] läßt sich das Tunnelmatrixelement  $M_{\mu\nu}$  berechnen durch Integration des Stromdichteoperators ( $\Psi_\mu^* \nabla \Psi_\nu - \Psi_\nu \nabla \Psi_\mu^*$ ) über eine beliebige Fläche in der Vakuumregion zwischen Tunnelspitze und Probe, die Tunnelspitze und Probe voneinander trennt:

$$M_{\mu\nu} = \frac{\hbar^2}{2m} \int d\vec{S} (\Psi_\mu^* \nabla \Psi_\nu - \Psi_\nu \nabla \Psi_\mu^*) \quad (2.4)$$

Das Tunnelmatrixelement  $M_{\mu\nu}$  mit den Zuständen  $\Psi_\nu$  der Probe und  $\Psi_\mu$  der Spitze beschreibt den Überlapp der Wellenfunktionen von Spitze und Probe.

Die Wellenfunktion für den Fall einer periodischen Probenoberfläche in einer Region vernachlässigbaren Potentials ist in allgemeiner Form gegeben durch

$$\Psi_\nu = \Omega_s^{-1/2} \sum_{\vec{G}} a_{\vec{G}} \cdot \exp[-(\kappa^2 + |\vec{\kappa}_G|^2)^{1/2} \cdot z] \cdot \exp(i \cdot \vec{\kappa}_G \cdot \vec{x}) \quad (2.5)$$

$\Omega_s$  ist das Volumen der Probe,  $\kappa$  die inverse Dämpfungslänge einer Wellenfunktion im Vakuum nach Gl. (2.1a) und  $\vec{\kappa}_G = \vec{\kappa}_\parallel + \vec{G}$  mit einem Oberflächenwellenvektor  $\vec{\kappa}_\parallel$  und einem reziproken Gittervektor  $\vec{G}$ .

Da die mikroskopische Struktur der Tunnelspitze nicht genau bekannt ist, lassen sich auch die Wellenfunktionen der Tunnelspitze nicht exakt angeben. Der Apexbereich der Spitze läßt

sich jedoch näherungsweise beschreiben durch ein sphärisches Potential mit dem Radius  $R$  am Ort  $\vec{r}_0$  und die Kugelwellenfunktionen

$$\Psi_\mu = \Omega_i^{-1/2} \cdot \kappa \cdot R \cdot \exp(\kappa \cdot R) \cdot \frac{\exp(-\kappa|\vec{r} - \vec{r}_0|)}{\kappa|\vec{r} - \vec{r}_0|}, \quad (2.6)$$

wobei  $\Omega_i$  das Spitzenvolumen und  $\kappa$  wiederum die inverse Dämpfungslänge nach Gl. (2.1a) angeben. Für die Austrittsarbeit der Tunnelspitze und der Probe wird zunächst der gleiche Wert angenommen.

Einsetzen der Wellenfunktionen von Tunnelspitze und Probe in Gl. (2.4) und eine weitere Berechnung ergibt für das Tunnelmatrixelement

$$M_{\mu\nu} = \frac{\hbar^2}{2m} \cdot 4\pi \cdot \kappa^{-1} \cdot \Omega^{-1/2} \cdot \kappa \cdot R \cdot \exp(\kappa \cdot R) \cdot \Psi_\nu(\vec{r}_0) \quad (2.7)$$

und damit als Endergebnis für den Tunnelstrom nach Gl. (2.3)

$$I = \frac{32\pi^3}{\hbar} \cdot e^2 \cdot U \cdot \varphi^2 \cdot D_t(E_F) \cdot R^2 \cdot \kappa^4 \cdot \exp(2 \cdot \kappa \cdot R) \cdot \rho_s(\vec{r}_0, E_F) \quad (2.8)$$

mit der Oberflächenzustandsdichte

$$\rho_s(\vec{r}_0, E_F) = \sum_\nu |\Psi_\nu(\vec{r}_0)|^2 \cdot \delta(E_\nu - E_F) \quad (2.8a)$$

am Ort  $\vec{r}_0$  bei der Fermienergie  $E_F$ . Für die Aufenthaltswahrscheinlichkeit der Elektronen außerhalb der Probenoberfläche gilt

$$|\Psi_\nu(\vec{r}_0)|^2 \sim \exp(-2 \cdot \kappa \cdot (R + s))$$

Diese Beziehung führt in Verbindung mit Gl. 2.8 wieder auf die bereits mit der eindimensionalen Betrachtung in Gl. (2.1) erhaltene exponentielle Abstandsabhängigkeit des Tunnelstromes

$$I \sim U \cdot \exp(-2 \cdot \kappa \cdot s)$$

Im Konstantstrom-Betrieb werden mit dem Rastertunnelmikroskop nach Gl. (2.8) also Konturen konstanter Oberflächenzustandsdichte um die Fermienergie  $E_F$  am Ort der Spitze  $\vec{r}_0$  abgebildet. Eine Betrachtung der Gleichung (2.8) ergibt, daß die Auflösung des RTM bestimmt ist durch das Verhalten von  $\rho_s(\vec{r}_0, E_F)$  und den Radius  $R$  der Tunnelspitze. Durch eine nähere Betrachtung der Oberflächenzustandsdichte  $\rho_s(\vec{r}, E_F)$  erhalten Tersoff und Hamann [2.3] für

die maximale Auslenkungsamplitude  $\Delta$  der Tunnelspitze im Konstantstrombetrieb, die als Korrugation bezeichnet wird, die Abschätzung

$$\Delta \approx 2 \cdot \kappa^{-1} \cdot \exp\left(-\frac{G_l^2}{4 \cdot \kappa} \cdot z\right), \quad (2.9)$$

wobei  $G_l$  der Betrag des kleinsten reziproken Oberflächengittervektors ist. Gl. (2.9) bedeutet eine exponentielle Abhängigkeit der Korrugation  $\Delta$  vom Abstand zur Probenoberfläche, die Abfalllänge ins Vakuum hängt dabei von der Gitterkonstante der Oberfläche ab. Für die Auflösung des RTM finden Tersoff und Hamann [2.3] schließlich die Beziehung

$$a \approx 1.66 \cdot \left(\frac{R+s}{\kappa}\right)^{1/2}. \quad (2.10)$$

Die inverse Dämpfungslänge  $\kappa$  aus Gl. (2.1a) nimmt für eine Austrittsarbeit  $\varphi = 4.5 \text{ eV}$  den Wert  $11 \text{ nm}^{-1}$  an. Im Fall  $R \gg s$  wird die Auflösung vom Spitzenradius  $R$  bestimmt, ist jedoch nach wie vor kleiner als  $R$ .

Die höchste Auflösung wird erreicht, wenn der Tunnelstrom von einem einzelnen Atom der Tunnelspitze getragen wird, das seine Position während der Abbildung nicht ändert. Für eine Wolframspitze mit einem solchen stabilen Tunnelatom ergibt sich nach Gl. (2.10) für einen Atomradius  $R_{\text{Wolfram}} = 0.135 \text{ nm}$  und einen Tunnelabstand  $s = 0.4 \text{ nm}$  eine Auflösung von  $a \approx 0.37 \text{ nm}$ . Aus den theoretischen Überlegungen von Tersoff und Hamann [2.3, 2.4] mußte daher gefolgert werden, daß auf dichtest-gepackten Metalloberflächen mit Abständen von  $2.5 - 3 \text{ \AA}$  zwischen nächsten Nachbaratomen keine atomare Auflösung möglich ist.

Nachdem diese Vorhersage durch RTM-Untersuchungen an verschiedenen Metallen widerlegt werden konnte [2.7 - 2.10], wurde von Chen [2.11 - 2.13] eine Theorie vorgestellt, die die Struktur der Zustände der Elektronen an der Fermikante berücksichtigt. Als Material für Tunnelspitzen werden gewöhnlich d-Band-Metalle wie Wolfram, Platin und Iridium verwendet. Zum Beispiel Wolfram, das bei allen oben genannten RTM-Untersuchungen an Metallen verwendet wurde, neigt sehr dazu, an seiner Oberfläche stark lokalisierte  $d_z$ -Orbitale auszubilden. Im Modell von Chen [2.11] folgt nun der Kern des Spitzenapex-Atoms mit seinem stark lokalisierten Oberflächenzustand der Kontur, die durch die Ableitungen der Oberflächenwellenfunktionen der Probe gegeben ist. Diese zeichnet sich durch eine größere atomare Korrugation als die der Oberflächenzustandsdichte am Fermineiveau aus. Die Theorie von Chen veranschaulicht quantitativ die Beobachtung einzelner Atome auf dichtest-gepackten Metalloberflächen.

Das aus der Theorie von Tersoff und Hamann abgeleitete Ergebnis, daß mit dem RTM im Konstantstrombetrieb Konturen konstanter Oberflächenzustandsdichte abgebildet werden,

bleibt dabei prinzipiell unangetastet. Die differenziertere Betrachtung der elektronischen Zustände der Tunnelspitze im Modell von Chen gibt jedoch eine Erklärung für die atomare Auflösung auf dichtest-gepackten Metalloberflächen und für die experimentelle Erfahrung, daß mit Tunnelspitzen vermeintlich gleicher Güte unterschiedlich gute Ergebnisse bei der lateralen Auflösung auf atomarer Skala erzielt werden.

Lang wählt in seinen theoretischen Überlegungen [2.14 – 2.17] den Weg, die Tunnelspitze als einzelnes adsorbiertes Atom auf einer der beiden im Jellium-Modell beschriebenen Metalloberflächen zu beschreiben. Er zeigt, daß die chemischen Eigenschaften der adsorbierten Atome sich charakteristisch auf das Verhalten des Tunnelstromes auswirken [2.14,2.15]. Darüber hinaus ergibt sich nach dem Modell von Lang [2.16,2.17] für Tunnelabstände kleiner als  $3\text{Å}$ , daß die exponentielle Abstandsabhängigkeit des Tunnelstromes in ein Stromplateau einmündet. Diese Überlegungen werden in Verbindung mit experimentellen Ergebnissen in Abschnitt 6.2.1 näher betrachtet.

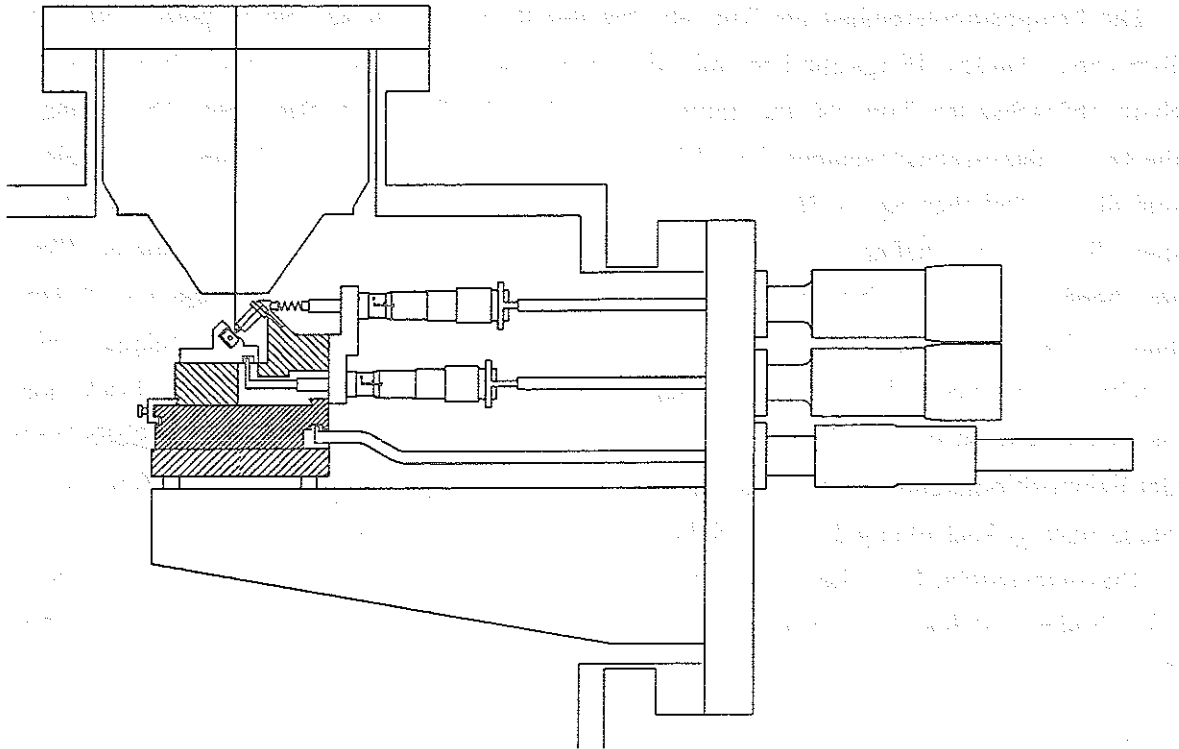
### 3 Planung des UHV-Systems mit REM/RTM-Kombination

Da im Jahr 1989 kein kommerzielles RTM verfügbar war, das in Verbindung mit einem REM im Ultrahochvakuum arbeitet, mußte ein solches Gerät entwickelt werden. Für den Einsatz im UHV müssen alle Einzelteile des RTM aus UHV-verträglichen Materialien gefertigt sein und in ihren Konstruktionsdetails den dort erforderlichen vakuumtechnischen Kriterien genügen. Weiter müssen die in der Präparationskammer hergestellten Proben mit einem Probentransfersystem ins RTM übergeben werden können. Die Kombination eines RTM mit einem REM stellt darüber hinaus eine Reihe von Anforderungen an den mechanischen Aufbau des RTM:

1. Das RTM muß extrem unempfindlich gegenüber mechanischen Störungen sein, da ein gleichzeitiger Betrieb des REM keine zusätzliche Dämpfung des RTM zuläßt.
2. Der Mechanismus der Grob- und Feinannäherung von Tunnelspitze und Probe darf die Sekundärelektronenabbildung mit dem REM nicht beeinflussen.
3. Um den Arbeitsabstand für die REM-Abbildung klein zu halten, muß das RTM unmittelbar unter dem Polschuh des REM angeordnet sein.
4. Probe und Piezostellglied müssen so angeordnet sein, daß der vertikal einfallende Elektronenstrahl den zu untersuchenden Probenbereich erreicht und der Sekundärelektronendetektor (SE-Detektor) einen guten Zugriff auf die Sekundärelektronen besitzt.

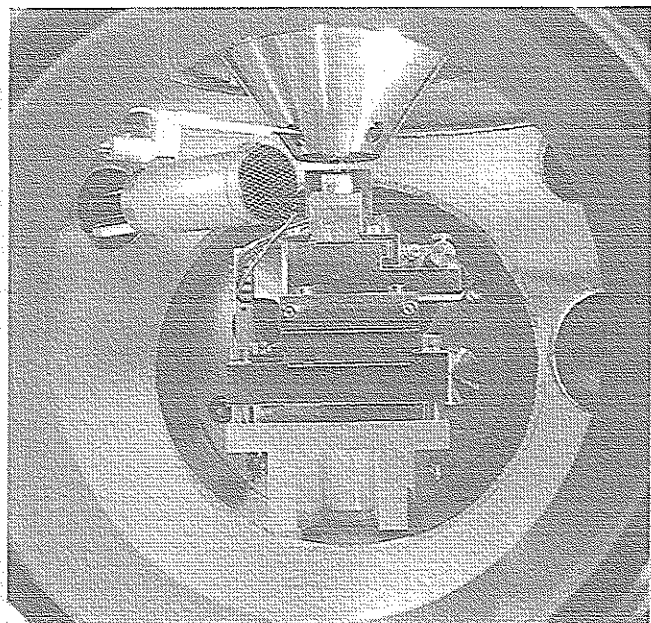
#### 3.1 Konstruktion und Aufbau des Rastertunnelmikroskopes

Abbildung 3.1 zeigt den mechanischen Aufbau des für die Kombination mit einem REM im UHV neu konstruierten RTM. Das RTM wurde so konstruiert, daß die Probe möglichst nah unter dem Polschuh des RTM sitzt, da die Auflösung des Rasterelektronenmikroskopes mit zunehmendem Arbeitsabstand linear abnimmt. Der Winkel zwischen dem Elektronenstrahl und der Flächennormalen der Probe, der als Einfallswinkel bezeichnet wird, wurde auf  $45^\circ$  festgelegt. Der SE-Detektor ist so angeordnet, daß der direkte Blick mit dem REM auf die Probe insbesondere im Bereich der angenäherten Tunnelspitze möglich ist. Die Flächennormalen der Detektorfläche und der Probe schließen ebenfalls einen Winkel von  $45^\circ$  ein. Der SE-Detektor wurde wie in Abb. 3.2 mit einem zusätzlichen Absauggitter versehen. Das Anlegen einer positiven Spannung in der Größenordnung von bis zu einigen 100V ermöglicht unter dem Einfluß des elektrostatischen Feldes eine Beschleunigung der Sekundärelektronen in Richtung auf den Szintillator [3.1].



**Abb. 3.1:** Aufbau des UHV-RTM: Das RTM sitzt auf einem x-y-Probentisch, der mit zwei UHV-Lineardurchführungen bedient wird. Der Arbeitsabstand des REM in dieser Anordnung ist fest und beträgt 20mm.

**Abb. 3.2:** Position des RTM und des SE-Detektors unter dem Polschuh des REM. Der SE-Detektor wurde mit einem Absauggitter versehen.



### 3.1.1 Aufbau der Feinpositioniereinheit des RTM

Die Feinpositioniereinheit der Tunnelspitze des RTM besteht aus einem piezoelektrischen Röhrrchen. Dieses Piezoröhrrchen mit der Tunnelspitze wurde so angeordnet, daß die Symmetrieachse der Tunnelspitze normal zur Probenoberfläche ist. Bei dieser Anordnung ist die Größe des Arbeitsabstandes des REM mindestens gleich dem  $1/\sqrt{2}$ -fachen der Piezolänge und der zusätzlichen Spitzenlänge; es wurde ein Arbeitsabstand von 20mm realisiert. Da mit dem RTM ausschließlich Messungen bei hohen Vergrößerungen -auf atomarer Skala- durchgeführt werden sollen, wurde ein "kurzes" Piezoröhrrchen mit einer Länge  $L = 12.7$  mm und einem Außendurchmesser  $d = 6.35$  mm gewählt. Bei Verwendung eines Hochspannungsverstärkers mit einer maximalen Ausgangsspannung von  $U = \pm 148$  V kann damit ein Bereich von  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$  abgerastert werden. Im Zusammenhang mit der Kalibrierung der Feinpositioniereinheit werden in Abschnitt 3.3 Beziehungen für die Längenausdehnung und die x- bzw. y-Auslenkung des piezoelektrischen Röhrrchens angegeben.

Piezoelektrische Röhrrchen eignen sich unter anderem als Rastereinheit, da sie sowohl für die Längenausdehnung als auch für die Verbiegung des Röhrrchens eine ausreichend hohe Resonanzfrequenz besitzen. Nach Taylor [3.2] sind die zugehörigen Resonanzfrequenzen eines nicht belasteten Röhrrchens gegeben durch

$$\omega_z(0) = \frac{\pi}{2} \cdot \frac{1}{2 \cdot L \cdot \sqrt{\rho \cdot s_{11}}} \quad (3.1)$$

und

$$\omega_x(0) \approx \left( \frac{1.88}{L} \right)^2 \cdot \frac{r}{\sqrt{2 \cdot \rho \cdot s_{11}}} \quad (3.2)$$

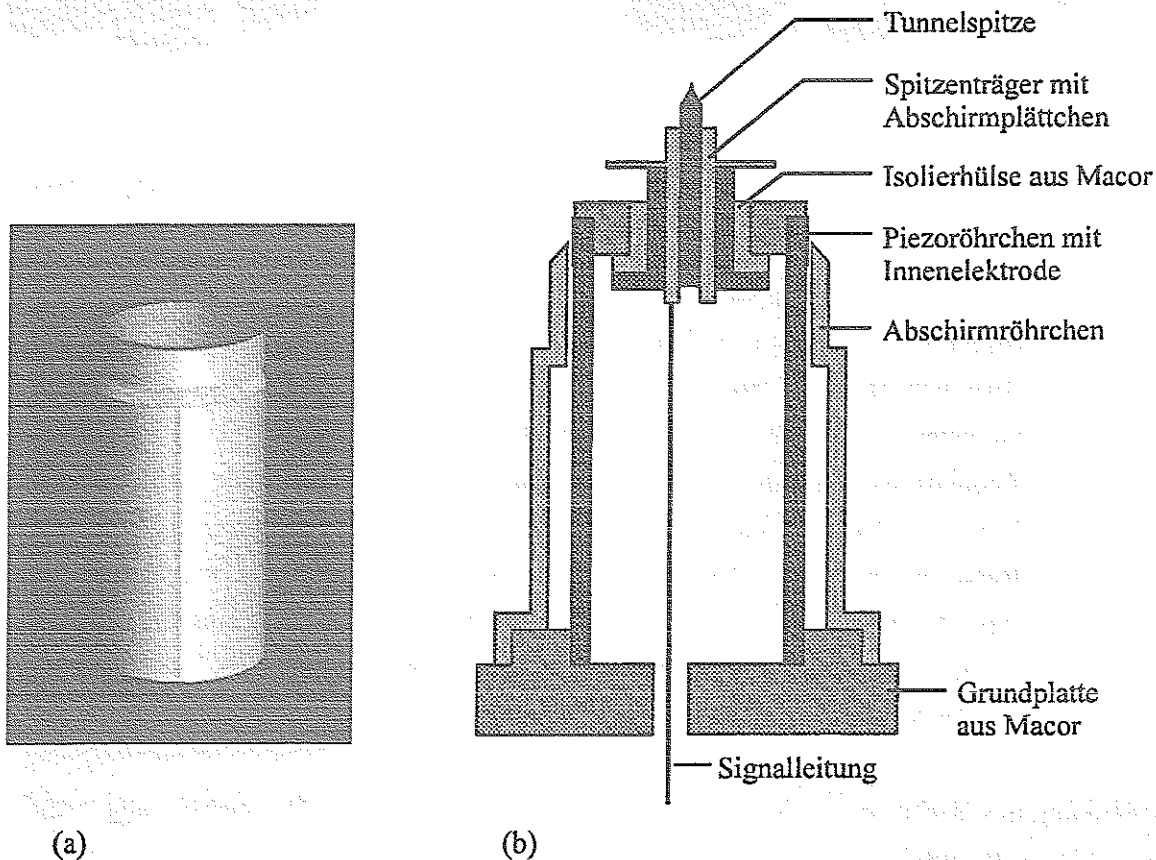
Mit den Materialkonstanten  $\rho$  und  $s_{11}$  sowie mit der Länge  $L$  und dem Radius  $r$  des piezoelektrischen Röhrrchens gemäß Anhang 1 ergibt sich  $\omega_z(0) = 58$  kHz und  $\omega_x(0) = 21$  kHz. Durch eine zusätzliche Masse am Röhrrchenende werden diese Resonanzfrequenzen verkleinert. Die Masse der am Ende des Piezoröhrrchens angebrachten Spitzenhalterung mit eingebauter Tunnelspitze beträgt etwa 0.3g. Damit ergibt sich mit der Querschnittsfläche  $A$  des Piezoröhrrchens für das Verhältnis dieser zusätzlichen Masse und der Masse des Piezoröhrrchens

$$\mu = \frac{m}{\rho \cdot A \cdot L}$$

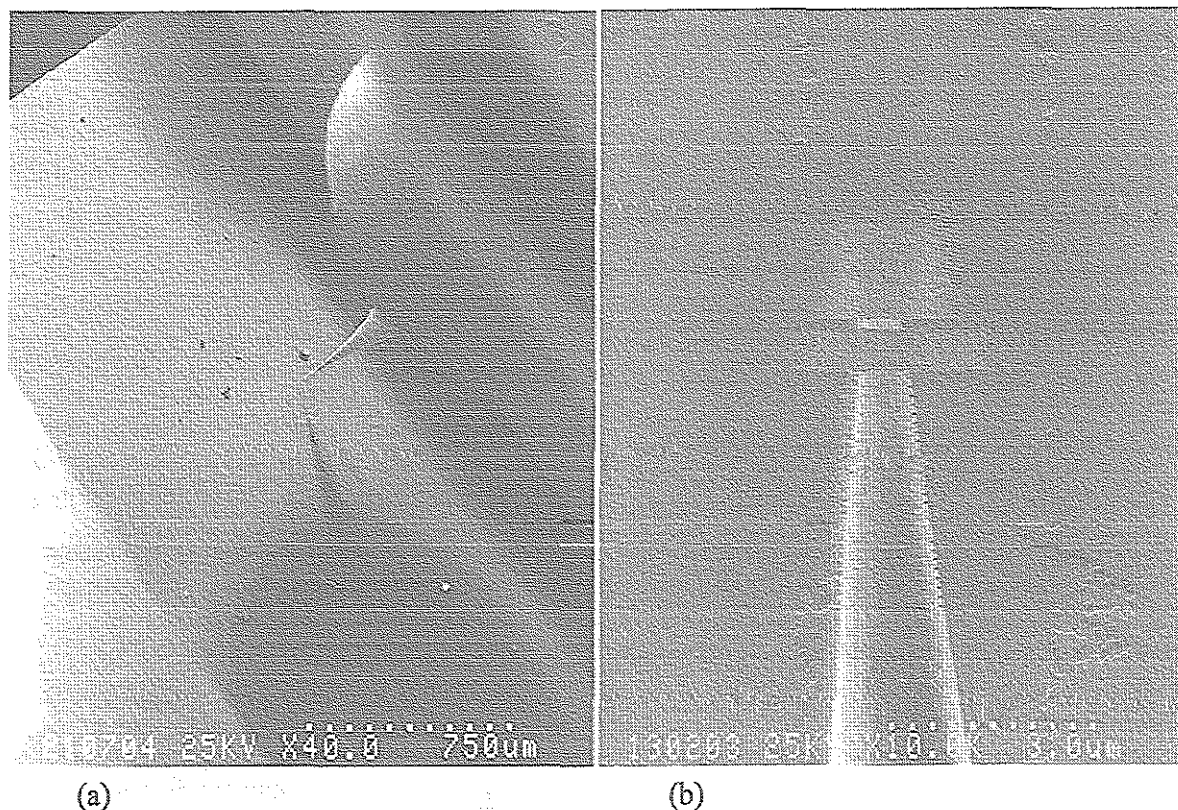
ein Wert von  $\mu = 0.34$ . Dieses Massenverhältnis ergibt nach Berechnungen von Taylor [3.2] für den "beladenen" Zustand als Resonanzfrequenz für die Längenausdehnung 45kHz und für die Verbiegung des Röhrrchens 14kHz. Experimentell wurden für die Feinpositioniereinheit

Resonanzfrequenzen von 49.3kHz und 14.8kHz (vgl. Abb. 3.4b) bestimmt, so daß eine Übereinstimmung mit den Berechnungen von Taylor [3.2] festgestellt wird.

Die Anordnung der Elektroden des Piezoröhrchens ist in Abb. 3.3a dargestellt. Das Piezoröhrchen besitzt eine Innenelektrode, die wie das Mikroskop selbst auf Masse liegt. An dem Ende des Röhrchens, an dem die Halterung für die Tunnelspitze angebracht ist, ist die Innenelektrode nach außen herumgeführt. Das Anlegen einer negativen Spannung an alle vier Außenelektroden des Piezoröhrchens führt zu einer Verlängerung des Röhrchens, eine positive Spannung bewirkt eine Verkürzung des Piezoröhrchens. Die Außenelektrode des Piezoröhrchens ist durch vier 0,25mm breite und jeweils um 90° versetzte Ausfräsungen in Piezolängsrichtung in vier Quadranten unterteilt. Um die Tunnelspitze über einen rechteckigen Probenausschnitt zu führen, werden auf diese vier Elektroden zusätzlich Spannungen für die Auslenkung der Tunnelspitze in x-Richtung und in y-Richtung aufgemischt. Für die x-Richtung werden zwei nebeneinander liegende Elektroden mit einer Spannung  $U_x^+$  und die beiden gegenüberliegenden Elektroden symmetrisch mit einer Spannung  $U_x^-$  angesteuert. Zur



**Abb. 3.3:** (a) Piezoelektrisches Röhrchen mit einseitig herausgeführter Innenelektrode und vier Außenelektroden (b) Aufbau der Feinpositioniereinheit mit Piezoröhrchen, Halterung der Tunnelspitze und Abschirmröhrchen



**Abb. 3.4:** (a) REM-Abbildung des RTM-Annäherungsprozesses einer elektrolytisch hergestellten Wolfram-Tunnelspitze an eine Silizium(111)-Probe. Die Probe ist mit zwei Klemmstreifen am Probenwürfel befestigt (vgl. Abb 3.18).  
 (b) REM-Abbildung einer Wolfram-Tunnelspitze in Resonanz angeregt durch x-Ansteuerung des Piezoröhrchens mit einer sinusförmigen Wechselspannung, die zu einer Auslenkung der Tunnelspitze um  $\pm 100\text{nm}$  führt. Die Anregungsfrequenz wurde während der Aufzeichnung des Bildes verändert. Die "obere" Resonanz tritt bei einer Frequenz von  $1925\text{Hz}$  auf und ist der niedrigsten Resonanzfrequenz des vorderen Spitzenbereiches zuzuordnen, die typischerweise in dieser Größenordnung liegt [3.3]. Eine entsprechende x-Ansteuerung mit einer Frequenz von  $14.8\text{kHz}$  erzeugt die "untere" Resonanz, die der Verbiegung des Piezoröhrchens zuzuordnen ist.

Auslenkung in y-Richtung werden entsprechende Spannungen auf um  $90^\circ$  gedreht angeordnete Elektroden aufgemischt.

Zur Erzeugung eines Druckes von  $p = 1 \cdot 10^{-10}$  mbar in der REM/RTM-Kammer muß die Kammer nach jedem Belüftungsvorgang für mehrere Stunden bei einer Temperatur von  $T=120^\circ\text{C}$  ausgeheizt werden. Um eine temperaturbedingte Depolarisierung des piezoelektrischen Röhrchens auszuschließen, wurde mit PZT-5A eine Piezokeramik mit einer hohen

Curie-Temperatur von 350°C ausgewählt, und es wurde eine Verringerung der Auslenkung um etwa 40 Prozent aufgrund der kleineren piezoelektrischen Konstante  $d_{31}$  von PZT-5A in Kauf genommen.

Die Feinpositioniereinheit ist wie in Abb. 3.3b auf einer Grundplatte aus der isolierenden Keramik Macor aufgebaut. Für das Piezoröhrchen ist dort eine runde Einlassung vorgesehen. Die Signalleitung für den Tunnelstrom verläuft im Piezoinneren abgeschirmt durch die auf Massepotential liegende Innenelektrode. Das Abschirmplättchen am Spitzenträger hat speziell die Aufgabe, bei gleichzeitigem Betrieb von REM und RTM eine Aufladung der Isolierhülse durch Rückstreuelektronen zu vermeiden. Um Störungen durch die Ansteuerspannungen des Piezoröhrchens von bis zu  $\pm 148\text{V}$  abzuschirmen, ist das Piezoröhrchen selbst von einem auf Massepotential liegenden Abschirmröhrchen umgeben. Die Einzelteile der Spitzenhalterung und das Piezoröhrchen sind mit UHV-tauglichem Kleber verbunden, lediglich der Spitzenträger wird in die Halterung eingeschraubt.

