

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	3
2	Theoretische Grundlagen	5
2.1	Das Rastertunnelmikroskop	5
2.1.1	Theoretische Grundlagen zum Tunneleffekt	5
2.1.2	Funktionsprinzip des Rastertunnelmikroskops	8
2.2	Die Leitwertquantisierung	10
2.2.1	Die Leitwertquantisierung in Halbleitern	10
2.2.2	Ladungstransport bei metallischen Punktkontakten	11
2.2.3	Der Kontaktradius nach Sharvin mit Korrekturterm	16
3	Experimentelle Grundlagen	18
3.1	Aufbau des Rastertunnelmikroskops	18
3.1.1	Der Rasterkopf mit Vorverstärker	18
3.1.2	Die Probenbewegung	21
3.1.3	Das Steuergerät	22
3.1.4	Das Computerprogramm	24
3.2	Modifikation des Rastertunnelmikroskops	25
3.2.1	Die Betriebselektronik und das Programm Prodas 1.3	25
3.2.2	Elektrische Beschaltung	26
3.3	Kalibrierung des Z-Piezoelementes	35
3.3.1	Kalibrierung durch Modulation	35
3.3.2	Die Kalibrierung mit dem Rasterkraftmikroskop	36
3.3.3	Das Kriechen und die Drift des Z-Piezoelementes	41
3.4	Das Rastertunnelmikroskop im Magnetfeld	47
3.5	Herstellung der Proben	49
3.5.1	Die Elektronenstrahlolithographie	49
3.5.2	Kontaktierung der Proben	54
3.6	Herstellung der Spitzen	55
3.6.1	Platin-Iridium-Spitzen	56
3.6.2	Goldspitzen	57
3.6.3	Wolframspitzen	58

4	Ergebnisse und Diskussion	65
4.1	Erste Testmessungen mit Pt/Ir-Spitzen	65
4.2	Herstellung von Punktkontakten mit einer W-Spitze	67
4.3	Goldpunktkontakte und Leitwertquantisierung	71
4.3.1	Die Leitwertstufen	74
4.3.2	Makroskopische Beschreibung des Punktkontaktes	76
4.3.3	Atomistische Beschreibung des Punktkontaktes	82
4.3.4	Die Stromdichte im Punktkontakt	86
4.4	Widerstandsmessungen an Gold-Dots	88
4.4.1	Der Dotwiderstand und die U(I)-Kennlinie	92
4.4.2	Die zeitliche Stabilität des Kontaktwiderstandes	95
4.5	(Co/Cu) _n -Multilagendots	100
4.6	Bewertung des experimentellen Aufbaus und Ausblick	104
5	Zusammenfassung	106
6	Anhang	108

1 Einleitung

Nanostrukturierte Systeme sind aufgrund der immer weiter fortschreitenden Miniaturisierung der Technik in der letzten Zeit verstärkt auf ihre elektronischen, optischen und magnetischen Eigenschaften untersucht worden. Aufgrund ihrer geringen Größe treten dabei physikalische Effekte auf, die in makroskopischen Systemen nicht zu beobachten sind. Allerdings ist es sehr schwierig mit makroskopischen Methoden physikalische Größen auf mikroskopischer Längenskala zu messen.

Neben der Untersuchung der magnetischen Eigenschaften von Nanostrukturen [1, 2], stellen auch Messungen des elektrischen Widerstandes von nanostrukturieren Systemen hohe Anforderung an die Messverfahren. Üblicherweise werden mit lithographischen Verfahren zur Messung des Widerstandes Kontakte z.B. an Leiterbahnen angebracht [1]. Dies ermöglicht allerdings nur eine *laterale* Messung des elektrischen Widerstandes. Methoden zur *vertikalen* Messung von Widerständen, wie sie z.B. bei Multilagenschichten in der sogenannten CPP-Geometrie (Current Perpendicular to Plane) erwünscht sind, stellen eine besondere Herausforderung dar, da der Widerstand bei den geringen Schichtdicken und makroskopischen lateralen Abmessungen zu klein ist. Um messbare Widerstände ab einer Größenordnung von 1Ω zu erreichen, werden Metalle u.a. in porösen Membranen abgeschieden, deren Porendurchmesser weniger als 100 nm betragen kann [3, 4, 5, 6]. Allerdings besteht auch hier die Schwierigkeit einzelne Nanodrähte zu kontaktieren. Zusätzlich beeinflussen herstellungsbedingte Verunreinigungen und Dichtenfluktuationen längs der Nanodrähte das Widerstandsverhalten. Eine andere Methode besteht darin, Leiterbahnen gekreuzt übereinander anzuordnen, so dass der Widerstand der erzeugten Querschnittsflächen gut zugänglich ist [7]. Eine besonders elegante Methode zur lokalen Widerstandsmessung erfolgt mit einem Rasterkraftmikroskop (AFM, Atomic Force Microscope) unter Verwendung einer metallisierten Spitze [8, 9]. Damit kann zusätzlich zum Widerstand auch die Kraft auf den Punktkontakt gemessen werden. Es wird gefunden, dass bei einer Kraft von 600 nN mit der Spitze auf einer Goldschicht ein elektrische Kontakt mit einem Kontaktwiderstand von 11Ω reproduzierbar hergestellt werden kann, ohne eine Deformation der Probe an der Kontaktstelle zu hinterlassen [8]. Vereinzelt wurden auch Rastertunnelmikroskope (STM, Scanning Tunneling Microscope) für lokale Widerstandsmessungen eingesetzt [10].

Es ist das Ziel dieser Arbeit zu untersuchen, unter welchen Bedingungen ein vorhandenes Rastertunnelmikroskop für lokale Widerstandsmessungen eingesetzt werden kann, welchen Einflüssen die Messungen unterliegen und wo die experimentellen Grenzen dieses Verfahrens sind. Im Kapitel "experimentelle Grundlagen" wird darauf detailliert eingegangen. Es wird gezeigt, welche Anforderungen an lokale Messungen des Widerstandes gestellt werden müssen. Im Kapitel "Ergebnisse und Diskussion" wird das Verfahren an Goldschichten und Gold-Dots getestet und aufgezeigt, wo die Grenzen des Verfahrens liegen.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Das Rastertunnelmikroskop

2.1.1 Theoretische Grundlagen zum Tunneleffekt

Grundlage des Rastertunnelmikroskops ist der quantenmechanische Tunneleffekt, bei dem Elektronen einen Potenzialwall, der klassisch nicht überwunden werden kann, durchdringen. Diese Erscheinung kann nur mit der Quantenmechanik erklärt werden und mit Hilfe der 1926 von Erwin Schrödinger aufgestellten Schrödinger-Gleichung berechnet werden. Hier wird einem quantenmechanischen Teilchen mit dem Impuls p eine Wellenlänge $\lambda = h/p$ zugeordnet und durch eine komplexwertige Wellenfunktion beschrieben. Das Betragsquadrat der Amplitude entspricht dabei der Aufenthaltswahrscheinlichkeitsdichte des Teilchens. Die quantenmechanische Betrachtung ergibt, dass auch im für das Teilchen klassisch verbotenen Bereich eine Wahrscheinlichkeit existiert, dieses dort anzutreffen. Dadurch können Teilchen einen Potenzialwall durchdringen, welcher klassisch nicht überquert werden kann. Diese Möglichkeit wird Tunneleffekt genannt. Dieses ist schematisch in Abb. 1 dargestellt nach [11]. Ein Teilchen mit der Energie E wird

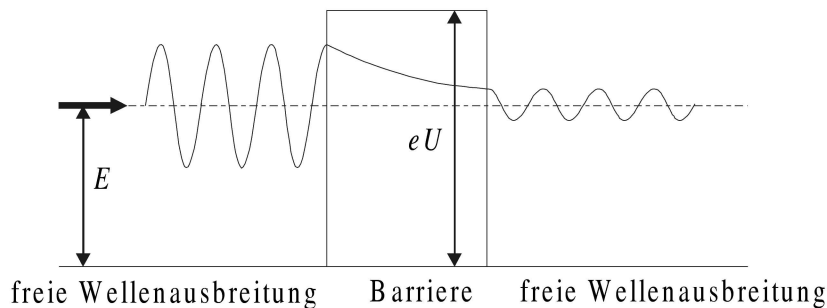


Abbildung 1: Schematische Darstellung des Tunneleffektes nach [11].

durch eine Welle beschrieben, welche von links auf einen Potenzialwall mit der Energie $eU > E$ trifft. Nach einer klassischen Betrachtung würde das Teilchen am Potenzialwall reflektiert werden und könnte diesen somit nicht durchdringen. Die Lösung der zeitunabhängigen Schrödingergleichung jedoch ergibt vor dem Potenzialwall eine sinusförmige Welle, an welche sich in der Barriere eine exponentiell abnehmende Wellenfunktion anschließt und hinter dem Potenzialwall wiederum in eine sinusförmige Welle mit reduzierter Amplitude und gleicher Wellenlänge

wie vor dem Wall übergeht. Damit existiert eine Wahrscheinlichkeit, dass das Teilchen sich auch hinter dem Potenzialwall befinden kann.

Im folgenden wird ein Potenzialtopfmodell für die Leitungselektronen betrachtet, um das Tunneln zwischen zwei Metallelektroden zu beschreiben, wie in Abb. 2 zu sehen ist. Die beiden Elektroden (1) und (2) bilden jeweils einen Potenzi-

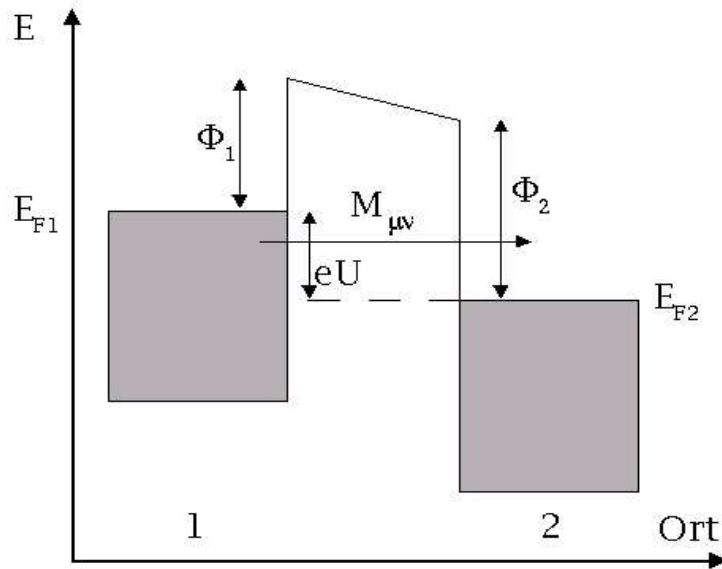


Abbildung 2: Potenzialtopfmodell zur Berechnung des Tunnelstroms

altpf, dessen Einteilchenzustände bei $T = 0 \text{ K}$ bis zur jeweiligen Fermienergie E_F entsprechend dem Pauliprinzip mit Elektronen gefüllt sind. Die Besetzungswahrscheinlichkeit der Einteilchenzustände mit der Energie E werden durch die temperaturabhängige Fermifunktion $f(E, T)$ beschrieben. Bei $T = 0 \text{ K}$ können nur Zustände bis zur Fermikante E_F , bei endlichen Temperaturen durch thermische Anregung auch höhere Energiezustände besetzt werden. Bei Metallen zeigt die Fermifunktion vom absoluten Temperaturnullpunkt bis zur Zimmertemperatur nur eine geringe Temperaturabhängigkeit. Daher kann dieser Effekt für die weitere Betrachtung vernachlässigt werden. Die jeweilige Austrittsarbeit Φ muss geleistet werden, um ein Elektron mit der Fermieenergie E_F aus dem Metall zu entfernen. Der Bereich zwischen den beiden Elektroden (1) und (2) stellt einen Potenzialwall dar.

Wenn zwischen zwei angenäherten Elektroden eine äußere elektrische Spannung U angelegt wird (siehe Abb. 2), erfolgt eine Verschiebung der Fermienergie

der beiden Elektroden um den Betrag eU . Dadurch fließt ein stationärer Netto-Tunnelstrom von der Elektrode (1) zur Elektrode (2). Der Tunnelstrom von (2) nach (1) geht gegen Null für $T = 0$ K und ist für Zimmertemperatur vernachlässigbar. In erster Ordnung gilt für den Tunnelstrom [12]:

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

Dabei ist $f(E) = [1 + e^{(E - E_F)/K_B T}]^{-1}$ die Fermifunktion. Damit ist $f(E_\mu)$ die Wahrscheinlichkeit für eine Besetzung des Einteilchenzustandes μ in Metall (1) und entsprechend $1 - f(E_\nu + eU)$ die der freien Zustände ν in Metall (2). $M_{\mu\nu}$ ist das Tunnelmatrixelement zwischen den Zuständen Ψ_μ und Ψ_ν der beiden Elektroden und entspricht der Wahrscheinlichkeit für ein Tunneln zwischen diesen beiden Zuständen. Die Summation erfolgt über alle möglichen Zustände der beiden Elektroden.

Die Schwierigkeit zur Berechnung des Tunnelstromes liegt in der Bestimmung der Tunnelmatrix $M_{\mu\nu}$. Die folgend betrachteten theoretischen Ergebnisse des Tunnelstroms zwischen der Spitze des Rastertunnelmikroskops und der Probe gehen auf J. Tersoff und D. R. Hamann zurück [13]. Zur Vereinfachung nehmen die Autoren an, dass die Spitze einen halbkugelförmigen Apex mit dem Radius R besitzt. Dieser hat den Abstand d von der Probe wie in Abb. 3 zu sehen ist. Außerdem soll die Spitzenwellenfunktion nur s-Charakter haben, also keine Winkelabhängigkeit zeigen. Weiterhin sollen die Spitze und die Probe die gleiche Austrittsarbeit Φ besitzen. Der Tunnelstrom ergibt sich nach einer Reihenentwicklung der Spitzen- und Probenwellenfunktion zu:

$$I = \frac{32\pi^3 e^2}{\hbar} R^2 \Phi^2 \kappa^{-4} U D_s(E_F) e^{2\kappa R} \cdot \sum_{\nu} |\Psi_\nu(r_0)|^2 \delta(E_\nu - E_F) \quad (2)$$

Dabei ist U die angelegte Spannung, $1/\kappa = \hbar/\sqrt{2m\Phi}$ die Abklinglänge, Φ die Austrittsarbeit und D_s die Zustandsdichte der Spitze an der Fermikante E_F . Die Summe entspricht der lokalen Zustandsdichte der Probe an der Oberfläche (LDOS, local density of states), berechnet an der Fermikante und am Ort r_0 . Damit ist der Tunnelstrom proportional zur LDOS.

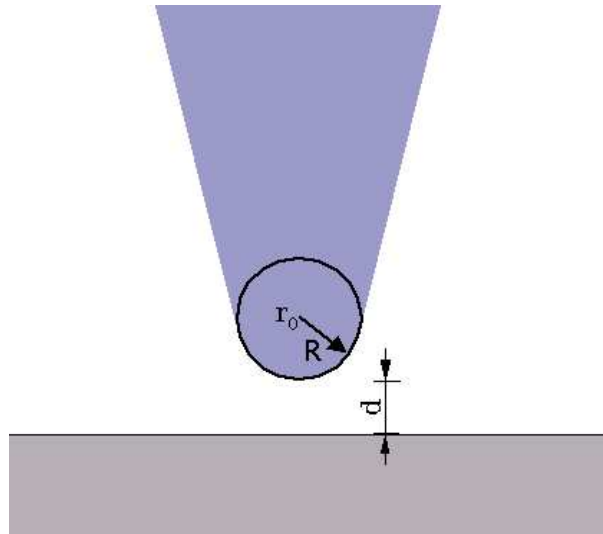


Abbildung 3: Ein einfaches Modell der Tunnelspitze nach [13]

Mit der Entwicklung der Probenwellenfunktion ψ_ν folgt im weiteren für den Tunnelstrom:

$$I \propto e^{-2\kappa d} \quad (3)$$

Die Abklinglänge für Metalle liegt typischerweise in der Größenordnung von $0,4 \text{ \AA}$. Wegen der empfindlichen exponentiellen Abhängigkeit des Tunnelstroms vom Abstand d zwischen der Spitze und der Probe ist es mit dem STM möglich eine hohe vertikale Auflösung von $0,1 \text{ \AA}$ zu erreichen.

2.1.2 Funktionsprinzip des Rastertunnelmikroskops

Abb. 4 zeigt schematisch das Funktionsprinzip des Rastertunnelmikroskops [14]. Die Spitze des STM wird mit Hilfe von Piezokristallen in einem Abstand in der Größenordnung von wenigen \AA über die Probe bewegt, und gleichzeitig wird der Tunnelstrom gemessen.

Die Piezoelemente ändern bei Anlegen eines äußeren elektrischen Feldes ihre Ausdehnung. Ursache dafür sind elektrische Dipole im Kristall, auf die bei Anlegen eines elektrischen Feldes ein Drehmoment ausgeübt wird. Die durch das Ausrichten der Dipole bewirkte relative Längenänderung der Piezokristalle ist dabei in erster Näherung proportional zum angelegten elektrischen Feld [12, 15, 16].

Die beiden Hauptbetriebsmodi des STM sind der *Constant-Current*- sowie der *Constant-Height-Mode*. Beim *Constant-Current-Mode* (CC-Modus) stellt ein

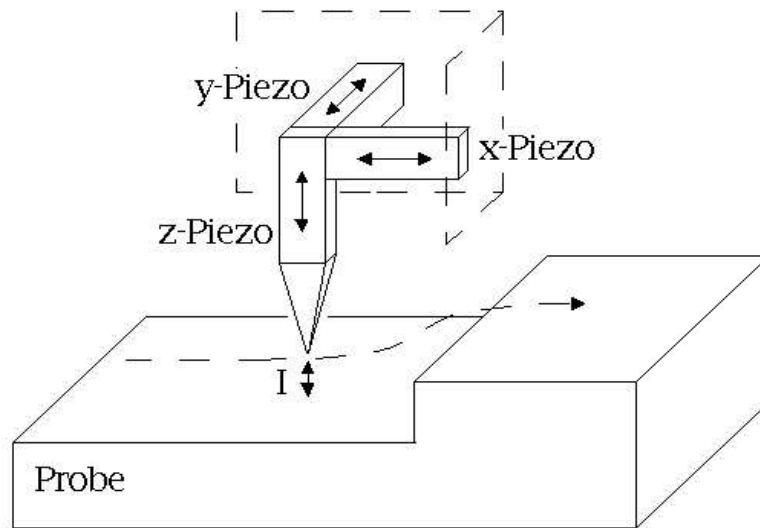


Abbildung 4: Funktionsprinzip des Rastertunnelmikroskops

Regelkreis die Piezospannung so ein, dass ein vorher gewählter Referenzstrom I konstant gehalten wird. Ändert sich der Abstand der Spitze relativ zur Probe durch z.B. eine Erhöhung auf der Probe so vergrößert sich zunächst der Tunnelstrom. Daraufhin wird die Spitze soweit durch eine Kontraktion des Z-Piezoelementes von der Probe entfernt bis der Referenzwert wieder erreicht ist (Abb. 4). Die Information über die Probenoberfläche ist bei dieser Betriebsart in der Z-Piezospaltung enthalten.

Im Gegensatz dazu wird beim *Constant-Height-Mode* (CH-Modus) die Z-Piezospaltung konstant gehalten, so dass die Spitze in Z-Richtung auf einem Referenzwert bleibt. In diesem Modus ist der Tunnelstrom die gemessene Variable der STM-Aufnahme und liefert eine Aussage über die Struktur der Probenoberfläche. Der Vorteil gegenüber dem CC-Modus liegt in einer höheren Rastergeschwindigkeit, da die Regelung des Z-Piezoelementes entfällt [12]. Allerdings können so nur Oberflächen mit geringer Rauigkeit untersucht werden, da die Spitze größeren Erhebungen nicht ausweichen kann.

2.2 Die Leitwertquantisierung

2.2.1 Die Leitwertquantisierung in Halbleitern

Bei einem zweidimensionalen Elektronengas (2DEG) in einer $GaAs-Al_xGa_{1-x}As$ -Heterostruktur ist der Leitwert bei Einschnürung des 2DEG zu einem Punktkontakt durch eine negative Spannung an einem Gate an der Oberfläche in Einheiten von $G_0 = 2e^2/h$ quantisiert [17]. Ursache ist die Bildung einer sattelförmigen Potentialeinschnürung durch die Gatespannung, so dass in Transportrichtung nur noch einzelne eindimensionale Moden, die Transportkanäle, zum Strom beitragen können. Um eine thermische Anregung der Moden aufgrund deren kleinen Energiedifferenzen zu vermeiden, ist es bei Halbleitern erforderlich die Messungen bei tiefen Temperaturen durchzuführen.

Das Leitwertquantum G_0 entspricht dem Leitwert eines einzelnen Transportkanals. Der gesamte Leitwert ergibt sich aus der Summe der Leitwerte aller unabhängigen Kanäle. Jeder Kanal unterhalb der Fermienergie trägt zum Elektronentransport bei, so dass sich der Leitwert mit zunehmender Gatespannung um $1 \cdot G_0$ erhöht. Dieses ist in Abb. 5 bei $0,6\text{ K}$ nach B. J. van Wees [17] zu sehen. Mit zunehmender Gatespannung kommt es zu einer Verbreiterung der

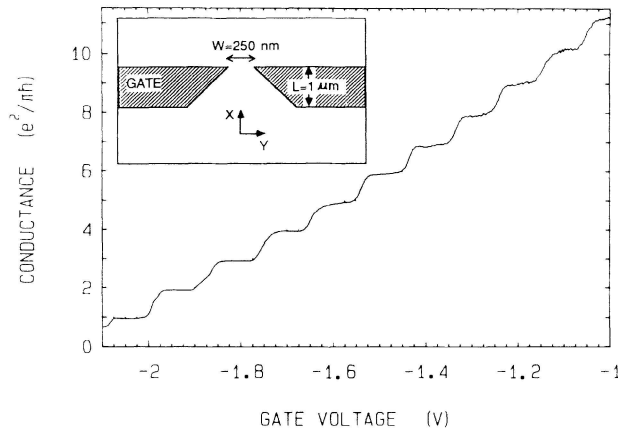


Abbildung 5: Leitwertstufen eines 2d-Elektronengases bei $0,6\text{ K}$ nach [17].

Einschnürung und damit zu einem abrupten Anstieg des Leitwertes in Einheiten von $G_0 = 2e^2/h$. Der Inset in Abb. 5 zeigt das verwendete Punktkontaktlayout. Das 2DEG befindet sich in der X-Y-Ebene und wird in Y-Richtung durch das Gate eingeschnürt. Dabei nimmt der Leitwert in X-Richtung in Stufen mit zunehmender Gatespannung zu.

Ein einfaches Modell für die Leitwertquantisierung

Der Leitwert einer einzelnen Mode kann mit Hilfe eines einfachen Modells mit der eindimensionalen Zustandsdichte $D(E)$, der Geschwindigkeit $v(E)$ und der Fermifunktion $f(E)$ hergeleitet werden. Für den Strom gilt:

$$I = e \int_0^{eU} D(E)v(E)f(E)dE \quad (4)$$

Für Halbleiter kann man bei $T = 0\text{ K}$ die Fermifunktion $f(E)$ in dem betrachteten Integrationsraum gleich Eins setzen. Für Metalle ist die Temperaturabhängigkeit der Fermifunktion aufgrund der kleinen Fermiwellenlänge der Leitungselektronen auch bei Zimmertemperatur hinreichend klein, so dass auch hier $f(E)$ gleich Eins gesetzt werden kann. Mit $v(E) = \hbar k/m$ und $D(E)dE = \frac{1}{\pi} \frac{m}{\hbar^2 k} dE$ folgt für den Leitwert einer einzelnen Mode:

$$G_0 = I/U = \frac{2e^2}{h} \approx \frac{1}{12900 \Omega} \quad (5)$$

2.2.2 Ladungstransport bei metallischen Punktkontakten

Metallische Punktkontakte können mit einem Mechanically Controllable Break Junction (MCBJ) hergestellt werden. Abb. 6 zeigt das Funktionsprinzip des MCBJ nach [18]. Das zu untersuchende Metall (hier Al) ist mit einer Isolationsschicht auf einem elastischen Biegebalken aufgebracht. Dieser Biegebalken wird zwischen drei Druckstellen, zwei oben an den Außenrändern und einer an der Unterseite des Balkens, eingespannt. Durch Hochdrücken der unteren Druckstelle wird der Biegebalken bis zu einem Brechen des Aluminiumfilms gedehnt. Das Hochdrücken kann mit einer Mikrometerschraube in Verbindung mit einem Gleichstrommotor [18] oder einem Piezoelement [19] erfolgen. Durch Anlegen einer äußeren Spannung und Messen des Stroms kann damit die Leitwertänderung des Bruchkontaktes von verschiedenen Metallen gemessen werden. Auch mit einem STM können diese Punktkontakte hergestellt werden. Dazu wird z.B. eine Goldspitze in eine Goldschicht gefahren und wieder herausgezogen. Dabei wird ein "Gold-Faden" mit einem Durchmesser aus mehreren Atomen gezogen, der sich mit zunehmendem Abstand zwischen der Spitze und der Probe bis hin zu einer Kette von einzelnen Atomen verjüngt und schließlich auseinanderreißt.

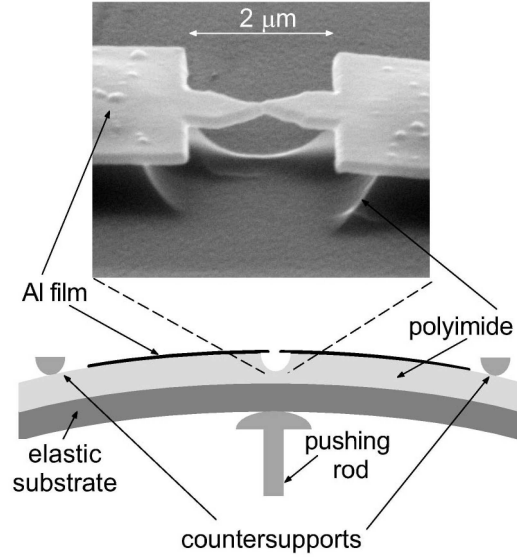


Abbildung 6: Funktionsprinzip des MCBJ nach [18]

Der klassische Leitwert eines Punktkontaktes nach Sharvin

Der Widerstand eines metallischen Punktkontaktes wird bestimmt vom Verhältnis zwischen dem Kontaktradius R und der mittleren freien Weglänge des Elektrons (mean free path, MFP) l . Für den ballistischen Transport mit $l \gg R$ ist der Leitwert von l unabhängig und es gilt nach Sharvin [12, 20, 21]:

$$G = \frac{3\pi R^2}{4\rho l} \quad (6)$$

Dabei ist $\rho = \frac{m^* v_F}{n e^2 l}$ der Widerstand, v_F die Fermigeschwindigkeit, m^* die effektive Elektronenmasse, e die Elementarladung und n die Elektronendichte des betrachteten Metalls. Nach Einsetzen von ρ folgt mit Gl. 5:

$$G = G_0 \cdot \pi^2 \cdot \left(\frac{R}{\lambda_F} \right)^2 \quad (7)$$

Dabei ist λ_F die Fermiwellenlänge des betrachteten Metalls.

Der quantenmechanische Leitwert eines metallischen Punktkontaktes

Wie beim 2DEG werden auch bei Metallen Leitwertstufen in Abhängigkeit von der Kontaktfläche beobachtet. Diese Stufen werden nicht durch die klassische Betrachtung nach Sharvin beschrieben, sondern müssen quantenmechanisch betrachtet werden.

Bei Metallen liegt die Fermiwellenlänge in der Größenordnung eines Atomdurchmessers. Damit sind die Energiedifferenzen zwischen den einzelnen Moden bei einem eindimensionalen metallischen Leiter aufgrund der geringen Potenzialtopfbreite in der Größenordnung der Fermiwellenlänge sehr groß. Für eine thermische Anregung in den nächst höheren Energiezustand wird eine Temperatur benötigt, die im Bereich der Schmelztemperatur von Metallen liegt [19]. Aus diesem Grund ist es möglich, Leitwertstufen von Metallen auch bei Zimmertemperatur zu beobachten. Aufgrund dieser kleinen Wellenlänge der Leitungselektronen in Metallen kann die Leitwertquantisierung nur in atomaren Punktkontakten beobachtet werden.

Bei der Herstellung der metallischen Punktkontakte mit dem STM oder MCBJ verläuft das Auseinanderreißen des Drahtes in undefinierten Schritten. Die Punktkontakte nehmen jedesmal eine andere Konfiguration ein im Gegensatz zu den Experimenten mit Halbleitern. Die gemessenen Leitwertkurven sind daher immer unterschiedlich, und es werden nicht notwendigerweise alle Leitwertquantisierungsschritte durchlaufen. Zusätzlich weichen die Leitwerte häufig von dem Vielfachen des theoretischen Leitwertquantums ab. Histogramme, bei denen die Häufigkeit der einzelnen Leitwerte dargestellt werden, ergeben, dass für z.B. Gold das erste Quant am häufigsten bei $0,9 G_0$ auftritt [19]. Dieses Verhalten wird mit der Theorie von Landauer und Büttiker für eindimensionale Systeme beschrieben [22]. Es gilt folgender Zusammenhang für den Leitwert:

$$G = G_0 \cdot \sum_{n=1}^{N_{\text{Moden}}} T_n \quad (8)$$

Der Leitwert setzt sich danach aus der Summe der Transmissionswahrscheinlichkeiten T_n aller unabhängigen Transportkanäle multipliziert mit dem Leitwertquantum zusammen. Aufgrund der unterschiedlichen Transmissionswahrscheinlichkeiten muss der Leitwert nicht genau ganzzahlige Vielfache von G_0 betragen. Ebenso kann eine Leitwertstufe der n -ten Ordnung durch das Schließen von mehr

als n Kanälen verursacht werden.

Scheer et al. [18, 23] haben an supraleitenden Kontakten gezeigt, dass die Transmissionswahrscheinlichkeiten T_n mit Hilfe der multiplen Andreev-Reflexion bestimmt werden können. Das für die Punktkontakte verwendete Metall muss dazu nicht notwendigerweise supraleitend sein. Es genügt, wenn der supraleitende Zustand durch das Aufdampfen des Metalls auf einen Supraleiter induziert wird. Abb. 7 zeigt den Leitwert eines Goldpunktkontaktes bei 100 mK als Funktion der Verschiebung, mit welcher der Punktkontakt auseinander gezogen wird, gemessen mit dem MCBJ [23]. Der Kontakt wird von links nach rechts gestreckt

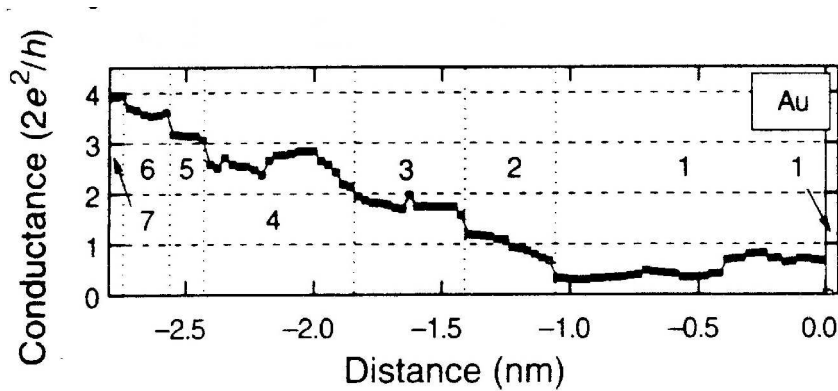


Abbildung 7: Leitwert eines Goldpunktkontaktes bei 100 mK über der Verschiebung, mit welcher der Punktkontakt auseinander gezogen wird, gemessen mit dem MCBJ nach [23]. Die Zahlen geben die Anzahl der geöffneten Kanäle an, die mit der multiplen Andreev-Reflexion bestimmt worden sind.

bis er schließlich abreißt. Die Zahlen geben die Anzahl der geöffneten Kanäle an, die mit der multiplen Andreev-Reflexion bestimmt worden sind. Die Änderung des Leitwertes bei gleichbleibender Anzahl von geöffneten Kanälen kann auf eine Änderung der Transmissionswahrscheinlichkeiten zurückgeführt werden. Diese Arbeit führt zu dem wichtigen Ergebniss, dass bei einem einatomigen Punktkontakt die Anzahl der stromtragenden Moden N_{Moden} immer kleiner oder gleich der Anzahl $N_{Orbitale}$ der Valenzorbitale ist:

$$N_{Moden} \leq N_{Orbitale} \quad (9)$$

Bei monovalenten Metallen, wie z.B. Alkalimetallen oder Gold, kann der Strom bei einem einatomigen Punktkontakt nur von einer Mode transportiert werden.

Ein größerer Leitwert als $1 \cdot G_0$ bei mehratomigen Kontakten wird bei diesen Metallen von mehreren Moden mit unterschiedlichen Transmissionswahrscheinlichkeiten verursacht. Dabei kann die Kontaktfläche beliebige Konfigurationen mit unterschiedlicher Anzahl von Moden und Transmissionswahrscheinlichkeiten einnehmen. Aus diesem Grund verschwinden die einzelnen Plateaus mit zunehmendem Leitwert bis keine Stufen mehr zu erkennen sind. Dieses "Verwaschen" der Plateaus zu Leitwertstufen höherer Ordnung wird besonders gut in Histogrammen deutlich. Dabei wird die relative Häufigkeit der einzelnen Plateaus über deren Leitwert aufgetragen.

Abb. 8 zeigt ein solches Histogramm, gebildet von 18000 Goldpunktkontakten, gemessen bei Normalbedingungen (Zimmertemperatur und Normaldruck) nach [24]. Das erste Plateau besitzt das größte Maximum. Dieses liegt nicht genau bei

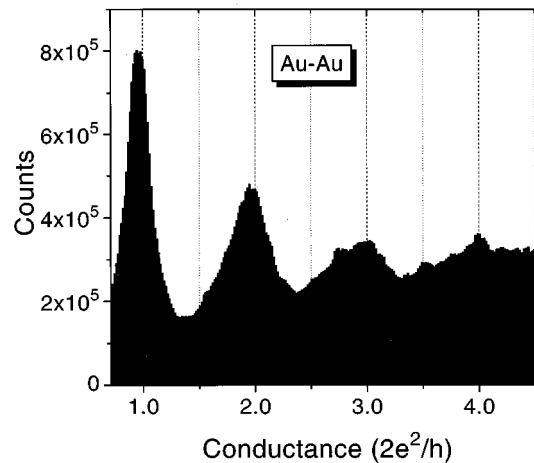


Abbildung 8: *Histogramm von Goldpunktkontakten an Luft nach [24]. Das erste Plateau besitzt den größten Peak. Das Maximum dieses Peaks liegt leicht verschoben von $1 G_0$ bei ca. $0,9 G_0$. Bei größeren Leitwerten werden die Peaks immer kleiner und verbreitern zunehmend.*

$1 G_0$, sondern leicht verschoben bei ca. $0,9 G_0$. Ursache dafür ist eine leicht reduzierte Transmissionswahrscheinlichkeit des betreffenden Transportkanals. Die Höhe und die geringe Breite dieses ersten Peaks zeigen, dass der einatomige Kontakt besonders häufig auftritt. Zu größeren Leitwerten nimmt die Peakhöhe ab und die Peakbreite zu, die Peaks "verwaschen". Bei einem Leitwert von $4 G_0$ ist die Wahrscheinlichkeit ein Plateau zu beobachten nur noch sehr klein.

Punktkontaktmessungen von Nickel zeigen, dass die Leitwertkurven erheblich von einem äußeren Magnetfeld abhängig sind. Ooka et al. [25] finden, dass in Anwesenheit eines Magnetfeldes der Leitwert in Schritten von $\frac{1}{2} G_0 = \frac{e^2}{h}$ gequantelt ist, was auf eine Korrelation zwischen den Leitwertstufen und der ferromagnetischen Bandstruktur hinweist.

2.2.3 Der Kontaktradius nach Sharvin mit Korrekturterm

J. A. Torres et al. [26] haben den Leitwert eines verdünnten Halses in einem 3d-Elektronengas berechnet. Zur Modellberechnung haben sie ein einschaliges Rotationshyperboloid verwendet (siehe Abb. 9) mit dem Halsradius R und dem

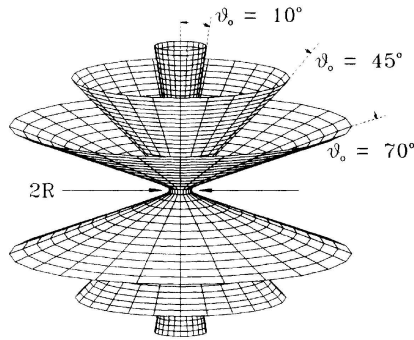


Abbildung 9: *Einschaliger Rotationshyperboloid nach [26]*

Asymptotenöffnungswinkel ϑ . Die Ergebnisse zeigen, dass die Leitwertstufen zu steigenden Öffnungswinkeln nicht mehr auftreten. Für $\vartheta = 90^\circ$ kann der Leitwert durch einen semiklassischen Korrekturterm im Sharvinleitwert beschrieben werden:

$$G = G_0 \cdot \pi^2 \cdot \left(\frac{R}{\lambda_F}\right)^2 \cdot \left(1 - \frac{\lambda_F}{4\pi R}\right)^2 \quad (10)$$

Bei Gold beträgt diese Korrektur für $R = 1 \text{ nm}$ etwa 8 %. Abb. 10 zeigt den zum 3d-Elektronengas berechneten Leitwert in Abhängigkeit der Kontaktfläche nach [26]. Bei einem Öffnungswinkel von 90° sind keine Leitwertstufen zu sehen. In diesem Fall wird der Leitwert sehr gut durch die Gl. 10 beschrieben. Die gestrichelte Kurve entspricht dem unkorrigierten Sharvinleitwert nach Gl. 7. Zu kleiner werdenden Öffnungswinkeln sind die Leitwertstufen zunehmend deutlicher ausgeprägt, sie werden jedoch auch dafür gut durch den Korrekturterm angenähert.

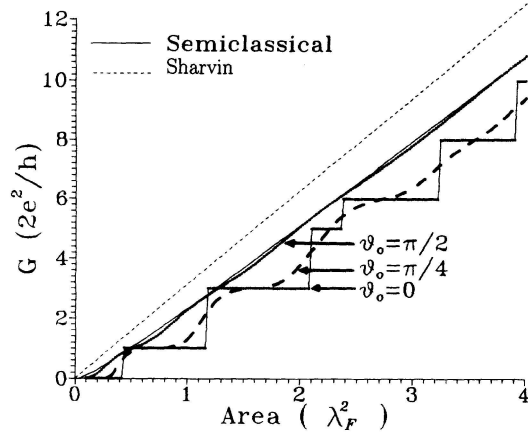


Abbildung 10: Leitwert in Abhängigkeit der Kontaktfläche des Elektronengases nach [26].

A. M. Bratkovski et al. [27] haben anhand von Berechnungen sowohl mit dem tight-binding-Model als auch mit dem freien Elektronengas gezeigt, dass der Leitwert nach Sharvin in Abhängigkeit vom Kontaktradius R besser durch einen konstanten Vorfaktor angenähert werden kann:

$$G = 0,69 \cdot G_0 \cdot \pi^2 \cdot \left(\frac{R}{\lambda_F} \right)^2 \quad (11)$$

Mit diesen Näherungen ist es möglich, aus dem Leitwert den minimalen Kontaktradius R eines Punktkontaktes zu berechnen.

3 Experimentelle Grundlagen

3.1 Aufbau des Rastertunnelmikroskops

Das hier verwendete Beetle-STM der Firma Delta Phi wird bei Zimmertemperatur betrieben. Es besteht aus einem Rasterkopf mit Vorverstärker, einem Steuergerät und einem IBM-kompatiblen PC. Die einzelnen Komponenten, deren Modifikation und die Eigenschaften des STM's, werden im folgenden beschrieben.

3.1.1 Der Rasterkopf mit Vorverstärker

Abb. 11 zeigt den Aufbau des Röhren-Rasterkopfes des Beetle-STM mit Vorverstärker. Der Rasterkopf ist auf einem NW 35 UHV-Flansch montiert, mit dem das STM in eine UHV-Anlage (Ultra-Hoch-Vakuum-Anlage) integriert ist. Die vier 10 mm langen Piezoröhrchen sind auf der Basisplatte befestigt. Das mittlere Z-Piezoelement besitzt am oberen Ende eine Öffnung mit einem Durchmesser von 0,25 mm, in die die Spitze eingeführt wird. Die drei X-Y-Piezoelemente (Dreibein), die den Probenhalter tragen, sind in einem gleichseitigen Dreieck um das Z-Piezoelement angeordnet. Auf den Enden dieser drei Piezoelemente befinden sich jeweils drei kleine metallische Kugeln mit einem Radius von 1,5 mm, die den elektrischen und mechanischen Kontakt zwischen dem Probenhalter und dem Dreibein herstellen. Die Probe liegt damit über dem Probenhalter, den X-Y-Piezoelementen und der Basisplatte auf Massepotenzial. Zur Ansteuerung der X-Y-Piezoelemente befinden sich eine Elektrode auf der Innen- und vier Elektroden auf der Außenseite der Piezoelemente. Damit können diese Piezoelemente sowohl eine laterale als auch eine vertikale Bewegung ausüben. Das Z-Piezoelement besitzt jeweils eine Elektrode auf der Innen- und Außenseite und kann daher nur eine vertikale Bewegung ausführen. Die Probe befindet sich mit der zu untersuchenden Oberfläche nach unten gerichtet in einem leitfähigen Probenhalter (hier nicht dargestellt) und wird mit einer Halteklammer in diesem fixiert. Zwischen der STM-Plattform und der Basisplatte befinden sich Viton-Dämpfer zur Schwingungsdämpfung. Der Vorverstärker ist durch einen Amphenol-Stecker mit dem oberen Teil verbunden und befindet sich damit direkt am Rasterkopf. Damit werden die sehr kleinen Tunnelströme in der Größenordnung von 1 nA direkt am Rasterkopf verstärkt, so dass Störungen durch lange Zuleitungen vermieden werden.