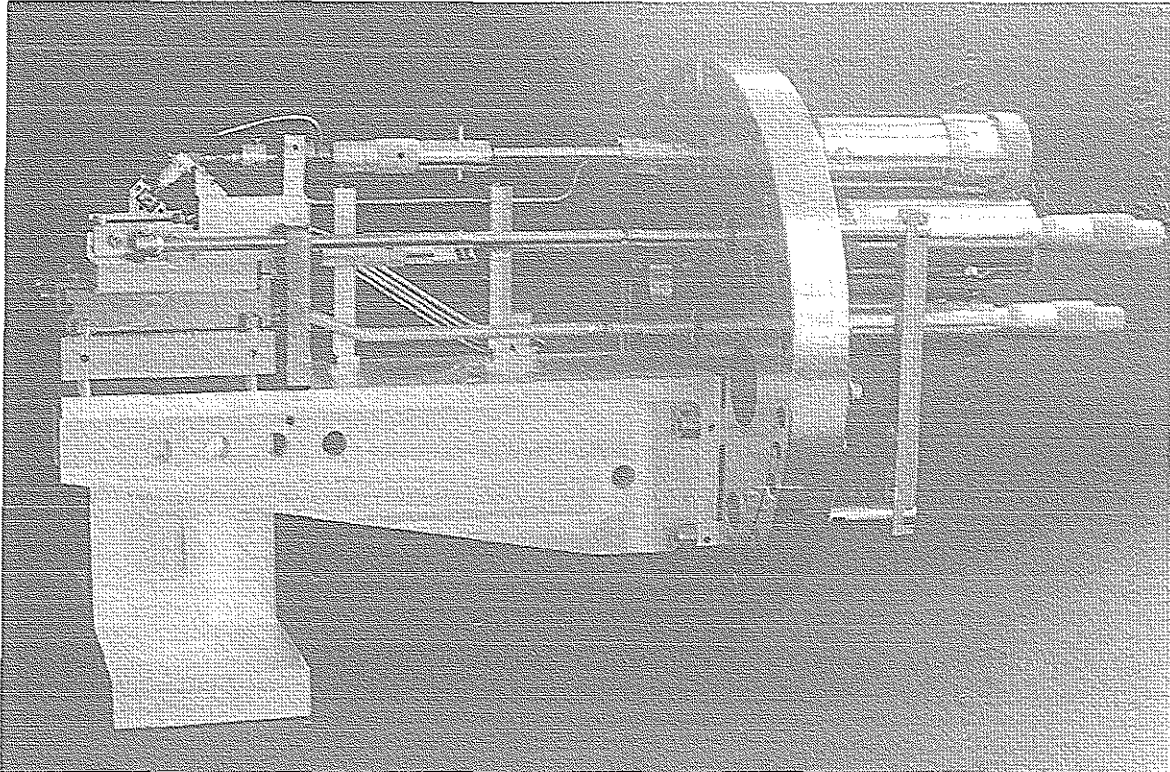
Bei der Konstruktion der Halterung für die Tunnelspitze sind ferner folgende Dinge zu berücksichtigen:

- (1) Damit eine Abbildung mit dem REM möglich ist, darf die Halterung nicht in den Weg des Primärelektronenstrahls ragen.
- (2) Der Lichtweg des Teleskopmikroskopes zur Kontrolle der Grobannäherung darf nicht verdeckt werden.
- (3) Die Masse der Spitzenhalterung sollte so klein wie möglich sein, damit die Resonanzfrequenz der Feinpositioniereinheit nicht zu stark verkleinert wird (siehe oben).

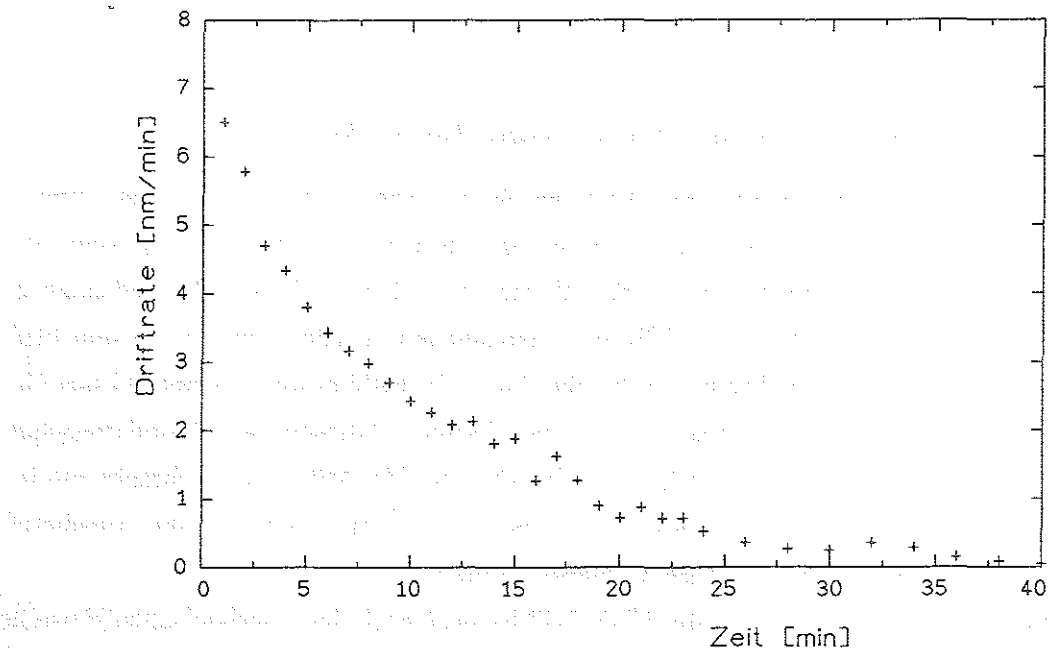
### 3.1.2 Funktionsweise und Charakterisierung des RTM

Bei der Grobannäherung wird der Probenschlitten samt Probe mit der unteren Mikrometerschraube bei gleichzeitiger Beobachtung mit einem Lichtmikroskop oder dem REM an die Tunnelspitze angenähert, bis der Abstand zwischen Probe und Tunnelspitze nur noch wenige  $10\mu\text{m}$  beträgt. Zur anschließenden Feinannäherung von Tunnelspitze und Probe ist der Vorschub der oberen Mikrometerschraube durch ein Federsystem, bestehend aus einer weichen Schraubenfeder aus Federstahl und einer harten Blattfeder aus Kupferberyllium, untersetzt. Die Federn wurden so gewählt, daß eine Drehung der Mikrometerschraube um  $0.5^\circ$  etwa einem Vorschub von  $20\text{nm}$  entspricht. Bei arbeitendem Regelkreis wird die Annäherung in kleinen Schritten durchgeführt, bis ein Tunnelstrom fließt.

Zur Charakterisierung der z-Drift des UHV-RTM wurde nach dem mechanischen Einstellen eines Tunnelkontaktes bei einer neuen Probe der zeitliche Verlauf des Regelsignales gemessen. Unmittelbar nach einem Annäherungsprozeß ist die z-Driftrate mit etwa  $7\text{nm}/\text{min}$  zunächst hoch. Sie nimmt wie in Abb. 3.6 mit der Zeit ab und geht dann gegen einen Wert von wenigen



**Abb. 3.5:** UHV-RTM mit x-y-Verschiebetisch



**Abb. 3.6:** Zeitlicher Verlauf der Driftrate des UHV-RTM normal zur Probenoberfläche nach dem mechanischen Einstellen eines Tunnelkontaktes

Hundertstel nm/min. Die anfänglich große Drift ist auf eine Relaxation in der Federunterstützung zurückzuführen und wird von einer schwächeren Temperaturdrift normal zur Probenoberfläche überlagert. Diese Temperaturdrift bestimmt für größere Zeiten die Stabilität des Tunnelkontaktes, sie kann ihr Vorzeichen ändern und die zugehörige Driftrate ist kleiner als 0.05nm/min. Wenn die Tunnelspitze nach einer Messung nur wenig zurückgezogen wird, wird diese Spezifikation bereits nach wenigen Minuten wieder erreicht. Für die Drift in lateraler Richtung besitzt das RTM ebenfalls eine Driftrate kleiner als 0.05nm/min.

Die Funktionstüchtigkeit des neu konzipierten Rastertunnelmikroskopes in Abb. 3.1 wurde zunächst durch den Betrieb eines an Luft arbeitenden Prototyps bestätigt. So konnten unter anderem mit dem in Abb. 3.7 abgebildeten Prototyp bei der Hannover-Messe Industrie 1991 auf einem Messestand ohne zusätzliche Dämpfungsmaßnahmen Bilder mit atomarer Auflösung auf HOPG aufgenommen werden.

Für den Einsatz des Rastertunnelmikroskopes in Verbindung mit einem Rasterelektronenmikroskop im Ultrahochvakuum wurde die Neukonstruktion eines Probenstisches für das REM erforderlich. Zugunsten einer höheren Stabilität des Aufbaus wurde anders als bei Standard-Probenstischen für den Betrieb im Hochvakuum auf drei Freiheitsgrade verzichtet. Eine Drehung, eine Neigung und eine z-Bewegung der Probe sind nicht möglich, es wurde ausschließlich die x-y-Bewegung des RTM mit Probe unter dem Elektronenstrahl

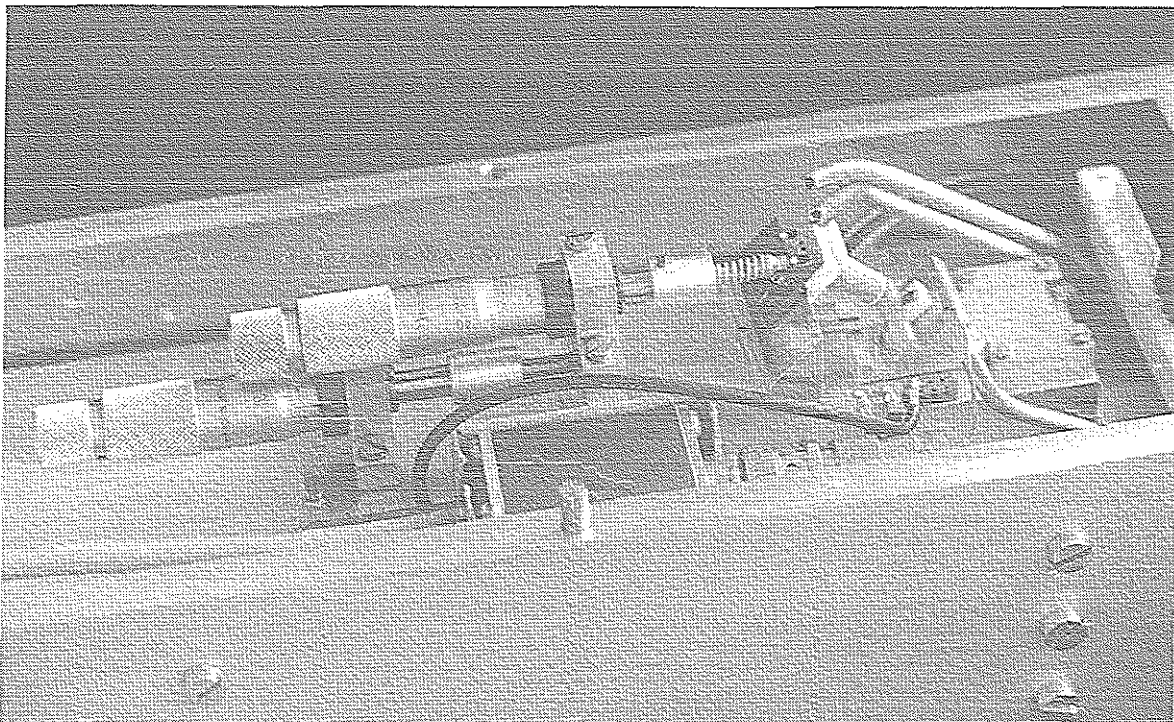


Abb. 3.7: Testversion des neu konstruierten Rastertunnelmikroskopes für den Betrieb bei Umgebungsbedingungen

realisiert. Die beiden Tische zur x- und y-Verschiebung sind auf einem 28,5cm langen Aluminiumträger mit U-förmigem Profil angeordnet und laufen jeweils in einer Schwalbenschwanzführung. Der Träger ist mit vier Schrauben am DN200CF-Flansch befestigt. Da die Führungen ausschließlich mit Molybdändisulfid behandelt werden können, wurde jeweils eine seitliche Führung pro Tisch so konstruiert, daß die Anpreßkraft mit kleinen Spiralfedern eingestellt werden kann, bis eine optimale Bewegung möglich ist. Die beiden Tische werden mit zwei UHV-Lineardurchführungen am RTM-Flansch bewegt.

## 3.2 Elektronik

Zur Ansteuerung der Feinpositioniereinheit und für den geregelten Betrieb des Rastertunnelmikroskopes bei konstantem Tunnelstrom dient jeweils eine Baueinheit, die in den nachfolgenden Abschnitten 3.2.1 und 3.2.2 näher beschrieben werden. Diese beiden Baueinheiten werden mit einem zum IBM PC/AT kompatiblen Rechner über die vier analogen Ausgabekanäle zu je 12 Bit einer Meßdaten-Erfassungskarte von Burr-Brown [3.4] mit zwei Spannungsrampen für die Auslenkung der Tunnelspitze in x- und y-Richtung, der Tunnelspannung bzw. einer Spannungsrampe für den Spektroskopiebetrieb und eine weitere Spannung, mit der die Schnelligkeit des Regelkreises beeinflusst werden kann, versorgt. Zur Datenerfassung besitzt die Meßdaten-Erfassungskarte ein Modul mit acht analogen, gemultiplexten Eingabekanälen mit jeweils 12 Bit Auflösung.

Zur Steuerung und Datenerfassung wird ein von Göddenhenrich [3.5] in Turbo-Pascal 5.0 geschriebenes Programm verwendet, das eine anschließende Bearbeitung und Darstellung der Meßdaten in einem zweidimensionalen Graustufenmodus oder einem dreidimensionalen Darstellungsmodus ermöglicht. Im Graustufenmodus können Datensätze mit bis zu  $300 \times 300$  Bildpunkten mit 64 Graustufen pro Bildpunkt dargestellt werden.

### 3.2.1 Elektronik zur Ansteuerung der Feinpositioniereinheit

Mit dem Rechner wird jeweils für das zeilenweise Abrastern der Probe in x- und in y-Richtung eine Spannungsrampe von -10V bis +10V mit einer Auflösung von 4096 Schritten vorgegeben. Mit dem Programm kann die Zahl der gewünschten Bildpunkte bis zu einer maximalen Zahl von  $300 \times 300$  Bildpunkten vorgegeben werden. Die beiden Spannungsrampen für die x- und y-Ansteuerung werden entsprechend dem Schaltplan der Elektronik zur Ansteuerung der Feinpositioniereinheit in Anhang 2 auf alle vier Außenelektroden des piezoelektrischen Röhrchens (vgl. Abschnitt 3.1.1) aufgemischt. So wird beispielsweise die Spannung der x-Rampe an den Ausgängen  $x_1$  und  $x_2$  unverändert und an den Ausgängen  $x_3$

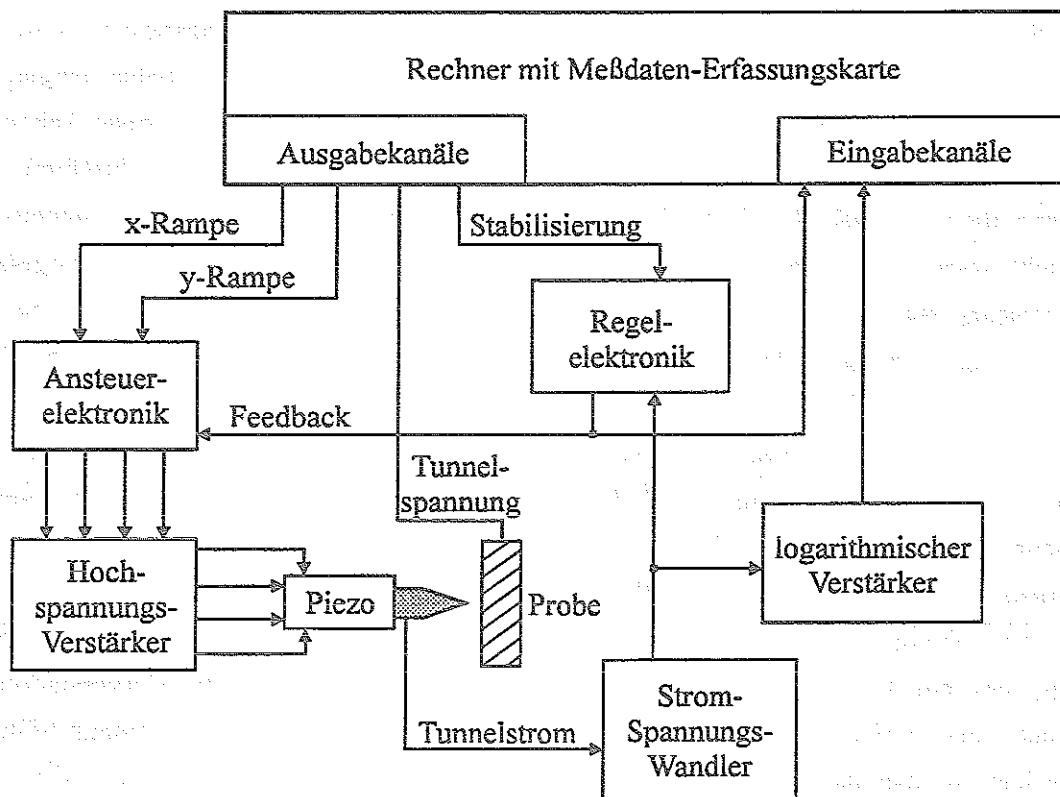


Abb. 3.8: Blockschaltbild der RTM-Elektronik

und  $x_4$  mit umgekehrtem Vorzeichen ausgegeben. Die Größe des abgerasterten Probenbereiches kann mit zwei Spannungsteilern an der Ansterelektronik bestimmt werden. Für die Abbildung größerer Probenausschnitte können die Spannungen der Ausgänge  $x_1$  bis  $x_4$  zur Piezoansteuerung mit einem neu konzipierten Hochspannungsverstärker aufgebaut mit Hochspannungs-Operationsverstärker 3582J von Burr-Brown um einen Faktor 14,8 auf maximal  $\pm 148\text{V}$  verstärkt werden. Damit läßt sich ein Probenausschnitt mit einer Größe bis zu  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$  abrastern. Innerhalb dieses Probenausschnittes ist ein Verschieben des Rasterfensters durch das Aufaddieren zweier variabler Offsetspannungen möglich.

### 3.2.2 Regelelektronik

Die Regelelektronik wurde aus einer Schaltung von Anders [3.6] weiterentwickelt und für die eigenen Meßanforderungen modifiziert.

Bei einer Messung mit dem RTM wird der Tunnelstrom zunächst im Vorverstärker in eine Spannung umgewandelt. Der Vorverstärker besteht aus einem FET-Operationsverstärker (OPA-111 von Burr-Brown) mit einer hohen Eingangsimpedanz von  $10^{13}\Omega$ , der im Feedbackkreis wahlweise mit einem Widerstand von  $10\text{M}\Omega$ - $200\text{M}\Omega$  beschaltet ist. Dieser

Strom-Spannungswandler liefert für einen Tunnelstrom von 1nA eine Ausgangsspannung von 10mV-200mV. Im Konstant-Flughöhenbetrieb wird diese Spannung unmittelbar eingelesen. Beim geregelten Betrieb wird die Spannung in der Regelelektronik (Schaltplan siehe Anhang 3) in einem Mehrfachsubtrahierer von einer vorgegebenen Sollspannung  $U_0$  subtrahiert. Die Differenz, die der Regelabweichung des durch  $U_0$  vorgegebenen Sollstroms vom Tunnelstrom entspricht, wird einem  $I$ -Regler, einem Integrator mit variabler Zeitkonstante [3.7], zugeführt. Das Ausgangssignal des  $I$ -Reglers dient als Stellgröße und wird zur Steuerung des Tunnelabstandes mit Hilfe der Ansteuerelektronik auf die vier Elektroden des Piezoröhrchens addiert. Auf diese Weise wird der Tunnelabstand so eingeregelt, daß die Abweichung der zum Tunnelstrom proportionalen Spannung von der vorgegebenen Sollgröße  $U_0$  minimal wird.

Die Geschwindigkeit, mit der die Meßpunkte mechanisch angefahren werden, bestimmt die Meßdauer eines Bildes. Bei dieser Betrachtung sind die Frequenzen der mechanischen Eigenresonanzen der Feinpositioniereinheit zu berücksichtigen (vgl. Abschnitt 3.1.1).

Das hochohmige Tunnelstromkabel wurde im Vakuum isoliert in einem Edelstahlröhrchen verlegt, um ein Übersprechen der Rastersignale zu erschweren. Der Vorverstärker ist außerhalb der Vakuumkammer unmittelbar hinter der Einfach-UHV-Stromdurchführung angeordnet, so daß das Tunnelstromkabel im Vakuum eine Länge von 25cm besitzt. Dies wurde in Kauf genommen, da so eine Änderung der Beschaltung des Strom-Spannungswandlers ohne einen mit Belüftung der UHV-Kammer verbundenen Ausbau des Rastertunnelmikroskopes vorgenommen werden kann.

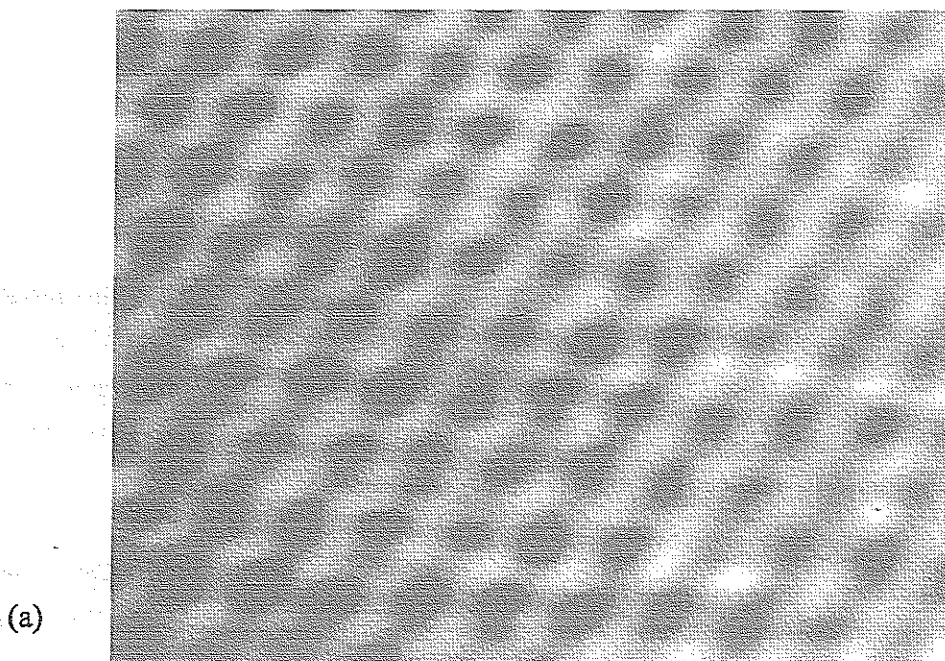
Um bei der Verarbeitung des Tunnelstromsignals in der Regelelektronik und der Elektronik zur Ansteuerung der Feinpositioniereinheit des RTM 50Hz-Störungen aus dem Netz auszuschließen, werden die Versorgungsspannungen für den Vorverstärker, die Regelelektronik und die Elektronik zur Ansteuerung der Feinpositioniereinheit unabhängig vom Netz durch einen Akkumulator geliefert. Dies wirkt sich bei empfindlichen Messungen insbesondere dann positiv aus, wenn die Tunnelspannung nicht vom Rechner, sondern direkt mit der Regelelektronik vorgegeben wird.

### 3.3 Kalibrierung der Feinpositioniereinheit des Rastertunnelmikroskopes

Die laterale Kalibrierung des Feinpositionierers wurde für kleine Auslenkungen an atomar aufgelösten Gitterstrukturen durchgeführt. Abbildung 3.9 zeigt eine für die Kalibrierung verwendete RTM-Aufnahme der Gitterstruktur von HOPG (Highly Oriented Pyrolytic Graphite) und eine schematische Darstellung der Anordnung der Kohlenstoffatome in dieser Schichtstruktur. Innerhalb der Schichten besteht eine wabenartige Anordnung von Kohlenstoffsechseringen, in der jedes Kohlenstoffatom von drei Nachbarn in Form eines

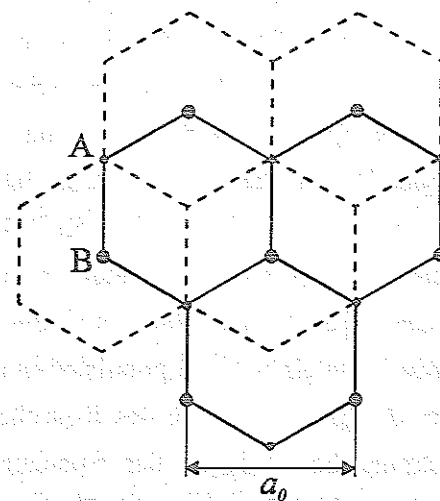
Dreiecks umgeben ist. Zwei Schichten sind so gegeneinander verschoben, daß sich jedes zweite in Abb. 3.9b mit A bezeichnete Atom eines Kohlenstoffsecherringes direkt über einem Atom der nächsttieferen Schicht befindet, während die anderen drei mit B bezeichneten Atome jeweils zentral über einem Kohlenstoffsecherring der nächsttieferen Schicht angeordnet sind. Der unterschiedliche Bindungscharakter der Kohlenstoffatome eines Kohlenstoffsecherringes führt bei genauer Betrachtung einzelner Sechseringe in der RTM-Messung in Abb. 3.9a zu einem unterschiedlichen Feedbacksignal der entsprechenden Atome.

Für größere Bildausschnitte wurde eine hexagonal angeordnete Monoschicht von

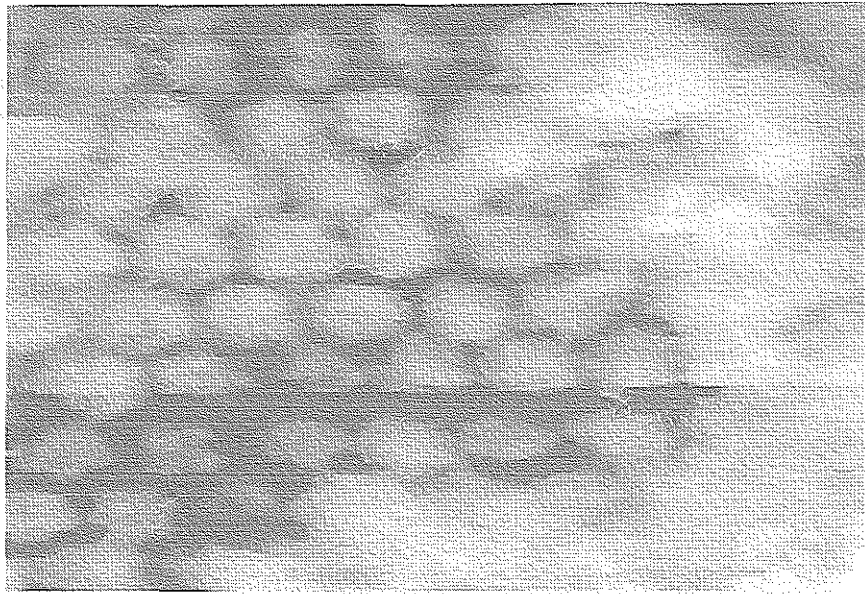


(a)

**Abb. 3.9:** (a) Atomares Gitter von HOPG aufgezeichnet im Konstantstrombetrieb mit einer Wolfram-Tunnelspitze bei  $U_T = -25\text{ mV}$  (Probe) und  $I = 0.5\text{ nA}$  im Ultrahochvakuum. Die Korrugation der Kohlenstoffatome beträgt  $1.5\text{ \AA}$ . (b) Schema zur Anordnung der Kohlenstoffatome zweier Schichten einer HOPG-Oberfläche nach [3.9]. Die Atome A und B der oberen Schicht sind als kleine und große Punkte dargestellt. Der Abstand der beiden Schichten beträgt  $c_0/2 = 3.348\text{ \AA}$ , die Gitterkonstante  $a_0$  ist  $2.456\text{ \AA}$  [3.15].



(b)



**Abb. 3.10:** RTM-Aufnahme einer HPI-Schicht mit einer elektrolytisch hergestellten Wolfram-Tunnelspitze bei  $U_T = -5\text{ mV}$  (Probe) und  $I=0.3\text{ nA}$  unter Umgebungsbedingungen [3.8]. Die Gitterkonstante der hexagonalen Anordnung beträgt  $a_0 = 18\text{ nm}$ . Die Probe wurde freundlicherweise von T. Hartmann vom MPI für Biochemie in Martinsried zur Verfügung gestellt.

Proteinmolekülen wie in Abb. 3.10 verwendet. Solche HPI-Schichten (HPI Abkürzung für hexagonally packed intermediate) sind Bestandteil der Zellwand des Bakteriums *Deinococcus radiodurans* [3.10 – 3.12]. Die hexagonale Anordnung besitzt eine Gitterkonstante  $a_0 = 18\text{ nm}$ .

Bei der Kalibrierung des Piezoröhrchens ist zu berücksichtigen, daß die Vergrößerungsfaktoren für die x- und y-Richtung unterschiedlich sind. Eine Abbildung mit dem RTM ist daher weder winkel- noch längentreu. Die experimentell bestimmten Auslenkungsfaktoren für die x- und y-Auslenkung können darüber hinaus nur dann direkt verwendet werden, wenn die Einbaulänge der Tunnelspitze bei jedem Spitzenwechsel so eingestellt wird wie bei der Kalibrierungsmessung. Die Einbaulänge ist der Abstand des Spitzenapex vom Ende des Piezoröhrchens.

Chen [3.13] berechnet auf der Basis der Elastizitätstheorie die elektromechanische Auslenkung eines radial polarisierten piezoelektrischen Röhrchens mit vier Elektroden, die sich über die gesamte Länge des Röhrchens erstrecken. Für die Auslenkung des Röhrchens in x-Richtung bei Anlegen der Spannungen  $U_x^+$  und  $U_x^-$  mit unterschiedlicher Polarität und  $U = |U_x^+| = |U_x^-|$  an zwei gegenüberliegende Elektroden ergibt sich

$$\Delta x = \frac{L_E^2}{2 \cdot R} = C_x \cdot U \quad , \quad (3.3a)$$

mit dem Auslenkungsfaktor

$$C_x = \frac{2 \cdot \sqrt{2} \cdot d_{31} \cdot L_E^2}{\pi \cdot D \cdot h} \quad . \quad (3.3b)$$

$d_{31}$  ist der piezoelektrische Koeffizient,  $L_E$  die Länge der Elektroden in Richtung der Zylinderachse,  $D$  ist der Durchmesser und  $h$  die Wandstärke des piezoelektrischen Röhrchens. Die Daten für das verwendete piezoelektrische Röhrchen sind in Anhang 1 zusammengestellt. Für die Auslenkung des Piezoröhrchens in y-Richtung gilt eine analoge Formel.