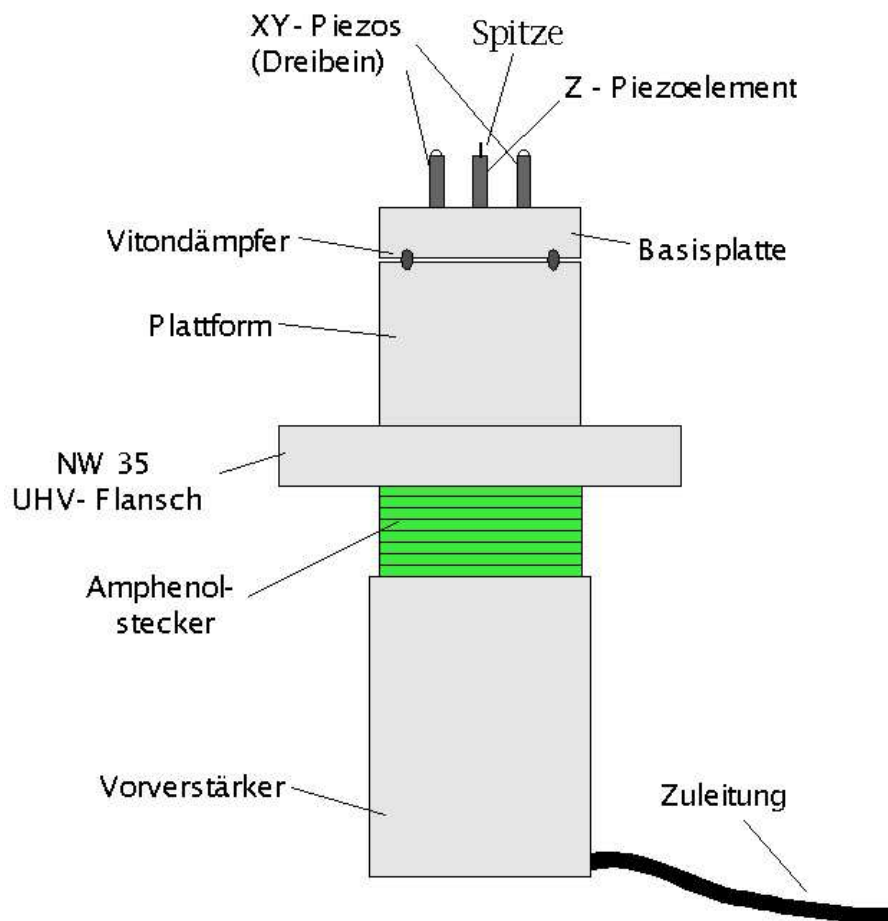


Abbildung 11: Der Rasterkopf des Beetle-STM mit Vorverstärker

Abb. 12 zeigt ein Photo des oberen Bereiches des Rasterkopfes und einen Teil der geöffneten UHV-Anlage. Der Rasterkopf befindet sich unten in der Mitte des Bildes. Darüber ist ein Drahtbügel zu erkennen; dieser wird zur Probenkontaktierung benutzt (siehe Kapitel 3.5.2). Im Hintergrund des Bildes befindet sich ein Permanentmagnet (siehe Kapitel 3.4).

Der innere Bereich des Z-Piezoelementes ist zur elektrischen Kontaktierung der Spitze mit einem Edelstahlröhrchen versehen (Abb. 13). An dieses Röhrchen ist ein dünner Draht angebracht, über den der Tunnelstrom zum Vorverstärker geleitet wird. Zur elektrischen Entkopplung befindet sich zwischen dem Röhrchen und dem Piezoelement eine Isolierschicht. Der Spitzendraht wird etwas gebogen, so dass er in dem Edelstahlröhrchen festklemmt. Damit wird ein mechanischer Halt der Spitze gewährleistet.

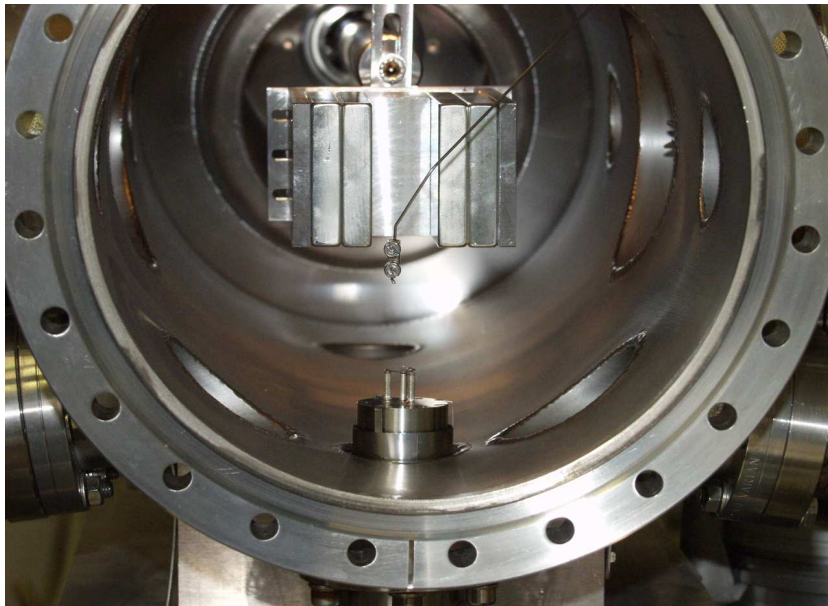


Abbildung 12: *Photo des oberen Bereiches des Rasterkopfes und eines Teils der geöffneten UHV-Anlage. Der Rasterkopf befindet sich unten in der Mitte des Bildes. Darüber ist ein Drahtbügel zu erkennen; dieser wird zur Probenkontaktierung benutzt (siehe Kapitel 3.5.2). Im Hintergrund des Bildes befindet sich ein Permanentmagnet (siehe Kapitel 3.4).*

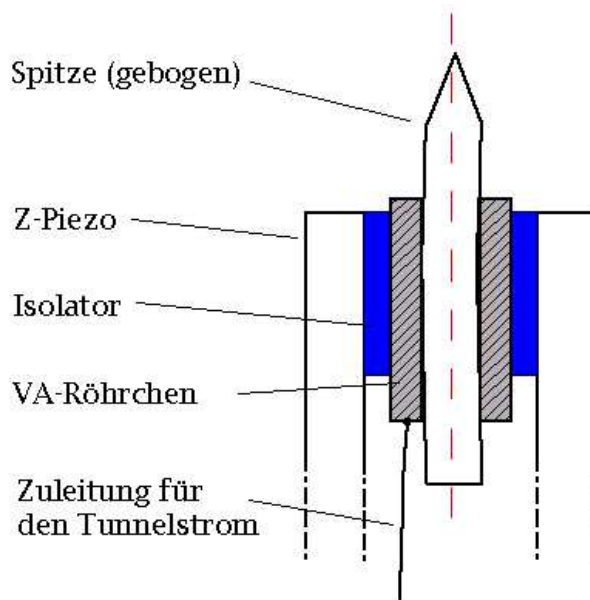


Abbildung 13: *Querschnitt durch das Z-Piezoelement mit Tunnelspitze*

Das Vakuum in der UHV-Anlage wird durch eine vibrationslos arbeitende Ionengetterpumpe aufrechterhalten. Zur schnellen Evakuierung des Rezipienten steht eine Turbomolekularpumpe mit Vorpumpe zur Verfügung. Die UHV-Anlage ist zur Schwingungsdämpfung mit Viton-Dämpfern auf einem schweren Eisengerüst montiert. Damit wird eine möglichst große mechanische Entkopplung für hochfrequente Schwingungen erreicht [28].

Aufgrund der besonderen Bauweise besitzt dieses STM im Vergleich zu anderen STM's eine größere thermische Stabilität. Da alle vier Piezoelemente identisch sind, ist die thermische Ausdehnung aufgrund von Temperaturschwankungen für alle vier Piezoelemente gleich. Außerdem kompensieren sich die mechanischen Schwingungen, da sie sowohl von dem X-Y-Dreibein als auch vom Z-Piezoelement gleichermaßen übertragen werden.

3.1.2 Die Probenbewegung

Die grobe Probenannäherung an die Spitze erfolgt durch eine Drehbewegung des Proben Tellers. Dieser besitzt auf der Unterseite die Form einer Tripel-Helix, wie in der Abb. 14 zu sehen ist. Zuerst bewegen sich alle drei Trägerpiezoelemente durch eine entsprechend angelegte Spannung derart, dass der Proben Teller im Uhrzeigersinn gedreht wird. Dann springen sie schnell wieder in die Ursprungsposition zurück, so dass der Proben Teller aufgrund seiner Trägheit der Drehbewegung nicht folgen kann. Dieser Vorgang wiederholt sich mehrfach hintereinander. Dadurch, dass der Proben Teller auf der Unterseite die Form einer Tripelhelix besitzt, sinkt bei jedem Schritt der Teller etwas weiter ab. Die Probe nähert sich damit der Spitze. Sobald ein Tunnelstrom fließt, wird dieser Vorgang angehalten. Die weitere Feinreglung erfolgt automatisch durch Auslenkung des Z-Piezoelementes. Durch entgegengesetzte Drehung des Tellers kann analog dazu die Probe von der Spitze entfernt werden.

Nach dem gleichen Prinzip kann der Proben Teller auch über größere Distanzen als die Rasterfeldbreite lateral bewegt werden. Hier drehen sich nicht die drei X-Y-Piezoelemente gleichsinnig, sondern üben eine laterale Bewegung in dieselbe Richtung aus. Durch das schnelle Zurückspringen in die Ursprungsposition verbleibt auch hier die Probe in der neuen Lage und bewegt sich somit schrittweise in die gewünschte Richtung fort.



Abbildung 14: *Probenteller des STM, links: Unterseite mit Tripelhelix, rechts: Oberseite; hier ist eine Probe, auf einem Messingblech klebend, in den Probenteller eingelegt und mit einer Blattfeder fixiert. Die Probe wird durch die Bohrung im Probenteller von unten mit der STM-Spitze abgerastert. Auf dem Messingblech ist ein Kupferlackdraht aufgelötet, mit dem die Probe elektrisch kontaktiert wird (siehe Kapitel 3.5.2).*

3.1.3 Das Steuergerät

Die Steuerung des STM's erfolgt mit der Betriebselektronik STM Control 03, welche im Constant-Current-Modus arbeitet. Hier werden alle Einstellungen für das Rastern vorgenommen. Abb. 15 zeigt das Blockschaltbild der Betriebselektronik mit dem Z-Piezoelement. Die Potenzialdifferenz zwischen der Spitze und der Probe kann zwischen $-5V$ und $+5V$ geregelt werden. Der Tunnelstrom wird zuerst im Vorverstärker verstärkt und darauf logarithmiert. Da der Tunnelstrom exponentiell vom Abstand zwischen der Probe und der Spitze abhängt, ändert sich dadurch das Signal linear mit dem Abstand. Im PI-Regler (Proportional-Integral-Regler) wird der Strom mit dem zwischen $0 nA$ und $30 nA$ regelbaren Spitzenstrom als Referenz verglichen und anschließend in einem Tiefpassfilter geglättet. Das so erhaltene Signal dient zum einen zur weiteren Bildverarbeitung durch den Computer und ist gleichzeitig das Stellsignal für einen Treiber. Die-

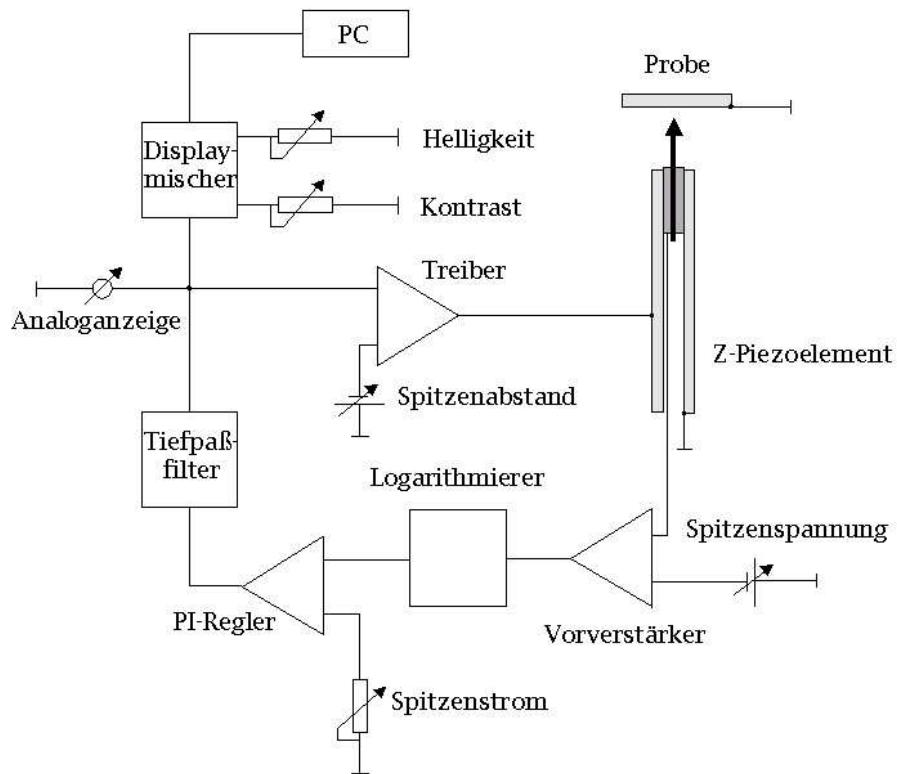


Abbildung 15: Blockschaltbild des Beetle-STM

Der Treiber generiert die Z-Piezospanspannung als Stellgröße, um den Tunnelstrom konstant zu halten. Über einen Regler "Spitzenabstand" wird der Arbeitspunkt dieses Treibers so eingestellt, dass ein Berühren der Probe durch die Spitze vermieden wird. Zur Kontrolle befindet sich auf der Vorderseite der Betriebselektronik ein Analogzeigerinstrument, welches qualitativ in willkürlichen Einheiten den Arbeitsbereich der Elektronik anzeigt.

Die Z-Piezospanspannung kann Werte zwischen -30 V und 230 V annehmen. Bei einem Umrechnungskoeffizienten des Z-Piezoelementes von $2,4\text{ nm/V}$ [29] können damit theoretisch Höhenunterschiede von über 620 nm während des Rasterns über die Probenoberfläche überwunden werden, was allerdings in der Praxis nicht realisierbar ist.

Die Betriebselektronik enthält weiterhin einen Sägezahn-generator (nicht im Blockschaltbild gezeigt), welcher die drei X-Y-Piezoelemente ansteuert. Diese werden so bewegt, dass die Probe über der Spitze in einem Rastermodus geführt wird. Dabei arbeitet das Gerät unidirektional, um eventuelle Hystereseeffekte der

Piezoelemente zu unterdrücken. Die Rasterfelder lassen sich mit einem Stufenschalter auf eine maximale Fläche von $500 \cdot 500 \text{ nm}^2$ einstellen. Ebenso können die Anzahl der Bildpunkte auf maximal $1024 \cdot 1024$ gestellt und die Rastergeschwindigkeit über die Betriebselektronik gewählt werden.

3.1.4 Das Computerprogramm

Mit dem zum Mikroskop gehörenden Computerprogramm Prodas 1.3 können die Einstellungen für die Auflösung, die Kalibrierung sowie die Bildauflösung eingegeben werden. Nach dem Rastern wird die von der Betriebselektronik über eine digitale Signalprozessorkarte (DSP-Karte) an den Computer gelieferte Höheninformation des Z-Piezoelementes in Graustufen oder in andere entsprechende Farbwerte umgerechnet und auf dem Bildschirm dargestellt. Zur weiteren Bildbearbeitung stehen zahlreiche Module wie z.B. Fourierfilter, Ebenenanpassung oder eine 3d-Darstellung zur Verfügung.

Im Spektroskopiemodus können lokal Stellen im Bild ausgewählt werden, an denen eine U(I)-Kennlinie aufgenommen werden kann. Dieses Auswahlfenster ist auf eine Größe von $55,7 \cdot 55,7 \text{ nm}^2$ um die Bildmitte begrenzt.

3.2 Modifikation des Rastertunnelmikroskops

Das STM der Firma Delta Phi ist mit Unterstützung der Firma Delta Phi modifiziert worden, um lokale Leitwertmessungen an dünnen Schichten und Nanostrukturen durchführen zu können. Im folgenden werden die Änderungen erläutert.

3.2.1 Die Betriebselektronik und das Programm Prodas 1.3

Wenn die Spitze in eine bestimmte Stelle des Bildes hineingefahren werden soll, muss die Probe mit dem Dreibein so verschoben werden, dass sich die gewünschte Stelle in der Bildmitte befindet. Eine entsprechende Regelung gewährleistet, dass die Spitze im Ruhezustand immer in die Mitte des aufgenommenen Bildes positioniert wird. Um eine frei bestimmbare Positionierung der Spitze in dem Rasterfeld vornehmen zu können, sind im Rahmen dieser Diplomarbeit an der Betriebselektronik und dem Programm Prodas 1.3 in Zusammenarbeit mit der Firma Proscope Veränderungen vorgenommen worden. Mit diesen Maßnahmen ist es möglich, durch das Anlegen eines Spannungs-Offsets an die X-Y-Piezoelemente die Spitze an einer ausgewählten Stelle innerhalb des Bildfensters zu positionieren. Im Wesentlichen beruht dieses auf einer Modifikation des Spektroskopiemodus.

Um für den Spektroskopiemodus die Spitze an bestimmte Stellen der Probe zu bewegen, wird von der DSP-Karte eine Offsetspannung für die drei X-Y-Piezoelemente an die Betriebselektronik geliefert. Wie schon oben beschrieben, ist das Fenster zur Auswahl dieser Stellen auf eine Größe von $55,7 \times 55,7$ nm um die Bildmitte begrenzt (Abb. 16). Das liegt daran, dass die von der DSP-Karte gelieferte Spannung maximal ± 10 V beträgt, welche von der Betriebselektronik

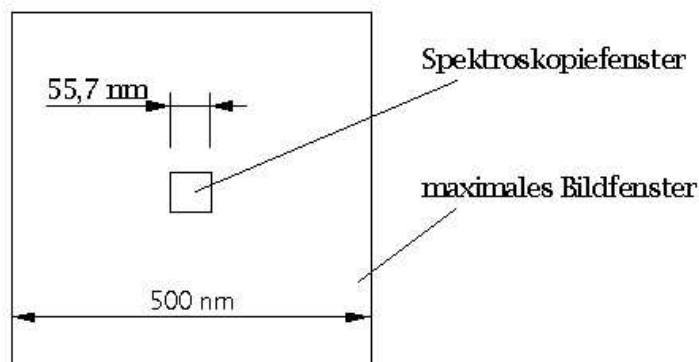


Abbildung 16: *Spektroskopiefenster und maximales Bildfenster des STM's*

in die Treiber-Spannungen für die X-Y-Piezos umgewandelt wird. Der Umrechnungsfaktor für die Treiberspannung wird in der Betriebselektronik durch zwei Widerstände bestimmt [30]. Durch einen Austausch der beiden Widerstände kann der gesamte Rasterbereich von maximal $500 \times 500 \text{ nm}^2$ mit der Spitze erreicht werden. In Verbindung mit einer zusätzlichen Programmänderung ist es nun möglich, mit einem Fadenkreuz eine beliebige Stelle im gerasterten Bild auszuwählen und die Spitze dorthin zu bewegen. Die Regelungseigenschaften des Z-Piezoelementes bleiben davon unberührt. Durch ein Erhöhen der Z-Piezospaltung kann dann die Spitze in diese ausgewählte Stelle hineingefahren werden.

3.2.2 Elektrische Beschaltung

Die lokale Widerstandsmessung einer Probe durch das Hineinfahren der STM-Spitze erfolgt mit externen Messgeräten, da diese Option in der Betriebselektronik nicht vorgesehen ist. Das Einprägen eines Stromes erfolgt durch eine programmierbare Konstantstromquelle und die Spannungsmessung durch ein programmierbares Digitalmultimeter. Die Z-Piezospaltung wird durch eine externe Spannungsquelle geregelt. Die Integration dieser externen Geräte erfordert eine Anpassung des STM-Schaltplanes. Abb. 17 zeigt ein Blockschaltbild, in dem die Veränderungen des Schaltplanes wiedergegeben sind. Zwischen dem Rasterkopf und dem Vorverstärker des STM ist eine Umschalteneinheit (grau gezeichnet) integriert worden, die zwischen der Betriebselektronik und den externen Stromquellen umschalten kann. Diese Umschalteneinheit befindet sich in einem vollständig geschlossenem Aluminiumgehäuse, um Störungen zu unterdrücken. Im üblichen Rasterbetrieb fließt der Tunnelstrom (braune Leitung) über den Vorverstärker weiter zur Betriebselektronik. Das Z-Piezoelement wird über die blaue Zuleitung von der Betriebselektronik angesteuert. Die externe Beschaltung wird im folgenden näher beschrieben.

1. Die externe Konstantstromquelle

Ein Anlegen einer externen Spannung durch die Konstantstromquelle zwischen der Spitze und der Probe würde zur Zerstörung der Eingangsstufe des Vorverstärkers führen. Mit dem Relais S2 kann deshalb die Spitze vom Vorverstärker auf den Ausgang der externen Konstantstromquelle KQ umgeschaltet werden (rote Leitung). Das Relais wird über einen externen Schalter S1 bedient und mit

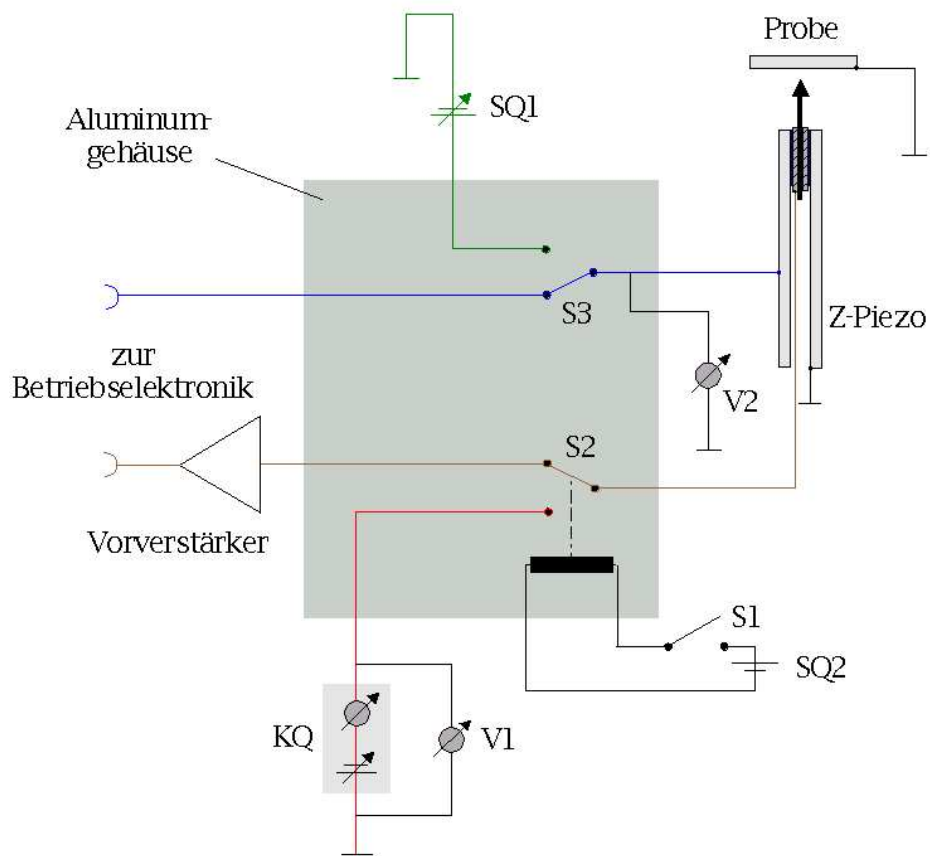


Abbildung 17: Modifikation des STM-Schaltplans

einer gewöhnlichen 6V-Spannungsquelle SQ2 betrieben. Mit der programmierbaren Konstantstromquelle KQ (Keithley 224) kann ein konstanter Strom zwischen der Spitze und der Probe eingepreßt und mit dem Digitalmultimeter V1 (Keithley 2001) die Spannung über KQ gemessen werden. Zur Vermeidung von möglichen Störungen sind alle Zuleitungen abgeschirmt. Als Steckverbindungen werden BNC-Stecker verwendet.

2. Die Z-Piezospansungsversorgung

Die Stabilität von Piezoelementen ist stark von der Stabilität der Treiberspannung abhängig. Dieses wird an der folgenden Testmessung gezeigt. Durch Erhöhen der Z-Piezospansung an der Betriebselektronik ist eine W-Spitze 3,2 nm tief in eine polykristalline Goldschicht gefahren und dann die zeitliche Stabilität des Widerstandes und der Z-Piezospansung gemessen worden. Man beachte, dass

eine Spannungsänderung von einem Volt einer Piezoausdehnung von $2,4 \text{ nm}$ entspricht. Abb. 18 zeigt die zeitliche Auftragung des Widerstandes (blau) und der Z-Piezospannung (schwarz) in einem Zeitraum von zwei Minuten. Beide Kurven

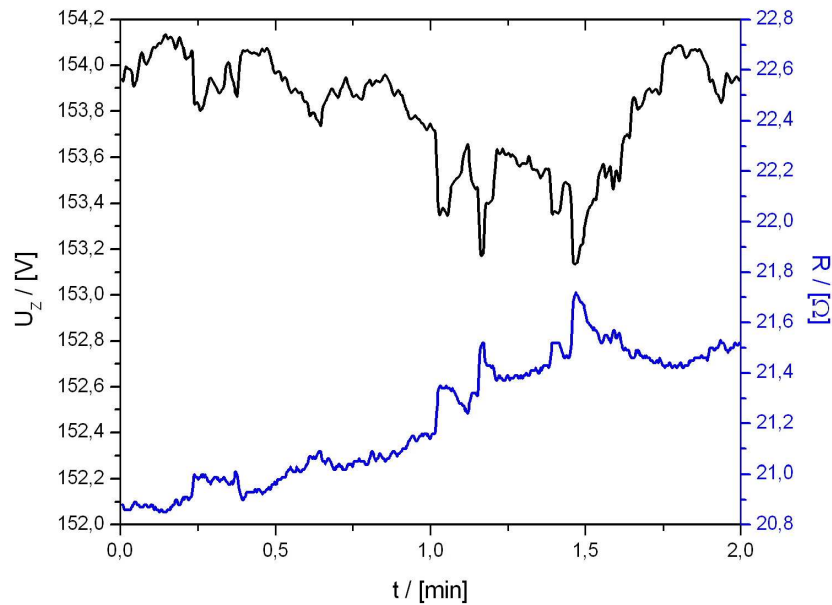


Abbildung 18: Zeitliche Stabilität der Z-Piezospannung (schwarz) und des Widerstandes (blau) zwischen einer W-Spitze und einer polykristallinen Goldschicht bei $I = 10 \mu\text{A}$. Eine Spannungsänderung von einem Volt entspricht einer Piezoausdehnung von $2,4 \text{ nm}$.

zeichnen sich innerhalb dieser Zeit durch eine große Instabilität in der Größenordnung von etwa 1Ω bzw. 1 V aus. Es kann zu fast jeder größeren Spannungsänderung eine Änderung im Widerstand zugeordnet werden. Eine Reduzierung der Spannung führt zu einer Erhöhung des Widerstandes, denn durch eine Spannungsreduzierung am Z-Piezoelement wird die Spitze weiter aus der Probe gezogen und damit nimmt der Kontaktwiderstand zu. Der Grund für die Spannungsfluktuation ist, dass durch das elektrische Trennen der Spitze vom Vorverstärker der Regelkreis der STM-Betriebselektronik unterbrochen worden ist, so dass die Z-Piezospannung von der Betriebselektronik nicht mehr konstant gehalten werden kann.

Folglich ist mit dieser internen Spannungsquelle kein stabiler Punktkontakt herzustellen. Mit einer stabilen externen Spannungsquelle ist diese Fluktuation

on vermeidbar. Es ist erforderlich, nicht nur die Spitze, sondern auch das Z-Piezoelement von der Betriebselektronik elektrisch zu trennen und durch eine externe Spannungsquelle anzusteuern. Dieses erfolgt durch die Spannungsquelle SQ1 (grüne Leitung in Abb. 17). Wegen der hohen Schaltspannung von bis zu 230 V wird hier nicht ein Relais sondern ein Kippschalter S3 verwendet. Es ist eine selbstgebaute stabilisierte Spannungsquelle benutzt worden, die eine variable Spannung zwischen 1 V und 35 V liefern kann. Dieses Netzteil ist mit einem Grob- und einem Feinregler ausgestattet. An dem Feinregler ist ein kleiner Getriebemotor befestigt, der die Ausgangsspannung gleichmäßig mit einer Geschwindigkeit von minimal 0,043 V/s erhöhen oder reduzieren kann. Zur Kontrolle der Z-Piezospaltung dient ein Digitalmultimeter V2 (Keithley 2001).

Um die Stabilität dieses externen Netzteiles zu überprüfen, ist erneut eine Testmessung durchgeführt worden. Eine W-Spitze wurde um 2,2 nm in eine Goldprobe gefahren und, wie oben beschrieben worden ist, die Z-Piezospaltung und der Widerstand gemessen. Abb. 19 zeigt die zeitliche Stabilität der Z-Piezospaltung

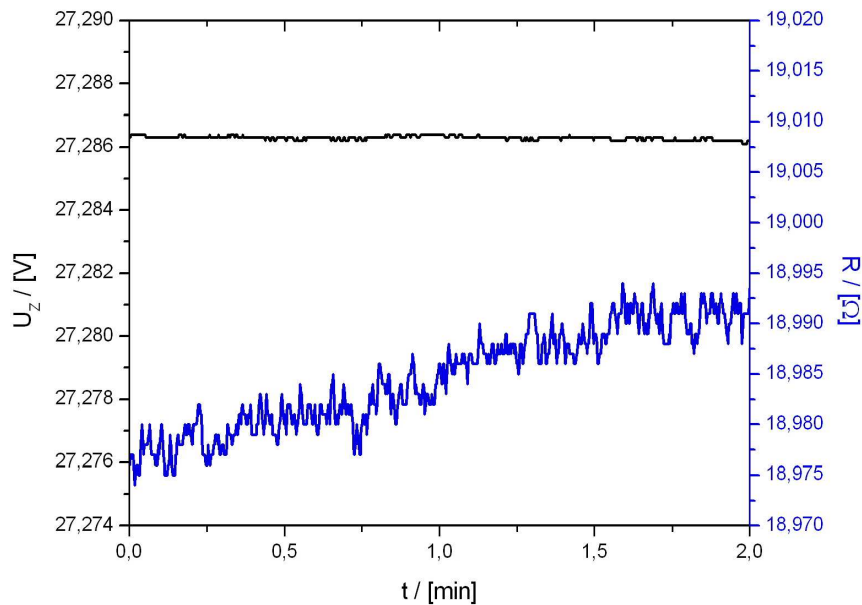


Abbildung 19: Zeitliche Stabilität der Z-Piezospaltung (schwarz) und des Widerstandes (blau) zwischen einer W-Spitze und einer polykristallinen Goldprobe bei $I = 100 \mu\text{A}$. Eine Spannungsänderung von einem Volt entspricht einer Piezoausdehnung von 2,4 nm.

nung (schwarz) und des Widerstandes (blau) bei einem Strom von $I = 100 \mu A$. Im Gegensatz zur internen Spannungsquelle der Betriebselektronik zeichnet sich das externe Netzteil durch eine sehr hohe Spannungsstabilität aus. Innerhalb der betrachteten zwei Minuten ändert sich die Z-Piezospaltung um nur $0,6 mV$. Der Widerstand driftet mit einem Rauschen von etwa $6 m\Omega$ im Mittel um nur $15 m\Omega$ zu höheren Werten. Damit können mit dieser externen Spannungsquelle gut stabile Punktkontakte zwischen der STM-Spitze und der Probe hergestellt werden.

3. Die Automatisierung der Messgeräte

Zur Datenerfassung und Programmierung der Messgeräte wird ein unter Visual Basic 6 geschriebenes Computerprogramm verwendet, welches in Abb. 20 dargestellt ist. Im Fenster links oben werden die Geräteadressen der drei verwendeten Messgeräte eingegeben. Rechts oben zeigen die grünen Schriftzüge die Spannung über der Konstantstromquelle KQ (Spannung 1), die Spannung am Z-Piezoelement (Spannung 2) und den eingepprägten Strom durch die Konstantstromquelle an. Weiterhin können zwei verschiedene Betriebsmodi, die U(I)-Me-

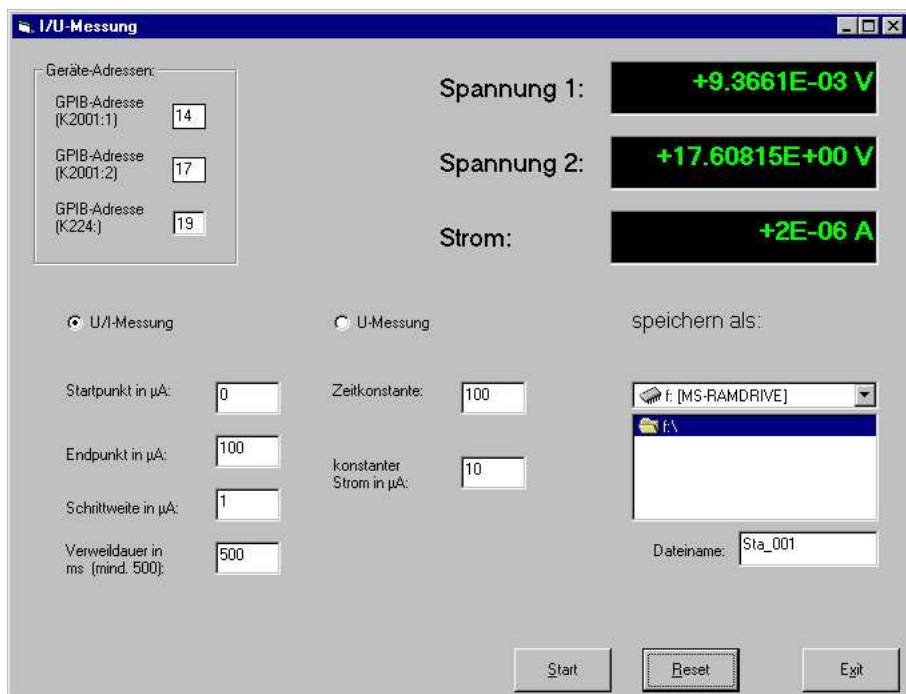


Abbildung 20: "Screenshot" des geschriebenen Programms

ssung und die U-Messung, gewählt werden. Bei der U(I)-Messung wird eine U(I)-Kennlinie aufgenommen. Dazu wird der Startpunkt (hier $0 \mu A$), der Endpunkt (hier $100 \mu A$), die Schrittweite (hier $1 \mu A$) und die Verweildauer bis zur nächsten Stromerhöhung (hier $500 ms$) eingegeben. Durch Starten des Programms wird dann in der eingegebenen Schrittweite der Strom von Start- bis zum Endpunkt erhöht und gleichzeitig die Spannung am Z-Piezoelement und die Spannung über der Konstantstromquelle gemessen. Der Reset-Buttons beendet sofort den Messvorgang und setzt den Strom auf $0 \mu A$. Die so erhaltenen Daten werden in dem ausgewählten Speicherpfad (hier Ramdrive f:\) mit dem eingegebenen Dateinamen (hier Sta_001) gespeichert.

Die Spannungsmessung erfolgt bei einem konstanten Strom (hier $10 \mu A$). Durch Starten des Programms werden fortwährend die Spannungen 1 und 2 gemessen. Bei der Eingabe "Zeitkonstante" wird eine Konstante (hier 100) für die interne Zählschleife des Programms eingegeben. Damit kann die zeitliche Auflösung des Aufbaus variiert werden. Die kleinste zeitliche Auflösung dieses Messaufbaus liegt bei ca. $120 ms$ zwischen zwei Messwerten. Das Speichern und Zurücksetzen dieses Modus erfolgt wie oben beschrieben.

4. Zuleitungswiderstände

Eine Vierpunktmessung ist aufgrund der besonderen Beschaltung des STM's nicht möglich. Daher wird hier eine Zweipunktmessung angewendet. Bei dieser Methode wird die Summe aus dem Proben-, dem Spitzen- und dem Zuleitungswiderstand gemessen. Diese Widerstände sind schematisch in der Abb. 21 gezeigt und bestehen aus folgenden Komponenten:

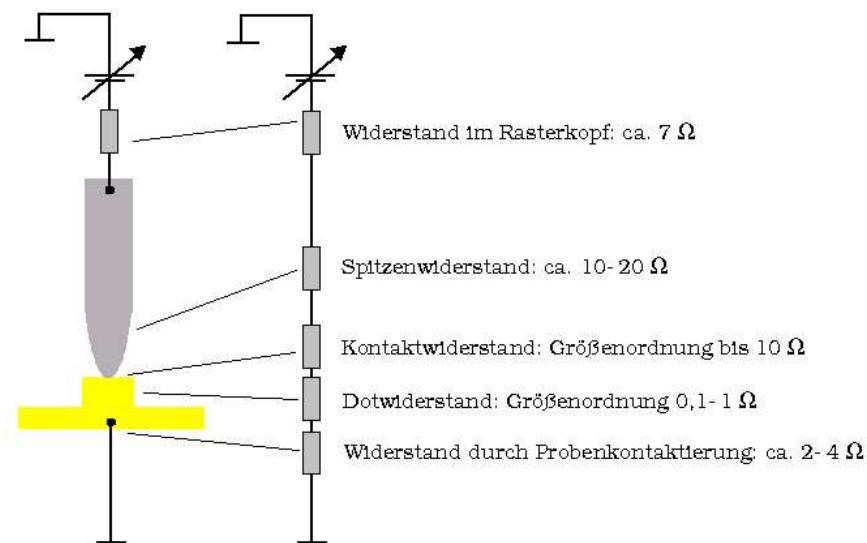


Abbildung 21: Schematische Darstellung der Spitze und der Probe und ein Ersatzschaltbild der einzelnen Widerstände

1. Der Zuleitungswiderstand innerhalb des Rasterkopfes: Von der Spitze bis zum Relais-Schalter S2 beträgt der Widerstand ca. 7 Ohm. Zur Überbrückung dieses Widerstandes ist versucht worden, die Spitze direkt zu kontaktieren. Dazu ist ein Kupferlackdraht an das über das Z-Piezoelement herausragende freie Ende des Spitzendrahtes angeschweißt worden. Allerdings werden dadurch Störungen beim Rastern eingekoppelt, da der Draht wie eine Antenne wirkt. Damit ist diese Kontaktierung nicht möglich.
2. Der Spitzenwiderstand: Der Widerstand der verwendeten W-Spitzen liegt in der Größenordnung von 10-20 Ohm (siehe Kapitel 3.6.3).
3. Der Kontaktwiderstand: Der Kontaktwiderstand zwischen der Spitze und der Probe ist kleiner als 10 Ω (siehe Kapitel 4.4.1).

4. Der Dotwiderstand: Der Widerstand eines Dots variiert je nach Dotgröße und liegt in der Größenordnung von $0,1 - 1 \Omega$ (siehe Kapitel 4.5).
5. Der Widerstand aufgrund der Probenkontaktierung: Testmessungen ergaben, dass der Widerstand einer mit der Spitze kontaktierten Probe um mehrere hundert Ohm schwanken kann. Ursache ist, dass der Kontaktwiderstand zwischen dem Probenhalter und dem Piezo-Dreibein, über welches die Probe auf Masse liegt, undefiniert ist. Um diesen Widerstand zu überbrücken, wird die Probe direkt mit einem $50 \mu m$ starken Kupferlackdraht kontaktiert und damit auf Masse gelegt (siehe Kapitel 3.5.2). Diese Kontaktierung liefert je nach verwendeter Probe einen zusätzlichen Widerstand in der Größenordnung von $2 - 4 \Omega$.
6. Weitere Widerstände ergeben sich durch die abgeschirmten Zuleitungen und die BNC-Stecker. Diese Widerstände sind wesentlich kleiner als ein Ohm und können im Vergleich zu den oben genannten Widerständen vernachlässigt werden.