Um die experimentell ermittelten Auslenkungsfaktoren mit den theoretischen Werten nach Gleichung (3.3) zu vergleichen, muß der Einfluß der Einbaulänge  $t$  der Tunnelspitze und gegebenenfalls zusätzlich die Länge eines nicht für die x-y-Ansteuerung segmentierten Teils des Piezoröhrchens berücksichtigt werden. Nach Abb. 3.11 gilt für die zusätzliche Auslenkung näherungsweise

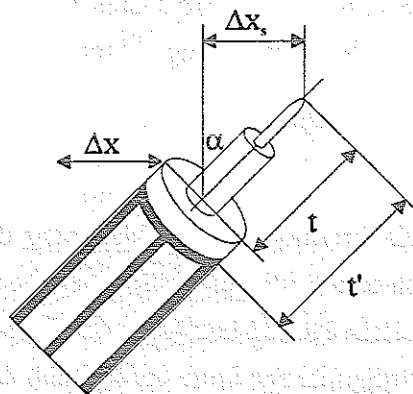
$$\Delta x_s \approx t \cdot \alpha = \frac{t}{L_E} \cdot \Delta x \quad . \quad (3.4)$$

Der experimentell bestimmte Auslenkungsfaktor  $C_{x,exp}$  ist daher zu vergleichen mit dem um den Summanden aus Gl. (3.4) ergänzten theoretischen Auslenkungsfaktor  $C_x$  aus Gl. (3.3b)

$$C_{x,korr} = C_x + \frac{t}{L_E} \cdot C_x = C_x \left(1 + \frac{t}{L_E}\right) \quad . \quad (3.5)$$

In Abb. 3.9 ist eine der Messungen auf HOPG mit atomarer Auflösung zu sehen, aus denen für kleine x- bzw. y-Auslenkungen die Auslenkungsfaktoren

**Abb. 3.11:** Schematische Darstellung zum Einfluß der Einbaulänge  $t$  der Tunnelspitze auf die laterale Auslenkung der Feinpositioniereinheit des RTM



$$C_{x,\text{exp}} = 10.6 \frac{\text{nm}}{\text{V}} \quad \text{und} \quad C_{y,\text{exp}} = 11.1 \frac{\text{nm}}{\text{V}} \quad (3.6)$$

ermittelt wurden. Der theoretische Wert für den lateralen Auslenkungsfaktor nach Gl. 3.5, der bezüglich der Einbaulänge der Spitze korrigiert ist, beträgt

$$C_{x,\text{kor}} = 8.9 \frac{\text{nm}}{\text{V}}$$

Die experimentell bestimmten Auslenkungsfaktoren  $C_{x,\text{exp}}$  bzw.  $C_{y,\text{exp}}$  sind 13% bzw. 25% größer als dieser Wert. Dies ist darauf zurückzuführen, daß im Gegensatz zur theoretischen Betrachtung jeweils die gegenüberliegenden Elektrodenpaare mit den x- bzw. y-Rastersignalen angesteuert werden, und die im piezoelektrischen Röhrchen auftretenden Verspannungen in diesem Fall die Auslenkung in x- bzw. y-Richtung weniger einschränken. Die Kalibrierung für größere Bildausschnitte bei Verwendung eines Hochspannungsverstärkers wurde an HPI-Schichten wie in Abb. 3.10 durchgeführt. Im Vergleich mit den Auslenkungsfaktoren für kleine Rasterbereiche aus Gl. (3.6) ergaben sich jeweils um etwa 20% größere Werte. Dies kann durch das Großsignalverhalten von Piezomaterialien erklärt werden; im Großsignalbereich verdoppelt sich die Steigung der Auslenkungskurve annähernd, bevor sie sich einem Sättigungswert nähert.

Die Kalibrierung der z-Auslenkung des piezoelektrischen Röhrchens ist insbesondere in Hinblick auf die Messung der Abstandsabhängigkeit der Barrierenhöhe von großer Bedeutung. Für ein radial polarisiertes piezoelektrisches Röhrchen beträgt die statische Ausdehnung in Richtung seiner Symmetrieachse, die in der Regel als z-Richtung festgelegt wird, nach Locatelli et al. [3.14]

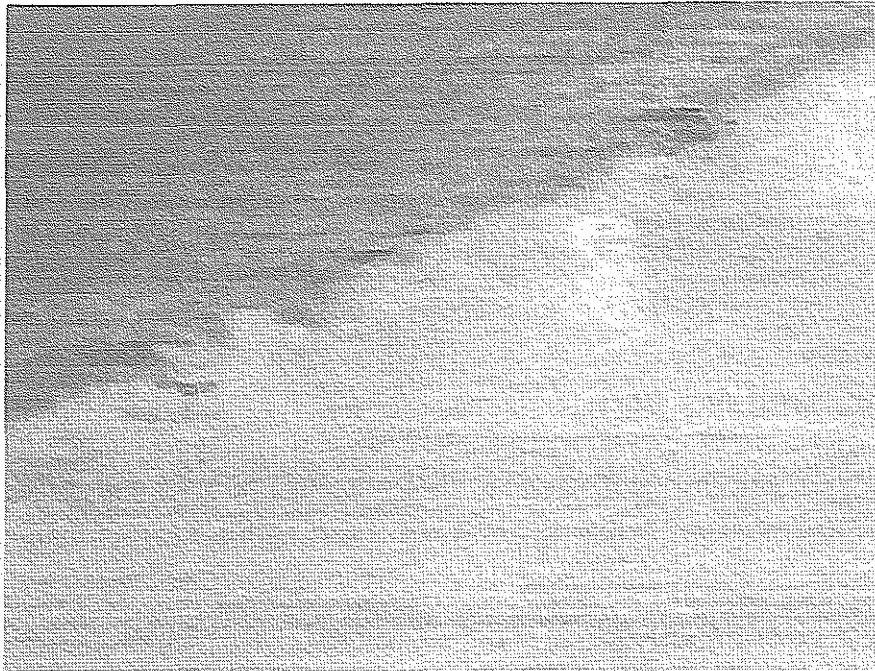
$$\Delta z = -\frac{L_E}{h} \cdot d_{31} \cdot U = -C_z \cdot U \quad (3.7)$$

Mit Gl. (3.7) und den Piezo-Daten aus Anhang 1 ergibt sich für das eingebaute Piezoröhrchen ein theoretischer Auslenkungsfaktor

$$C_z = 3.61 \frac{\text{nm}}{\text{V}}$$

Für die Kalibrierung der z-Auslenkung des piezoelektrischen Röhrchens auf atomarer Skala eignet sich eine Stufe einer HOPG-Probe wie in Abb. 3.12. Der Abstand zweier Atomlagen im Schichtsystem HOPG beträgt  $c_0 / 2 = 3.348 \text{ nm}$  [3.15]. Eine Auswertung des Regelsignals für Linien orthogonal zur Stufe ergab einen Auslenkungsfaktor

$$C_{z,\text{exp}} = 3.5 \frac{\text{nm}}{\text{V}} \quad (3.8)$$

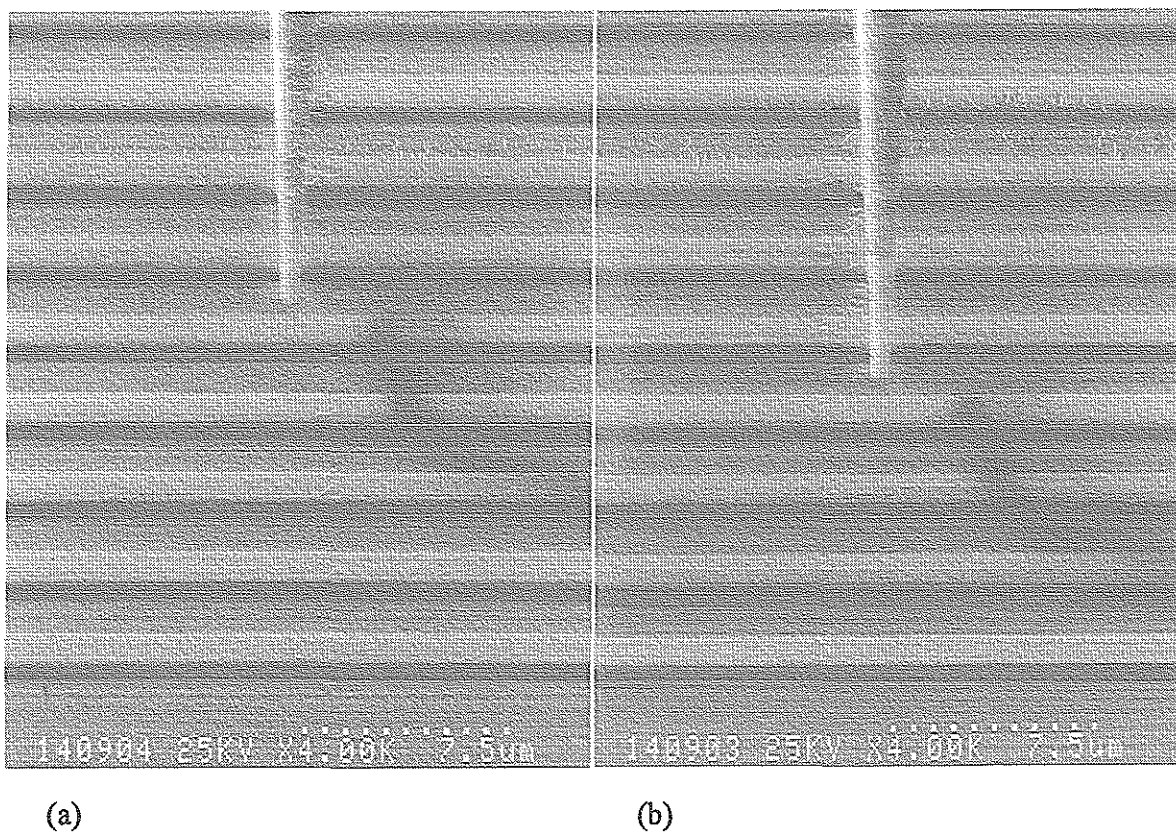


**Abb. 3.12:** Doppelstufe auf HOPG abgebildet mit einer elektrolytisch hergestellten Wolfram-Tunnelspitze bei  $U_T = -5\text{mV}$  (Probe) und  $I=0.5\text{nA}$  bei einem Druck von  $p = 1 \cdot 10^{-9}$  mbar. Die Größe des Bildausschnittes beträgt  $8\text{ nm} \times 8\text{ nm}$ .

für das piezoelektrische Röhrchen der Feinpositioniereinheit des UHV-RTM. Ein Vergleich mit dem oben genannten theoretischen Wert und dem Wert von  $C_z = 3.86\text{ nm/V}$  aus Kalibrierungsmessungen für das an Luft arbeitende RTM mit gleichem Piezoröhrchen [3.8] zeigen eine gute Übereinstimmung.

### 3.4 Konzeption des UHV-Systems

Eine Untersuchung kontaminationsfreier Festkörperoberflächen setzt voraus, daß die Probenherstellung und die Messungen unter Ultrahochvakuumbedingungen durchgeführt werden. Daher wurde ein Ultrahochvakuum-System mit Präparationskammer, Probenschleuse und REM/RTM-Kammer geplant und aufgebaut. In der Präparationskammer sind verschiedene Methoden zur Probenreinigung möglich und es können dünne Schichten mit verschiedenen Verfahren hergestellt werden. Ein kombiniertes LEED/Auger-System ermöglicht in der Präparationskammer sowohl eine Untersuchung der Kristallstruktur mit LEED (Low Energy Electron Diffraction) als auch eine Bestimmung der chemischen Zusammensetzung der obersten Atomlagen der Probenoberfläche mittels Augerelektronenspektroskopie.



**Abb. 3.13:** Rasterelektronenmikroskopische Beobachtung der Bewegung der Tunnelspitze über einem Strichgitter als Teststruktur. Die Breite und der Abstand der Stege aus Aluminium betragen jeweils  $1.2\mu\text{m}$ . Das Substrat ist ein p-dotierter Silizium-Wafer. Die Tunnelspitze wurde ausgehend von der Position in (a) mit einer Offsetspannung lateral um  $2\mu\text{m}$  bewegt.

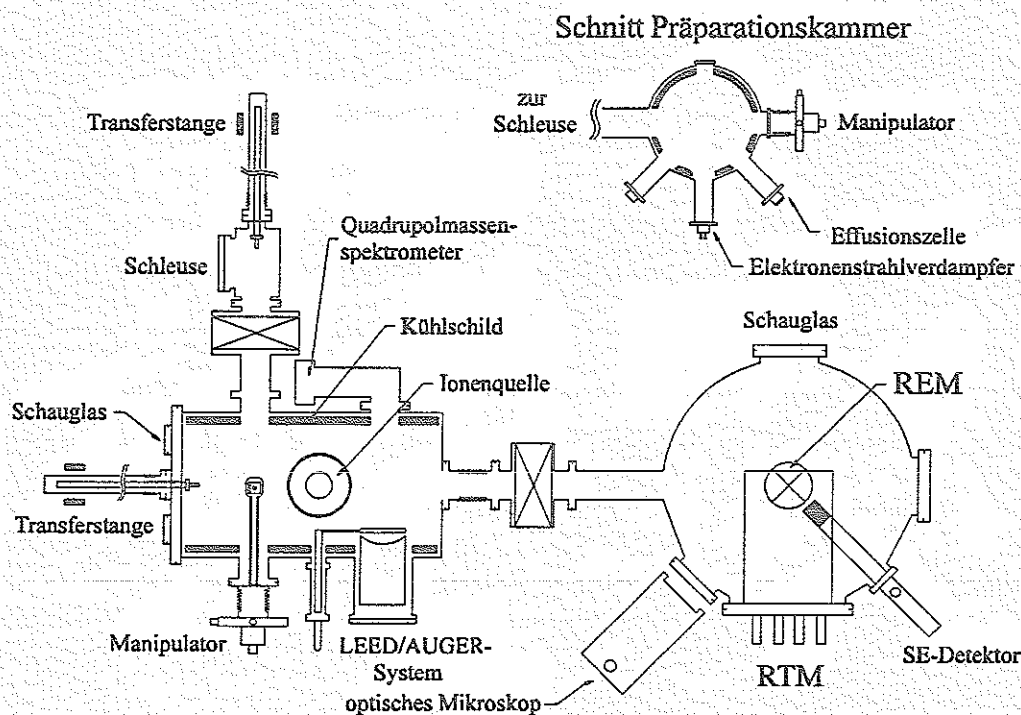
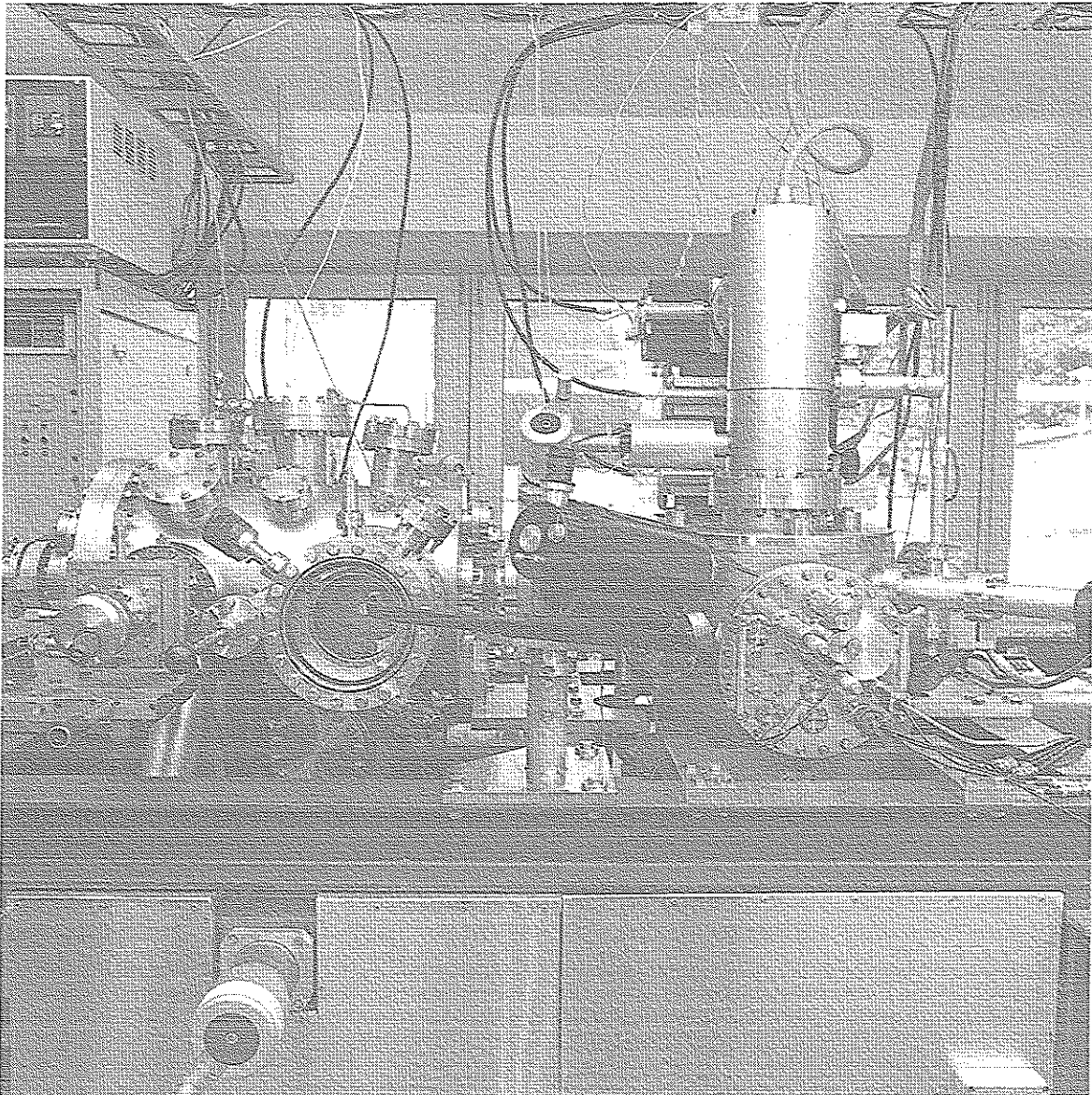


Abb. 3.14: Aufbau des Ultrahochvakuum-Systems

In der REM/RTM-Kammer ermöglicht die Beobachtung mit einem REM eine kontrollierte Annäherung von Tunnelspitze und Probe. Als Maß für den Abstand zwischen Tunnelspitze und Probe bei der Annäherung dient der Abstand zwischen der abgebildeten Spitze und dem von der Spitze bezüglich dem SE-Detektor abgeschatteten Bereich (vgl. Abb. 3.13). Neben der Annäherung kann wie in Abb. 3.13 die seitliche Bewegung der Tunnelspitze über der Probe mit dem REM beobachtet werden. Außerdem kann die Gestalt der Tunnelspitze vor und nach einer RTM-Messung überwacht werden. Darüber hinaus soll das REM bei zukünftigen Messungen dazu dienen, einen bestimmten Probenbereich nach einem zwischenzeitlichen Präparations-schritt in der Präparationskammer wiederaufzufinden.

Als Aufstellungsort für das UHV-System mußte ein unterkellerter Erdgeschoßraum genutzt werden. Um eine Ankopplung des Trittschalls durch den schwimmenden Estrich auszuschließen, wurden -vom Estrich entkoppelt- VA-Scheiben mit Spezialmörtel an den Positionen für die Luftfederelemente direkt auf der Betondecke angebracht. Außerdem wurde die Betondecke unterhalb der Aufstellungspunkte mit Stahlträgern gegen das Fundament des Gebäudes verklemt. Das UHV-System mit einer Masse von ca. 900kg ist in einem Rahmen aus Stahlträgern angebracht. Dieser Rahmen ruht mit seinen vier Eckpunkten auf ein Meter hohen Luftfederelementen [3.16].



**Abb. 3.15:** Aufnahme des UHV-Systems mit Präparationskammer (links) und REM/RTM-Kammer (rechts).

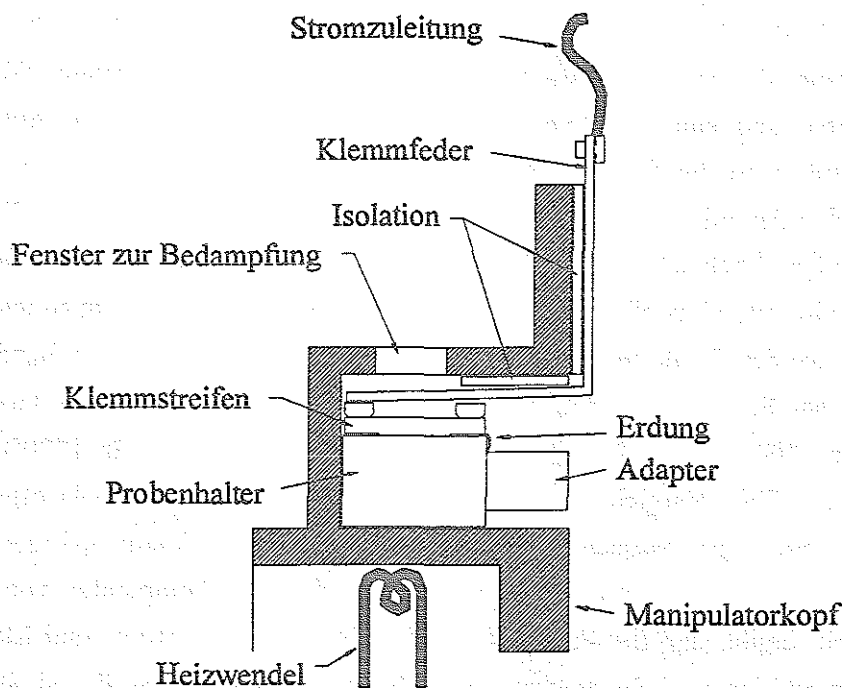
Zum Ausheizen des UHV-Systems wurden für Präparations- und REM/RTM-Kammer separate Ausheizkästen angefertigt, so daß je nach Bedarf nur eine der beiden Kammern ausgeheizt werden kann.

### 3.4.1 Präparationskammer mit Probenschleuse

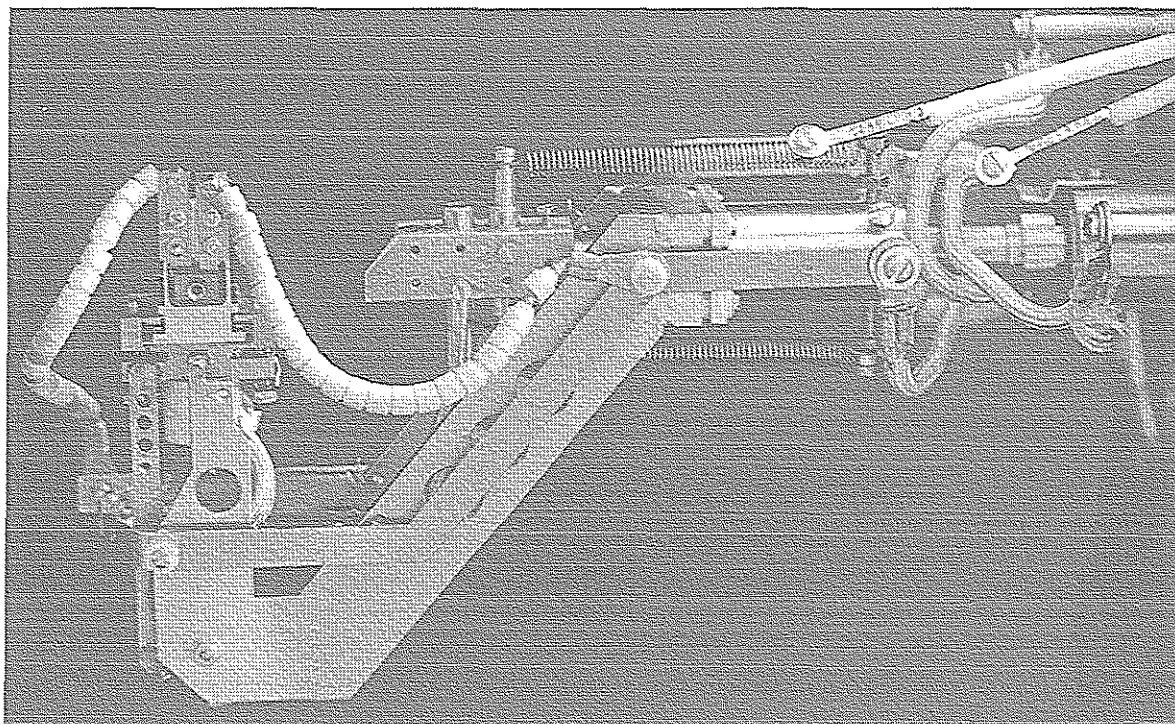
Als Präparationsstation in der Präparationskammer steht ein gegenüber seiner Standardausführung mit großem Aufwand umgebauter Manipulator mit fünf Freiheitsgraden zur Verfügung [3.17]. Die 63mm-Off-Axis-Probenposition des Standardmanipulators wurde vollständig umgebaut, so daß der Manipulator nun in einer On-Axis-Probenposition mit den

beiden Transferstangen bestückt werden kann und die Proben außerdem in Richtung aller Verdampferquellen des Systems ausgerichtet werden können. Der Manipulatorkopf wurde außerdem für die Aufnahme der in Abschnitt 3.4.3 beschriebenen Probenhalter umgestaltet. Zur Reinigung von Proben ermöglicht eine weitere Modifikation neben einer indirekten Heizung der Probe mit einem Wolframwendel auch eine Probenheizung durch direkten Stromdurchfluß [3.18]. Abbildung 3.16 zeigt den Manipulatoreinsatz zur Aufnahme eines Probenhalters (vgl. Abschnitt 3.4.3). Auf die beiden Klemmstreifen, mit denen die Probe im Probenhalter befestigt ist, drücken im Manipulatoreinsatz zwei Klemmfedern aus Tantal; diese Kontaktierung ermöglicht eine Heizung der Probe durch direkten Stromdurchfluß. Mit Hilfe eines Infrarotpyrometers wurde die Probentemperatur im Bereich von 500°C bis 1100°C in Abhängigkeit vom Probenstrom kalibriert. Von Döpper [3.18] wurde eine Rechnersteuerung zur Regelung des Probenstromes entwickelt, mit der das automatische Fahren von Temperaturrampen möglich ist. Das Steuerprogramm zur Regelung der Probentemperatur ist ausgelegt auf den permanenten Anschluß eines Infrarotpyrometers an den Rechner. Darüber hinaus steht in der Präparationskammer eine Ionenquelle zur Reinigung der Proben zur Verfügung.

In der Präparationskammer wurden drei Flansche für den Einbau von Verdampferquellen vorgesehen. Um bei der Herstellung dünner Schichten einen Druckanstieg über  $p = 2 \cdot 10^{-9}$  mbar zu vermeiden, ist die Präparationskammer mit einem zylinderförmigen



**Abb. 3.16:** Schematische Schnittdarstellung des Manipulatoreinsatzes mit Probenwürfel nach [3.18]



**Abb. 3.17:** Aufnahme des umgebauten Manipulators

Kühlschild für flüssigen Stickstoff ausgestattet. Darüber hinaus wurden die Rohrstützen der Flansche für die Verdampferquellen mit konischen Tüllen aus Kupfer versehen, die Wärmekontakt mit dem Kühlschild haben und bis nahe vor die Verdampferquelle reichen. Auf diese Weise kann die von den Verdampferquellen unnötig abgestrahlte Wärmeleistung abgeführt werden, und eine Druckverschlechterung durch eine zu starke Aufheizung der Rohrstützen wird weitgehend vermieden. Die mittlere Verdampferposition ist mit einem Elektronenstrahlverdampfer bestückt. In einem weiteren Rohrstützen steht eine Effusionszelle mit einem widerstandsbeheizten Bornitrid-Tiegel als Verdampferquelle zur Verfügung. Diese Effusionszelle wird zur Herstellung von Goldschichten im Submonolagenbereich genutzt. In Abschnitt 5.2.1 werden für die Effusionszelle die Aufdampfraten für Gold anhand von Si-Au-Überstrukturen im Submonolagenbereich ermittelt. Beim Verdampfen von Gold mit einer Temperatur von  $1200^{\circ}\text{C}$  ist der Restgasdruck etwa  $p = 3 \cdot 10^{-10}$  mbar, für  $1400^{\circ}\text{C}$  liegt er bei  $p = 2 \cdot 10^{-9}$  mbar. Ein Vergleich der mit dem Quadrupolmassenspektrometer in der Präparationskammer gemessenen Restgasspektren ohne Verdampfungsprozeß bei  $p = 5 \cdot 10^{-10}$  mbar und beim Verdampfen von Gold mit einer Temperatur von  $1400^{\circ}\text{C}$  bei  $p = 2 \cdot 10^{-9}$  mbar ergibt, daß der Partialionenstrom der einzelnen Atom- und Molekülmassen durchschnittlich auf das 1.3fache ansteigt. Ausnahmen bilden Wasserstoff und Stickstoff. Der Partialionenstrom von Wasserstoff steigt auf das Vierfache an und der von Stickstoff verdoppelt sich. Der Anstieg beim Stickstoff ist durch die erhöhte Stickstoffabgabe des

Bornitrid-Tiegels bei hohen Temperaturen begründet. Jede der Verdampferquellen verfügt über einen separaten Shutter.

Die 4-Gitter-Optik [3.19] in der Präparationskammer eignet sich für LEED-Experimente und als RFA (Retarding Field Analyser) für die Augerelektronenspektroskopie. Die Elektronenkanone des LEED/Auger-Systems ist mit einer Glühkathode aus Lanthanhexaborid ausgestattet. Die Beschleunigungsspannung beträgt maximal 3.5kV. Zur Fokussierung des Elektronenstrahles wird ein Linsensystem verwendet. Bei der Augerelektronenspektroskopie wird die Energieverteilung der von der Probe emittierten bzw. reflektierten Elektronen mit Hilfe einer Bremsspannung bestimmt [3.20,3.21]. Die Elektronen werden mit einer Saugspannung auf den Schirm beschleunigt und der Strom wird mit einer Auswertelektronik gemessen. Das vorhandene Gerät besitzt eine Energieauflösung von 0.4% (gemessen am elastischen Peak bei 1.5kV). Für LEED-Experimente ist der Schirm mit einer fluoreszierenden Schicht bedampft. Um die 4-Gitter-Optik des LEED/Auger-Systems insbesondere bei Bedampfungsprozessen vor einer Verschmutzung zu schützen, ist das LEED/Auger-System mit einer internen Linearverstellung mit bis zu 120mm Hub ausgestattet, und es kann damit gegebenenfalls in den Rohrstutzen zurückgezogen werden, der mit Hilfe eines Shutters optisch dicht verschließbar ist.