Mit diesen Modifikationen kann das STM zum Rastern benutzt und zusätzlich der Widerstand lokal an ausgewählten Probenstellen gemessen werden. Die aufgenommenen Bilder zeigen, dass das Einfügen der Umschaltbox zwischen dem

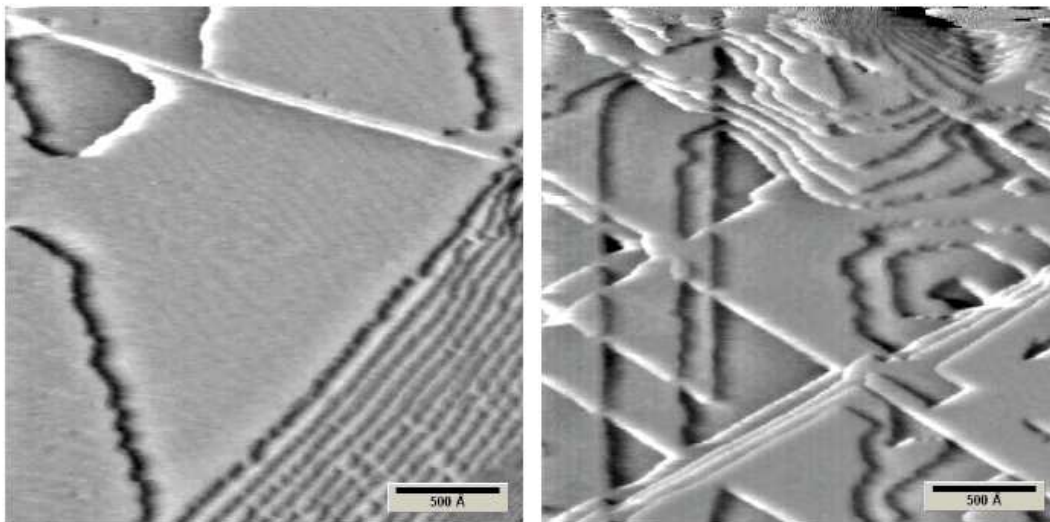


Abbildung 22: *Atomare Stufen einer getemperten Au-Schicht auf Silizium.*

Rasterkopf und dem Vorverstärker die Raster-Qualität nicht negativ beeinflusst. Abb. 22 zeigt die Oberfläche einer getemperten Goldschicht auf Silizium an zwei verschiedenen Stellen. Deutlich sind atomare Stufen in der Goldschicht zu erkennen. Zur besseren Darstellung der Stufen sind die Bilder mit einem $1/f$ -Filter aufgenommen worden. Dieser Filter hebt die kleinen Frequenzen des fouriertransformierten Bildes besonders hervor. Dadurch geht die Höheninformation verloren, allerdings werden dadurch besonders gut atomare Stufen sichtbar gemacht. Beide Bilder sind mit einer Pt/Ir-Spitze bei einer Spitzenspannung von $0,22\text{ V}$ und einem Strom von $10,8\text{ nA}$ aufgenommen worden.

3.3 Kalibrierung des Z-Piezoelementes

Für das Beetle-STM wird gerätespezifisch ein Umrechnungsfaktor für das Z-Piezoelement zwischen der angelegten elektrischen Spannung V und der Längenänderung ΔZ von $2,4 \text{ nm/V}$ angegeben [29]. Durch Messen der Z-Piezospaltung kann die relative Abstandsänderung zwischen der Spitze und der Probe bestimmt werden. Um diesen Umrechnungsfaktor zu überprüfen, sind zwei verschiedene Verfahren angewendet worden. Aufgrund der Hysterese, des Kriechens und der Drift der Piezoelemente werden weiterhin Abweichungen von diesem linearen Ausdehnungsverhalten untersucht.

3.3.1 Kalibrierung durch Modulation

Die in der Betriebselektronik integrierte Z-Kalibrierung verfügt über die Möglichkeit, eine Rechteckspannung an das Piezo-Dreibein anzulegen. Dadurch kann eine entsprechende Bewegung der Probe in Z-Richtung ausgeübt werden. Da das Beetle-STM im Constant-Current-Modus arbeitet, muss die Spitze dieser Auf- und Abbewegung der Probe durch eine entsprechende Regelung der Z-Piezospaltung folgen. Diese Spannung wird vom Computer wieder in Farbwerte umgerechnet und erscheint damit als helle und dunkle Streifen im dargestellten Bild. Abb. 23 zeigt ein Bild einer polykristallinen Goldschicht, welches mit dieser Methode aufgenommen worden ist. Deutlich sind die einzelnen Kristallite der Goldschicht mit einem mittleren Durchmesser von etwa 30 nm zu erkennen. Weiterhin sind abwechselnd helle und dunkle senkrechte Streifen zu sehen. Der Inset zeigt einen Schnitt durch die eingezeichnete Linie mit einer Länge von 250 nm . Die Streifen erscheinen hier als eine rechteckig aufmodulierte Höheninformation. Der Höhenunterschied zwischen dem dunklen und dem hellen Kontrast beträgt etwa $2,3 \text{ nm}$.

Gleichzeitig mit der Aufnahme dieses Bildes ist mit einem Oszilloskop die Z-Piezospaltung gemessen worden. Damit konnte die zu den Streifen gehörende Rechteckspannung abgebildet und gemessen werden. Sie betrug etwa $1,2 \text{ V}$. Nach [31] entspricht die Rechteckspannung einer Höhendifferenz von $2,24 \text{ nm}$, was gut mit der Höhenangabe zwischen den beiden Streifen im Inset übereinstimmt. Zusammen mit der mit dem Oszilloskop gemessenen Rechteckspannung von $1,2 \text{ V}$ ergibt dies einen Umrechnungskoeffizienten von $1,9 \text{ nm/V}$. Der so erhaltene Wert weicht damit um 21% von der Herstellerangabe mit $2,4 \text{ nm/V}$ nach unten ab.

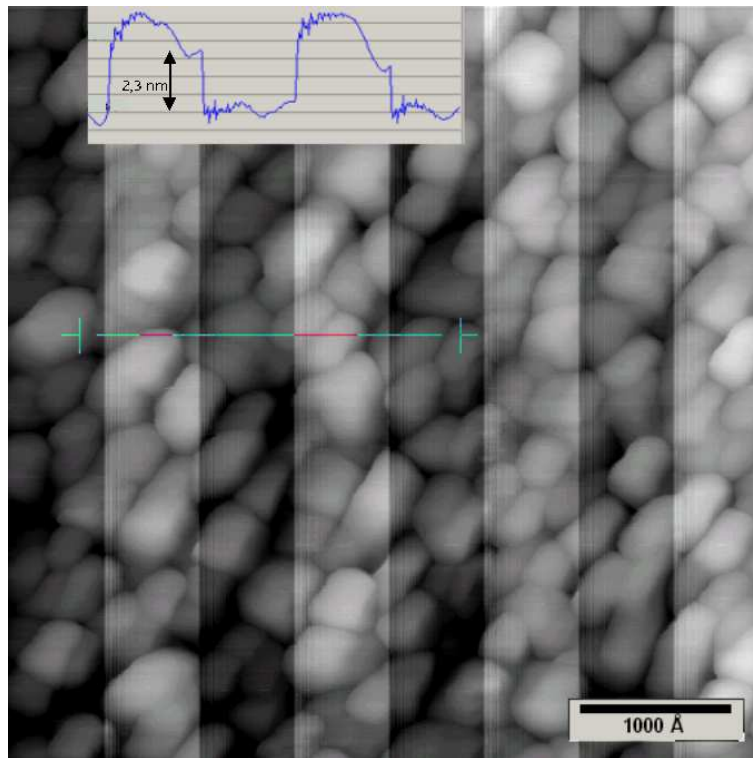


Abbildung 23: Aufmodulation einer Rechteckspannung während des Abrasterns einer polykristallinen Goldschicht mit einer Pt/Ir-Spitze. Das Inset zeigt einen Schnitt durch die eingezeichnete Linie mit einer Länge von 250 nm. Zur besseren Darstellung ist dieses Profil mit Hilfe des Programms Prodas geglättet worden.

Unter Berücksichtigung von verschiedenen messbedingten Fehlerquellen stimmen die beiden Werte relativ gut überein.

3.3.2 Die Kalibrierung mit dem Rasterkraftmikroskop

Das Rasterkraftmikroskop (AFM, Atomic Force Microscope) rastert eine Probenoberfläche mit einer schwingenden Spitze ab. Aus den Schwingparametern der Spitze kann mit einem Computer ein Bild über die Topographie gewonnen und damit die Höhe der Oberflächenstrukturen bestimmt werden. Die Höhenangaben des AFM können mittels Eichproben geeicht werden.

Durch Vergleich einer AFM- mit einer STM-Aufnahme derselben Probe wird der Umrechnungskoeffizient des Z-Piezoelementes des STM überprüft. Die Abb. 24 zeigt eine AFM-Aufnahme in 3d-Darstellung von einer nanostrukturierten Probe. Man erkennt eine regelmäßige Anordnungen von Gold-Dots mit einem

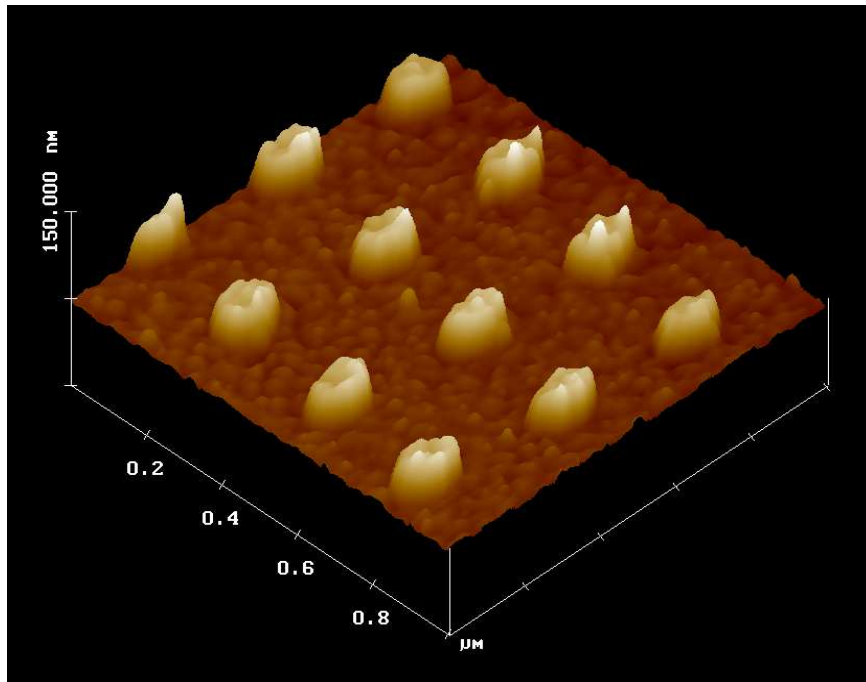


Abbildung 24: AFM-Aufnahme von Gold-Dots auf einer polykristallinen Goldschicht mit einem mittleren Abstand von 302 nm, einem mittleren Durchmesser von 100 nm und einer mittleren Höhe von 30 nm. Zur besseren Darstellung der Dots ist dieses Bild in der Höhe gestreckt dargestellt.



Abbildung 25: AFM-Profil der Gold-Dots. Die roten Pfeile haben eine Höhendifferenz von 30,6 nm.

mittleren Durchmesser von 100 nm und einer mittleren Höhe von 30 nm , welche auf einer Goldschicht mittels Elektronenstrahlithographie (EBL, Electron Beam Lithography, siehe Kapitel 3.5.1) hergestellt worden sind. Zur besseren Darstellung der Dots ist dieses Bild in der Höhe gestreckt dargestellt. Die Rauigkeit der Goldschicht und der Dots zeigt, dass diese eine polykristalline Struktur besitzen. Es ist auffällig, dass die Dots entlang des Randes an der Oberkante etwas höher sind. Weiterhin nimmt diese Erhöhung zur rechten unteren Seite des Bildes zu. Ursache dafür kann nicht ein Regelungseffekt des Rasterkraftmikroskops aufgrund der Rasterrichtung sein, da es bidirektional arbeitet. Wahrscheinlich handelt es sich hier um eine Gratbildung an der EBL-Lackmaske. Diese Gratbildung kann zu einer Seite hin verstärkt werden, wenn der Gold-Teilchenstrahl nicht genau senkrecht auf die Lackmaske trifft und damit die Probe etwas ungleichmäßig bedampft wird (siehe Kapitel 3.5). In Abb. 25 ist das Profil einer Dotreihe dieser AFM-Aufnahme dargestellt. Die periodischen Erhebungen entsprechen den Gold-Dots. Auch hier ist die Rauigkeit der Goldschicht und der Dots gut zu erkennen. Der Höhenunterschied zwischen den beiden roten Pfeilen beträgt etwa 30 nm . Damit kann mit dieser AFM-Aufnahme eine Dothöhe von etwa 30 nm angegeben werden.

Abb. 26 zeigt eine Aufnahme der gleichen Probe mit dem Rastertunnelmikroskop. Wie bei der AFM-Aufnahme entsprechen die Erhebungen den Gold-Dots. Auch hier ist anhand der Rauigkeit der Strukturen zu erkennen, dass die Dots und die Goldschicht polykristallin aufgewachsen sind. Die Dots scheinen mit einem Durchmesser von etwa 150 nm größer zu sein als sie tatsächlich sind. Ursache ist der Schaftdurchmesser der verwendeten W-Spitze (siehe Kapitel 3.6). Rechts neben dem mittleren Dot ist eine Vertiefung zu erkennen. Weiterhin ist an dem Profil der Dots im Vordergrund zu erkennen, dass diese auf der linken Seite höher sind als auf der rechten Seite. Diese Effekte sind unabhängig von der Rasterrichtung und sind bei allen STM-Bildern beobachtet worden. Sie sind eine Folge von Regelungseigenschaften des STM's bei Strukturen in dieser Größenordnung. Abb. 27 zeigt das mit dem STM ermittelte Profil des mittleren Dots auf einer Länge von 260 nm , gemessen mit dem Modul "Profile" des Programms Prodas. Die Y-Achse gibt die Höhe in Å an. Auch hier wird deutlich, dass aufgrund der Regelungseigenschaften des STM's das Profil der Nanostrukturen in dieser Größenordnung verzerrt wird. Die so ermittelte Höhe des Dots beträgt etwa 20 nm und weicht da-

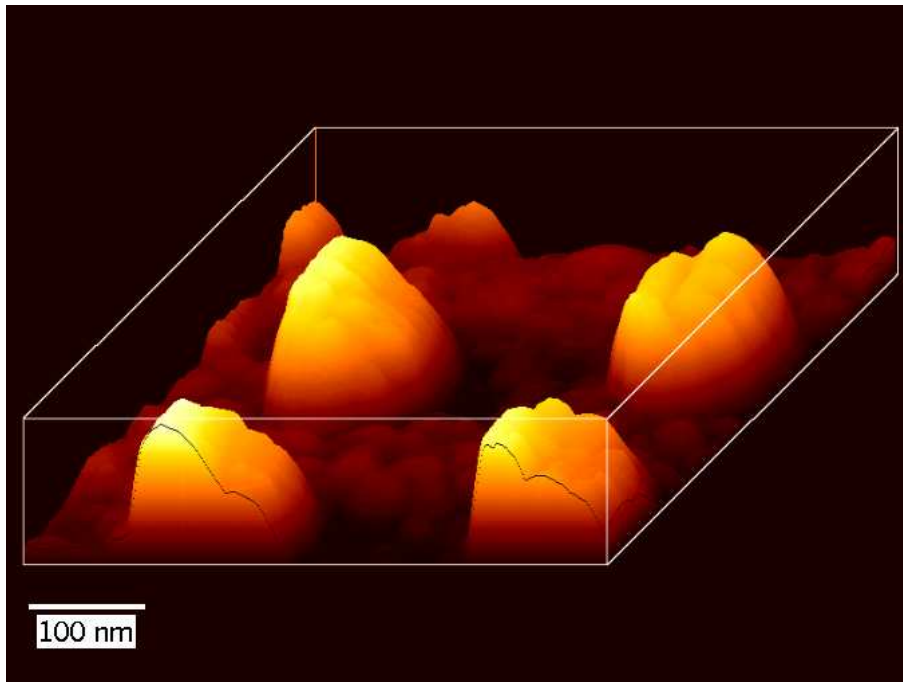


Abbildung 26: STM-Aufnahme von Gold-Dots mit einem mittleren Durchmesser von 100 nm und einer mittleren Höhe von 30 nm.

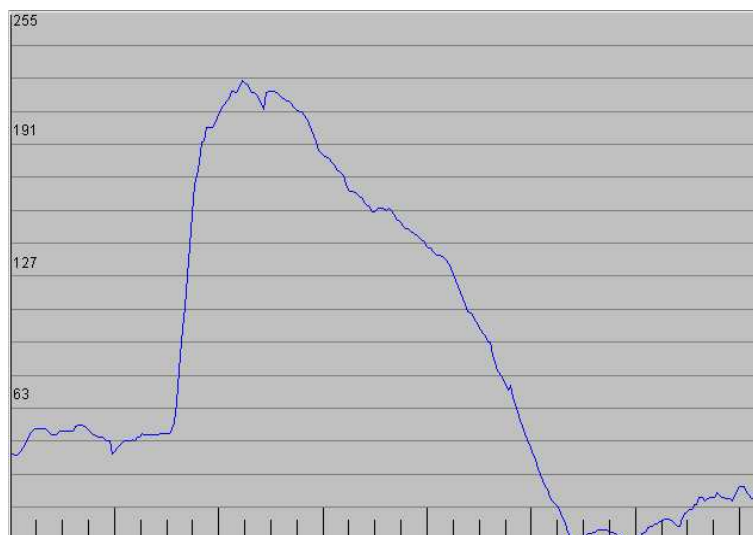


Abbildung 27: STM-Profil des mittleren Dots von Abb. 26, ermittelt mit dem Modul "Profile" auf einer Länge von 260 nm. Die Y-Achse gibt die Höhe in Å an.

mit deutlich von der mit dem AFM ermittelten Dothöhe von 30 nm ab. Das hier verwendete Beetle-STM gelangt somit bei diesen vertikalen Höhenunterschieden von 30 nm an die Grenze seines maximalen Arbeitsbereiches.

Um dieses Problem zu umgehen, wird die Spitze manuell entlang einer Linie mit der oben beschriebenen Programmänderung im Tunnelmodus über den gleichen Dot wie in Abb. 27 geführt. Da der Abstand zwischen der Spitze und der Probe aufgrund des CC-Modus konstant ist, kann durch ein gleichzeitiges Auslesen der Z-Piezospannung die Topographie der Oberfläche abgetastet werden. Abb. 28 zeigt die damit erhaltene Z-Piezospannung (schwarz) aufgetragen über der Distanz ΔX in willkürlichen Einheiten. Da diese manuelle Ansteuerung nicht mit einer gleichmäßigen Geschwindigkeit erfolgen kann, ist die laterale Information des Dots verfälscht. Die Höheninformation ist jedoch richtig dargestellt. Durch Reduzierung der Z-Piezospannung wird die Spitze im Bereich des Dots

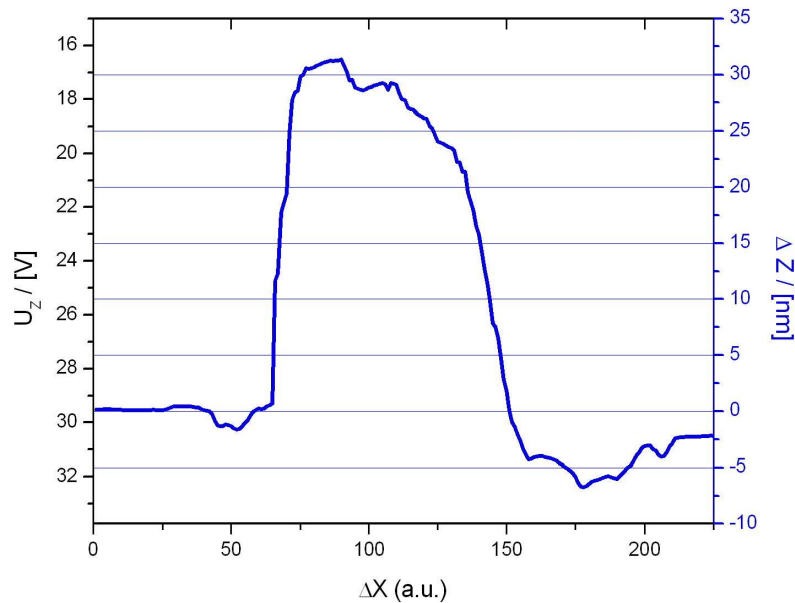


Abbildung 28: Manuell ermitteltes Dotprofil mit dem STM eines Gold-Dots

von der Probe entfernt und anschließend wieder angenähert. Somit zeigt die Z-Piezospannung die Höhe des Dots an der abgetasteten Stelle an. Auf der rechten Achse (blau) ist die Höhe des Dots dargestellt. Als Umrechnungsfaktor zwischen der Z-Piezospannung und der Auslenkung der Spitze ist die Herstellerangabe von

2,4 nm/V zugrundegelegt worden. Mit dieser manuellen Methode wird somit eine Dothöhe von etwa 30 nm ermittelt, welche sehr gut mit der Profilauswertung der AFM-Aufnahme übereinstimmt. Die Differenz zwischen der manuellen und der automatischen Profilbestimmung des STM's bei diesen vertikalen Abständen von 30 nm beruht auf einer fehlerhaften Kontrastumrechnung durch den Computer. Unter Berücksichtigung aller Fehler beträgt damit der Umrechnungsfaktor $(2,4 \pm 0,4) \text{ nm/V}$.

Die Bestimmung der vertikalen Ausdehnung auch bei größeren Strukturen ist durch das manuelle Abtasten der Probe mit der Spitze und durch gleichzeitiges Auslesen der Z-Piezospaltung hiermit möglich geworden.

3.3.3 Das Kriechen und die Drift des Z-Piezoelementes

Piezotranslatoren zeigen eine unerwünschte Hysterese, welche mit einem zeitabhängigen Kriechen überlagert ist. Die Hysterese ist ein spannungsabhängiger Effekt. Darüberhinaus ist das Kriechen auch zeitabhängig und äußert sich nach einer Längenänderung durch eine weitere, zeitlich verzögerte Ausdehnung. Diese folgt einem logarithmischen Verlauf [12, 15, 32]:

$$\Delta Z \sim (1 + \beta \cdot \lg(t/0,1 \text{ s})) \quad (12)$$

Dabei ist ΔZ_0 die Ausdehnung 0,1 s, nachdem die elektrische Spannungsänderung vollendet ist, t die Zeit in Sekunden und β ein Parameter, welcher abhängig ist vom Piezomaterial, der Temperatur und dem angelegten elektrischen Feld. Ursache für das Kriechen sind verschiedene thermisch aktivierte Prozesse [32]. Wenn z.B. eine Anhebung der Spannung auf einen höheren Wert eine Ausdehnung des Piezoelementes bewirkt, dann dehnt sich dieses im zeitlichen Verlauf gemäß Gl. 12 geringfügig weiter aus, wenn die Spannung auf diesem höheren Niveau konstant gehalten wird. Analog gilt dieses für eine Kontraktion des Piezotranslators. Die Abweichung vom linearen Ausdehnungsverhalten der Piezotranslatoren aufgrund der Hysterese und des Kriechens liegt typischerweise in der Größenordnung von 10 – 15 % [15, 16]. Zusätzlich zum Kriechen kann bei konstanter Spannung auch eine thermische Drift aufgrund eines Temperaturgradienten eine zeitabhängige Längenänderung der Piezotranslatoren, aber auch der übrigen Elemente des STM-Rasterkopfes wie z.B. des Probenhalters, bewirken. Diese Drift kann sowohl

in lateraler als auch in vertikaler Richtung erfolgen.

Dieses Verhalten der Piezoelemente ist unter Hochvakuumbedingungen ($p = 3 * 10^{-6} \text{ mbar}$) näher untersucht worden. Dies ist schematisch in Abb. 29 dargestellt. Zunächst wurde die STM-Spitze in den Tunnelkontakt mit einer Probenoberfläche gebracht. Nach einer einstündigen Wartezeit zur Stabilisierung betrug die Z-Piezospannung $U_Z = 93,5 \text{ V}$ (a). Danach wurde die Spannung am Z-Piezoelement sprunghaft auf $U_Z = 1,2 \text{ V}$ reduziert und dadurch eine Kontraktion des Piezoelementes erreicht (b). Nach 60 s wurde durch ein sprunghaftes Erhöhen der Z-Piezospannung ein erneuter Tunnelkontakt hergestellt, der sich allerdings erst bei einer Spannung von $U_Z = 100,5 \text{ V}$ einstellte (c). Die Spannung musste also wesentlich erhöht werden, um die gleiche relative Höhe der Spitze zu erhalten. Nach 40 Minuten hat die Spannung auf den Wert von $U_Z = 90 \text{ V}$ abgenommen (d). Kontrollaufnahmen mit dem STM vor und nach dieser Messung zeigen, dass die Probe innerhalb dieser Zeit nicht lateral gedriftet ist. Damit kann die zeitliche Änderung der Z-Piezospannung nur auf das Kriechen und eine Drift in vertikaler Richtung zurückgeführt werden und nicht auf eine Topographieänderung der Probe.

Diese Summe aus Hysterese, Kriechen und Drift ist in Abb. 30 schematisch dargestellt. Gestartet wird bei Punkt 1, dieser entspricht dem Punkt Bild (a) in Abb. 29 mit $U_Z = 93,5 \text{ V}$. Durch Reduzierung der Z-Piezospannung auf $1,2 \text{ V}$ verkürzt sich das Piezoelement bis zum Punkt 2 (Bild (b) in Abb. 29). Da an dieser Stelle die Spannung für 60 Sekunden konstant gehalten wird, kontrahiert sich das Piezoelement weiter aufgrund des Kriechens (Punkt 3). Um nun die anfängliche Höhe bis zum Tunnelkontakt zu erreichen, muss die Spannung auf $100,5 \text{ V}$ bis zum Punkt 4 erhöht werden (Bild (c) in Abb. 29). Von dort kriecht das System, im Tunnelkontakt bleibend, innerhalb 40 Minuten über den Punkt 1 hinaus bis zur Z-Piezospannung von 90 V (Punkt 5, bzw. Bild (d) in Abb. 29).

Der zeitliche Verlauf der Z-Piezospannung innerhalb dieser 40 Minuten von Punkt 4 bis zum Punkt 5 ist in Abb. 31 dargestellt (blau, rechte Skala). Innerhalb der ersten Minute nimmt die Piezospannung abrupt um ca. 4 V ab. Danach nimmt die Spannung langsamer ab und nach ca. 20 Minuten verläuft sie nahezu linear (grün gestrichelt). Nach ca. 16 Minuten hat die Spannung am Piezo wieder den ursprünglichen Wert von $U_Z = 93,5 \text{ V}$ und nach 40 Minuten einen Wert von $U_Z = 90 \text{ V}$ erreicht. Die Z-Piezospannung muss während dieses Kriechens von

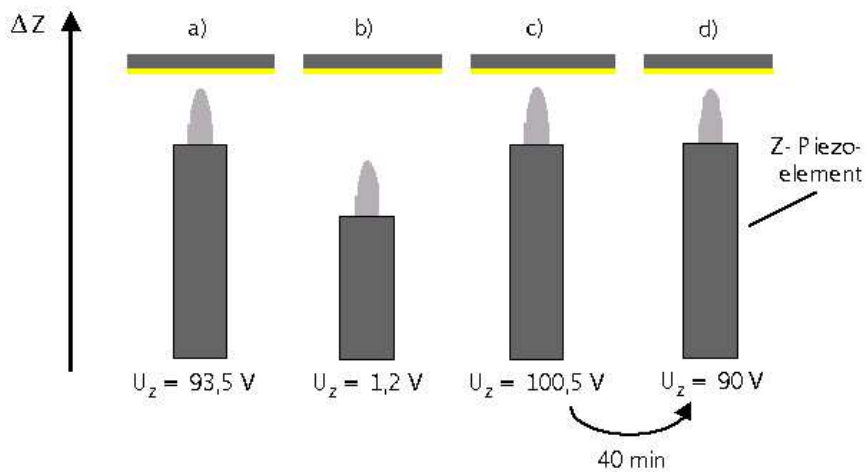


Abbildung 29: Überprüfung der Hysterese und des Kriechens der Piezoelemente: a) Die Z-Piezospannung beträgt im Tunnelkontakt $U_Z = 93,5 \text{ V}$. b) Die Spannung am Z-Piezo wird auf $1,2 \text{ V}$ reduziert und dadurch eine Kontraktion des Piezoelementes erreicht. An dieser Stelle wird 60 s gewartet. c) Der erneute Tunnelkontakt kann erst bei einer Spannung von $U_Z = 100,5 \text{ V}$ erreicht werden. d) Innerhalb 40 min nimmt die Spannung auf $U_Z = 90 \text{ V}$ ab.

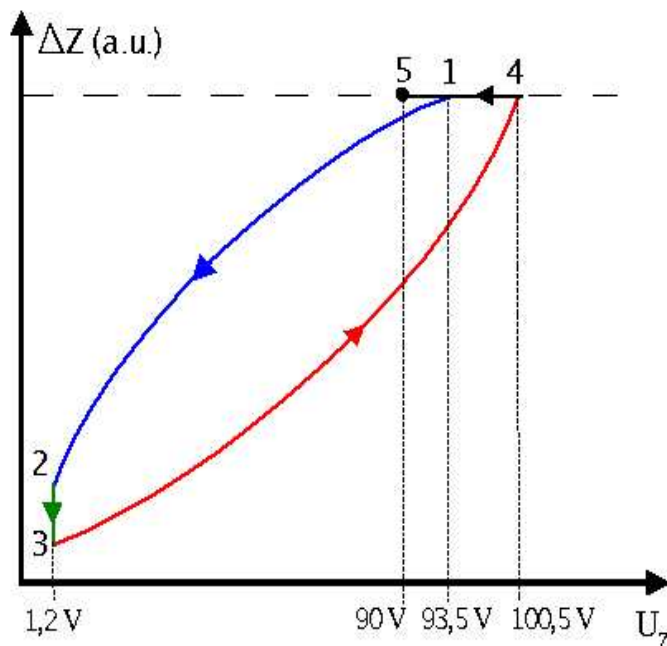


Abbildung 30: Ausdehnung des Z-Piezoelementes in Abhängigkeit von der Z-Piezospannung und der Zeit

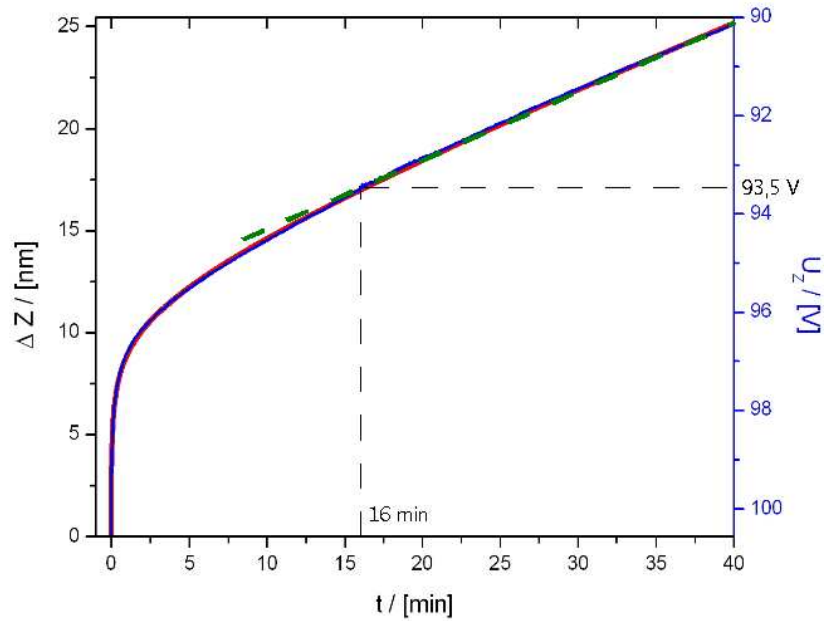


Abbildung 31: Das Kriechen und die Drift der Piezoelemente über einen Zeitraum von 40 Minuten, gemessen bei einem Druck von $p = 3 \cdot 10^{-6}$ mbar. Die rechte Skala zeigt das Abnehmen der Z-Piezospannung und die damit verknüpfte "imaginäre" Verschiebung der Spitze (linke Skala). Die Anpassparameter für die rote Kurve nach Gl. 13 betragen: $\beta = 1,2 \cdot 10^{-2}$, $\gamma = 0,29$ nm/min

der Betriebselektronik so geregelt werden, dass der Abstand zwischen der Spitze und der Probe konstant bleibt. Es existiert somit ein Gleichgewicht zwischen dem Kriechen, der Drift und der Spannungsänderung am Z-Piezoelement. Damit entspricht die zeitliche Änderung der Z-Piezospannung dem Kriechen und der Drift des Z-Piezoelementes. Auf der linken Skala (schwarz) ist die zur Z-Piezospannung korrelierte "imaginäre" Verschiebung, also das Kriechen und die Drift des Z-Piezoelementes aufgetragen. Sie beträgt 25 nm innerhalb der betrachteten 40 Minuten. Wegen der Zunahme der Verschiebung mit der Zeit wäre die Spitze ohne ein Nachregeln der Spannung, weiter in die Probe gefahren worden.

Ein Anpassen dieser Kurve in Abb. 31 mit Gl. 12 ist aufgrund des linearen Verlaufs nach 20 Minuten (grün gestrichelt) nicht möglich. Dieser lineare Bereich kann auf die thermische Drift des STM's zurückgeführt werden. Diese ist in erster Näherung linear mit der Temperatur verknüpft. Unter der Annahme, dass die Temperaturänderung ebenfalls linear mit der Zeit zusammenhängt, folgt damit

aus Gl. 12:

$$\Delta Z \sim (1 + \beta \cdot \ln(t/0,1 s)) + \gamma \cdot t \quad (13)$$

Die rote Kurve in Abb. 31 zeigt eine angepasste Funktion an die experimentell gemessenen Werte (blaue Kurve) nach Gl. 13. Beide Kurven stimmen sehr gut überein. Das Anpassen ergibt einen Wert für β von $\beta = 1,2 \cdot 10^{-2}$. Dies ist in guter Übereinstimmung mit den typischerweise gefundenen Werten von $\beta = 1 \cdot 10^{-2} - 2 \cdot 10^{-2}$ [15]. Der lineare Teil der Kurve entspricht einer thermischen Drift von $\gamma = 0,29 \text{ nm/min}$.

Die hier dargestellte Instabilität aufgrund des Kriechens und der Drift von 25 nm in einem Zeitraum von 40 Minuten (Abb. 31) zeigt, dass diese Effekte nicht vernachlässigt werden können. Um Punktkontakte mit einer STM-Spitze bei einem zeitlich stabilem Widerstand herzustellen, ist ein möglichst geringes Kriechen und eine verschwindend kleine Drift erforderlich. Zur weitgehenden Vermeidung des Kriechens wird die Spitzenbewegung in Z-Richtung beim Berühren der Probe mit der Spitze durch eine entsprechende Spannungsänderung mit einer Geschwindigkeit von $0,043 \text{ V/s}$ sehr langsam durchgeführt. Weiterhin werden große Spannungsänderungen am Z-Piezoelement vermieden. Eine thermische Isolierung führt zur Unterdrückung der thermischen Drift. Daher sind alle in dieser Arbeit dargestellten Ergebnisse unter Hochvakuum bei einem Druck von $p \simeq 10^{-6} \text{ mbar}$ gemessen worden.

Abb. 32 zeigt eine so durchgeführte Messung. Bei dieser Messung erfolgte die Annäherung der Spitze an die Probe durch ein manuelles Erhöhen der Z-Piezospaltung sehr langsam. Startwert der Z-Piezospaltung bei Annäherungsbeginn betrug 6 V , so dass insgesamt die Spannungsdifferenz zwischen Startpunkt und Tunnelkontakt etwa 27 V entspricht. Aufgetragen ist die zeitliche Änderung der Z-Piezospaltung (blaue Skala, rechts) über einen Zeitraum von 40 Minuten, nachdem zwischen der Spitze und der Probe bei $t = 0 \text{ min}$ ein Tunnelkontakt hergestellt worden ist. Auf der linken Skala (schwarz) ist die dazugehörige "imaginäre" Verschiebung des Z-Piezoelementes dargestellt. Ein logarithmischer Verlauf ist hier nicht zu erkennen. Damit wird diese Instabilität nur von einer thermischen Drift verursacht, welche bewirkt, dass die Z-Piezospaltung innerhalb von 40 Minuten um $1,9 \text{ V}$ angenähert linear zunimmt. Das entspricht einer mittleren imaginären Verschiebung der Spitze von $0,11 \text{ nm/min}$.

Diese Messung zeigt, dass durch eine langsame Annäherung der Spitze an die

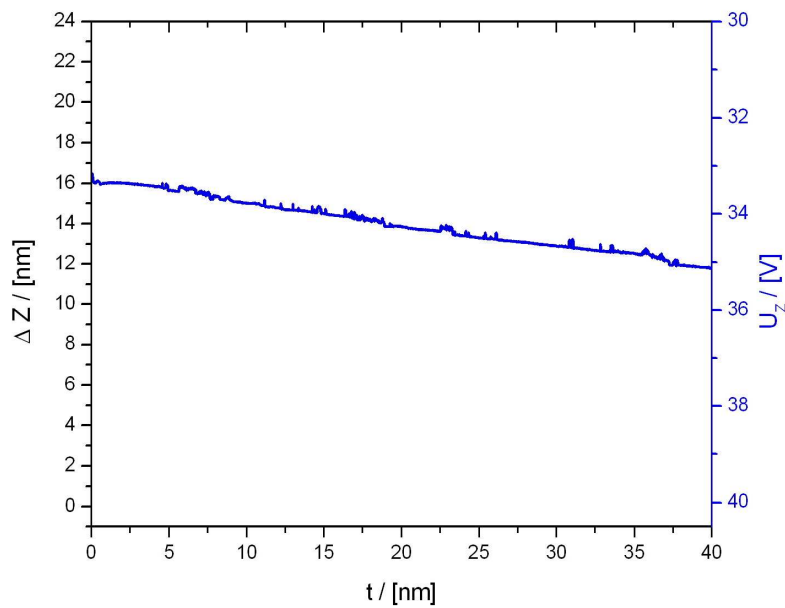


Abbildung 32: Das Kriechen und die Drift der Piezoelemente über einen Zeitraum von 40 Minuten, gemessen bei einem Druck von $p = 3 \cdot 10^{-6}$ mbar. Die rechte Skala zeigt ein Zunehmen der Z-Piezospannung und die damit verknüpfte imaginäre Verschiebung der Spitze (linke Skala). Das entspricht einer mittleren "imaginären" Verschiebung von etwa $0,12 \text{ nm/min}$.

Probe das Kriechen weitgehend unterdrückt werden kann. Allerdings liegt die Drift hier in der Größenordnung von 10^{-1} nm/min . Andere Messungen ergeben eine geringere Drift in der Größenordnung von 10^{-2} nm/min . Damit ist eine thermische Drift eine Instabilität, die nicht ganz beseitigt werden kann.

3.4 Das Rastertunnelmikroskop im Magnetfeld

Zur Überprüfung der Einflüsse eines Magnetfeldes auf das STM ist dieses in einem lateralen Magnetfeld getestet worden. Dazu wurde ein verschiebbarer Permanentmagnet in den Rezipienten gebaut. Abb. 33 zeigt schematisch eine Aufsicht auf diesen Aufbau. Der Magnet besteht aus vier einzelnen Platten aus einer FeNdB-

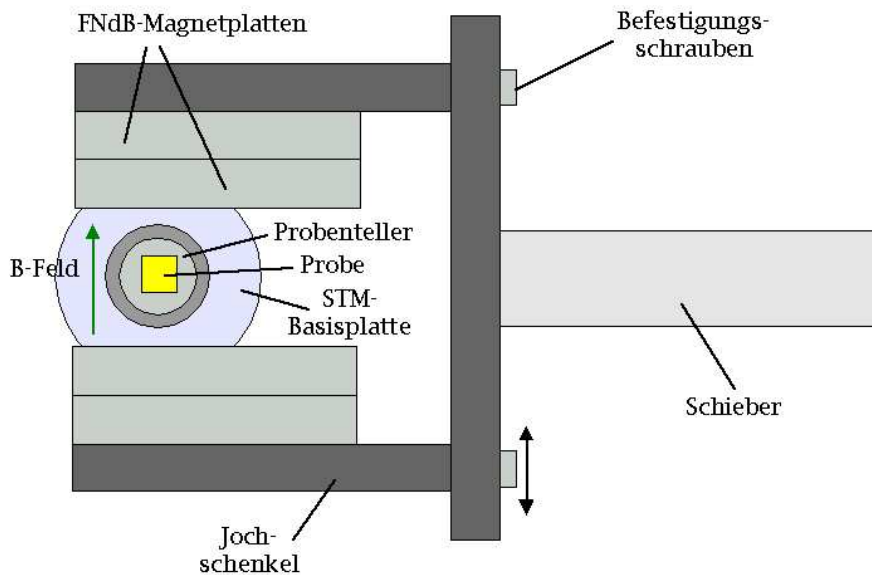


Abbildung 33: Schematische Aufsicht auf den Permanentmagneten und den Rasterkopf. Zwischen den Polschuhen ist der Probenteller mit der eingebauten Probe (gelb) eingezeichnet.