Die Präparationskammer wird mit einer 230l/s-Ionengetterpumpe und einer Titanverdampferpumpe mit Kühlschild evakuiert. Zur Bestimmung der Restgaszusammensetzung steht ein Quadrupolmassenspektrometer zur Verfügung, das in einem Massenbereich von 1amu bis 200amu arbeitet. Für die Aufbewahrung von bis zu acht Proben im Ultrahochvakuum wurde in der Präparationskammer ein Probenmagazin konstruiert und eingebaut [3.18]. Mit einem Plattenventil abgetrennt von der Präparationskammer ist eine Probenschleuse; das Einschleusen neuer Proben ist damit ohne Belüften der Präparationskammer möglich. Zum Abpumpen der Probenschleuse steht eine Turbomolekularpumpe mit einem Saugvermögen von 200l/s zur Verfügung.

### 3.4.2 Kombination von REM und RTM im Ultrahochvakuum

Gerber et al. [1.2] verfügen bereits seit 1985 über die Kombination eines Rastertunnelmikroskopes mit einem Rasterelektronenmikroskop. Sie haben ein auf einem Viton-Stack gelagertes "pocket-size"-RTM in die Untersuchungskammer eines HB-100 SEM/SAM der Firma Vacuum Generators eingebaut. Der Basisdruck dieses Systems ist  $p = 1 \cdot 10^{-10}$  mbar. Sie erreichen bei Kombination dieser beiden Mikroskopie-Techniken mit dem Rastertunnelmikroskop atomare Auflösung auf HOPG, die Auflösung des Rasterelektronenmikroskopes wird jedoch durch Bewegungen der Größenordnung 10-20nm der im RTM eingebauten Probe gegenüber der Objektivlinse des SEM stark verschlechtert.

Daraufhin haben verschiedene Arbeitsgruppen Rastertunnelmikroskope in Standardkammern von Rasterelektronenmikroskopen eingebaut [3.22 – 3.32]. Die Rastertunnelmikroskope unterschiedlicher Bauweise werden jeweils auf dem Standard-Probentisch betrieben. Der Basisdruck beträgt bei diesen Hybridgeräten jeweils  $10^{-6}$  mbar, bei [3.26] bzw. [3.27] wird der Basisdruck mit  $10^{-7}$  mbar bzw.  $10^{-8}$  mbar angegeben. Es hat sich gezeigt, daß die Verwendung einer zusätzlichen Dämpfungseinheit (z.B. eines Viton-Stacks) zwischen dem Probentisch und dem RTM sich negativ auf die Auflösung des REM auswirken kann [1.2, 3.26].

Rosolen et al. [3.33] realisieren eine REM/RTM-Kombination zur Untersuchung von Nanostrukturen, die bei einem Basisdruck von  $1 \cdot 10^{-10}$  mbar arbeitet, sie erreichen jedoch mit dem REM nur eine Auflösung von 100nm. Ehrichs et al. [3.34] erzeugen in einer UHV-Kammer (Basisdruck  $2 \cdot 10^{-10}$  mbar) mit einem RTM auf einem Silizium(111)-Substrat Leiterbahnen aus Nickel mit einer Breite von nur 50nm. Diese Strukturen können nach Öffnen einer Blende zu einer REM-Mikroskopsäule hin abgebildet werden, wobei der Druck nur um eine halbe Größenordnung ansteigt. In fast allen genannten REM/RTM-Kombinationen wurde als Winkel zwischen dem Elektronenstrahl und der Probennormalen  $45^\circ$  gewählt (vgl. Abschnitt 3.1).

Stemmer et al. [3.35] verwenden zur Untersuchung biologischer Proben eine Kombination aus Rastertransmissionselektronenmikroskop (RTEM) und RTM. Sie bauen dazu in die Standardkammer eines REM auf den Probentisch ein RTM und unterhalb des Probentisches einen ringförmigen Dunkelfelddetektor ein.

Im folgenden Abschnitt werden einige wichtige Eigenschaften und technische Details des Rasterelektronenmikroskopes Hitachi S-800 mit Feldemissionselektronenquelle zusammengestellt, die nicht zuletzt im Jahr 1989 den Ausschlag für die Auswahl dieses REM gegeben haben.

Die nicht geheizte Kathode der Feldemissionselektronenquelle besteht aus einer  $\langle 111 \rangle$ -orientierten Wolframspitze mit einem Verrundungsradius von 100nm und einem Anodensystem mit dem neben einer Beschleunigung auch eine Bündelung der Elektronen erreicht wird. Der damit erzeugte Elektronenstrahl besitzt einen Durchmesser von 10nm und eine Stromdichte von  $10^5$  A/cm<sup>2</sup>. Der im Vergleich zu einer herkömmlichen Glühkathode um drei Größenordnungen kleinere Strahlquerschnitt und die um drei Größenordnungen höhere Strahlstromdichte sind die Voraussetzungen für eine hohe Auflösung verbunden mit einem großen Signal-Rauschverhältnis. Auch die Schwankung  $\Delta E$  der Elektronenenergie ist mit 0.2eV günstiger als bei einer Glühkathode mit 1eV. Die Feldemissionselektronenquelle ermöglicht in Verbindung mit der guten Elektronenoptik eine Auflösung von 2nm bei einer Beschleunigungsspannung von 25kV. Darüber hinaus wird im Niederspannungsbereich mit einer Auflösung von 15nm bei einer Beschleunigungsspannung von 1kV ein sehr guter Wert

erreicht, der von besonderem Interesse für die Abbildung nichtleitender Oberflächen ist. Die Beschleunigungsspannung kann zwischen 0.5kV und 5kV in 100V-Schritten und zwischen 5kV und der maximalen Beschleunigungsspannung von 25kV in 1kV-Schritten gewählt werden.

Da der Betrieb der Feldemissionselektronenquelle einen Druck besser als  $5 \cdot 10^{-10}$  mbar im Kathodenbereich erfordert, wird die Mikroskopsäule des S-800 mit drei Ionengetterpumpen differenziell evakuiert. Im unteren Säulenteil, der mit einem vitongedichteten Ventil von der Untersuchungskammer abgetrennt ist, liegt der Betriebsdruck des Standardsystems bei  $2 \cdot 10^{-8}$  mbar. Neben dem vitongedichteten Ventil existiert im unteren Säulenteil ein weiterer vakuumtechnischer Schwachpunkt: Der Vakuumbereich im Strahlführungsrohr wird nach außen hin mit einer weiteren Vitondichtung gedichtet. Trotz der genannten Mängel ist der vakuumtechnische Aufbau der Mikroskopsäule des S-800 vergleichsweise gut. Er ermöglicht im Bereich der erwähnten Schwachstellen vakuumtechnische Verbesserungen, für die für den Bedarfsfall bereits im Vorfeld ein Konzept und detaillierte Konstruktionsänderungen ausgearbeitet wurden.

Die Integration der REM-Säule in das UHV-System erforderte bereits werksseitig eine Reihe von Modifikationen gegenüber dem Standardgerät. So wurde mit der Firma Hitachi vereinbart, daß die Mikroskopsäule, der Aperturblendenwechsler und der Sekundärelektronendetektor jeweils mit Conflat-Flanschen ausgestattet sind. Neben der Ausheizbarkeit des Aperturblendenwechslers und des Sekundärelektronendetektors bis zu einer Temperatur von 130°C wurde von der Firma Hitachi zugesichert, daß beim Ausheizen der REM/RTM-Kammer bei einer Temperatur von 130°C gemessen am Verbindungsflansch zur Mikroskopsäule insbesondere die Spulensysteme im Bereich der Objektivlinse keinen Schaden nehmen. Die angeflanschte Mikroskopsäule wird nach wie vor mit drei Ionengetterpumpen evakuiert. Um nach einer Belüftung der Mikroskopsäule den Startdruck der Ionengetterpumpen herzustellen, wurde das Turbomolekularpump-System zum Abpumpen der REM/RTM-Kammer durch eine separate Vakuumleitung mit der Mikroskopsäule verbunden. Die ausgeheizte REM/RTM-Kammer besitzt bei Betrieb des REM, d.h. bei geöffnetem Verbindungsventil zur REM-Säule, einen Basisdruck von  $p = 2 \cdot 10^{-10}$  mbar. Bei dem festen Arbeitsabstand von 20mm (vgl. Abschnitt 3.1) wird mit dem REM in Kombination mit dem RTM im Ultrahochvakuum eine laterale Auflösung von 15 nm erreicht.

Um gleichzeitig mit dem REM und dem RTM Untersuchungen durchzuführen, muß auf die allgemein üblichen Dämpfungsmaßnahmen bei Rastertunnelmikroskopen [3.36] verzichtet werden. So zeigte sich in Testexperimenten, daß beispielsweise ein Viton-Stack zwar die Abbildungsbedingungen mit dem RTM verbessert, im Gegenzug jedoch äußere mechanische Störungen eine verstärkte Relativbewegung zwischen Probe und Elektronenstrahl bewirken, die eine deutliche Verschlechterung der Auflösung des REM zur Folge hat. Um die Relativbewegung zwischen dem Elektronenstrahl und der Probe zu minimieren, wurde wie in

einer Reihe von kommerziellen Rasterelektronenmikroskopen eine Verklebung des RTM mit dem Polschuh realisiert. Diese Maßnahme wirkte sich auf die Auflösung beider Mikroskope positiv aus. Speziell dieses Problem verdeutlicht, daß bei der Verbindung verschiedener Analysemethoden Kompromisse nötig sind, die sich negativ auf die Empfindlichkeit der einzelnen Methoden auswirken. Bei der REM/RTM-Kammer soll eine Wandstärke von 13mm eine größere Stabilität des REM/RTM-Aufbaus gewährleisten und die Empfindlichkeit gegenüber akustischen Störungen reduzieren.

Für die Grobpositionierung der Tunnelspitze steht neben dem REM ein Teleskopmikroskop [3.37] zur Verfügung, das auch bei einem Arbeitsabstand von 25cm eine Beobachtung des Annäherungsprozesses zwischen Spitze und Probe ermöglicht.

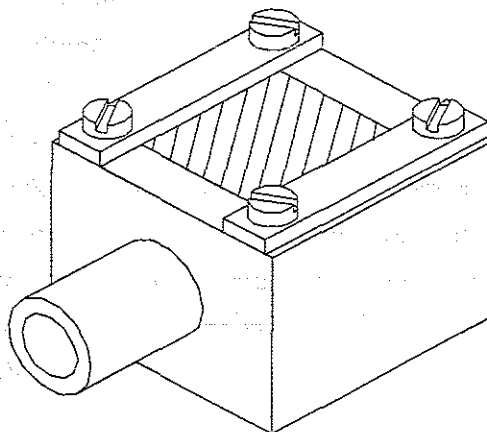
Gepumpt wird die REM/RTM-Kammer mit einem Picotorr-Pumpmodul [3.38], das mit acht Ionengetterpumpelementen mit einem Gesamtsaugvermögen von 480l/s und einer Titanverdampferpumpe mit einer Kaltwand für flüssigen Stickstoff ausgestattet ist. Ein nicht verdampfendes Gettermodul soll den erreichbaren Enddruck weiter verringern. Das Picotorr-Pumpmodul ist durch einen 14"-Wheelerflansch mit der REM/RTM-Kammer verbunden. Auf den Einbau eines Plattenventils zur REM/RTM-Kammer hin wurde verzichtet, um den günstigen Leitwert des 14"-Wheelerflansches nicht unnötig zu verschlechtern.

### 3.4.3 Probentransfer

Die Proben mit einer zu untersuchenden Fläche von  $4,5 \times 4,5 \text{ mm}^2$  und einer Dicke von 0,38mm werden wie in Abb. 3.18 in einer Einlassung eines quaderförmigen Probenhalters aus Stenon mit zwei Klemmstreifen und jeweils zwei M1-Schrauben aus Titan-Zirkonium-Molybdän befestigt. Die beiden Klemmstreifen dienen außerdem als Kontaktierung, wenn die Probe im Manipulator mit einem Strom geheizt werden soll. Darüber hinaus wird im RTM über einen der beiden Klemmstreifen die Tunnelspannung angelegt.

Der Probenhalter ist so konstruiert, daß er mit einem M2,5-Gewinde, das am

**Abb. 3.18:** Schematische Darstellung des Probenhalters aus Stenon, auf dem die Proben mit zwei Klemmstreifen befestigt werden.





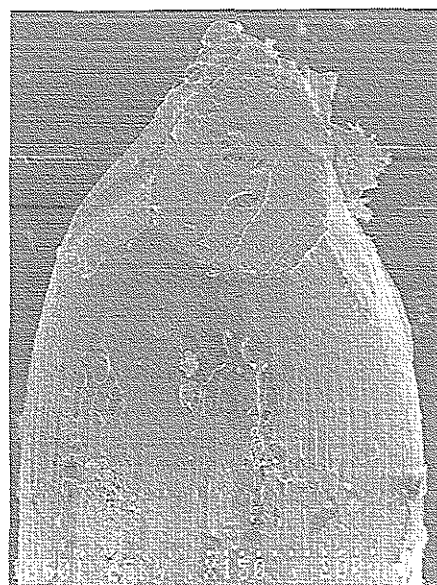
## 4 Präparation der Tunnelspitzen

Zur Herstellung von Spitzen für die Rastertunnelmikroskopie gibt es eine Vielzahl von Methoden, praktisch jede RTM-Arbeitsgruppe benutzt ihr eigenes Konzept. Ein besonders einfaches und häufig verwendetes Verfahren ist das Anspitzen eines Metalldrahtes aus Platin-Iridium mit Sandpapier oder mit einem Seitenschneider wie in Abb. 4.1. Die so hergestellten Tunnelspitzen erfüllen zwei wichtige Voraussetzungen für einen stabilen Tunnelkontakt; zum einen wird sauberes Drahtmaterial freigelegt, zum anderen entstehen in der Regel mechanisch stabile Tunnelspitzen. Solche Spitzen ermöglichen auf einer geeigneten Probe wie zum Beispiel HOPG fast immer atomare Auflösung, sie besitzen jedoch den Nachteil, daß aufgrund ihrer nur in geringem Maße beeinflussbaren Gestalt gröbere Oberflächenstrukturen mit erheblichen Abbildungsfehlern wiedergegeben werden.

In der Rastertunnelmikroskopie hat sich eine elektrolytische Herstellung von Tunnelspitzen weitgehend durchgesetzt. Dabei kann auf eine umfangreiche Erfahrung mit diesem Verfahren zurückgegriffen werden, die bei der Herstellung von Spitzen aus nahezu allen Metallen für die Feldionenmikroskopie gemacht worden sind [4.1].

Für eine RTM-Abbildung mit atomarer Auflösung eignen sich besonders kegelförmige Tunnelspitzen mit einem Öffnungswinkel  $\gamma > 30^\circ$ . Aufgrund ihrer höheren Resonanzfrequenz im Vergleich zu langen dünnen Tunnelspitzen werden sie durch äußere Störungen und schnelles Abrastern der Probe nicht so leicht mechanisch zum Schwingen angeregt. Voraussetzung für einen sauberen Tunnelkontakt ist darüber hinaus die Oberflächenbeschaffenheit des Spitzenapex. Dieser Bereich sollte frei von Verschmutzungen und Oxidschichten sein. Für die Experimente mit der REM/RTM-Kombination sollte der

Abb. 4.1: REM-Aufnahme einer mit einem Seitenschneider mechanisch hergestellten Tunnelspitze aus Platin-Iridiumdraht



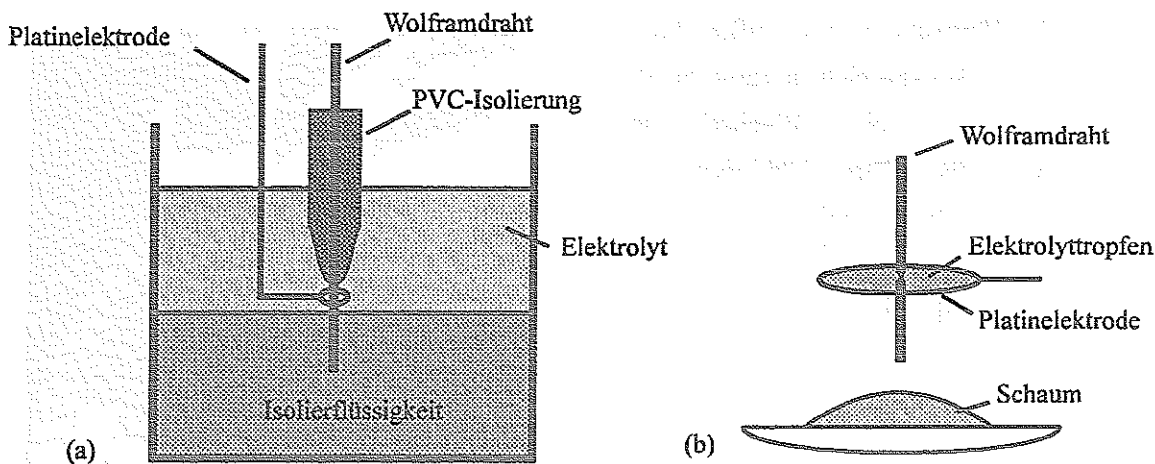


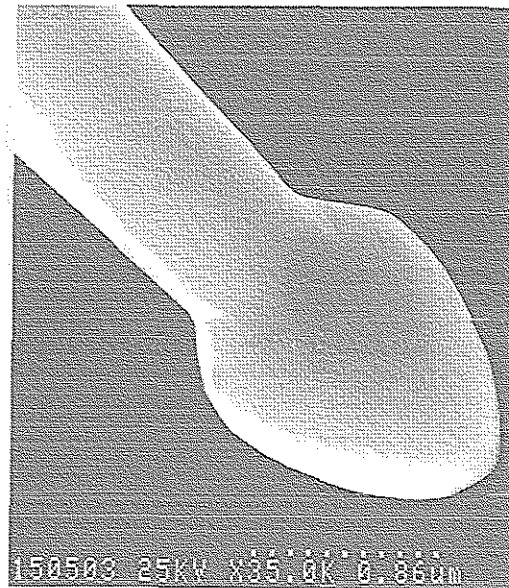
Abb. 4.2: Ätzverfahren für Drähte mit einem Durchmesser (a) größer als  $100\mu\text{m}$  [4.2] und (b) kleiner als  $100\mu\text{m}$  [4.5, 4.6]

Verrundungsradius der Tunnelspitzen wenige zehn Nanometer nicht überschreiten, damit eine Positionierung der Tunnelspitze bei Beobachtung mit dem REM mit ausreichender lateraler Auflösung möglich ist.

#### 4.1 Elektrolytische Herstellung und Vakuumglühung

Die Tunnelspitzen werden aus polykristallinem Wolframdraht mit einem Durchmesser von  $500\mu\text{m}$  mit einer einfachen Ätztechnik hergestellt. Das von Lemke in unserer Arbeitsgruppe entwickelte Verfahren zur elektrolytischen Herstellung von Tunnelspitzen ist in Abb. 4.2(a) schematisch dargestellt [4.2], es basiert auf einer Methode von Bryant et al. [4.3]. Die Elektrolytlösung, eine 0.5-molare Natriumhydroxidlösung, schwimmt auf der Isolierrflüssigkeit Tetrachlorkohlenstoff. Der Bereich des Wolframdrahtes, der sich in der Elektrolytlösung befindet und nicht mit einem PVC-Röhrchen isoliert ist, wird zunächst bei einer Wechselspannung von etwa 12V gedünnt. Gegenelektrode ist ein ringförmig geformter Platindraht. Wenn der Wolframdraht nur noch einen Durchmesser von wenigen  $10\mu\text{m}$  besitzt, wird mit einer Gleichspannung von etwa 2V poliert. Im Gegensatz zum vorangegangenen Wechselstromätzen wird beim Polieren mit einer Gleichspannung von maximal 2V die Entwicklung von Gasblasen, die mit einer Konvektion im Bereich der entstehenden Tunnelspitze verbunden ist, vermieden; es bleibt eine passive Deckschicht erhalten [4.4], die einen schonenden Materialabtrag sicherstellt. Dieser führt zu geringen Oberflächenrauigkeiten im Bereich des Spitzenapex. REM-Untersuchungen zeigen, daß die herunterfallende Wolframspitze einen kleineren Verrundungsradius besitzt. Dies ist darauf zurückzuführen, daß der Polierprozeß für die untere Spitze unmittelbar nach dem Abreißen unterbrochen ist.

**Abb. 4.3:** Wolframspitze mit aufgeschmolzenem Apexbereich hergestellt durch Ätzen mit einer Wechselspannung von 9V. Der Effektivwert der Stromstärke beim Abreißen ist 120mA. Es handelt sich um eine durch Hochvakuumglühung nachbehandelte Spitze.



Durch den Polierprozeß mit einer Gleichspannung von nur 2V wird außerdem verhindert, daß der Draht an der Einschnürungsstelle infolge einer zu hohen Stromdichte aufschmilzt und sich aufgrund der Oberflächenspannung ein Schmelztropfen wie in Abb. 4.3 bildet [4.5]. Eine Versuchsreihe zu diesem Phänomen zeigt, daß sich Spitzen mit aufgeschmolzenem Apexbereich durch Ätzen mit einer Wechselspannung reproduzierbar herstellen lassen. Die Auswertung der Abmessungen der Spitzen mit aufgeschmolzenem Apexbereich in Verbindung mit den jeweils beim Abreißen gemessenen Effektivwerten der Stromstärke ergibt, daß eine Stromdichte  $j = (1.2 \cdot 10^7 \pm 0.5 \cdot 10^7) \text{ A/cm}^2$  zu einer Aufschmelzung führt. Hintergedanke bei diesem Experiment ist die Idee, eine Tunnelspitze direkt im RTM durch einen Feldemissionsprozeß stark aufzuheizen und damit zu reinigen. Um bei einem Feldemissionsprozeß eine Stromdichte der Größenordnung  $j = 1 \cdot 10^7 \text{ A/cm}^2$  zu erreichen, wäre nach der Fowler-Nordheim-Gleichung (6.8a) in Verbindung mit Gl. (6.8b) bei einem typischen Verrundungsradius der Tunnelspitze von  $R=50\text{nm}$  eine Spannung  $U \cong 1750 \text{ V}$  nötig. Bei dieser Abschätzung wurde als Austrittsarbeit von Wolfram 4.5V eingesetzt und in Gl. (6.8b) als typischer Wert für den geometrischen Faktor  $\kappa=5$  gewählt [4.1]. Da der Aufbau der Feinpositioniereinheit des RTM die Arbeit mit Spannungen von annähernd 2kV jedoch nicht erlaubt (vgl. Abschnitt 3.1.1), kann dieses In-Situ-Reinigungsverfahren nicht näher untersucht werden.

Für die Messungen der lokalen Barrierenhöhe werden als Ausgangsmaterial axial  $\langle 111 \rangle$ -orientierte Wolframdrähte verwendet. Aus diesen Drähten mit einem Durchmesser von  $130\mu\text{m}$  lassen sich ohne Zerstörung der einkristallinen Struktur mit dem oben beschriebenen Verfahren keine Tunnelspitzen herstellen, sie wurden deshalb nach einer von Niemeck und Ruppin [4.5] entwickelten und von Michely [4.6] abgeänderten Variante der "cut-off"-Technik geätzt. Der Wolframdraht wird dazu wie in Abb. 4.2(b) in einer Elektrolytlamelle angeordnet.

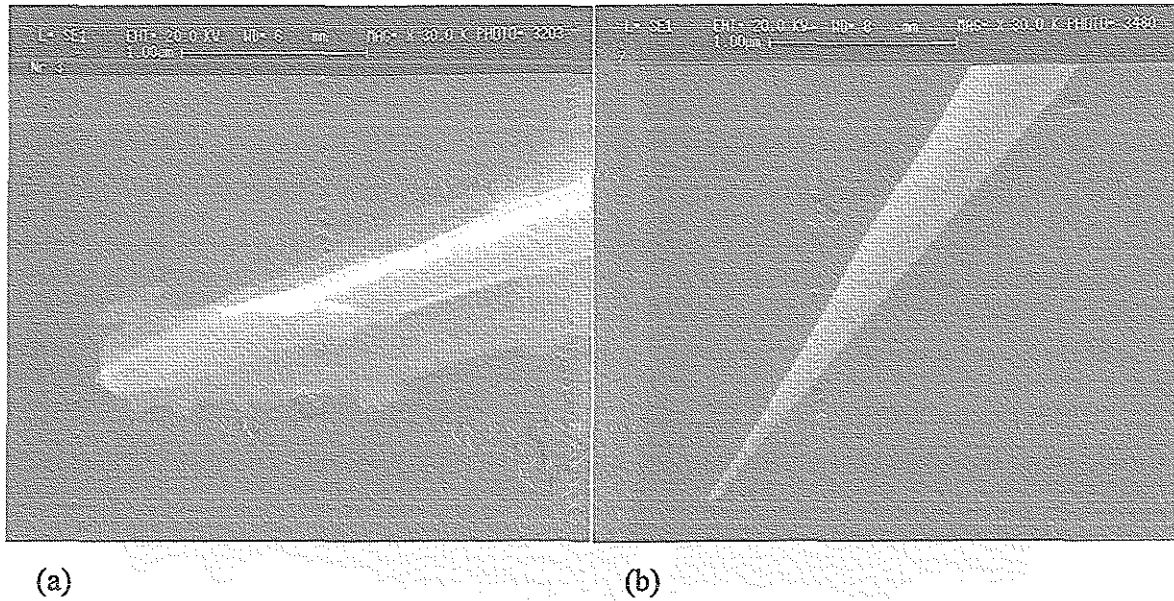


Abb. 4.4: Hochvakuumglühapparatur [4.7]

Es wird ebenfalls der herabfallende Teil des Drahtes als Tunnelspitze verwendet.

Zur Reinigung der elektrolytisch hergestellten Wolfram-Tunnelspitzen von Elektrolytresten wurde im Rahmen einer Fachhochschul-Diplomarbeit die Hochvakuumglühapparatur in Abb. 4.4 aufgebaut [4.7]. Ein in einem Rohrofen angeordnetes Quarzglasrohr wird mit einer Turbomolekularpumpe mit einem Saugvermögen von 170l/s evakuiert. Das System besitzt einen Enddruck von  $p = 1 \cdot 10^{-9}$  mbar. Für die Reinigung der Tunnelspitzen von Elektrolytresten erwies sich eine Glühzeit von sechs Stunden bei einer Glühtemperatur von  $T = 1030^\circ\text{C}$  als geeignet, wobei während der Aufheizphase und der Glühung ein Druck von  $p = 1 \cdot 10^{-6}$  mbar nicht überschritten werden sollte. Abbildung 4.5 zeigt zum Vergleich eine ungeglühte und eine geglühte Wolframspitze. Elektrolyt-Reste, wie sie in Abb. 4.5a sichtbar sind, verhindern häufig einen stabilen Tunnelkontakt mit atomarer Auflösung. Durch die Vakuumglühung der Spitzen konnte daher die Ausbeute an "guten" Tunnelspitzen deutlich erhöht werden.

Die im Vakuum geglühten Wolframspitzen besitzen jedoch noch eine Schicht aus Wolframoxid, die zu Instabilitäten im Tunnelkontakt führen kann [4.8,4.9]. Ein Entfernen dieser Oxidschicht und eine Verbesserung der Spitzengeometrie kann unter anderem durch Ionenbeschuss [4.8,4.10], Sputtern [4.11], Heizen durch Elektronenbeschuss [4.12–4.14] oder Feldverdampfung bei gleichzeitigem Heizen der Spitze [4.15–4.18] erreicht werden. Hockett und Creager [4.19] verwenden als bequeme Methode zur Entfernung der Oxidschicht



(a)

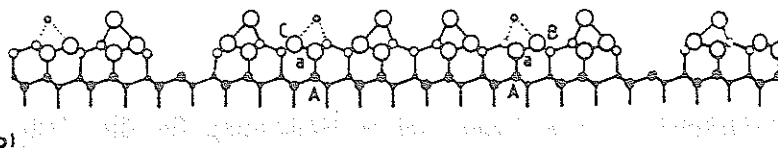
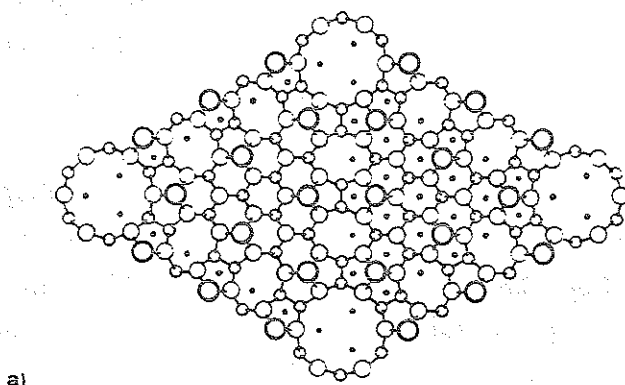
(b)

**Abb. 4.5:** REM-Aufnahmen einer (a) ungeglühten und einer (b) geglühten Wolframspitze angefertigt von H.-P. Bochem (Institut für Schicht- und Ionentechnik)

eine 10-30s dauernde Behandlung mit konzentrierter Flußsäure. In eigenen Experimenten erwies sich eine solche Flußsäure-Behandlung im Anschluß an eine Glühung im Vakuum als äußerst nützlich.

## 5 Präparation und LEED/Auger-Charakterisierung von Silizium(111)-Proben

Das in der Diamantstruktur kristallisierende Silizium bildet in der Si(111)-Oberfläche unter anderen zwei wichtige Rekonstruktionen: Eine  $2 \times 1$ -Überstruktur, die beim Spalten im UHV entsteht [5.1], und eine  $7 \times 7$ -Rekonstruktion, die sich beim Erhitzen der Oberfläche auf über  $400^\circ\text{C}$  mit normaler Abkühlphase ausbildet [5.2]. Die  $7 \times 7$ -Rekonstruktion wurde 1963 erstmals mit LEED beobachtet [5.2]; erst 1985 konnte mit Hilfe der Beugung hochenergetischer Elektronen in Transmission an sehr dünnen Silizium-Plättchen der Aufbau im realen Raum herausgefunden werden [5.3]. Im DAS-Modell (dimer adatom stacking fault model) in Abb. 5.1 ist die Einheitsmasche in Form einer gleichseitigen Raute mit einer Kantenlänge von  $26,88\text{\AA}$  zu sehen. Die  $7 \times 7$ -Zelle ist in zwei dreieckige Hälften unterteilt, wobei in der linken Hälfte ein Stapelfehler gegenüber der regulären Diamantstapelfolge auftritt. Im Gegensatz zur rechten Hälfte werden dort die Atome der unteren Doppelschicht durch die der oberen Doppelschicht abgedeckt. An den Ecken der Raute bildet sich jeweils ein Ring aus 12 Atomen mit einer zentralen Fehlstelle aus, der als Corner Hole bezeichnet wird. Die 12 Silizium-Adatome der obersten Schicht bilden in den beiden Hälften jeweils eine lokale  $2 \times 2$ -Struktur aus. Bei der  $7 \times 7$ -Rekonstruktion reduziert sich die Zahl der ungesättigten Bindungen (Dangling Bonds) auf 19 gegenüber 49 bei einer nicht rekonstruierten Si(111)-Oberfläche.



**Abb. 5.1:** DAS-Modell der  $7 \times 7$ -Rekonstruktion der Silizium(111)-Oberfläche im realen Raum nach [5.3]. (a) Ansicht von oben (b) Seitenansicht

## 5.1 Naßchemische Vorbehandlung und Heizvorgang im UHV

Die Präparation der Si(111)-Oberflächen setzt sich aus einer naßchemischen Vorbehandlung an Luft [5.4] und einer anschließenden Temperaturbehandlung im Ultrahochvakuum zusammen. Ausgangsmaterial bei den eigenen Experimenten ist ein n-dotierter (Ph) Si(111)-Wafer mit einem spezifischen Widerstand von  $4 - 6 \Omega \text{cm}$  und einer Dicke von  $(381 \pm 15) \mu\text{m}$ . Die für den in Abschnitt 3.4.3 beschriebenen Probenhalter zugeschnittenen Proben werden mit Aceton und Propanol entfettet und von Partikeln aus dem Zuschneideprozeß befreit. Die unter Sauerstoffzufuhr thermisch mit einer 100nm dicken Oxidschicht versehenen Si(111)-Proben werden in einem naßchemischen Verfahren von Dumas [5.5–5.7,3.18] in mehreren Reinigungsschritten von organischen und metallischen Verschmutzungen befreit. Anschließend wird die Oxidschicht mit einer gepufferten Flußsäurelösung vollständig abgeätzt. Bei diesem Prozeß kann durch den pH-Wert der gepufferten Flußsäurelösung beeinflusst werden, wie gut die Si(111)-Oberfläche mit Wasserstoff terminiert wird. Die besten Ergebnisse erhält man erfahrungsgemäß mit basischen Ätzlösungen [5.8–5.10]. Eine im Anschluß künstlich hergestellte etwa  $5 \text{Å}$  dicke Oxidschicht soll die Proben bis zum Einschleusen ins UHV schützen.

Die auf einem Probenhalter befestigten Proben werden in der UHV-Kammer mitsamt dem Probenhalter für 10 Stunden in dem in Abschnitt 3.4.1 beschriebenen Manipulator durch direkten Stromdurchfluß bei  $520^\circ\text{C}$  ausgeheizt, um von der Probenoberfläche und Teilen in ihrer Umgebung möglichst alle Adsorbate zu entfernen. Zum Entfernen der schützenden Oxidschicht werden die Proben anschließend 30 Minuten lang auf einer Temperatur von etwa  $820^\circ\text{C}$  gehalten. Beim Aufheizen und Abkühlen beträgt die Temperaturänderung jeweils  $1^\circ\text{C/s}$ . Um ein Aufrauen der Oberfläche auszuschließen, darf ein Druck von  $1 \cdot 10^{-9}$  mbar nicht überschritten werden [5.11].

Für die Charakterisierung der Präparationsergebnisse steht in der Präparationskammer ein LEED/Auger-System zur Verfügung. Die Augeranalyse der so präparierten Si(111)-Oberflächen weist in der Regel keine Verunreinigungen durch Metallatome oder  $\text{SiO}_2$ -Reste auf. Auch der Kohlenstoffanteil beträgt bis auf wenige Ausnahmen weniger als ein Prozent einer Monolage. Abb. 5.3a zeigt ein LEED-Bild der  $7 \times 7$ -Rekonstruktion einer nach dem beschriebenen Verfahren hergestellten Si(111)-Oberfläche.

## 5.2 Gold auf Silizium(111)

Das System Gold-Silizium ist aufgrund seiner Bedeutung für die Halbleitertechnologie bereits umfassend untersucht worden. Mit dem Rastertunnelmikroskop sollen an diesem System lokale Messungen der Austrittsarbeit durchgeführt werden.

Beim Aufdampfen von Gold auf Silizium bilden sich in Abhängigkeit von der Substrattemperatur unterschiedliche Überstrukturen aus. Die Grenzfläche Gold-Silizium ist sehr reaktiv. Bereits bei der Temperatur des flüssigen Stickstoffs ist eine Diffusion von Silizium in die aufgebraute Goldschicht zu beobachten, bei der sich Goldsilizid bildet. Bei Raumtemperatur bildet sich bei Bedeckungen von weniger als 100 Monolagen Gold auf Si(111) eine Art Sandwich-Struktur aus [5.12, 5.13]. Obenauf ist eine 15 Å dicke Schicht einer Legierung aus Gold und Silizium, gefolgt von einer nahezu reinen Goldschicht und schließlich einer Schicht mit einer Zusammensetzung nahe dem eutektischen Gold-Silizium-Kristall ( $\text{Au}_{0,81}\text{Si}_{0,19}$ ).

### 5.2.1 Aufdampfen von Gold auf Si(111) bei Substrattemperaturen von 500°C

Für eine Substrattemperatur von 500°C bilden sich beim Aufdampfen von Gold ausgehend von der Si(111)7×7-Rekonstruktion zunächst bei einem Bedeckungsgrad  $\theta = 0.4$  eine Si(111)5×1Au-Überstruktur, bei  $\theta = 1$  eine Si(111) $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ R30°Au-Überstruktur und bei  $\theta = 1.5$  eine Si(111)6×6Au-Überstruktur aus [5.14 – 5.16]. Der Bedeckungsgrad  $\theta$  gibt dabei das Verhältnis der Zahl der adsorbierten Fremdatome zur Zahl der Unterlagenatome an [5.17].

Das Gold wurde mit einer Effusionszelle aufgedampft (vgl. Abschnitt 3.4.1); die Aufdampfraten wurden anhand der sich ausbildenden Si(111)-Au-Überstrukturen ermittelt [3.18]. Für eine Temperatur von 1200°C des Bornitrid-Tiegels der Effusionszelle ergibt sich eine Aufdampfrate von  $(2.9 \pm 0.3) \cdot 10^{-3}$  ML/min bei einem Restgasdruck von  $3 \cdot 10^{-10}$  mbar, für 1400°C eine Aufdampfrate von  $(0.1 \pm 0.02)$  ML/min bei einem Restgasdruck von  $2 \cdot 10^{-9}$  mbar.

Beim Aufdampfen von Gold auf eine Si(111)-Oberfläche mit 7×7-Rekonstruktion bei einer Substrattemperatur von 500°C bildet sich für einen Bedeckungsgrad  $\theta = 0.4$  eine Si(111)5×1Au-Überstruktur aus. Eine LEED-Aufnahme dieser Überstruktur ist in Abb. 5.3b

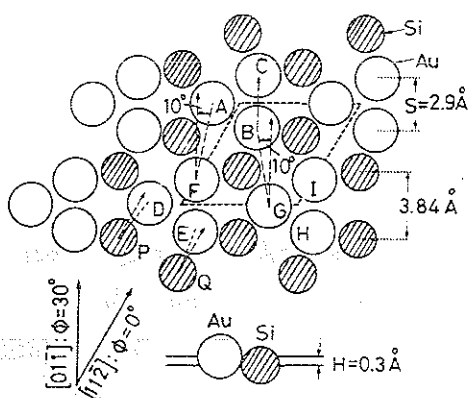
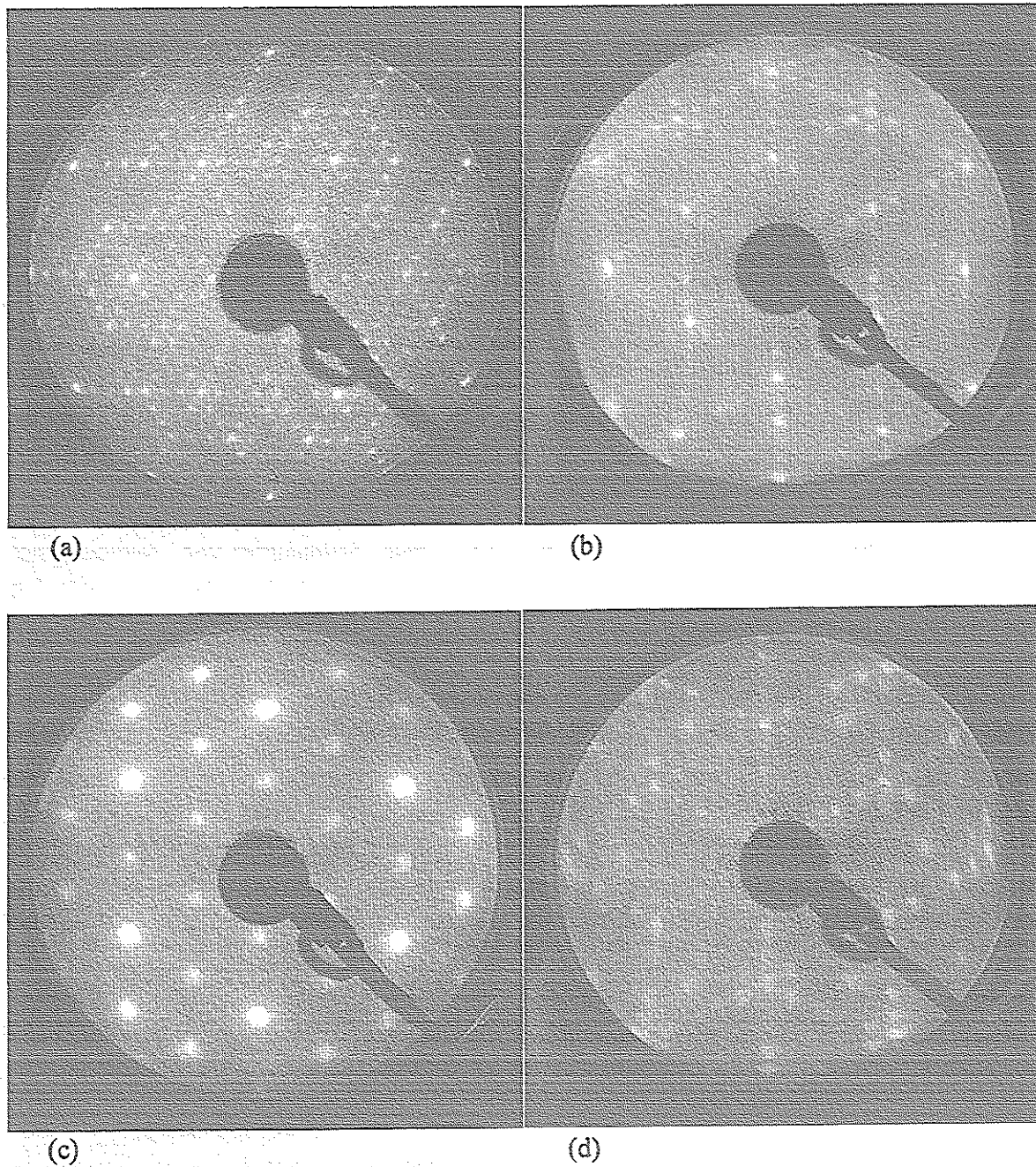


Abb. 5.2: Modell zur Anordnung der Atome einer Si(111) $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ R30°Au-Überstruktur im realen Raum (Aufsicht, nach [5.14])



**Abb. 5.3:** LEED-Bilder einer

- (a) Si(111) $7 \times 7$ -Rekonstruktion bei einer Elektronenenergie von 81.4eV
- (b) Si(111) $5 \times 1$ Au-Rekonstruktion bei 115.7eV
- (c) Si(111) $\sqrt{3} \times \sqrt{3}R30^\circ$ Au-Rekonstruktion bei 77.1eV
- (d)  $5 \times 1$ Au-Rekonstruktion mit beginnender  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}R30^\circ$ Au-Überstruktur bei einem Bedeckungsgrad  $\theta = 0.5$  und einer Elektronenenergie von 72.8eV

Die LEED-Aufnahmen wurden von Döpfer im Rahmen einer Diplomarbeit angefertigt [3.18].

zu sehen. Ein vorläufiges Modell für die Anordnung der Atome der Si(111) $5 \times 1$ Au-Überstruktur im realen Raum wurde von Yabuuchi et al. [5.14] aufgestellt.

Das LEED-Bild einer Si(111) $\sqrt{3} \times \sqrt{3}R30^\circ$ Au-Überstruktur, die sich bei einem Gold-Bedeckungsgrad  $\theta = 1$  auf einer  $7 \times 7$ -rekonstruierten Si(111)-Oberfläche bei  $500^\circ\text{C}$  ergibt, ist in Abb. 5.3c zu sehen. Oura et al. [5.15] haben 1985 durch Streuung von Alkaliionen das vorläufige MTC-Modell (modified triplet coplanar model) in Abb. 5.2 für die Anordnung der Atome ermittelt. Danach bilden jeweils drei Goldatome mit einem Abstand von  $2.9\text{\AA}$  eine Gold-Dreiergruppe. Diese Gold-Dreiergruppen ordnen sich als  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Überstruktur jeweils in regelmäßig angeordneten Fehlstellen des  $0.3\text{\AA}$  tiefer liegenden hexagonalen Gitters der Siliziumatome an. Der Abstand der Siliziumatome der wabenförmigen Struktur beträgt wie in der nicht rekonstruierten Si(111)-Oberfläche  $3.84\text{\AA}$ .

Bei einem Gold-Bedeckungsgrad  $\theta = 0.5$  bis  $\theta = 0.6$  beobachtet man wie in Abb. 5.3d in Folge einer Variation des Bedeckungsgrades auf der Oberfläche gleichzeitig beide Überstrukturen im LEED-Bild.

In Abschnitt 6.3.3 werden für eine mit einer Monolage Gold bedampfte Si(111)-Oberfläche mit sauberer  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}R30^\circ$ Au-Überstruktur im LEED-Bild RTM-Untersuchungen der Topographie im Konstantstrombetrieb und Strom-Abstandsmessungen der Barrierenhöhe vorgestellt.

## 6 Messung der Barrierenhöhe mit dem RTM

Diesem Kapitel vorangestellt sei ein Abschnitt mit der Definition der Austrittsarbeit für ein Metall bzw. für einen Halbleiter in Verbindung mit einer kurzen Darstellung der wichtigsten Methoden zur absoluten Messung einer Austrittsarbeit.

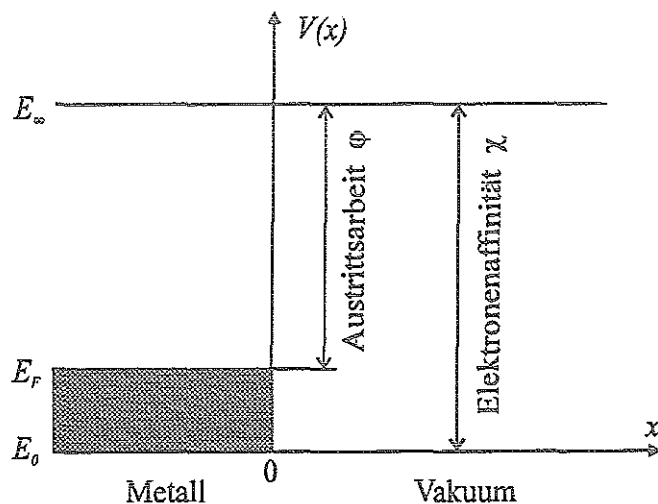
### 6.1 Austrittsarbeit: Definition und absolute Meßmethoden

Die Elektronenaffinität  $\chi$  entspricht der Energiedifferenz der potentiellen Energie  $E_0$  für Elektronen im Metallinneren (konstantes Potential nach dem Modell freier Elektronen) und der Energie  $E_\infty$  in unendlicher Entfernung von der Metalloberfläche im Vakuum [6.1]. Die Austrittsarbeit  $\phi$  eines Metalles entspricht der Energiedifferenz zwischen einem Elektron der Fermienergie  $E_F(T)$  und einem Elektron in unendlicher Entfernung von der Metalloberfläche im Vakuum (z. B. [6.1,6.2]).

Diese Definition der Austrittsarbeit läßt sich auch auf einen Halbleiter erweitern. Bei Halbleitern sind im allgemeinen die Zustände an der Fermikante unbesetzt, man kann jedoch bei den für die Emission erforderlichen hohen Energien die Verteilungsfunktion der Elektronen durch die Maxwell-Boltzmann-Verteilung ersetzen.

Die Methoden zur absoluten Messung einer Austrittsarbeit basieren auf der Elektronenemission aus einer Probe, die angeregt wird durch hohe Temperaturen (Glühemission), durch Beleuchtung (Photoemission) oder durch hohe elektrische Felder (Feldemission), um nur die wichtigsten Arten der Energiezufuhr für die Emissionsphänomene zu nennen. Bei den genannten absoluten Methoden zur Bestimmung der Austrittsarbeit ist jeweils zu

Abb. 6.1: Schema mit den diskreten Energien  $E_0$ ,  $E_F$  und  $E_\infty$  zur Definition der Austrittsarbeit und der Elektronenaffinität an einer Metalloberfläche [6.1]



berücksichtigen, daß ein äußeres, beschleunigendes elektrisches Feld eine Erniedrigung der Austrittsarbeit  $\Delta\varphi$  zur Folge hat.

Damit bei einem Glühemissionsexperiment keine Begrenzung des Stromes durch eine Raumladung auftritt, müssen mit einem hinreichend großen elektrischen Feld alle austretenden Elektronen von der Oberfläche abgesaugt werden. Man nimmt zunächst an, daß dieses Feld so klein sei, daß es den Potentialverlauf nicht beeinflusst. Für die Glühemission ist die Sättigungsstromdichte  $j_G$  einer Metalloberfläche der Temperatur  $T$  gegeben durch die Richardson-Dushman-Gleichung [6.1]

$$j_G(T, F = 0) = A \cdot \bar{\delta} \cdot T^2 \cdot \exp\left(-\frac{\varphi}{k_B \cdot T}\right) \quad (6.1a)$$

mit der universellen Konstante

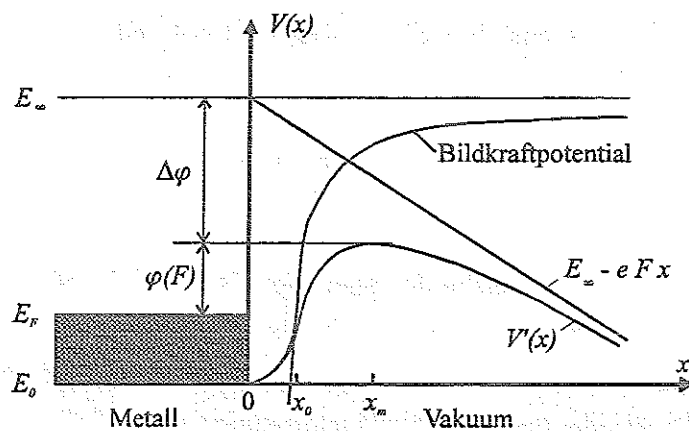
$$A = 4\pi \cdot \frac{m \cdot k_B^2 \cdot e}{h^3} = 120 \frac{\text{A}}{\text{cm}^2 \cdot \text{K}^2} \quad (6.1b)$$

$\bar{\delta}$  ist der Mittelwert des Durchlässigkeitskoeffizienten der Elektronen vom Metall ins Vakuum.

Da die Messung eines Sättigungsstromes die Verwendung eines elektrischen Feldes erfordert, ist für die resultierende Erniedrigung des Potentialverlaufs an der Oberfläche eine Korrektur in Gl. (6.1a) nötig [6.1–6.3]. Ein emittiertes Elektron steht für Abstände  $x$  von weniger als ein bis zwei Gitterabständen ( $x < x_0 \approx 1\text{nm}$ ) von der Oberfläche zunächst unter dem Einfluß kurzreichweitiger Kräfte, deren Größe durch die Anordnung der Atome in der Oberfläche bestimmt wird. Für Abstände  $x > x_0$  wird dann das Elektron vom Metall im wesentlichen durch die Bildkraft

$$K_B = \frac{e^2}{16\pi\epsilon_0} \cdot \frac{1}{x^2} \quad (6.2)$$

**Abb. 6.2:** Schema zur Glühemission von freien Elektronen aus einem Metall.  $V'(x)$  ist die potentielle Energie eines Elektrons außerhalb des Metalls nach Gl. (6.4).



angezogen. Das Anlegen eines elektrischen Feldes  $F$  bewirkt eine zur Bildkraft entgegengesetzt gerichteten Kraft

$$K_F = -e \cdot F \quad (6.3)$$

auf das emittierte Elektron. Als potentielle Energie des Elektrons außerhalb des Metalls ergibt sich damit für Abstände  $x > x_0$

$$V'(x) = \chi - e \cdot F \cdot x - \frac{e^2}{16\pi\epsilon_0} \cdot \frac{1}{x} \quad (6.4)$$

Der in Abb. 6.2 dargestellte Potentialverlauf aus Gl. (6.4) besitzt im Abstand  $x_m$  ein Maximum. Die Austrittsarbeit wird durch ein äußeres elektrisches Feld um  $\Delta\varphi$  erniedrigt und beträgt

$$\varphi(F) = \varphi - \Delta\varphi = \varphi - \frac{1}{2} \sqrt{\frac{e^3 \cdot F}{\pi \cdot \epsilon_0}} \quad (6.5)$$

Eine Berücksichtigung dieser Korrektur in Gl. (6.1a) führt zur Sättigungsstromdichte

$$j_G(T, F) = A \cdot \bar{\delta} \cdot T^2 \cdot \exp\left(-\frac{\varphi - \Delta\varphi}{k_B \cdot T}\right) \quad (6.6)$$

mit der Konstante  $A$  aus Gl. (6.1b).

Zur Bestimmung der Austrittsarbeit des Emitters ist die Abhängigkeit des Sättigungsstromes  $j_G$  von der Temperatur  $T$  und der Feldstärke  $F$  des angelegten elektrischen Feldes zu messen. Aus einer Auftragung von  $\ln j_G$  gegen  $\sqrt{F}$  (Schottky plot) ergibt sich durch Extrapolation der Sättigungsstrom  $j_G(T, F=0)$ . Die Steigung der Kurve, die sich bei einer Auftragung von  $\ln(j_G(T, F=0)/T^2)$  gegen  $1/T$  (Richardson plot) ergibt, führt zur nach wie vor temperaturabhängigen Richardson-Austrittsarbeit  $\varphi^*$  [6.2].

Für die Photoemission gibt Fowler [6.2, 6.4] eine Beziehung zwischen der Photostromdichte  $j_P$  und der auf einen homogenen Leiter mit der Temperatur  $T$  eingestrahlten Lichtenergie  $h\nu$

$$j_P = C \cdot (k_B \cdot T)^2 \cdot f\left(\frac{h\nu - h\nu_0}{k_B \cdot T}\right) \quad (6.7)$$

mit  $h\nu_0 = \varphi$  an. Nahe der photoelektrischen Schwelle ist  $C$  unabhängig von der Temperatur und der Frequenz.  $f$  ist eine theoretische Funktion [6.4].

Zur Bestimmung von  $\varphi$  wird  $j_P$  bei konstanter Temperatur in Abhängigkeit der Lichtfrequenz  $\nu$  [6.4] oder bei konstanter Lichtfrequenz in Abhängigkeit der Temperatur  $T$  [6.5] gemessen.

Die für einen meßbaren Feldemissionsstrom erforderlichen Feldstärken größer als  $10^7$  V/cm können erreicht werden, wenn der Emittor die Form einer Spitze mit hinreichend kleinem Krümmungsradius hat. Der Feldemissionsstrom wird durch die Fowler-Nordheim-Gleichung [4.1, 6.6]

$$j_F = \frac{1.54 \cdot 10^{-6} \cdot F^2}{\varphi \cdot t^2 \left( 3.79 \cdot 10^{-4} \frac{\sqrt{F}}{\varphi} \right)} \cdot \exp \left\{ -6.83 \cdot 10^7 \cdot \frac{\varphi^{\frac{3}{2}}}{F} \cdot \nu \left( 3.79 \cdot 10^{-4} \frac{\sqrt{F}}{\varphi} \right) \right\} \quad A / \text{cm}^2 \quad (6.8a)$$

beschrieben.  $t$  und  $\nu$  sind tabellierte Funktionen [6.6]. Die Feldstärke

$$F = \frac{U}{\kappa \cdot R} \quad (6.8b)$$

ist in der Einheit V/cm in Gl. (6.8a) einzusetzen, wobei  $\kappa$  der geometrische Faktor und  $R$  der Radius der Feldemissionsspitze sind. Zur Bestimmung der Austrittsarbeit ist der Emissionsstrom als Funktion der Beschleunigungsspannung und der Temperatur zu messen. Eine Auftragung der Meßergebnisse in der Form  $\ln j_F / F^2$  gegen  $1/F$  ergibt sogenannte Fowler-Nordheim-Geraden, aus deren Steigung die Austrittsarbeit ermittelt werden kann. Durch einen geeigneten Meßaufbau [6.7] kann bei Feldemissionsexperimenten die Austrittsarbeit für Bereiche der Emitterspitze mit unterschiedlicher Kristallorientierung bestimmt werden.

## 6.2 Darstellung der Meßmethoden der Barrierenhöhe mit dem RTM und der bisherigen Ergebnisse

Zur Messung der Barrierenhöhe mit dem RTM bieten sich verschiedene Methoden an. Ausgehend von der eindimensionalen Betrachtung von Simmons [2.2] ist der Tunnelstrom für eine rechteckige Barriere der Höhe  $\varphi$  über dem Fermilevel und eine kleine Tunnelspannung proportional zu

$$I \approx U \cdot \exp(-A \cdot \sqrt{\varphi} \cdot s)$$

mit  $A = 1.025 \sqrt{\text{eV}} \text{ \AA}^{-1}$ , der Barrierenhöhe  $\varphi$  in eV und dem Tunnelabstand  $s$  in  $\text{\AA}$  (vgl. Gleichung (2.1)). Mit dieser Beziehung wird in der Rastertunnelmikroskopie die Barrierenhöhe  $B$  häufig definiert als

$$B = 0.952 \cdot \left( \frac{d \ln(I)}{ds} \right)^2 ; \quad (6.9)$$

die Barrierenhöhe ergibt sich in der Einheit eV, sofern die Abstandsänderung  $ds$  in der Einheit Å eingesetzt wird [2.16]. Bei Verwendung der Gleichung (6.9) läßt sich aus einer Messung des Tunnelstromes in Abhängigkeit vom Tunnelabstand zunächst die Barrierenhöhe  $B$  (apparent barrier height) bestimmen. Mit Hilfe der Beziehung

$$B = \frac{1}{2}(\varphi_s + \varphi_p - |eU|) \quad (6.10)$$

kann anschließend bei Kenntnis der Austrittsarbeit der Tunnelspitze  $\varphi_s$  die Austrittsarbeit der Probe  $\varphi_p$  berechnet werden, wobei der Term  $|eU|$  für kleine Spannungen vernachlässigt werden kann.

Eine quantitative Auswertung von Strom-Abstandsmessungen unter Anwendung der Gl. (6.9) und (6.10) setzt also voraus, daß die Austrittsarbeit der Tunnelspitze bekannt ist. Aus diesem Grund wurden bei den eigenen Messungen <111>-orientierte Wolframeinkristalle als Tunnelspitzen verwendet, da für diese aus Messungen mit dem Feldionenmikroskop (FIM) die Austrittsarbeit recht genau bekannt ist [4.1].

Alternativ zu Strom-Abstandsmessungen kann die Barrierenhöhe aus der Messung der Abhängigkeit des Tunnelabstandes  $s$  von der angelegten Spannung  $U$  bei konstantem Tunnelstrom  $I$  bestimmt werden [6.8 – 6.10]. Die der Gl. (6.9) entsprechende Beziehung zur Bestimmung der Barrierenhöhe lautet dann

$$B = 0.952 \cdot \left( \frac{d \ln(U)}{ds} \right)^2 \quad (6.11)$$

Eine weitere Möglichkeit zur Bestimmung der Barrierenhöhe mit dem RTM ergibt sich aus Abstandsmessungen im Feldemissionsbereich [6.8]. Die bei Spannungen von einigen zehn Volt aufgezeichneten Strom-Abstandskurven können mit der Gleichung

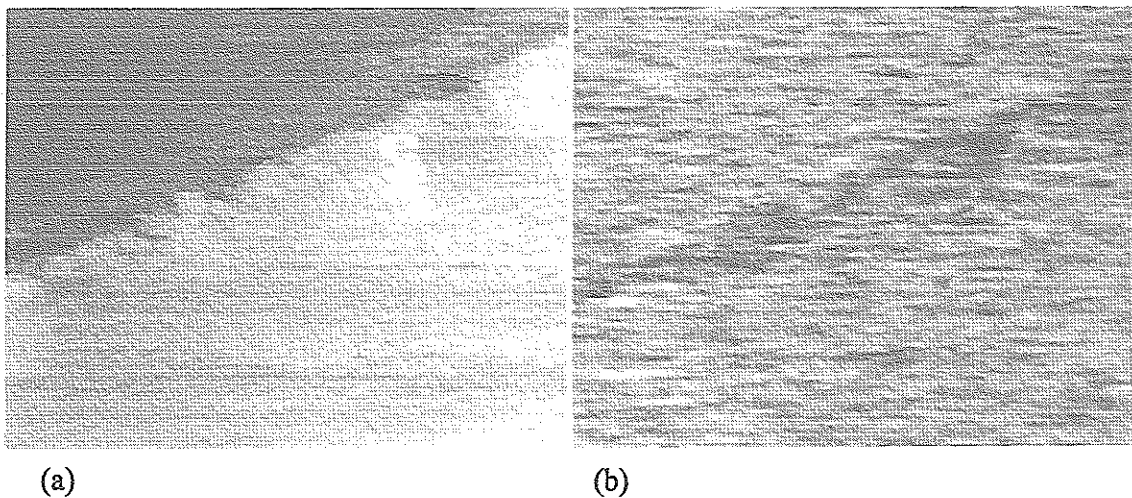
$$B = 1.282 \cdot \left( U \cdot \frac{d \ln(I)}{ds} \right)^{\frac{2}{3}} \quad (6.12)$$

ausgewertet werden [6.8]. Die Spannung  $U$  ist in Volt einzusetzen, alle anderen Parameter in der Einheit wie in Gl. (6.9).

Eine Reihe von Arbeitsgruppen [6.11 – 6.14] präsentieren darüber hinaus sogenannte "local barrier height"-Bilder. Beim Abrastern eines Probenbereiches wird der Tunnelabstand  $s$  mit einer Modulationsfrequenz  $f$  normal zur Probenoberfläche um  $\Delta s$  moduliert. Die Modulationsfrequenz wird so groß gewählt, daß der Regelkreis diese Modulation nicht ausregeln kann; die Amplitude beträgt wenige Zehntel Å. Das Modulationssignal  $\Delta \ln I / \Delta s$  wird mit einem Lock-In-Verstärker verarbeitet und mit dem Rechner eingelesen. Gleichzeitig

wird häufig ein Bild im Konstantstrombetrieb aufgezeichnet, sofern das Meßdaten-Erfassungsprogramm dies ermöglicht.

In Abb. 6.3 sind für einen Bereich einer HOPG-Probe mit einer atomaren Doppelstufe die gleichzeitig im Konstantstrombetrieb und im "local barrier height"-Betrieb gemessenen Aufnahmen gegenübergestellt. Die Stufe in Abb. 6.3a wird im "local barrier height"-Bild in Abb. 6.3b als dunkle Linie abgebildet. Dies entspricht gemäß Gl. (6.9) einer kleineren Barrierenhöhe in der Umgebung der Stufe. Die beiden angrenzenden Flächen werden wie erwartet mit gleicher Intensität abgebildet.