Legierung [33] mit den Abmessungen $10\text{ mm} \cdot 50\text{ mm} \cdot 75\text{ mm}$, welche auf einem Joch montiert sind. Das Joch ist an einem Schieber befestigt, mit dem der gesamte Magnet mit einem Schrittmotor über den Rasterkopf gefahren werden kann. Der Abstand zwischen den Jochschenkeln kann durch Lösen der Befestigungsschrauben verändert werden. Damit ist eine Variation der Feldstärke zwischen den Polschuhen möglich. Die Richtung des Magnetfeldes wird durch den grünen Pfeil symbolisiert. In der Mitte zwischen den Polschuhen bei einem Polschuhabstand von 2 cm besteht ein B-Feld in lateraler Richtung von etwa $0,5\text{ T}$. Am Rand der Polschuhe beträgt das laterale Magnetfeld nur noch etwa $0,2\text{ T}$ und ist damit aufgrund der Polschuhgeometrie stark inhomogen.

Abb. 34 zeigt zwei STM-Aufnahmen einer Goldschicht an derselben Stelle ohne (a) und mit einem Magnetfeld von $0,5\text{ T}$ (b). Deutlich ist zu erkennen, dass

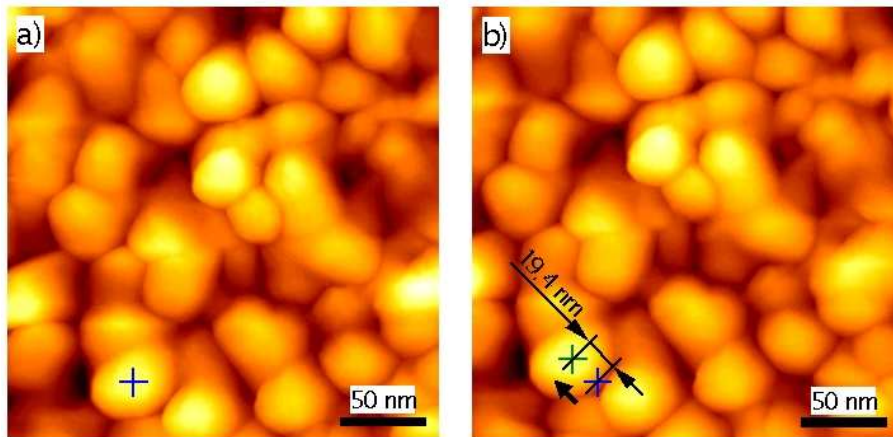


Abbildung 34: STM-Aufnahmen einer Goldschicht mit einer Pt/Ir-Spitze an der selben Stelle. a) ohne und b) mit einem Magnetfeld von 0,5 T. Deutlich ist eine Verschiebung der Bilder um 19,4 nm nach links oben zu erkennen. Nach Abschalten des Feldes ist wieder das Bild (a) aufgenommen worden.

die Qualität der Aufnahme mit Magnetfeld nicht schlechter ist als ohne Magnetfeld. Allerdings ist eine kleine Verschiebung der Aufnahme zu verzeichnen. Der in (a) mit dem blauen Kreuz markierte Kristallit ist in (b) um 19,4 nm nach links oben verschoben (grünes Kreuz). Nach Abschalten des Feldes ist wieder das Bild (a) aufgenommen worden. Die Verschiebung von a) nach b) und umgekehrt ist dabei parallel zum B-Feld. Um auszuschließen, dass es sich hierbei um eine reine Drift handelt, wurden acht mal hintereinander diese Bilder mit und ohne Magnetfeld aufgenommen. Alle Bilder ohne B-Feld werden durch Bild a) und alle Bilder mit B-Feld durch Bild b) wiedergegeben, es handelt sich somit um eine reproduzierbare Verschiebung. Diese Bilder zeigen, dass das STM nur eingeschränkt in einem lateralen Magnetfeld arbeitet. Die Bildqualität wird nicht beeinflusst, allerdings wird der Bildausschnitt seitlich verschoben. Dieser Effekt ist auf eine Wechselwirkung zwischen dem stark inhomogenen Magnetfeld und dem Rasterkopf zurückzuführen und muss für zukünftige magnetfeldabhängige Experimente berücksichtigt werden.

3.5 Herstellung der Proben

Im folgenden wird die Herstellung der Proben erläutert. Die verwendeten Si-Substrate mit den Abmessungen $3,95\text{ mm} \cdot 3,95\text{ mm} \cdot 0,5\text{ mm}$ werden zuerst mit Aceton und danach mit Isopropanol im Ultraschallbad mehrfach gereinigt. Auf den so vorbehandelten Substraten werden die gewünschten Schichten und Nanostrukturen hergestellt.

3.5.1 Die Elektronenstrahlithographie

Die Herstellung der Dot-Proben erfolgt mit Elektronenstrahlithographie (EBL, Electron Beam Lithographie) [1]. Bei der EBL wird eine auf das Substrat aufgebraute Lackschicht an definierten Stellen mit einem Elektronenstrahl in einem Rasterelektronenmikroskop (SEM, Scanning Electron Microscope) belichtet. An diesen Stellen verändern sich die chemischen Eigenschaften des Lackes derart, dass der Lack an diesen Stellen bei der anschließenden Entwicklung entweder entfernt wird (positiv-Lack) oder nur dort erhalten (negativ-Lack) bleibt. Man erhält auf dem Substrat eine Lackmaske, welche nun mit dem gewünschten Material bedampft wird. Das Substrat wird somit nur an den Stellen bedampft, an denen der Lack durch das Entwickeln entfernt worden ist. Zuletzt wird beim sogenannten Lift-Off der restliche Lack gelöst. Der in dieser Arbeit durchgeführte Herstellungsprozess ist im einzelnen schematisch in der Abb. 35 (nicht maßstabgetreu) zu sehen.

1. Schritt:

Auf die vorgereinigten Si-Substrate wird zunächst eine Goldschicht zur Kontaktierung der Dots aufgebracht. Diese Goldschicht wird durch Verdampfen von Gold aus einer Glühwendel bei einem Druck von $1 - 10 \cdot 10^{-6}\text{ mbar}$ hergestellt. Die Schichtdicken betragen typischerweise $80 - 100\text{ nm}$. Diese werden mit einem Schwingquarz kontrolliert, welcher parallel mit der Probe bedampft wird. Die Belegung der Quarzoberfläche führt zu einer Reduzierung der Schwingfrequenz aufgrund der zunehmenden schwingenden Masse. Diese Frequenzänderung kann an einem Zähler abgelesen werden. In erster Näherung ist die Frequenzänderung proportional zur aufgedampften Schichtdicke. Durch vorheriges Kalibrieren des Schwingquarzes (z.B. mit dem Tolanski-Verfahren oder mit Hilfe des Rasterkraft-



Abbildung 35: *Herstellung der Dot-Proben mit Elektronenstrahlolithographie*

mikroskops) kann somit die aufgedampfte Schichtdicke bestimmt werden. Diese Schicht dient als leitfähige Unterlage der Dots.

Anschließend erfolgt das Aufschleudern einer Doppellackschicht für die Elektronenstrahlolithographie. Es werden positive, in Ethyllaktat gelöste, PMMA-Lacke (PMMA: Polymethylmethacrylat) der Firma Allresist verwendet. Durch geeignete Wahl der Konzentration und des Molekulargewichtes dieser Lacke kann die Lackdicke und die Empfindlichkeit gegenüber der Belichtung mit dem Elektronenstrahl beeinflusst werden [34].

Die hier verwendeten Lacke sind ein *200k 4%-iger* Lack für die erste Lackschicht und ein *950k 1%-iger* Lack für die zweite Lackschicht. Der zweite Lack ist gegenüber der Belichtung mit dem Elektronenstrahl unempfindlicher als der erste. Dadurch sollte die später entwickelte Doppel-Lackmaske ein unterkehliges Profil besitzen, wodurch eine Gratbildung an der Struktur beim Aufdampfen vermieden werden soll. Die erste Lackschicht wird mit einer Umdrehungszahl von 6000 U/min innerhalb einer Zeit von 30 Sekunden aufgeschleudert. Nach einem Aushärten über 10 Minuten bei einer Temperatur von 150 °C auf einer Heizplatte erfolgt das Aufschleudern der zweiten Lackschicht bei gleichen Bedingun-

gen. Sie wird anschließend für 5 Minuten ebenfalls bei 150 °C getempert. Eine Schichtdickenbestimmung mit einem Rasterkraftmikroskop zeigt, dass die erste Lackschicht etwa 142 nm und die zweite etwa 26 nm dick ist. Näheres findet sich in [1].

2. Schritt:

Die belackte Probe wird in einem Rasterelektronenmikroskop der Firma Leo in Kombination mit einer Schreibeinheit der Firma Raith auf Grundlage eines vorgegebenen Dot-Layouts belichtet. In dieser Arbeit werden alle Dots mit einem mittleren Abstand von 302 nm geschrieben. Dieser Abstand wurde gewählt, um für die STM-Untersuchungen und Kontaktmessungen in dem maximalen Rasterfeld von 500*500 nm² des STM's noch eine genügende Anzahl von Dots erfassen zu können.

Der Dotdurchmesser wird durch die Dosis und die damit verknüpfte Belichtungszeit des EBL-Lackes vorgegeben. Um den Dotdurchmesser in Abhängigkeit der Dosis gezielt einstellen zu können, wurden mehrere (200 μm)² große Gold-Dotfelder mit einer jeweils größer werdenden Dosis in Schritten von jeweils 2 μC/cm² hergestellt und anschließend im SEM untersucht. Abb. 36 zeigt

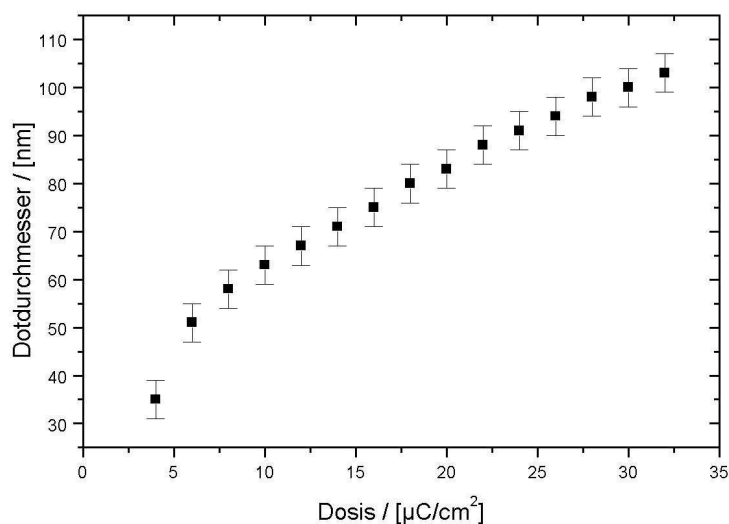


Abbildung 36: Mittlerer Dotdurchmesser in Abhängigkeit von der Belichtungs-dosis

den so erhaltenen Dottdurchmesser in Abhängigkeit von der Belichtungsdosis. Bei einer Dosis von $2 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ können keine Dots hergestellt werden, da hier eine Untergrenze der Belichtungsdosis für die verwendete Lackstruktur gegeben ist. Mit zunehmender Dosis bis $10 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ steigt der Dottdurchmesser zunächst steil an. Diese große Steigung des Dottdurchmessers in Abhängigkeit der Dosis ist eine Folge von einem erhöhtem Anteil von vorwärts gestreuten Elektronen [1]. Oberhalb von $10 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ nimmt die Steigung ab und der Durchmesser nimmt nahezu linear mit der Dosis zu bis zu einem Wert von 103 nm bei einer Dosis von $34 \mu\text{C}/\text{cm}^2$.

Nach der Belichtung erfolgt die Entwicklung des Lackes 2 min lang in einem Entwicklerbad. Ein darauf folgendes, 30 s dauerndes, Stoppbad beendet dann den Entwicklungsvorgang.

3. Schritt:

Nach der Entwicklung wird die Lackmaske bedampft. Als Material wird erneut Gold aus einem Glühverdampfer verwendet.

4. Schritt:

Nach dem Aufdampfen erfolgt als letztes der Lift-Off-Prozess in einem ca. 50°C warmen Acetonbad. Dabei wird der restliche bedampfte Lack entfernt und es verbleibt die gewünschte Nanostruktur.

Abb. 37 zeigt eine SEM-Aufnahme von regelmäßig angeordneten Gold-Dots, die auf einer Goldschicht mittels EBL hergestellt worden sind.

Die Dots dieser Probe haben eine Höhe von ca. 30 nm und einen mittleren Durchmesser von $(100 \pm 4) \text{ nm}$. Der mittlere Abstand beträgt $(302 \pm 4) \text{ nm}$. Deutlich ist auch hier die Körnung der polykristallinen Goldschicht im Hintergrund zu erkennen. Der helle Ring entlang der Dotränder deutet an, dass die Ränder gegenüber der Dotmitte überhöht sind. Dies ist vermutlich darauf zurückzuführen, dass die Löcher in der Lackmaske statt des gewünschten unterkehligten Profils ein überkehliges Profil besitzen, was zu einer verstärkten Bedampfung der Randbereiche und damit zu einer Gratabbildung führt. Diese Gratabbildung kann zu einer Seite hin verstärkt werden, wenn der Gold-Teilchenstrahl nicht genau senkrecht auf die Lackmaske trifft. Dieses ist schematisch in Abb. 38 dargestellt. Zu sehen ist hier das Profil eines Dots, der am oberen Rand eine kleine Erhöhung besitzt. Auf der rechten Seite (grüner Pfeil) ist dieser Grat aufgrund einer geringfügigen

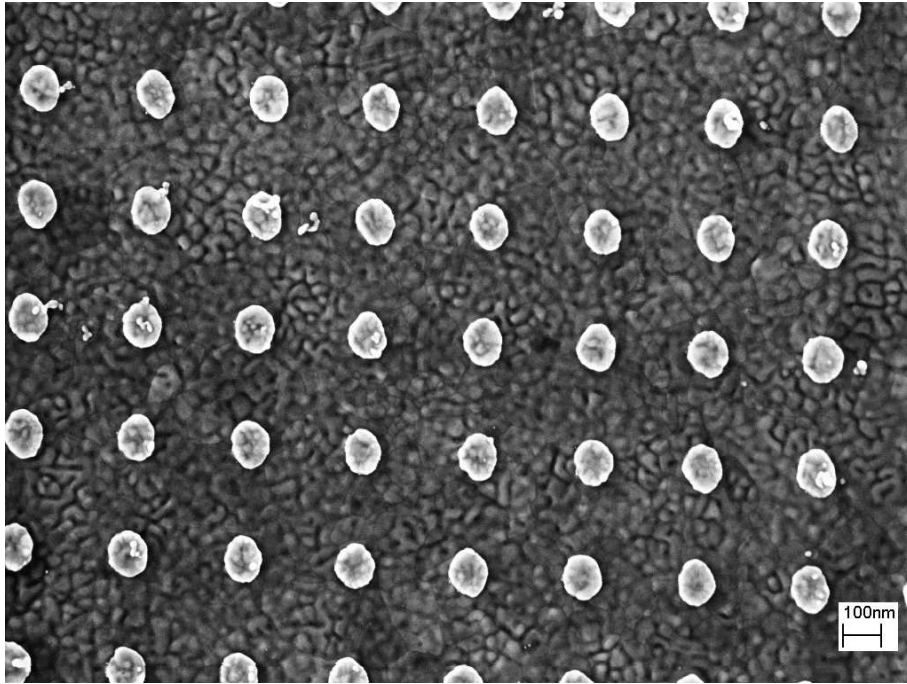


Abbildung 37: SEM-Aufnahme von Gold-Dots bei 50000-facher Vergrößerung. Diese Dots sind auf einer Goldschicht mittels EBL hergestellt worden. Die Dots haben einen mittleren Durchmesser von (100 ± 4) nm und eine Höhe von ca. 30 nm. Der mittlere Abstand beträgt (302 ± 4) nm.

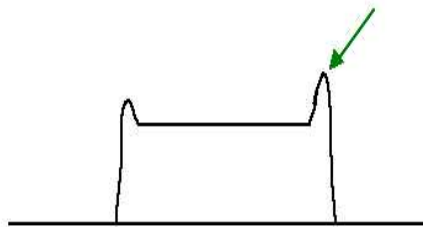


Abbildung 38: Schematische Darstellung eines Grates entlang der Dotoberkante

Schrägbedampfung etwas höher. Die mittlere Höhe dieses Ringes relativ zur Dotoberflächenmitte kann mittels einer AFM-Aufnahme (vergl. Abb. 24) mit etwa 4 nm abgeschätzt werden.

3.5.2 Kontaktierung der Proben

Abb. 39 zeigt eine schematische Darstellung zur Kontaktierung der fertigen Dotproben (nicht maßstabgetreu). Die Proben werden mittels Silberleitlack auf ein ca. $1\text{ mm} \cdot 8\text{ m} \cdot 8\text{ mm}$ großes Messingblech geklebt, an das vorher auf der Rückseite ein Kupferlackdraht mit einem Durchmesser von $50\ \mu\text{m}$ zur Kontaktierung aufgelötet wurde. Die elektrische Kontaktierung der Goldschicht erfolgt mit Silberleit-

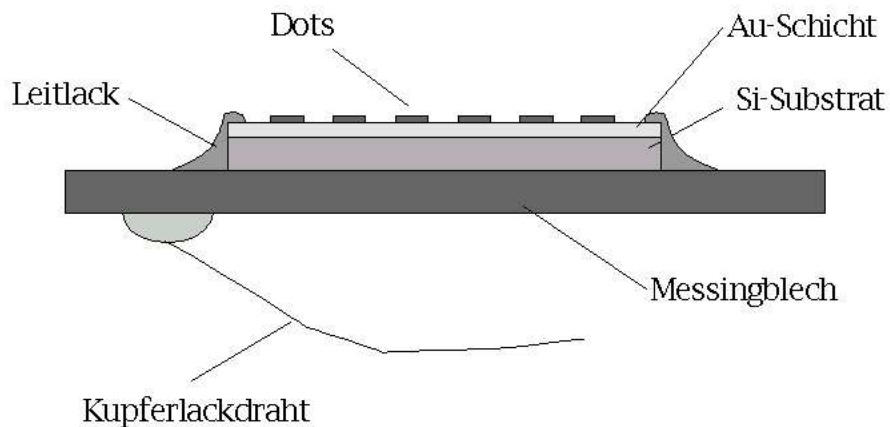


Abbildung 39: *Kontaktierung der Probe auf einem Messingblech*

lack, welcher seitlich auf die Probenoberfläche und das Blech aufgetragen wird. Das andere Ende des Kupferlackdrahtes ist an einen Drahtbügel geklemmt, welcher durch eine UHV-Durchführung den elektrischen Kontakt nach außen führt und auf Masse gelegt ist (ein Teil des Drahtbügels ist auf dem Photo in Abb. 12 zu sehen). Dieser dünne Kupferlackdraht und der Silberleitlack haben zusammen einen Widerstand von ca. $2 - 4\ \Omega$.

Abb. 14 zeigt die Rückseite des Messingbleches mit aufgelötetem Kupferlackdraht. Damit der Kupferlackdraht die laterale Bewegung des Probenhalters beim Abrastern der Probe nicht behindert, wird der Probenhalter mit einem kleinen Gewicht zur Erhöhung der Trägheit beschwert.

3.6 Herstellung der Spitzen

Ein mit dem Rastertunnelmikroskop aufgenommenes Bild entspricht einer Faltung aus den Spitzen- und den Probeneigenschaften. Aus diesem Grund ist es erforderlich, dass die Spitze passend zur Probe gewählt wird. Für atomare Auflösung muss die Spitze in einem einzelnen Atom enden. Aufgrund der empfindlichen exponentiellen Abhängigkeit des Tunnelstromes vom Abstand zwischen Spitze und Probe kann dabei die "makroskopische" Form der Spitze vernachlässigt werden, da nur das "letzte" Atom an der Spitze einen nennenswerten Beitrag zum Strom liefert.

Für die Untersuchung von Nanostrukturen, speziell den Dots, sind andere Anforderungen an die Spitze erforderlich. Dieses soll in der Abb. 40 erläutert werden. Bei einer typischen Dothöhe von 30 nm und einem Durchmesser von 100 nm ist eine regelmäßige Spitzegeometrie und ein kleiner Krümmungsradius am Apex der Spitze wichtig, um der Oberflächentopographie folgen zu können. Ein zu großer Krümmungsradius würde bewirken, dass der durch die Flanken der Spitze fließende Tunnelstrom die Dots bei der anschließenden Abbildung am Computer größer erscheinen lässt als diese tatsächlich sind. Im Rahmen der Diplomarbeit wurden daher Spitzen aus einer Pt/Ir-Legierung, aus Gold und aus Wolfram getestet.