**Abb. 6.3:** (a) RTM-Abbildung einer HOPG-Probe mit einer atomaren Doppelstufe im Konstantstrombetrieb und (b) das gleichzeitig aufgenommene "local barrier height"-Bild desselben Bildausschnittes. Die Größe des Bildausschnittes beträgt  $9\text{ nm} \times 9\text{ nm}$ . Es wurde mit einer Platin-Iridiumspitze bei einer Tunnelspannung  $U_T = -5\text{ mV}$  (Probe) gemessen.

Hosaka et al. [6.15] können mit dieser Abbildungsmethode im Gegensatz zur RTM-Abbildung im Konstantstrombetrieb auf polykristallinem Silizium Bereiche identifizieren, in denen Arsenionen implantiert worden sind.

Wiesendanger et al. [6.13] weisen darauf hin, daß die Richtung der Modulation nicht immer mit der Richtung der Oberflächennormalen des lokalen Oberflächenelementes identisch ist. Oberflächenstrukturen wie zum Beispiel Korngrenzen führen daher zu niedrigeren Werten für die Barrierenhöhe, als Modulationssignal wird

$$\frac{d \ln I}{dz} = \frac{d \ln I}{ds} \cdot \cos \theta \quad (6.13)$$

gemessen.

Eine Reihe von Messungen der lokalen Barrierenhöhe mit dem RTM ergab unnormal kleine Werte für die Barrierenhöhe von weniger als 1eV [6.8,6.16,1.1]. Bereits Binnig et al. [1.1] führen die zu kleinen Werte für die Austrittsarbeit bei ihren Messungen auf Verschmutzungen der Probe und der Tunnelspitze zurück.

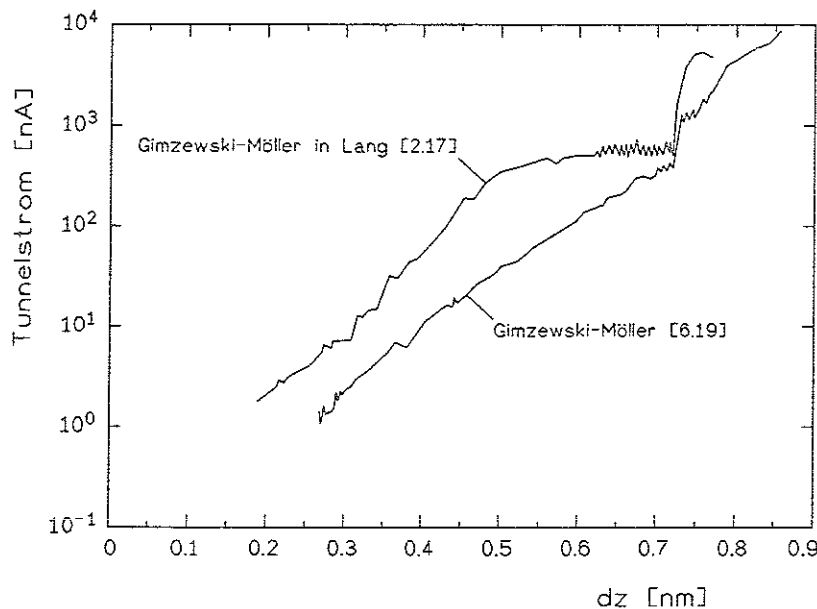
Diese Hypothese wird gestützt durch Messungen von Gómez-Herrero et al. [6.8]. Sie erhalten bei Abstandsmessungen auf Ni(110) mit einer gereinigten Wolfram-Tunnelspitze sowohl im Tunnelbereich als auch im Feldemissionsbereich mit dem RTM Barrierenhöhen von etwa 5eV. In bestimmten Probenbereichen jedoch bestimmen sie bei Abstandsmessungen im Tunnelbereich für die Barrierenhöhen Werte von wenigen Zehntel eV und auch im Feldemissionsbereich Werte von nur 3.2eV. Sie deuten dies als einen "echten" Effekt: Eine Kontamination der Probenoberfläche, die im Tunnelbereich bei Abständen von wenigen Å zu deutlich kleineren Meßwerten für die Barrierenhöhe führt, ergibt auch im Feldemissionsbereich bei Abständen von 10-20Å eine Absenkung der Barrierenhöhe von 5eV auf einen für kontaminierte Oberflächen erwarteten Wert von 3.2eV.

Coombs und Pethica [6.17,6.18] erklären die häufig auftretenden niedrigen RTM-Meßwerte für die Barrierenhöhe in einer Modellbetrachtung dadurch, daß die Verkleinerung des Abstandes im Tunnelkontakt aufgrund eines störenden Oxid- oder Staubteilchens an einer anderen Stelle zwischen Tunnelspitze und Probe geringer ist als der Vorschub des piezoelektrischen Stellgliedes.

### 6.2.1 Verhalten der Barrierenhöhe für Tunnelabstände kleiner 3Å

Gimzewski et al. [6.19,6.20,2.17] stellen bei Strom-Abstandsmessungen mit dem RTM bei Verwendung einer sauberen Iridium-Tunnelspitze auf einer polykristallinen Silber-Oberfläche fest, daß die Barrierenhöhe  $B$  für Tunnelabstände  $s \leq 3\text{Å}$  deutlich abnimmt. Ferner ist in ihren Strom-Abstandsmessungen kurz vor dem Kontakt zwischen Tunnelspitze und Probe ein Widerstandsplateau (Stromplateau) zu erkennen. In Abb. 6.4 sind zwei Abstandsmessungen von Gimzewski et al. [6.19,2.17] zu sehen. Bei einem Vergleich der beiden Kurven wird jedoch deutlich, daß trotz gleicher Experimentierbedingungen das Widerstandsplateau sehr unterschiedlich ausgeprägt ist.

An dieser Stelle soll kurz die bereits in einer Reihe von Überlegungen und Gleichungen aufgetretene Größe des Tunnelabstandes  $s$  etwas näher betrachtet werden. Unabhängig davon, ob der Tunnelabstand  $s$  zunächst formal als Abstand zwischen den Atomkernen oder den Atomhüllen der am nächsten zueinander liegenden Atome im Tunnelkontakt definiert ist, kann der Tunnelabstand experimentell nicht genau bestimmt werden. Gimzewski et al. [6.19,6.20] interpretieren den sprunghaften Stromanstieg in ihren Strom-Abstandskurven in Abb. 6.4 als elektrischen Kontakt zwischen Tunnelspitze und Probe. Da sie jedoch bei ihren Strom-

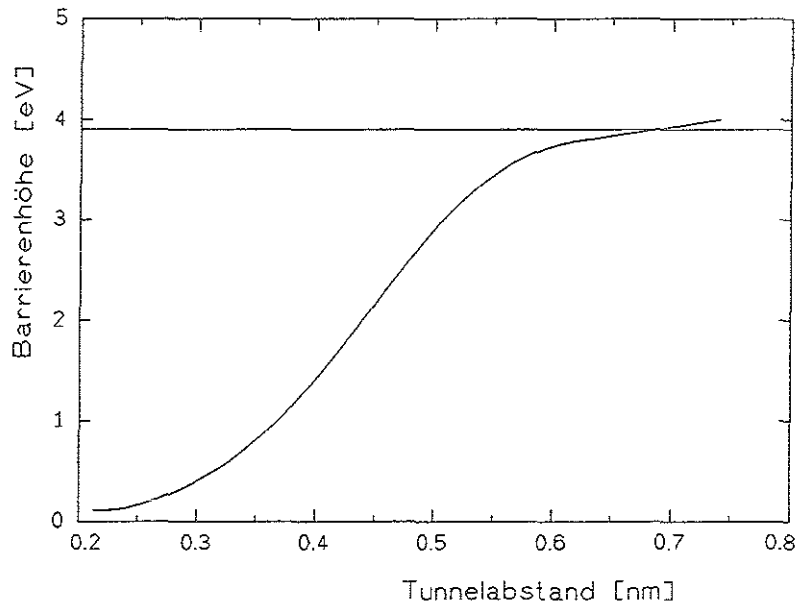


**Abb.6.4:** Strom-Abstandskurven gemessen mit einer sauberen Iridium-Tunnelspitze auf polykristallinem Silber bei einer konstanten Tunnelspannung  $U_{Probe} = -20 \text{ mV}$  nach Gimzewski et al. [2.17,6.19]

Abstandsmessungen mit Kontakt einen typischen Hystereseeffekt beobachten und an der Probe eine deutliche Veränderung zu erkennen ist, erscheint es wenig sinnvoll, diesem Punkt den Tunnelabstand  $s = 0$  zuzuordnen.

Der von Gimzewski et al. [6.19,6.20] auf einer polykristallinen Silberoberfläche gemessene Verlauf der Strom-Abstandskurven wird von Kuk et al. [6.21] durch Messungen auf Au(100)-Oberflächen bestätigt. Aus ihren Messungen bestimmen sie einen Kontaktwiderstand für den Kontakt zwischen Tunnelspitze und Probe von etwa  $24 \text{ k}\Omega$ .

Lang [2.16,2.17] berechnet die Abhängigkeit des Tunnelwiderstandes bzw. des Tunnelstromes für kleine Tunnelabstände bis hin zum Kontakt durch ein einzelnes Atom zwischen Tunnelspitze und Probe. Bei seiner Berechnung verwendet er nicht länger die zeitabhängige Störungsrechnung nach Bardeen [2.6], die von Tersoff und Hamann [2.3,2.4] zur Berechnung des Tunnelstromes auf das RTM angewendet wurde, da der Überlapp der Wellenfunktionen von Tunnelspitze und Probe kurz vor dem Kontakt nicht mehr vernachlässigt werden kann. Zwei zunächst gleiche Metallelektroden werden im Jellium-Modell mit  $r_s = 2$  beschrieben. Eine der beiden Elektroden wird mit einem Natriumatom versehen, das die Tunnelspitze repräsentiert. Der Tunnelabstand  $s$  reicht in der Modellbetrachtung von Lang vom Kern des Spitzenatoms bis zum *positive background edge* der Probenelektrode. Befindet sich das Natriumatom in der Mitte zwischen beiden Metalloberflächen, kommt es zum Kontakt zwischen Tunnelspitze und Probe. Im Fall eines Natriumatoms berechnet Lang einen



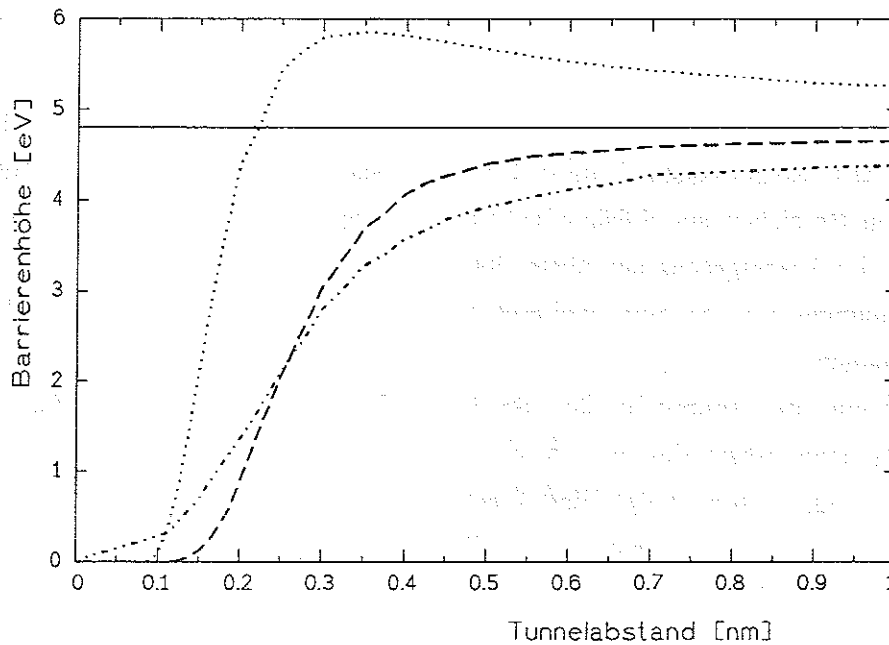
**Abb.6.5:** Abstandsabhängigkeit der Barrierenhöhe nach Lang [2.16] berechnet für zwei Metallelektroden, von denen auf einer ein Natriumatom adsorbiert ist, das die Tunnelspitze repräsentiert. Die Austrittsarbeit der Probe wird als 3.9eV angenommen und ist als durchgezogene Linie dargestellt.

Kontaktwiderstand von  $32\text{ k}\Omega$ . In Abb. 6.5 ist die für ein Natriumatom von Lang [2.16] berechnete Abstandsabhängigkeit der Barrierenhöhe zu sehen. Die von Lang berechnete Abstandsabhängigkeit des Tunnelstromes zeigt eine gute Übereinstimmung mit den Ergebnissen von Gimzewski et al. in Abb. 6.4 [6.19, 6.20].

In Ergänzung zu den Berechnungen zur Abstandsabhängigkeit der Barrierenhöhe von Binnig et al. [6.9] und Lang [2.16, 2.17] berücksichtigen Pitarke et al. [6.22] bei ihren Rechnungen als zusätzlichen nichtlokalen Effekt das Bildkraftpotential durch eine bessere Näherung. Um diese Vorgehensweise zu begründen, stellen sie zunächst den Verlauf der Barrierenhöhe in Abhängigkeit vom Tunnelabstand für zwei verschiedene Potentialverläufe gegenüber. Die Berechnungen wurden für Fermienergien der beiden Metallelektroden von 8.0eV bzw. 5.5eV und für eine Austrittsarbeit von jeweils 4.8eV durchgeführt. Im ersten Fall wird den Überlegungen von Binnig et al. [6.9] folgend die durch die Bildkraft reduzierte Barriere mit einem konstanten Maximalwert berücksichtigt:

$$V(z) - E_F = \varphi_0 - \frac{e^2}{2\pi\epsilon_0} \cdot \frac{\ln 2}{s} \quad (6.14)$$

Mit diesem Potentialverlauf ergibt sich durch Lösung der Schrödinger-Gleichung die in Abb. 6.6 punktiert dargestellte Abstandsabhängigkeit der Barrierenhöhe  $B$ . Für  $s > 0.2\text{ nm}$  ist die so



**Abb. 6.6:** Abstandsabhängigkeit der Barrierenhöhe  $B$  berechnet durch Lösung der Schrödinger-Gleichung mit dem Potentialverlauf nach Gl. (6.14) bzw. Gl. (6.15) punktiert bzw. gestrichelt dargestellt. Die strichpunktierte Kurve basiert auf einem parametrisierten Potentialverlauf nach Pitarke et al. [6.22]. Die mittlere Austrittsarbeit  $\varphi_0 = 4.8 \text{ eV}$  ist als durchgezogene Linie dargestellt. (Kurven übernommen aus [6.22].)

berechnete Barrierenhöhe größer als die mittlere Austrittsarbeit  $\varphi_0$  von Tunnelspitze und Probe.

Die Verwendung des Potentialverlaufes nach Simmons [2.2]

$$V(z) - E_F = \varphi_0 - \frac{e^2}{2\pi\epsilon_0} \cdot \frac{1.15 \cdot s \cdot \ln 2}{4 \cdot z \cdot (s - z)}, \quad (6.15)$$

der den Einfluß der Bildkraft berücksichtigt, ergibt bei Berechnung der Schrödinger-Gleichung mit numerischen Methoden für die Barrierenhöhe  $B$  die gestrichelte Kurve in Abb. 6.6, die für Tunnelabstände größer als 0.5 nm nahe bei der mittleren Austrittsarbeit  $\varphi_0$  liegt, jedoch im kompletten Verlauf kleiner als  $\varphi_0$  ist. Damit wird die wichtige Rolle des Bildkraftpotentials für die Verkleinerung der Barrierenhöhe  $B$  aufgezeigt.

Die aus den Potentialverläufen nach den Gleichungen (6.14) und (6.15) berechneten Abstandsabhängigkeiten der Barrierenhöhe gehen jeweils für einen Tunnelabstand von etwa 0.1 nm gegen Null. Die Ursache hierfür ist darin zu sehen, daß diese Potentialverläufe für sehr kleine Abstände die von den Elektronen zu überwindende Barriere nicht mehr beschreiben. Für eine realistischere Beschreibung geben Pitarke et al. [6.22] einen parametrisierten

Potentialverlauf an, der zu der in Abb. 6.6 strichpunktiert dargestellten Abstandsabhängigkeit der Barrierenhöhe führt.

Chen und Hamers [6.23] weisen auf den Einfluß von Kräften zwischen Tunnelspitze und Probe hin. Aus Strom-Abstandsmessungen mit sauberen Wolframspitzen auf (7×7)-rekonstruierten Bereichen auf Silizium(111)-Proben ergibt sich, daß die zunächst konstante Barrierenhöhe bei Verringerung des Abstandes zwischen Spitze und Probe auf 1,5Å von 3,5eV auf 4,8 eV zunimmt, und bei einer weiteren Verringerung des Abstandes auf 0,5Å um einen Faktor 10 abnimmt.

Zur Erklärung des Einbruchs der Barrierenhöhe um eine Größenordnung bei einer Änderung des Tunnelabstandes um 1Å verwenden Chen und Hamers [6.23] eine einfache Modellbetrachtung, die sowohl den Einfluß langreichweitiger als auch kurzreichweitiger Kräfte zwischen Tunnelspitze und Probe berücksichtigt.

Eine Kraft  $F$  zwischen Tunnelspitze und Probe führt zu einer elastischen Deformation am Ende der Tunnelspitze, die bei Verwendung einer elastischen Konstante  $\alpha$  gegeben ist durch

$$\delta z = \alpha \cdot F \quad . \quad (6.16)$$

Pethica et al. [6.24, 6.25] zeigen, daß die elastischen Konstante  $\alpha$  von der Größe

$$\alpha = (E^* \cdot a_0)^{-1} \equiv (E_T^{-1} + E_S^{-1}) \cdot a_0^{-1} \quad (6.17)$$

ist. Das effektive Elastizitätsmodul  $E^*$  ist bestimmt durch das Elastizitätsmodul der Tunnelspitze  $E_T$  und das Elastizitätsmodul der Probe  $E_S$ .  $a_0$  ist der Verrundungsradius der Tunnelspitze.

Zur Beschreibung der Kraft  $F$  über den vollständigen Bereich des Tunnelabstandes  $s$  setzen Chen und Hamers [6.23] eine Funktion nach Morse [6.26] an:

$$F = -2 \cdot \kappa \cdot U_e \cdot \left\{ \exp[-\kappa \cdot (s - s_e)] - \exp[-2 \cdot \kappa \cdot (s - s_e)] \right\} \quad . \quad (6.18)$$

Der darin enthaltene Abstand  $s_e$  ist ein Gleichgewichtsabstand, bei dem die resultierende Kraft aus den anziehenden langreichweitigen Kräften und den abstoßenden kurzreichweitigen Kräften gleich null ist.  $U_e$  ist die chemische Bindungsenergie.

Die wahre Änderung des Tunnelabstandes  $ds$  ist damit gleich der Summe aus der mit dem piezoelektrischen Röhrcchen vorgegebenen Abstandsänderung  $dz$  zwischen Tunnelspitze und Probe sowie der Summe der Deformationen der Tunnelspitze  $\delta z_s$  und der Probe  $\delta z_p$  nach Gl. (6.16):

$$ds = dz + \delta z \quad (6.19a)$$

mit

$$\delta z = \delta z_s + \delta z_p \quad (6.19b)$$

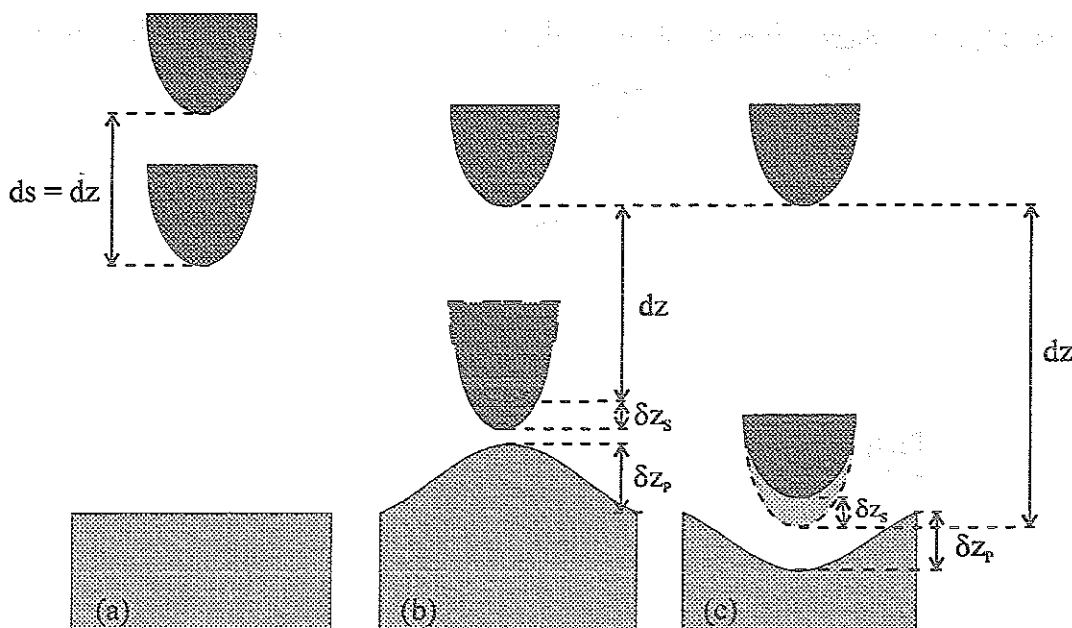
In Gl. (6.19) sind die Beiträge  $\delta z_s$  und  $\delta z_p$  für langreichweitige Kräfte nach Abb. 6.7b jeweils mit positivem Vorzeichen und für kurzreichweitige Kräfte nach Abb. 6.7c jeweils mit negativem Vorzeichen zu berücksichtigen. Aus den Gleichungen (6.16) und (6.18) erhält man dann

$$\frac{dz}{ds} = 1 - \beta \cdot \left\{ \exp[-\kappa \cdot (s - s_e)] - 2 \cdot \exp[-2 \cdot \kappa \cdot (s - s_e)] \right\} \quad (6.20)$$

Die darin enthaltene dimensionslose Größe

$$\beta = 2 \cdot \alpha \cdot \kappa^2 \cdot U_e \quad (6.21)$$

ist ein Maß für die relative Steifigkeit des Tunnelkontaktes und des RTM insgesamt. Unter der



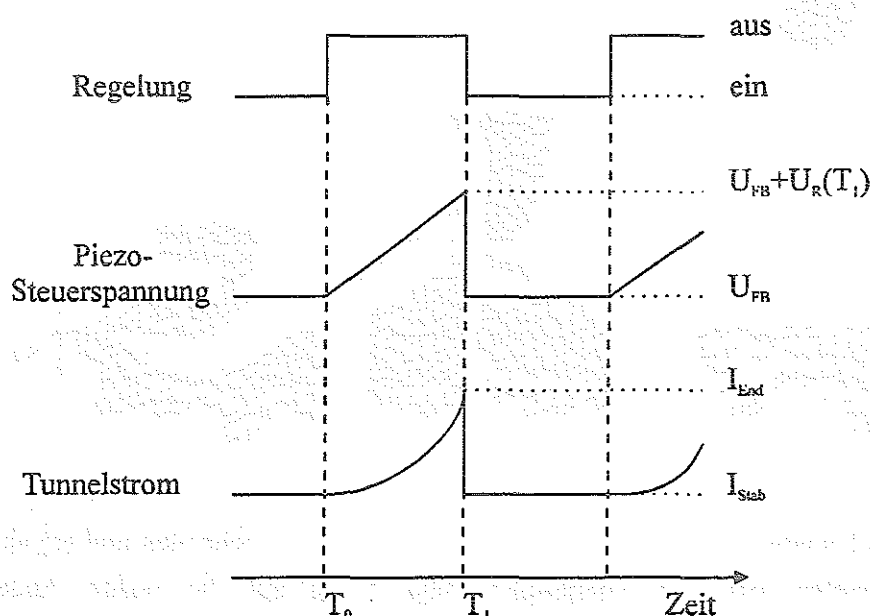
**Abb. 6.7:** Schematische Darstellung zum Einfluß von (b) anziehenden und (c) abstoßenden Kräften zwischen Tunnelspitze und Probe auf die wahre Änderung des Tunnelabstandes  $ds$  bei einer Strom-Abstandsmessung. (a) Wirken keine Kräfte zwischen Tunnelspitze und Probe, so ist  $ds = dz$ .

Annahme, daß über dem gesamten Abstandsbereich die Barrierenhöhe  $0.952 \cdot (d \ln I / ds)^2 = \text{konst.} = 3.5 \text{ eV}$  ist, erhalten Chen und Hamers [6.23] für  $\beta = 0.95$  den besten Fit für ihre Meßdaten. Für  $\beta = 0.95$  ermitteln sie mit den Gleichungen (6.17) und (6.21) für die Tunnelspitze dieses Experimentes einen Radius  $\alpha_0 \cong 6 \text{ \AA}$ .

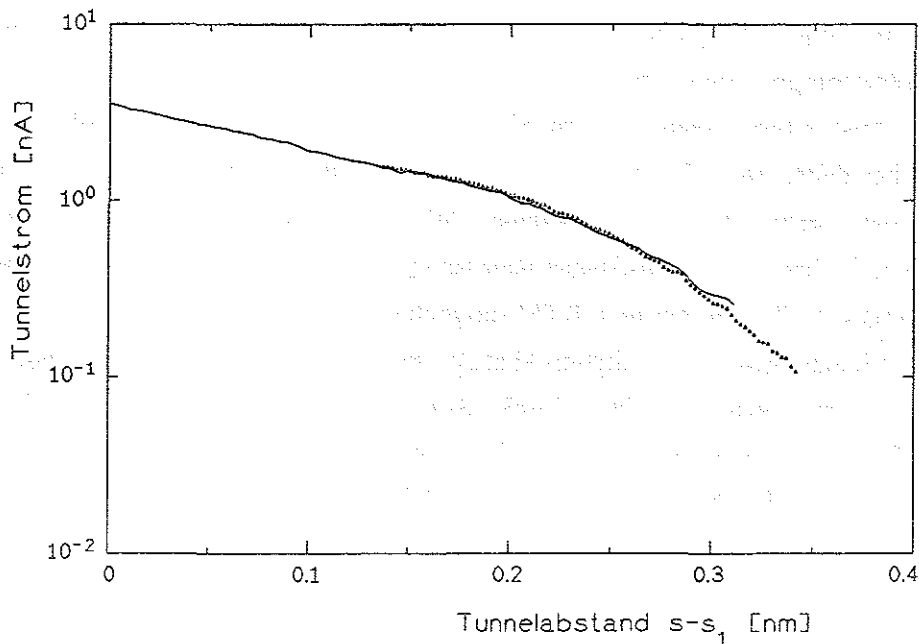
Chen und Hamers [6.23] beschreiben somit den Einbruch der mit dem RTM gemessenen Barrierenhöhen für Abstände kleiner als  $3 \text{ \AA}$  ausschließlich durch den Einfluß von Kräften zwischen Tunnelspitze und Probe. Diese Erklärung steht im Widerspruch mit dem oben dargestellten Modell von Lang [2.16, 2.17].

### 6.3 Experimentelles Verfahren zur Messung der Barrierenhöhe mit dem RTM

Zur Messung des Tunnelstromes  $I$  in Abhängigkeit vom Tunnelabstand  $s$  wird im geregelten Betrieb die Tunnelspitze zunächst über einem Punkt der Probe positioniert und über die Vorgabe der Tunnelspannung  $U$  und des Sollstromes  $I_0$  ein Tunnelkontakt mit festem Abstand  $s_0$  eingestellt. Wie in Abb. 6.8 dargestellt ist, wird dann zum Zeitpunkt  $T_0$  der Regelkreis unterbrochen und zu der eingefrorenen Feedback-Spannung  $U_{FB}$  eine rampenförmige Spannung  $U_R(t)$  addiert. Ausgehend von  $U_R(T_0) = 0$  wird eine Spannungsrampe mit negativer Polarität gewählt, die eine Längenausdehnung des Piezoröhrchen zur Folge hat. Bei einer Strom-Abstandsmessung wird also der anfängliche Abstand  $s_0$  zwischen Tunnelspitze



**Abb. 6.8:** Zeitlicher Verlauf der physikalischen Größen zur Veranschaulichung der Strom-Abstandsmessung



**Abb.6.9:** Strom-Abstandskurven auf einer mit 1 Monolage Gold bedampften Si(111)-Probe aufgenommen bei einer Tunnelspannung  $U_T = -7$  mV (Probe)

und Probe verringert. Die Steuerspannung für die z-Auslenkung läßt sich schreiben als

$$U_{Piezo} = U_{FB} + U_R(t) \quad ,$$

damit ergibt sich für den Abstand  $s$  zwischen Tunnelspitze und Probe

$$s(t) = s_0 + C_z \cdot U_R(t) \quad (6.22)$$

mit dem Auslenkungsfaktor  $C_z$  des Piezoröhrchens.

Gleichzeitig mit der Änderung des Tunnelabstandes wird der Tunnelstrom mit dem Strom-Spannungswandler in eine Spannung umgewandelt, logarithmiert und mit dem Rechner eingelesen. Nach der Aufnahme einer Strom-Abstandskurve wird von der Meßroutine die Regelung für eine wählbare Zeit aktiviert, bevor die nächste Strom-Abstandskurve gemessen wird. Pro Strom-Abstandskurve können bis zu 100 Meßpunkte ausgewählt werden, bei denen für jeden Stromwert bis zu 500 Mittelungen möglich sind. Abgespeichert werden jeweils 100 Strom-Abstandskurven in einem Datenfile.

Der Einfluß der z-Drift auf die Abstandsänderung bei einer Strom-Abstandsmessung kann vernachlässigt werden. Bei einer z-Driftrate des UHV-RTM von 0.05nm/min (vgl. Abschnitt 3.1) und einer Meßzeit von 132ms für eine Strom-Abstandskurve mit 100 Meßpunkten und

jeweils 100 Mittelungen für jeden Stromwert ergibt sich ein unerheblicher Fehler von  $10^{-4}$  nm bei Abstandsänderungen von 0.5nm.

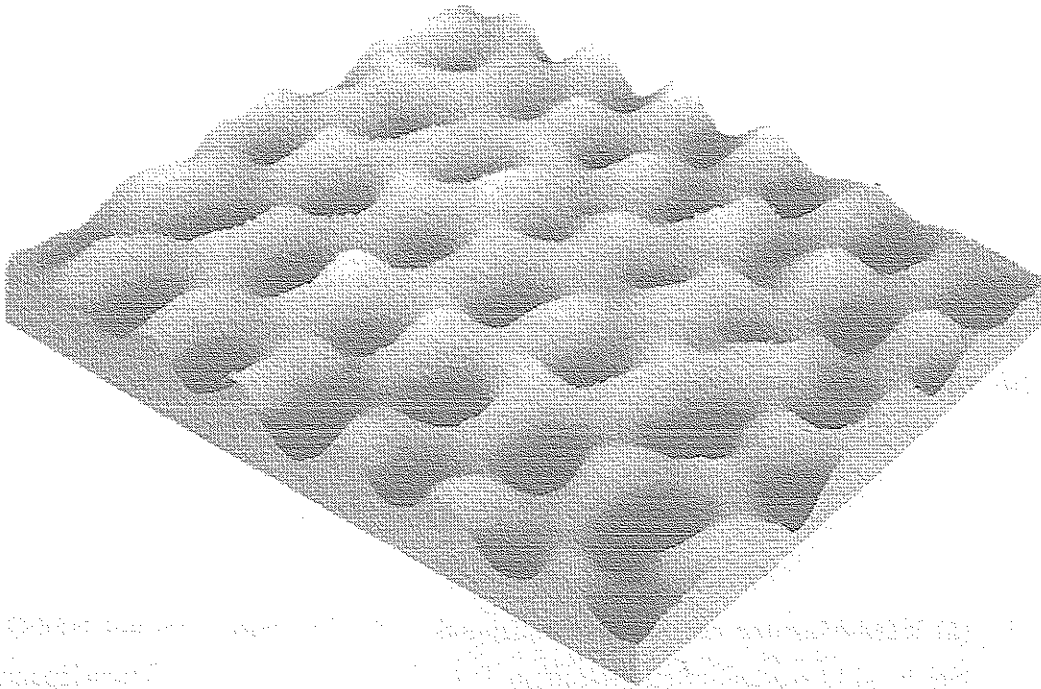
Bei der Auswertung einer Strom-Abstandsmessung werden nur solche Datenfiles ausgewählt, bei denen reproduzierbare Strom-Abstandskurven gemessen wurden; aus diesen wird dann eine gemittelte Kurve erzeugt. Weiterhin wurde darauf geachtet, daß im Probenbereich, in dem die Strom-Abstandsmessung durchgeführt wurde, vor und nach dieser Messung atomare Auflösung mit dem RTM möglich ist.

Die Reproduzierbarkeit der Strom-Abstandsmessungen läßt sich mit dem folgenden Experiment dokumentieren. An einem Punkt einer Probe wurden Strom-Abstandsmessungen bei gleicher Tunnelspannung mit zwei verschiedenen anfänglichen Tunnelabständen  $s_0$  und  $s'_0$  durchgeführt. Bei der durchgezogen dargestellten Meßkurve wurde darüber hinaus eine nahezu doppelt so große Abstandsänderung vorgegeben. Die beiden in Abb. 6.9 aufgetragene Kurvenverläufe stimmen gut überein.

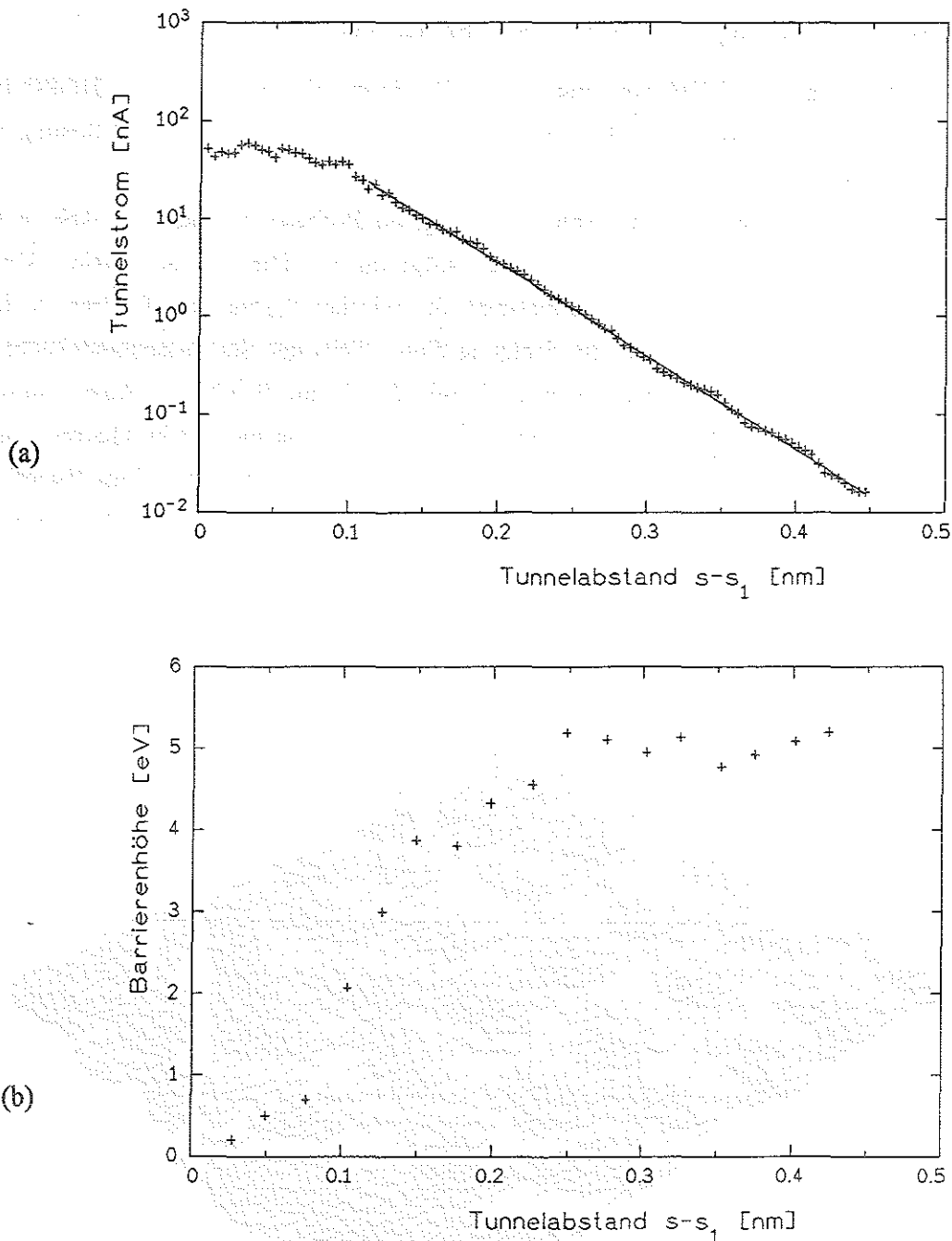
### 6.3.1 RTM-Messung der Barrierenhöhe auf HOPG

Die ersten eigenen RTM-Messungen der Barrierenhöhe wurden auf HOPG-Proben durchgeführt, da diese reproduzierbar eine RTM-Abbildung mit atomarer Auflösung wie in Abb. 6.10 zulassen.

In Abb. 6.11a ist eine Strom-Abstandsmessung im Probenausschnitt aus Abb. 6.10 auf HOPG in halblogarithmischer Darstellung aufgetragen. Die exponentielle Abstandsabhängigkeit des Tunnelstromes für Tunnelabstände zwischen 0.15nm und 0.45nm ist deutlich zu erkennen. Aus der Bestimmung der Steigung dieses Teils der Strom-Abstandskurve ergibt sich in Verbindung mit den Gleichungen (6.9) und (6.10) für HOPG als Austrittsarbeit ein Wert von 4.6eV. Dieser Wert zeigt eine gute Übereinstimmung mit der in Thermoemissions-Experimenten ermittelten Austrittsarbeit von 4.6eV und der in Photoemissions-Experimenten ermittelten Austrittsarbeit von 4.81eV für Kohlenstoff (siehe z. B. [6.27]). Die verwendete Meßmethode mit dem RTM eignet sich also gut zur Bestimmung von absoluten Werten für die Austrittsarbeit.



**Abb. 6.10:** RTM-Abbildung von HOPG im Konstantstrombetrieb mit einer  $\langle 111 \rangle$ -orientierten Wolfram-Tunnelspitze bei  $U_T = -20\text{ mV}$  (Probe) und  $I = 0.5\text{ nA}$  im Ultrahochvakuum. Die atomare Korngattung beträgt  $1.5\text{ \AA}$ .

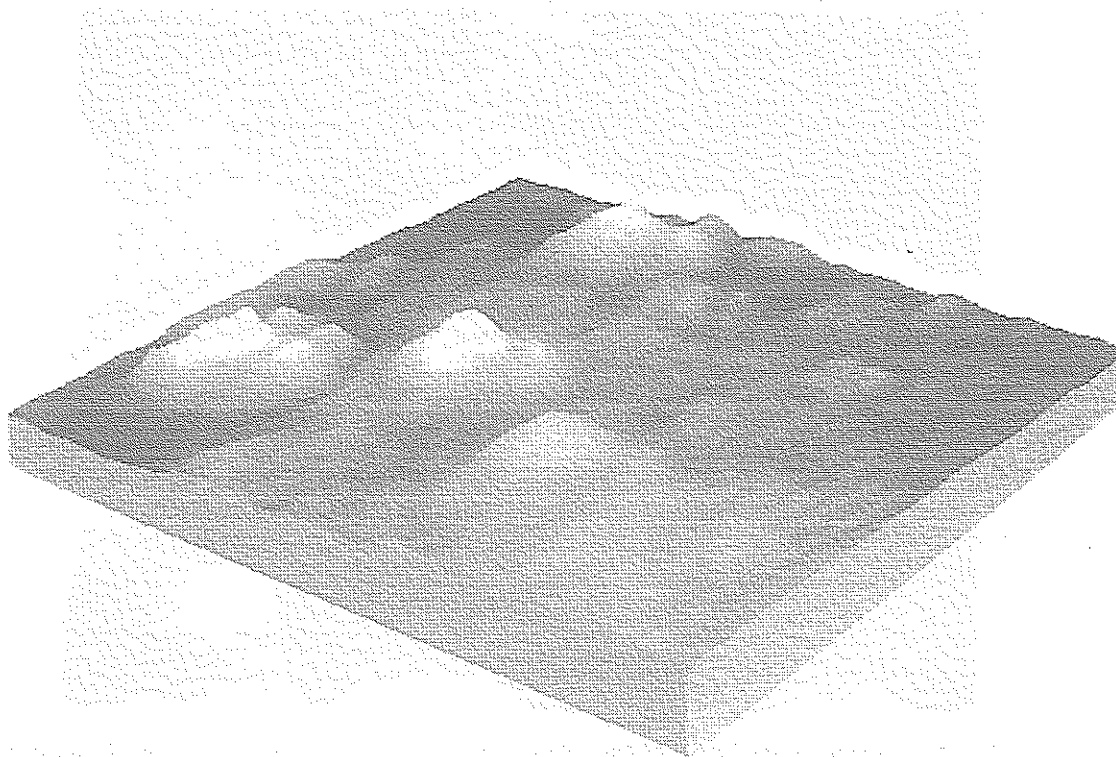


**Abb.6.11:** (a) RTM-Messung der Abstandsabhängigkeit des Tunnelstromes auf HOPG mit einer  $\langle 111 \rangle$ -orientierten Wolfram-Tunnelspitze bei einer Tunnelspannung  $U_T = -20$  mV (Probe). Im Abstandsbereich mit exponentiellem Tunnelstromanstieg ist eine Fitfunktion als durchgezogene Linie eingetragen.  
 (b) Abstandsabhängigkeit der mit den Gl. (6.9) und (6.10) aus den Daten in (a) berechneten Barrierenhöhe auf HOPG

Den kompletten Verlauf der Barrierenhöhe in Abhängigkeit vom Tunnelabstand auf HOPG zeigt Abb. 6.11b. Der in Abb. 6.11b berücksichtigte additive Korrekturterm  $s$ , gibt jeweils den kleinsten Abstand zwischen Tunnelspitze und Probe am Ende einer Strom-Abstandsmessung an. Die Größe von  $s$ , kann für die eigenen Strom-Abstandsmessungen nicht angegeben werden, da durch die Wahl der Rampe kein Kontakt zwischen Tunnelspitze und Probe zugelassen wurde. Mit abnehmendem Tunnelabstand kommt es bei  $(0.2 + s)$  nm zu einem Einbruch der Barrierenhöhe: Der Wert von 4.6eV nimmt bei Verkleinerung des Tunnelabstandes um 1Å um eine Größenordnung ab.

### 6.3.2 RTM-Messung der Barrierenhöhe auf Si(111)

Obgleich eine Charakterisierung der im UHV nachbehandelten Si(111)-Proben mit Hilfe der Augeranalyse in der Regel eine vernachlässigbare Kohlenstoffkontamination von weniger als einem Prozent einer Monolage ergab und anhand von LEED-Aufnahmen wie in Abb. 5.3a

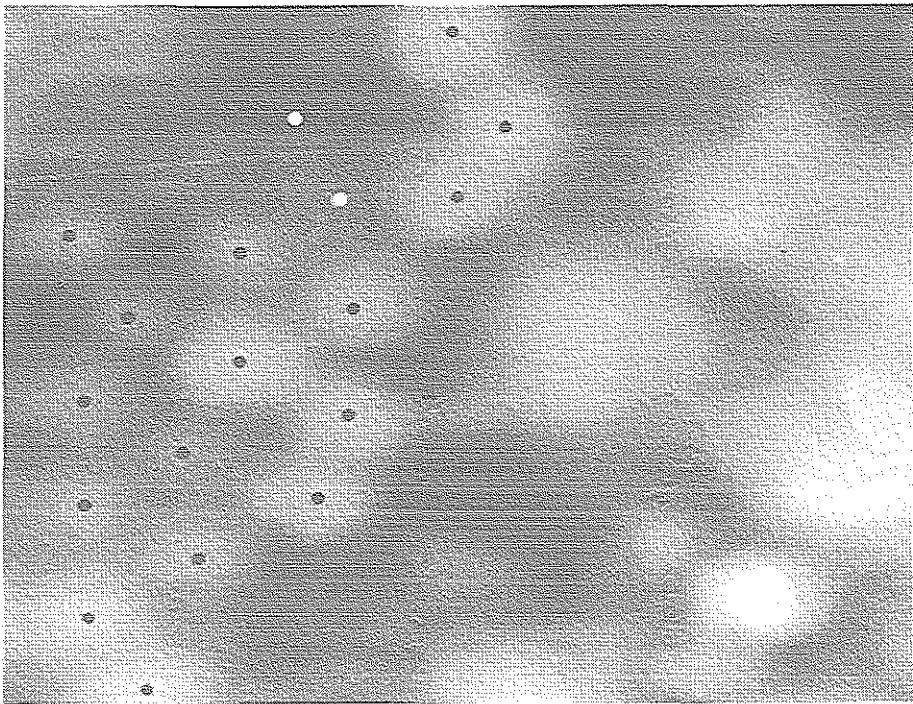


**Abb. 6.12:** RTM-Abbildung eines 12 nm × 12 nm großen Bereiches einer Silizium(111)-Probe. Die Hügel haben eine Höhe von 3-4nm. Es wurde im Konstantstrombetrieb mit einer <111>-orientierten Wolframspitze bei einer Tunnelspannung  $U_T = -4.5$  V(Probe) und einem Tunnelstrom  $I = 0.5$  nA gemessen.

eindeutig eine  $(7 \times 7)$ -Rekonstruktion der (111)-Siliziumoberfläche nachgewiesen wurde, konnte mit dem RTM nur selten die  $(7 \times 7)$ -Rekonstruktion abgebildet werden.

Bei einer Abbildung mit dem RTM im Konstantstrombetrieb ergaben sich in der Regel atomar glatte Bereiche wie in Abb. 6.12, wobei die atomare Anordnung der Siliziumatome jedoch nicht immer abgebildet werden konnte. In diesen Bereichen werden wie in Abb. 6.12 häufig 3-4nm hohe Hügel beobachtet, die vermutlich aus Kohlenstoff bestehen.

Abb. 6.13 zeigt einen Bereich einer Si(111)-Oberfläche mit  $(7 \times 7)$ -Rekonstruktion, auf dem eine Strom-Abstandsmessung durchgeführt wurde. Die bei Silizium gemessene atomare Korrugation von  $0.2\text{\AA}$  ist annähernd eine Größenordnung kleiner als die von HOPG. Die Strom-Abstandskurve in Abb. 6.14 wurde aus 100 Einzelkurven gemittelt und bei einer Tunnelspannung  $U_T = -1.9\text{V}$ (Probe) gemessen. Eine Auswertung des exponentiellen Tunnelstromanstiegs für Tunnelabstände zwischen  $0.42\text{nm}$  und  $0.22\text{nm}$  ergibt in Verbindung mit Gl. (6.9) eine Barrierenhöhe von  $B=3.74\text{eV}$ . Nach Gl. (6.10) ergibt sich mit der



**Abb. 6.13:** RTM-Abbildung eines  $5\text{nm} \times 5\text{nm}$  großen Bereiches einer Silizium(111)-Probe mit  $(7 \times 7)$ -Rekonstruktion. Die atomare Korrugation bei Silizium beträgt  $0.2\text{\AA}$ . Im Konstantstrombetrieb wurde mit einer  $\langle 111 \rangle$ -orientierten Wolfram-Tunnelspitze bei einer Tunnelspannung  $U_T = -1.5\text{V}$  (Probe) und einem Tunnelstrom  $I = 0.5\text{nA}$  gemessen.

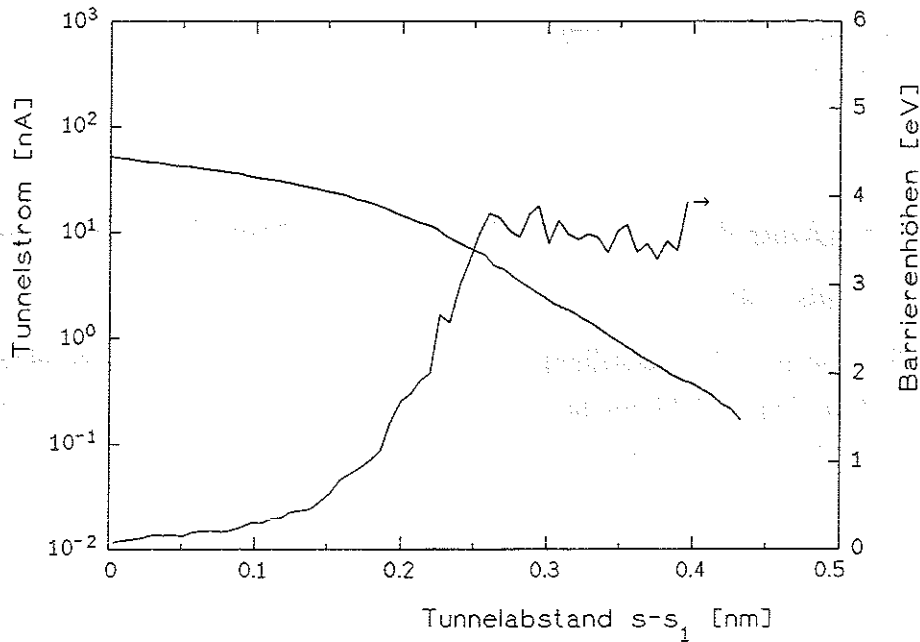


Abb. 6.14: RTM-Messung des Tunnelstromes in Abhängigkeit vom Tunnelabstand im  $(7 \times 7)$ -rekonstruierten Bereich der Si(111)-Probe aus Abb. 6.13 mit einer  $\langle 111 \rangle$ -orientierten Wolfram-Tunnelspitze bei einer Tunnelspannung  $U_T = -1.9$  V (Probe). Gleichzeitig ist die Abstandsabhängigkeit der Barrierenhöhe aufgetragen (rechte Ordinatenachse).

Austrittsarbeit der  $\langle 111 \rangle$ -orientierten Wolfram-Tunnelspitze von  $\varphi_s = 4.5$  eV [6.2] und der Tunnelspannung von  $U_T = -1.9$  V (Probe) als Austrittsarbeit der Silizium(111)-Oberfläche

$$\varphi_p = 2 \cdot B + |eU| - \varphi_s \cong 4.9 \text{ eV}$$

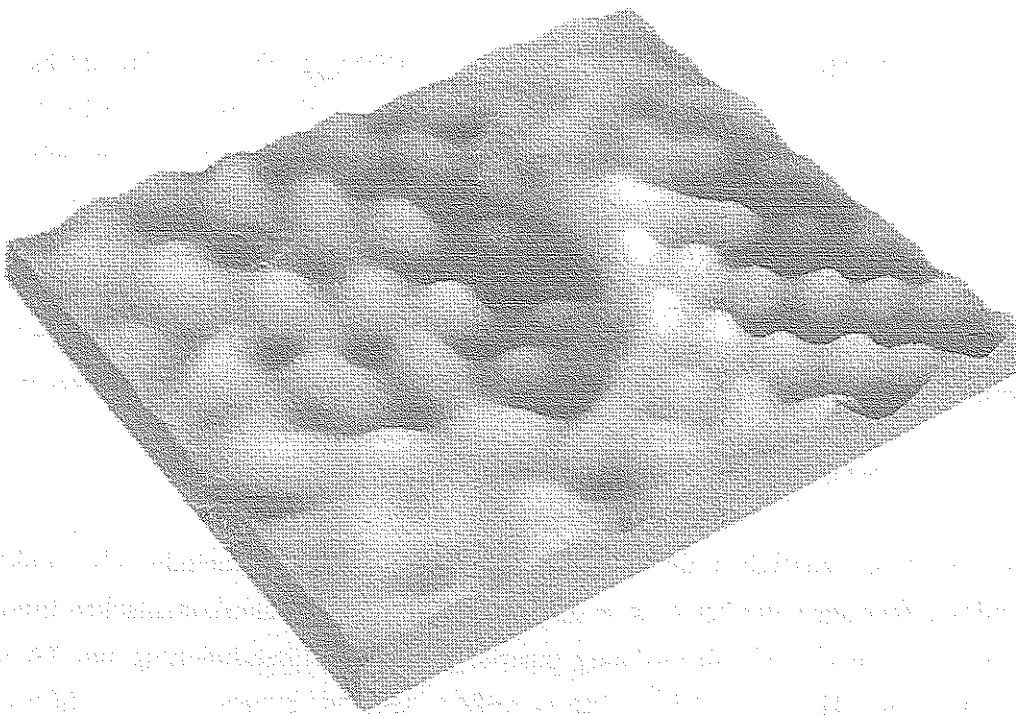
In Abb. 6.14 ist zusätzlich der komplette Verlauf der Barrierenhöhe als Funktion des Abstandes aufgetragen, der bei  $s - s_1 = 0.25$  nm wiederum den charakteristischen Einbruch der Barrierenhöhe um eine Größenordnung innerhalb einer Abstandsänderung um  $1 \text{ \AA}$  aufweist. Der von Chen und Hamers [6.23] für etwas größere Abstände beobachtete, scheinbare Anstieg der Barrierenhöhe, der nach ihrem Modell durch eine Vergrößerung der vorgegebenen Abstandsänderung durch langreichweitige, anziehende Kräfte verursacht werden sollte, tritt nicht auf. Mit dieser Messung kann somit die Hypothese einer generellen Vergrößerung der vorgegebenen Abstandsänderung durch langreichweitige, anziehende Kräfte nicht bestätigt werden. Dies deutet darauf hin, daß die Anordnung der Atome in der Umgebung des den Tunnelstrom tragenden Atoms einen nicht vernachlässigbaren Einfluß auf den Verlauf einer Strom-Abstandskurve hat. Es kann also gefolgert werden, daß für Tunnelabstände kleiner als  $3 \text{ \AA}$ , für die nach Chen und Hamers [6.23] anziehende und abstoßenden Kräfte eine Rolle

spielen können, eine exakte Bestimmung der Barrierenhöhe nicht ohne zusätzliche Kenntnis der Anordnung der Atome im Tunnelkontakt möglich ist.

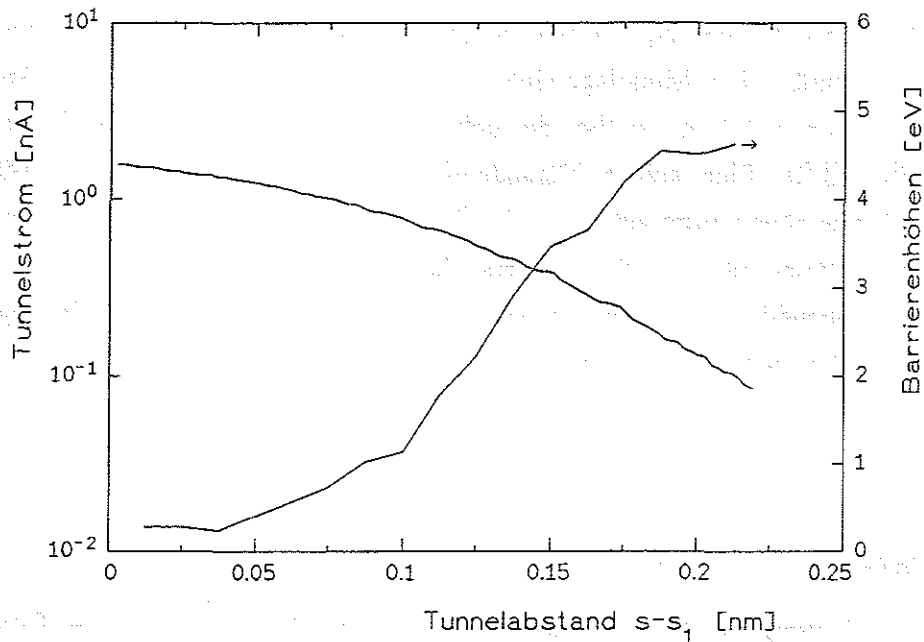
### 6.3.3 RTM-Messung der Barrierenhöhe auf einer Monolage Gold auf einem Si(111)-Substrat

In Abschnitt 5.2.1 wurden die Herstellung und die möglichen Rekonstruktionen einer Schicht von bis zu 1.5 Monolagen Gold auf Silizium(111) beschrieben und LEED-Aufnahmen einer  $5 \times 1$ -Struktur bei einem Bedeckungsgrad  $\theta = 0.4$  und einer  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}R30^\circ$ -Struktur bei einer Monolage Gold auf Silizium(111) präsentiert.

Eine Silizium(111)-Probe mit einem Gold-Bedeckungsgrad  $\theta = 1$ , hergestellt bei einer



**Abb. 6.15:** RTM-Abbildung eines  $4.5 \text{ nm} \times 4.5 \text{ nm}$  großen Bereiches auf einer mit einer Monolage Gold bei einer Substrattemperatur von  $500^\circ\text{C}$  bedampften Si(111)-Probe. Bei einer Tunnelspannung  $U_T = -1.5 \text{ V}$  (Probe) und einem Tunnelstrom  $I = 0.5 \text{ nA}$  wurde mit einer  $\langle 111 \rangle$ -orientierten Wolfram-Tunnelspitze im Konstantstrombetrieb gemessen. Die atomare Korruption beträgt etwa  $1.8 \text{ \AA}$ .



**Abb. 6.16:** RTM-Messung des Tunnelstroms in Abhängigkeit vom Tunnelabstand in dem Bereich der mit einer Monolage Gold bedampften Si(111)-Probe aus Abb. 6.15. Es wurde mit einer  $\langle 111 \rangle$ -orientierten Wolfram-Tunnelspitze bei einer Tunnelspannung  $U_T = -7$  mV (Probe) gemessen. Im Diagramm ist ebenfalls die mit den Gleichungen (6.9) und (6.10) berechnete Abstandsabhängigkeit der Barrierenhöhe aufgetragen (rechte Ordinatenachse).

Substrattemperatur von  $500^\circ\text{C}$ , wurde mit dem RTM im Konstantstrombetrieb abgebildet. Die Anordnung der Goldatome ist in Abb. 6.15 zu sehen. Die in einem Modell von Oura [5.15] in Abb. 5.2 vorhergesagte Anordnung der Goldatome der  $\text{Si}(111)\sqrt{3} \times \sqrt{3}R30^\circ\text{Au}$ -Überstruktur kann durch die RTM-Messung in Abb. 6.15 nicht bestätigt werden, obgleich im LEED-Bild eine saubere  $\text{Si}(111)\sqrt{3} \times \sqrt{3}R30^\circ\text{Au}$ -Überstruktur beobachtet wird. Es wird vielmehr eine hexagonale Anordnung der Goldatome beobachtet, bei der der Abstand der Goldatome etwa  $4.3\text{\AA}$  beträgt. Die atomare Korruption dieser Struktur ist etwa  $1.8\text{\AA}$ .

Die unterschiedlichen Ergebnisse der LEED-Untersuchung und der RTM-Messung können darauf zurückgeführt werden, daß sich bei einem LEED-Experiment die Information über die Anordnung der Atome aus einem im Vergleich zu einer RTM-Messung um mehrere Größenordnungen größeren Probenbereiches ergibt. Bei einem lokalen Experiment mit dem RTM wird also nicht zwingend ein Bereich mit der im LEED-Bild beobachteten Überstruktur untersucht.

Auf dem Probenausschnitt in Abb. 6.15 wurde die in Abb. 6.16 aufgetragene Strom-Abstandsmessung durchgeführt. Für den exponentiellen Teil der Strom-Abstandskurve ergibt sich nach Gl. (6.9) eine Barrierenhöhe von etwa  $4.6\text{eV}$ . Mit der Austrittsarbeit der  $\langle 111 \rangle$ -

orientierten Wolframspitze von  $\varphi_s = 4.5\text{eV}$  ergibt sich aus Gl. (6.10) eine Austrittsarbeit von  $4.7\text{eV}$ . Das Aufdampfen einer Monolage Gold auf Silizium(111) hat also zu einer Absenkung der Austrittsarbeit um  $0.2\text{eV}$  gegenüber der unbedampften Silizium(111)-Oberfläche geführt (vgl. Abschnitt 6.3.2). Eine solche Veränderung der Austrittsarbeit durch Aufdampfen verschiedenen Materialien wurde auf unterschiedlich orientierten Wolframoberflächen mit den herkömmlichen Meßmethoden eingehend untersucht [6.2].

In Abb. 6.16 ist ebenfalls der komplette, gemessene Verlauf der Abstandsabhängigkeit der Barrierenhöhe aufgetragen. Bei  $s - s_1 = 0.175\text{nm}$  kommt es zu dem charakteristischen Einbruch der Barrierenhöhe um eine Größenordnung auf einen Wert von  $0.3\text{eV}$ .

## 6.4 Diskussion der Meßergebnisse

Über eine Abbildung atomarer Strukturen auf HOPG, Silizium(111) und Gold hinaus konnte mit den Messungen der Barrierenhöhe auf diesen Materialien die Funktionstüchtigkeit des neu konstruierten UHV-Rastertunnelmikroskopes demonstriert werden. Die Messungen der Barrierenhöhen bzw. der Austrittsarbeiten auf HOPG, auf Si(111) und auf einer Monolage Gold auf Si(111) bestätigen neben den in Abschnitt 6.2 zitierten Arbeiten, daß ein RTM für derartige Messungen gut geeignet ist. Bei der Auswertung der Strom-Abstandskurve ist darauf zu achten, daß der Tunnelabstand bei den Messungen größer als  $3\text{-}4\text{\AA}$  ist, um damit sicherzustellen, daß die Messungen nicht durch den Einfluß von Kräften zwischen Tunnelspitze und Probe beeinflusst werden.

Für eine nähere Untersuchung der Abstandsabhängigkeit der Barrierenhöhe für Abstände kleiner als  $3\text{\AA}$  ist es notwendig, die genaue Anordnung der Atome der Tunnelspitze in der Umgebung des den Tunnelstrom tragenden Atoms zu kennen. Erst dann läßt sich der Einfluß einer durch Kräfte verursachten Deformation der Tunnelspitze auf den Tunnelabstand und damit auf die gemessene Barrierenhöhe besser abschätzen. Für eine Kontrolle der Anordnung der Atome bietet sich die Verwendung eines Feldionenmikroskopes vor und nach einer tunnelmikroskopischen Messung der Barrierenhöhe an.

Die Tatsache, daß mit einem Rastertunnelmikroskop lokal an einem Punkt der Probe Messungen durchgeführt werden können, ermöglicht eine Vielzahl interessanter Experimente. Als Beispiel sei die Messung der Barrierenhöhe an lokalen Defekten genannt. So wurde bereits qualitativ mit dem "local barrier height"-Bild in Abb. 6.3 die Erniedrigung der Barrierenhöhe in der Umgebung einer Stufe festgestellt. Messungen dieser Art sind quantitativ nicht nur an Stufen, sondern auch an einem einzelnen Adatom auf einer atomar glatten Oberfläche durchzuführen. Aus solchen Messungen könnten sich unter anderem Rückschlüsse ergeben, die zu einem besseren Verständnis von Austrittsänderungen beim Aufbringen von Verunreinigungen führen.

## 7 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein Ultrahochvakuum-System bestehend aus einer Präparationskammer mit angeschlossener Probenschleuse und einer Analysenkammer mit einer REM/RTM-Kombination geplant und aufgebaut. Der Transport der Proben in den Kammern wird mit zwei Transferstangen realisiert; die Probenhalter sind so gestaltet, daß die Proben im Manipulator durch direkten Stromdurchfluß geheizt werden können. Für die REM/RTM-Kombination wurden sowohl ein neues UHV-Rastertunnelmikroskop wie auch ein UHV-tauglicher Probenstisch für das Rasterelektronenmikroskop entwickelt.

Eine RTM-Neukonstruktion für die Arbeit in Verbindung mit einem REM muß eine Reihe von Anforderungen erfüllen. So ist auf ein Dämpfungssystem für das RTM zugunsten der Auflösung des REM ganz zu verzichten. Darüber hinaus ist die Zugänglichkeit des untersuchten Probenortes für den Elektronenstrahl gleichermaßen zu gewährleisten wie ein ausreichender Zugriff des SE-Detektors. Mit dem neu konstruierten UHV-RTM wird trotz des Verzichts auf eine zusätzliche Dämpfung auf den untersuchten Systemen HOPG, Silizium(111) und Gold auf Silizium(111) atomare Auflösung erreicht. Die laterale Auflösung des REM mit Feldemissionselektronenquelle beträgt in dieser Kombination 15nm bei einem festen Arbeitsabstand von 20mm. Der Kammerdruck bei Betrieb des REM ist kleiner als  $2 \cdot 10^{-10}$  mbar, womit ein wichtiges Ziel für dieses Hybridgerät erreicht wurde. Das REM erwies sich in dieser Kombination als sehr nützlich bei der Positionierung der Tunnelspitze an bestimmten Orten der Probe. Darüber hinaus ermöglicht das REM eine Kontrolle des Annäherungsprozesses der Tunnelspitze sowie der Gestalt der Tunnelspitze vor und nach einer RTM-Messung.

Die Ausbeute verschmutzungsfreier polykristalliner und auch  $\langle 111 \rangle$ -orientierter Wolframspitzen mit geeigneter geometrischer Struktur für das REM/RTM-Hybridgerät konnte durch Optimierung des elektrolytischen Herstellungsprozesses und die Nachbehandlung in einer neu aufgebauten Hochvakuumglühapparatur erhöht werden.

Die guten Voraussetzungen zur Schichtherstellung in der Präparationskammer werden nicht zuletzt durch einen Kühlschild geschaffen, der bei einem Aufdampfprozeß im Bereich der Verdampfungsquellen ein unnötiges Aufheizen der Kammerwandungen verhindert. Die Funktionsfähigkeit des Präparationsystems wird mit der Herstellung von  $7 \times 7$ -rekonstruierten Silizium(111)-Oberflächen, der  $\text{Si}(111)5 \times 1\text{Au}$ -Überstruktur und der  $\text{Si}(111)\sqrt{3} \times \sqrt{3}R30^\circ\text{Au}$ -Überstruktur bestätigt, die jeweils durch LEED-Experimente und RTM-Messungen in den Kapiteln 5 und 6 charakterisiert werden konnten.

In Abschnitt 6.3 wird ein Meßverfahren zur Bestimmung der Austrittsarbeit mit dem Rastertunnelmikroskop beschrieben, mit dem sich lokal die Austrittsarbeit einer Probe bestimmen läßt. Die Meßergebnisse auf HOPG,  $\text{Si}(111)7 \times 7$  und auf einer Monolage Gold auf  $\text{Si}(111)$



## 8 Literaturverzeichnis

- [1.1] G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber und E. Weibel, *Appl. Phys. Lett.* **40** (1982) 178
- [1.2] Ch. Gerber, G. Binnig, H. Fuchs, O. Marti und H. Rohrer, *Rev. Sci. Instrum.* **57** (1986) 221
  
- [2.1] G. Binnig und H. Rohrer, *Physica* **127B** (1984) 37
- [2.2] J. G. Simmons, *J. Appl. Phys.* **34** (1963) 1793
- [2.3] J. Tersoff und D. R. Hamann, *Phys. Rev. B* **31** (1985) 805
- [2.4] J. Tersoff und D. R. Hamann, *Phys. Rev. Lett.* **50** (1983) 1998
- [2.5] A. Baratoff, *Physica* **127B** (1984) 143
- [2.6] J. Bardeen, *Phys. Rev. Lett.* **6** (1961) 57
- [2.7] V. M. Hallmark, S. Chiang, J. F. Rabolt, J. D. Swalen und R. J. Wilson, *Phys. Rev. Lett.* **59** (1987) 2879
- [2.8] Ch. Wöll, S. Chiang, R. J. Wilson und P. H. Lippel, *Phys. Rev. B* **39** (1989) 7988
- [2.9] J. Wintterlin, J. Wiechers, H. Brune, T. Gritsch, H. Höfer und R. J. Behm, *Phys. Rev. Lett.* **62** (1989) 59
- [2.10] P. H. Lippel, R. J. Wilson, M. D. Miller, Ch. Wöll und S. Chiang, *Phys. Rev. Lett.* **62** (1989) 171
- [2.11] C. J. Chen, *Phys. Rev. Lett.* **65** (1990) 448
- [2.12] C. J. Chen, *Phys. Rev. B* **42** (1990) 8841
- [2.13] C. J. Chen, *J. Vac. Sci. Technol. A* **9** (1991) 44
- [2.14] N. D. Lang, *Phys. Rev. Lett.* **56** (1986) 1164
- [2.15] N. D. Lang, *Surf. Sci.* **299/300** (1994) 284
- [2.16] N. D. Lang, *Phys. Rev. B* **37** (1988) 10395
- [2.17] N. D. Lang, *Phys. Rev. B* **36** (1987) 8173
  
- [3.1] L. Reimer und G. Pfefferkorn, *Rasterelektronenmikroskopie*, 2. Auflage, Springer-Verlag, Berlin 1977
- [3.2] M. E. Taylor, *Rev. Sci. Instrum.* **64** (1993) 154
- [3.3] W. Hanrieder, M. Mock und H. Meixner, *Ultramicroscopy* **42-44** (1992) 169
- [3.4] Meßdaten-Erfassungskarte PCI-20000 von der Firma Burr Brown
- [3.5] T. Göddenhenrich, Dissertation im Fach Physik, Justus-Liebig-Universität Gießen (1991)
- [3.6] M. Anders, Dissertation im Fach Physik, Justus-Liebig-Universität Gießen (1990)
- [3.7] U. Tietze und C. Schenk, *Halbleiterschaltungstechnik*, Springer-Verlag, Berlin 1989
- [3.8] N. Kraus, Diplomarbeit im Fach Physikalische Technik, Fachhochschule Aachen, Abteilung Jülich (1991)

- [3.9] I. P. Batra, und S. Ciraci, *J. Vac. Sci. Technol. A* 6 (1988) 313
- [3.10] R. Guckenberger, W. Wiegräbe, A. Hillebrandt, T. Hartmann, Z. Wang und W. Baumeister, *Ultramicroscopy* 31 (1989) 327
- [3.11] R. Guckenberger, W. Wiegräbe und W. Baumeister, *J. Microscopy* 152 (1988) 795
- [3.12] W. Baumeister, F. Karrenberg, R. Rachel, A. Engel, B. Ten Heggerlen und W. O. Saxton, *Eur. J. Biochem.* 125 (1982) 535
- [3.13] C. J. Chen, *Appl. Phys. Lett.* 60 (1992) 132
- [3.14] M. Locatelli, G. Lamboley, J. P. Michenaud und V. Bayot, *Rev. Sci. Instrum.* 59 (1988) 661
- [3.15] R. W. G. Wyckoff, *Crystal Structures*, Vol. 1, Second Edition, Robert E. Krieger Publishing Company, Malabar Florida 1982
- [3.16] Luftfederelemente von der Firma Barry Control, Bad Raunheim
- [3.17] Manipulator TUM 3 CPMF-100 von der Firma Riber, Grasbrunn
- [3.18] J. Döpfer, Diplomarbeit im Fach Physik, Justus-Liebig-Universität Gießen (1993)
- [3.19] LEED/Auger-System von der Firma Omicron, Taunusstein
- [3.20] J. A. Simpson, *Rev. Sci. Instrum.* 32 (1961) 1283
- [3.21] N. J. Taylor, *Rev. Sci. Instrum.* 40 (1969) 792
- [3.22] O. C. Wells und M. E. Welland, in: *Proceedings of the 44th Annual Meeting of the Electron Microscopy Society of America*, Albuquerque, NM, 1986, Ed. G. W. Bailey, San Francisco Press, San Francisco (1986) 636
- [3.23] T. Ichinokawa, Y. Miyazaki und Y. Koga, *Ultramicroscopy* 23 (1987) 115
- [3.24] L. Vázquez, A. Bartolomé, R. García, A. Buendía und A. M. Baró, *Rev. Sci. Instrum.* 59 (1988) 1286
- [3.25] M. Anders, M. Mück und C. Heiden, *Ultramicroscopy* 25 (1988) 123
- [3.26] K. Takata, S. Hosoki, S. Hosaka und T. Tajima, *Rev. Sci. Instrum.* 60 (1989) 789
- [3.27] H. Fuchs und R. Laschinski, *Scanning* 12 (1990) 126
- [3.28] A. O. Golubok und V. A. Timofeev, *Ultramicroscopy* 42-44 (1992) 1558
- [3.29] M. Troyon, H. N. Lei und A. Bourhettar, *Ultramicroscopy* 42-44 (1992) 1564
- [3.30] K. Nakamoto und K. Uozumi, *Ultramicroscopy* 42-44 (1992) 1569
- [3.31] M. Takai, N. Yokoi, R. Mimura, H. Sawaragi und R. Aihara, *Atomic-Scale Imaging of Surfaces and Interfaces*, Materials Research Society Symposium Proceedings, Volume 295, Materials Research Society, Pittsburgh (1993) 23
- [3.32] A. Asenjo, A. Buendía, J. M. Gómez-Rodríguez und A. M. Baró, *J. Vac. Sci. Technol. B* 12 (1994) 1658
- [3.33] G. C. Rosolen und M. E. Welland, *Rev. Sci. Instrum.* 63 (1992) 4041
- [3.34] E. E. Ehrichs, W. F. Smith und A. L. de Lozanne, *Ultramicroscopy* 42-44 (1992) 1438
- [3.35] A. Stemmer, R. Reichelt, R. Wyss und A. Engel, *Ultramicroscopy* 35 (1991) 255

- [3.36] M. Okano, K. Kajimura, S. Wakiyama, F. Sakai, W. Mizutani und M. Ono, *J. Vac. Sci. Technol. A* 5 (1987) 3313
- [3.37] Teleskopmikroskop QM-100 von der Firma Questar, The Hague
- [3.38] Picotorr-Pumpmodul von der Firma Varian, Hamburg
- [4.1] E. W. Müller und T. T. Tsong, *Field Ion Microscopy, Principles and Applications*, American Elsevier Publishing Company, New York 1969
- [4.2] H. Lemke, Diplomarbeit im Fach Physik, Justus-Liebig-Universität Gießen (1990)
- [4.3] P. J. Bryant, H. S. Kim, Y. C. Zheng und R. Yang, *Rev. Sci. Instrum.* 58 (1987) 1115
- [4.4] T. Göddenhenrich, Diplomarbeit im Fach Physik, Westfälische Wilhelms-Universität Münster (1987)
- [4.5] F.W. Niemeck und D. Ruppin, *Z. Angew. Phys.* 6 (1954) 1
- [4.6] T. Michely, Diplomarbeit im Fach Physik, Universität Bonn (1988)
- [4.7] A. Simon, Diplomarbeit im Fach Physikalische Technik, Fachhochschule Aachen, Abteilung Jülich (1992)
- [4.8] D. K. Biegelsen, F. A. Ponce und J. C. Tramontana, *Appl. Phys. Lett.* 50 (1987) 696
- [4.9] J. Garnæs, F. Kragh, K. A. Mørch und A. R. Thölén, *J. Vac. Sci. Technol. A* 8 (1990) 441
- [4.10] D. K. Biegelsen, F. A. Ponce und J. C. Tramontana, *Appl. Phys. Lett.* 54 (1989) 1223
- [4.11] C. Schönenberger, A. F. Alvarado und C. Ortiz, *J. Appl. Phys.* 66 (1989) 4258
- [4.12] O. Nishikawa, M. Tomitori, F. Iwawaki und N. Hirano, *J. Vac. Sci. Technol. A* 8 (1990) 421
- [4.13] O. Nishikawa, M. Tomitori und F. Katsuki, *J. Microsc.* 152 (1988) 637
- [4.14] J. A. Stroskio, R. M. Feenstra und A. P. Fein, *Phys. Rev. Lett.* 58 (1987) 1668
- [4.15] Y. Kuk und P. J. Silverman, *Appl. Phys. Lett.* 48 (1986) 1597
- [4.16] H. W. Fink, *IBM J. Res. Develop.* 30 (1986) 460
- [4.17] V. T. Binh, *J. Microsc.* 152 (1988) 355
- [4.18] H. Neddermeyer und M. Drechsler, *J. Microsc.* 152 (1988) 459
- [4.19] L. A. Hockett und S. E. Creager, *Rev. Sci. Instrum.* 64 (1993) 263
- [5.1] W. Mönch, *Surf. Sci.* 86 (1979) 672
- [5.2] J. J. Lander und J. Morrison, *J. Appl. Phys.* 34 (1963) 1403
- [5.3] K. Takayanagi, Y. Tanishiro, M. Takahashi und S. Takahashi, *J. Vac. Sci. Technol. A* 3 (1985) 1502
- [5.4] D. E. Aspnes und A. A. Studna, *Appl. Phys. Lett.* 39 (1981) 316
- [5.5] C. Stuhlmann, Berichte des Forschungszentrums Jülich, Jül-2555 (1991)
- [5.6] P. Dumas, Y. C. Chabal und G. S. Higashi, *Phys. Rev. Lett.* 69 (1990) 1124

- [5.7] Y. C. Chabal, P. Dumas, P. Guyot-Sionnest und G. S. Higashi, *Surf. Sci.* 242 (1991) 524
- [5.8] G. S. Higashi, Y. C. Chabal, G. W. Trucks und K. Raghavachari, *Appl. Phys. Lett.* 56 (1990) 656
- [5.9] V. A. Burrows, Y. C. Chabal, G. S. Higashi, K. Raghavachari und S. B. Christman, *Appl. Phys. Lett.* 53 (1988) 998
- [5.10] Y. C. Chabal, G. S. Higashi, K. Raghavachari und V. A. Burrows, *J. Vac. Sci. Technol.* A 7 (1989) 2104
- [5.11] B. S. Swartzentruber, Y.-W. Mo, M. B. Webb und M. G. Lagally, *J. Vac. Sci. Technol.* A 7 (1989) 2901
- [5.12] T. Narusawa, S. Komiya und A. Hiraki, *Appl. Phys. Lett.* 22 (1973) 389
- [5.13] C. Calandra, O. Bisi und G. Ottaviani, *Surf. Sci. Reports* 4 (1985) 271
- [5.14] Y. Yabuuchi, F. Shoji, K. Oura und T. Hanawa, *Surf. Sci.* 131 (1983) L412
- [5.15] K. Oura, M. Katayama, F. Shoji und T. Hanawa, *Phys. Rev. Lett.* 55 (1985) 1486
- [5.16] G. Le Lay, *Surf. Sci.* 132 (1983) 169
- [5.17] M. Henzler und W. Göpel, *Oberflächenphysik des Festkörpers*, B. G. Teubner, Stuttgart 1991
- [6.1] G. Busch und H. Schade, *Vorlesungen über Festkörperphysik*, Birkhäuser Verlag, Basel 1973
- [6.2] J. Hölzl und F. K. Schulte, *Work Function of Metals*, in: *Solid Surface Physics*, Volume 85, Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg 1979
- [6.3] H. Ibach und H. Lüth, *Festkörperphysik: Einführung in die Grundlagen*, Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York 1990
- [6.4] R. H. Fowler, *Phys. Rev.* 38 (1931) 45
- [6.5] L. A. Du Bridge, *Phys. Rev.* 39 (1932) 108
- [6.6] R. H. Good jr. und E. W. Müller, *Field Emission*, in: *Handbuch der Physik*, Band XXI, Springer-Verlag, Berlin-Göttingen-Heidelberg 1956
- [6.7] R. Maly, *Rev. Sci. Instrum.* 44 (1973) 1097
- [6.8] J. Gómez-Herrero, J. M. Gómez-Rodríguez, Ricardo García und A. M. Baró, *J. Vac. Sci. Technol.* A 8 (1990) 445
- [6.9] G. Binnig, N. García, H. Rohrer, J. M. Soler und F. Flores, *Phys. Rev. B* 30 (1984) 4816
- [6.10] M. D. Pashley, J. B. Pethica und J. H. Coombs, *Surf. Sci.* 152 (1985) 27
- [6.11] G. Binnig und H. Rohrer, *Surface Sci.* 126 (1983) 236
- [6.12] M. S. Khaikin und A. M. Troyanovskii, *Sov. Tech. Phys. Lett.* 11 (1985) 511
- [6.13] R. Wiesendanger, L. Eng, H. R. Hidber, P. Oelhafen, L. Rosenthaler, U. Staufer und H.-J. Güntherodt, *Surface Sci.* 189 (1987) 24

- [6.14] B. Marchon, P. Bernhardt, M. E. Bussell, G. A. Somorjai, M. Salmeron und W. Siekhaus, *Phys. Rev. Lett.* **60** (1988) 1166
- [6.15] S. Hosaka, H. Sagara, T. Hasegawa, K. Takata und S. Hosoki, *J. Vac. Sci. Technol. A* **8** (1990) 270
- [6.16] S. A. Elrod, A. Bryant, A. L. de Lozanne, S. Park, D. Smith und C. F. Quate, *IBM J. Res. Develop.* **30** (1986) 387
- [6.17] J. H. Coombs und J. B. Pethica, *IBM J. Res. Develop.* **30** (1986) 455
- [6.18] J. H. Coombs, M. E. Welland und J. B. Pethica, *Surf. Sci.* **198** (1988) L353
- [6.19] J. K. Gimzewski und R. Möller, *Phys. Rev. B* **36** (1987) 1284
- [6.20] J. K. Gimzewski, R. Möller, D. W. Pohl und R. R. Schlittler, *Surf. Sci.* **189/190** (1987) 15
- [6.21] Y. Kuk und P. J. Silverman, *J. Vac. Sci. Technol. A* **8** (1990) 289
- [6.22] J. M. Pitarke, P. M. Echenique und F. Flores, *Surface Sci.* **217** (1989) 267
- [6.23] C. J. Chen und R. J. Hamers, *J. Vac. Sci. Technol. B* **9** (1991) 503
- [6.24] J. B. Pethica und W. C. Oliver, *Phys. Scripta* **T19** (1987) 61
- [6.25] J. B. Pethica und A. P. Sutton, *J. Vac. Sci. Technol. A* **6** (1988) 2490
- [6.26] J. C. Slater, *Quantum Theory of Molecules and Solids*, McGraw-Hill, New York 1963
- [6.27] W. F. Leonard und T. M. Martin, *Electronic Structure and Transport Properties of Crystals*, Robert E. Krieger Publishing Company, Huntington-New York 1980

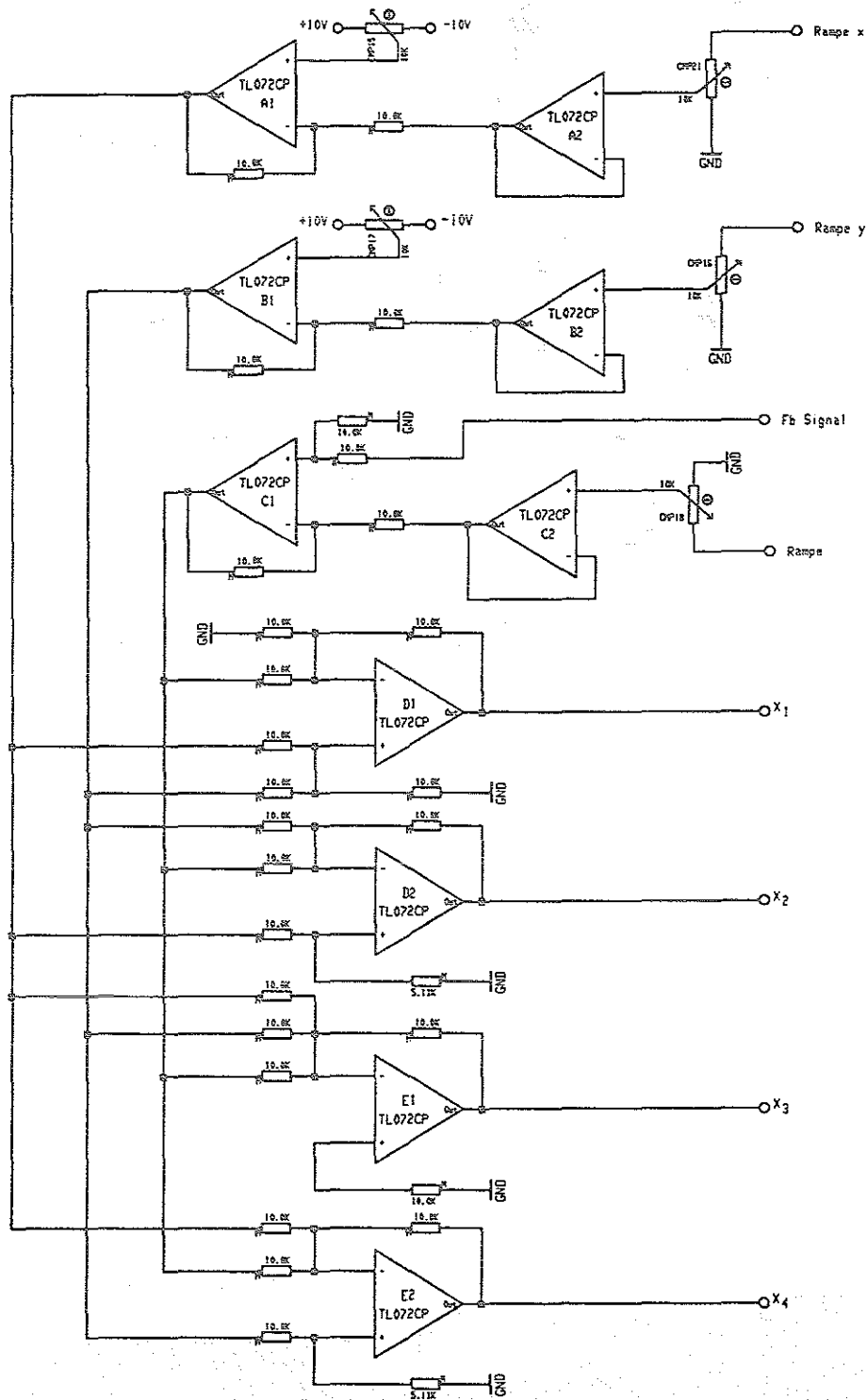
## Anhang 1

### Zusammenstellung der verwendeten Daten des piezoelektrischen Röhrchens

Hersteller:	STAVELEY SENSORS INC.
Material:	PZT-5a (EBL#2) mit Nickelelektroden
Bauform:	Radial polarisiertes Röhrchen (vgl. Abb. 3.3a)
Piezoelektrische Ladungskonstante $\perp$ Feld:	$d_{31} = -173 \cdot 10^{-12} \frac{\text{m}}{\text{V}}$
Piezoelektrische Ladungskonstante $\parallel$ Feld:	$d_{33} = 380 \cdot 10^{-12} \frac{\text{m}}{\text{V}}$
Elastizitätskonstante:	$s_{11} = 15.2 \cdot 10^{-12} \frac{\text{m}^2}{\text{N}}$
Curie-Temperatur:	$T = 350^\circ\text{C}$
Dichte:	$\rho = 7.5 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$
Länge:	$L = (12.7 \pm 0.076) \text{ mm}$
Länge der Außenelektroden:	$L_E = (10.6 \pm 0.1) \text{ mm}$
Außendurchmesser:	$D = (6.35 \pm 0.051) \text{ mm}$
Wandstärke:	$h = (0.508 \pm 0.025) \text{ mm}$

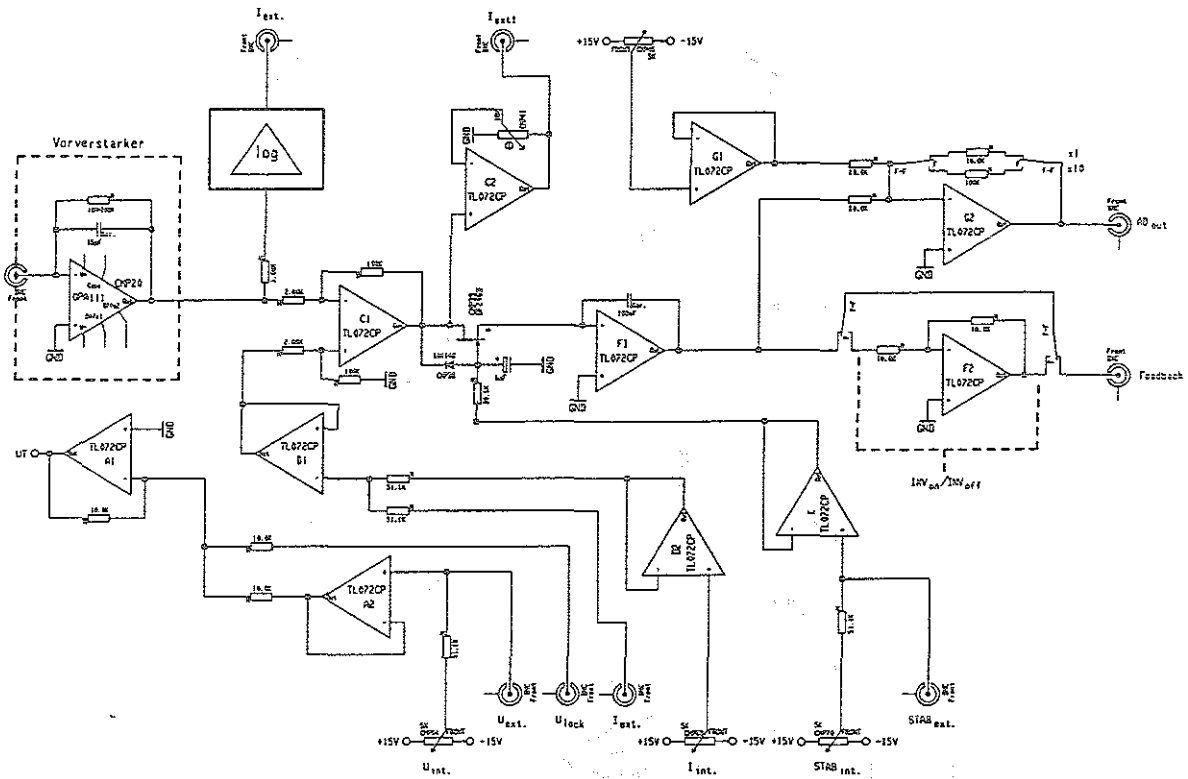
## Anhang 2

## Schaltplan der Elektronik zur Ansteuerung der Feinpositioniereinheit des Rastertunnelmikroskopes



# Anhang 3

## Schaltplan der Regelelektronik des Rastertunnelmikroskopes



Diese Arbeit wurde am Institut für Schicht- und Ionentechnik der Forschungszentrum Jülich GmbH angefertigt.

Ich möchte mich an erster Stelle bei Herrn Prof. Dr. C. Heiden für die Anregung zu der interessanten und vielseitigen Aufgabenstellung dieser Promotionsarbeit und für die Bereitstellung der Arbeitsmittel bedanken. Sein stetiges Interesse, viele hilfreiche Gespräche und wertvolle Hinweise haben entscheidend zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

Herrn Prof. Dr. U. Hartmann und Frau Dr. N. Burnham danke ich für viele interessante Diskussionen im Verlaufe dieses Projektes.

Das ausgesprochen gute Arbeitsklima und die hervorragende Zusammenarbeit in der Arbeitsgruppe bildeten die Grundlage für viele fruchtbare Diskussionen; ich möchte mich dafür ausdrücklich bei allen Mitgliedern der Arbeitsgruppe bedanken. Besonders möchte ich mich bei den Herren Dr. M. Anders, Dr. R. Berthe und Dr. T. Göddenhenrich für die Starthilfe in Sachen Rastertunnelmikroskopie bedanken.

Für Ideen bei der Konstruktion und für die Fertigung einer Vielzahl mechanischer Bauteile bedanke ich mich stellvertretend bei Herrn M. Wagner von der feinmechanischen Werkstatt der Angewandten Physik der Universität Gießen, sowie bei den Herren W. Briell, W. Wolf und H. M. Schwan des Instituts für Schicht- und Ionentechnik der Forschungszentrum Jülich GmbH. Ferner möchte ich mich stellvertretend bei Herrn R. Otto von der Elektronikwerkstatt des Instituts für Schicht- und Ionentechnik der Forschungszentrum Jülich GmbH für den Aufbau der elektronischen Geräte bedanken.

Für die Anfertigung der Fotos und zahlreicher Zeichnungen bedanke ich mich bei Frau K. Barthels und Frau E. Brauweiler.

Mein besonderer Dank gilt meiner Frau Sabine für ihre Geduld und Unterstützung während der Anfertigung dieser Arbeit.



10/10/2024

10/10/2024

**Jül-2993**  
**Dezember 1994**  
ISSN 0944-2952