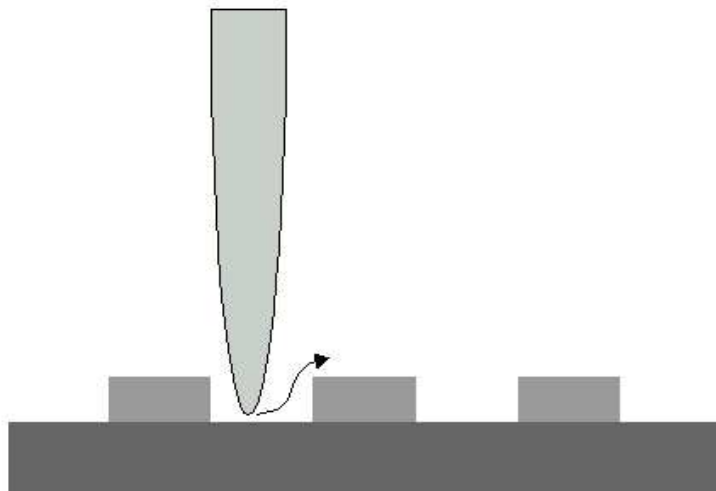


Abbildung 40: *Schematische Darstellung einer Spitze und einer nanostrukturierten Probe*

3.6.1 Platin-Iridium-Spitzen

Die Pt/Ir-Spitzen werden aus 0,25 mm dickem Draht durch ein schräges Abschneiden und gleichzeitiges Auseinanderziehen mit einem spitzen Seitenschneider hergestellt. Der Vorteil dieser Spitzen ist, dass sie gut für atomare Auflösung geeignet sind. Beim Schneiden des Drahtes kann sich eine Erhöhung bilden, die in einem einzelnen Atom endet. Weiterhin lassen sich diese Spitzen schnell und ohne großen Aufwand herstellen. Aufgrund der Legierungszusammensetzung des Drahtes zeichnen sie sich außerdem durch einen geringen Temperaturexpansionskoeffizienten aus.

Abb. 41 zeigt eine SEM-Aufnahme des Endbereiches einer solchen Spitze bei 20000-facher Vergrößerung. Die Oberfläche der Spitze besitzt keine definierte

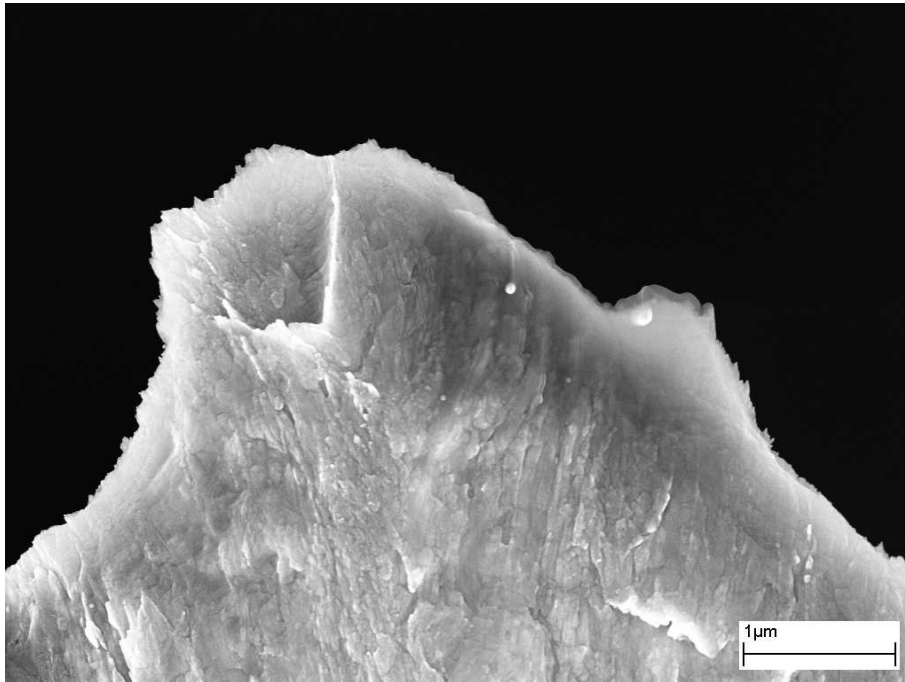


Abbildung 41: SEM-Aufnahme einer Pt/Ir-Spitze bei 20000-facher Vergrößerung

Form; es existieren vielmehr zahlreiche Erhöhungen. Aufgrund dieser unregelmäßigen Geometrie eignen sich diese Spitzen nur zum Abrastern von Proben mit einer geringen Oberflächenrauigkeit von wenigen Nanometern, wie z.B. eine polykristalline Goldschicht. Brauchbare STM-Aufnahmen von Dots in den gewünschten Dimensionen kann man mit diesen Spitzen nicht erhalten.

3.6.2 Goldspitzen

Die Goldspitzen werden zu Testzwecken genauso wie die Pt/Ir-Spitzen aus einem $0,25\text{ mm}$ dickem Golddraht mit 99,99%-iger Reinheit durch Schneiden und gleichzeitigem Ziehen mit einem Seitenschneider hergestellt. Abb. 42 zeigt eine

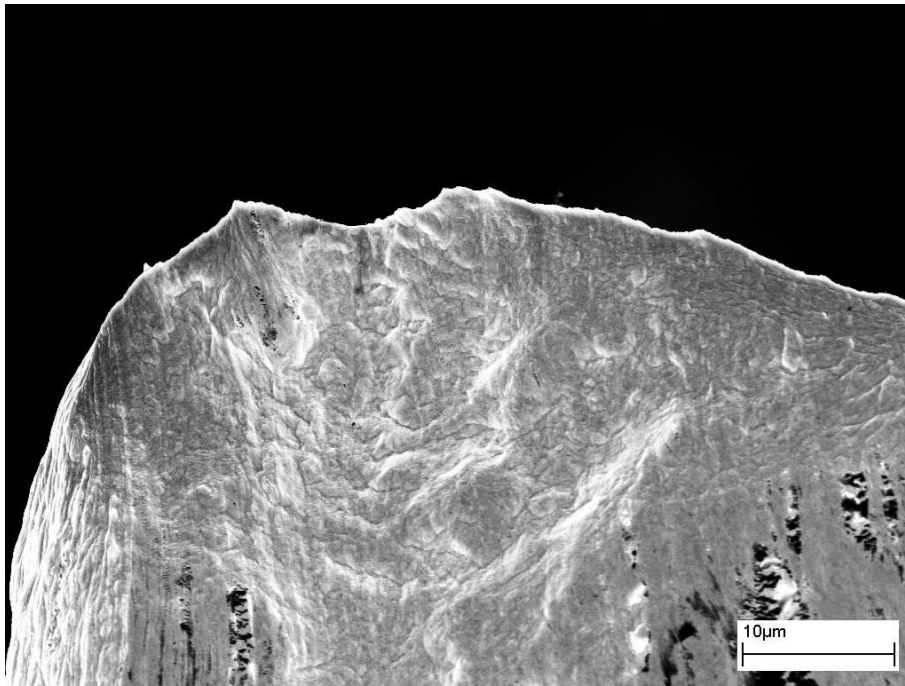


Abbildung 42: SEM-Aufnahme einer Au-Spitze bei 2000-facher Vergrößerung

SEM-Aufnahme einer so hergestellten Goldspitze bei 2000-facher Vergrößerung. Wie die Pt/Ir-Spitze ist auch die Goldspitze unregelmäßig geformt und damit ebenfalls ungeeignet, um brauchbare STM-Aufnahmen von Dots zu erhalten. Allerdings können auch mit dieser Spitze brauchbare Bilder von polykristallinen Goldschichten aufgenommen werden. Aufgrund der geringen Härte des Goldes können jedoch diese Spitzen durch ein Berühren mit der Probenoberfläche schneller beschädigt werden als die Pt/Ir-Spitzen.

3.6.3 Wolframspitzen

Das elektrochemische Ätzen

Die Präparation der Wolframspitzen erfolgt durch elektrochemisches Ätzen [35]. Ein Gleichstromätzen (*dc-Ätzen*) führt zu hyperbolisch geformten Spitzen mit sehr kleinem Krümmungsradius. Im Gegensatz dazu führt ein Wechselstromätzen (*ac-Ätzen*) zu konisch geformten Spitzen mit größerem Krümmungsradius. Mehrere Versuche zeigen, dass die ac-geätzten Spitzen zu stumpf sind um die gewünschten Nanostrukturen mit brauchbarer Bildqualität abzurastern. Deshalb wurden in dieser Arbeit die W-Spitzen mit Gleichspannung geätzt. Dazu wird ein 0,25 mm dicker Wolframdraht 5 mm tief in eine wässrige 4%-ige Natriumhydroxidlösung getaucht, wie in Abb. 43 zu sehen. Durch Anlegen einer Spannung

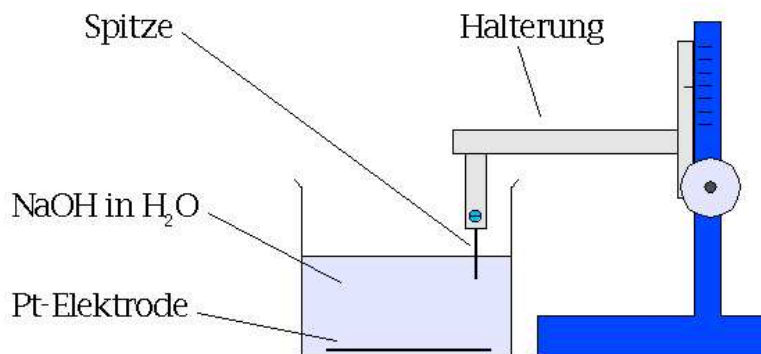
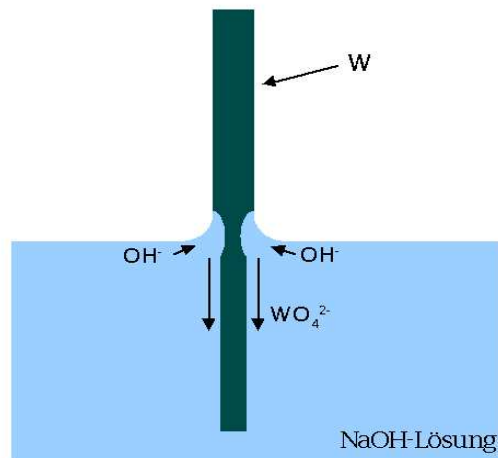


Abbildung 43: Ätzen der Wolframspitzen. Der W-Draht wird zum Ätzen 5 mm tief in die NaOH-Lösung getaucht. Zum Anlegen der Ätzspannung wird an die Pt-Elektrode und an die Halterung eine Zuleitung angeklemmt (nicht dargestellt).

zwischen dem Draht und einer in dem Elektrolyten befindlichen Pt-Elektrode wird Material vom Wolframdraht abgetragen, so dass sich die W-Spitze ausbildet. Die Reaktionsgleichung dieses Prozesses lautet:

1. Kathode: $6H_2O + 6e^- \rightarrow 3H_2(g) + 6OH^-$
2. Anode: $W(s) + 8OH^- \rightarrow WO_4^{2-} + 4H_2O + 6e^-$

Im Gegensatz zum ac-Ätzen wird beim dc-Ätzen der Wolframdraht hauptsächlich unmittelbar unter der Grenzfläche zwischen Luft und der NaOH-Lösung geätzt. Ursache ist die Oberflächenspannung, welche zur Ausbildung eines Meniskus am

Abbildung 44: *dc-Ätzmechanismus der W-Spitzen*

Wolframdraht an der Grenzfläche zwischen der Lösung und Luft führt (Abb. 44). In der Höhe dieses Meniskus bewirkt eine unzureichende Diffusion des Hydroxids eine Verarmung von OH^- -Ionen. Der damit verknüpfte Konzentrationsgradient führt zu einer langsameren Ätzgeschwindigkeit. Unmittelbar darunter ist die Diffusion begünstigt und der Wolframdraht wird dort schneller geätzt. Der untere Teil des Wolframdrahtes wird ebenfalls nur sehr langsam geätzt, da ein Fluss von Wolframat-Ionen entlang des Drahtes nach unten eine Abschirmung des Wolframdrahtes verursacht. Nach einer gewissen Zeit, die im wesentlichen abhängt von der Konzentration der Lauge und der angelegten Spannung, ist der Draht unter der Grenzfläche so gedünnt, dass der untere Teil durch die Schwerkraft bedingt hinunterfällt. Man erhält damit zwei Drähte, die man als Spitze verwenden kann. In dieser Arbeit wird ausschließlich der obere Teil des Drahtes für die Rastertunnelmikroskopie verwendet. Zum Ätzen wird hier der Wolframdraht 5 mm tief in die Lauge getaucht und ca. $30 - 45\text{ min}$ bei einer Spannung von ca. 5 V geätzt.

Die Abschaltel Elektronik

Es ist wichtig, dass der Ätzprozess beim Abriss des unteren Drahtes durch Abschalten der Gleichspannung sofort beendet wird, da der in der Lösung verbleibende Teil des oberen Drahtes ansonsten weiter geätzt wird und der Krümmungsradius am Apex der Spitze sich dann stark vergrößert. Aus diesem Grund wurde im Rahmen der Diplomarbeit eine Elektronik entwickelt, die ein sofortiges Abschalten des Ätzprozesses bewirkt.

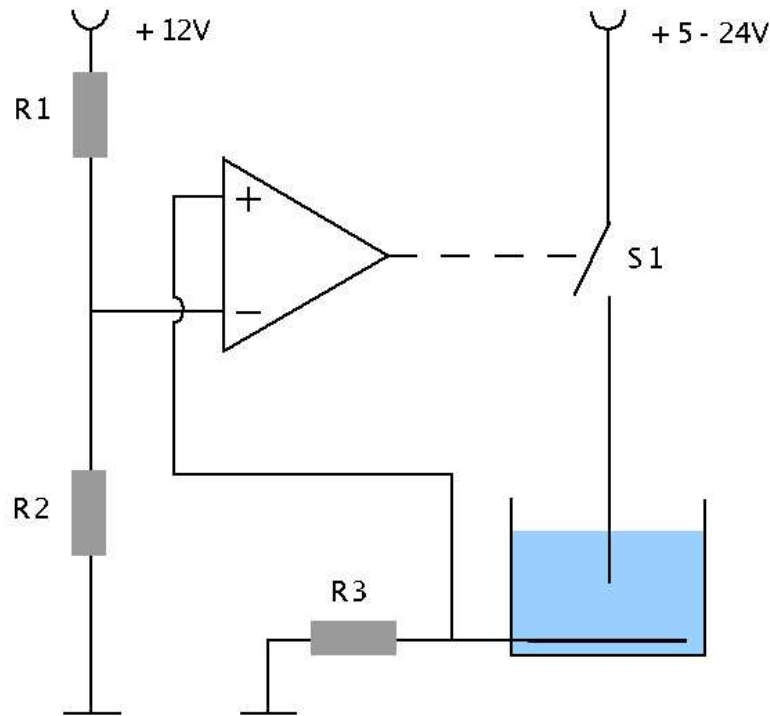


Abbildung 45: Blockschaltbild der Ätzelektronik für die W-Spitzen

Das Blockschaltbild der Abschaltel­elektronik ist in der Abb. 45 dargestellt. Das Gerät wird von zwei unabhängig arbeitenden Netz­teilen mit zwei verschiedenen Spannungen versorgt. Das erste Netzteil dient zur Stromversorgung des Kom­parators und des Relais S1 mit einer konstanten Spannung von 12 V. Das zweite Netzteil liefert eine regelbare stabilisierte Ausgangsspannung zwischen 5 V und 24 V für den Ätzprozess. Der Kom­parator besteht aus einem Operationsverstärker mit einem Transistor für die Relaisansteuerung. Der Operationsverstärker vergleicht die Spannung, die über einem zum Ätzprozess in Reihe geschalteten Widerstand R3 anliegt, mit einem Sollwert. Diese Sollspannung liegt über dem Widerstand R2 an und wird bestimmt durch das Verhältnis der als Spannungsteiler arbeitenden Widerstände R1 und R2. Sobald der untere Teil der Spitze abreißt, ändert sich der Widerstand, welcher durch die Spitze und der Lösung entsteht, sprunghaft von ca. $1\text{ k}\Omega$ auf ca. $1\text{ M}\Omega$. Damit bricht die Spannung über dem Widerstand R3 auf nahezu Null zusammen, wodurch der Operationsverstärker seinen Ausgang auf "low" schaltet. Aufgrund des fehlenden Basisstroms sperrt darauf der Transistor und das Relais öffnet. Der Schalter des Relais ist mit

der Ätz-Spannungsversorgung gekoppelt, so dass der Ätzvorgang abgebrochen wird. Zum Starten des Ätzens kann das Relais mit einem Tastschalter kurzgeschlossen werden. Eine Kontrolldiode zeigt den Status des Ätzens an. Die typische Schaltdauer eines Relais beträgt ca. eine Millisekunde und ist zum dc-Ätzen der W-Spitzen völlig ausreichend. Ein Photo der Ätzelektronik ist in Abb. 46 zu sehen. Oben rechts befindet sich der Einschaltknopf, oben mittig die Spannungsregelung, oben links die Starttaste, in der Mitte links die Kontrolldiode und unten links der dc-Ausgang für den Ätzprozess.



Abbildung 46: *Elektronik zum dc-Ätzen der W-Spitzen: Oben rechts: Einschaltknopf; oben Mitte: Spannungsregelung; oben links: Starttaste; Mitte links: Kontrolldiode; unten links: dc-Ausgang für den Ätzprozess*

Bilder der dc-geätzten W-Spitzen

Abb. 47 zeigt eine SEM-Aufnahme einer mit diesem Aufbau geätzten W-Spitze bei 200-facher Vergrößerung.

Deutlich ist die hyperbolische Form der Spitze zu erkennen. Die feinen länglichen Riefen im ungeätzten Bereich des Drahtes in Abb. 47 entstehen bei der Herstellung des W-Drahtes. Abb. 48 zeigt eine SEM-Aufnahme bei 150000-facher Vergrößerung einer dc-geätzten W-Spitze. Der helle Bereich, welcher am Apex spitz zuläuft, ist die tatsächliche W-Spitze, welche durch den Ätzvorgang hergestellt worden ist. Der dunklere Saum am Rand ist eine Kohlenstoffablagerung.

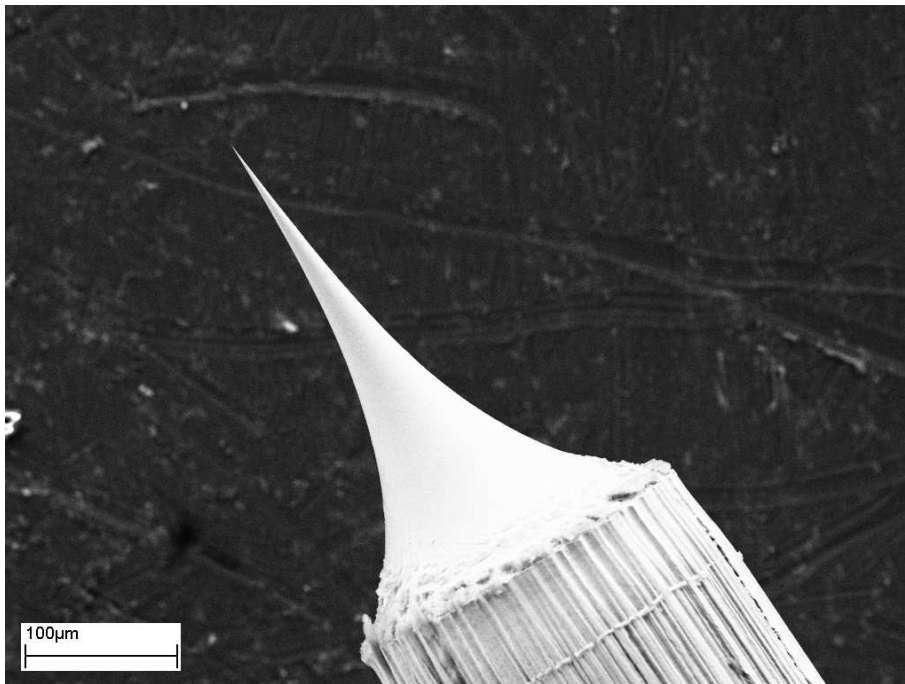


Abbildung 47: SEM-Aufnahme einer W-Spitze bei 200-facher Vergrößerung

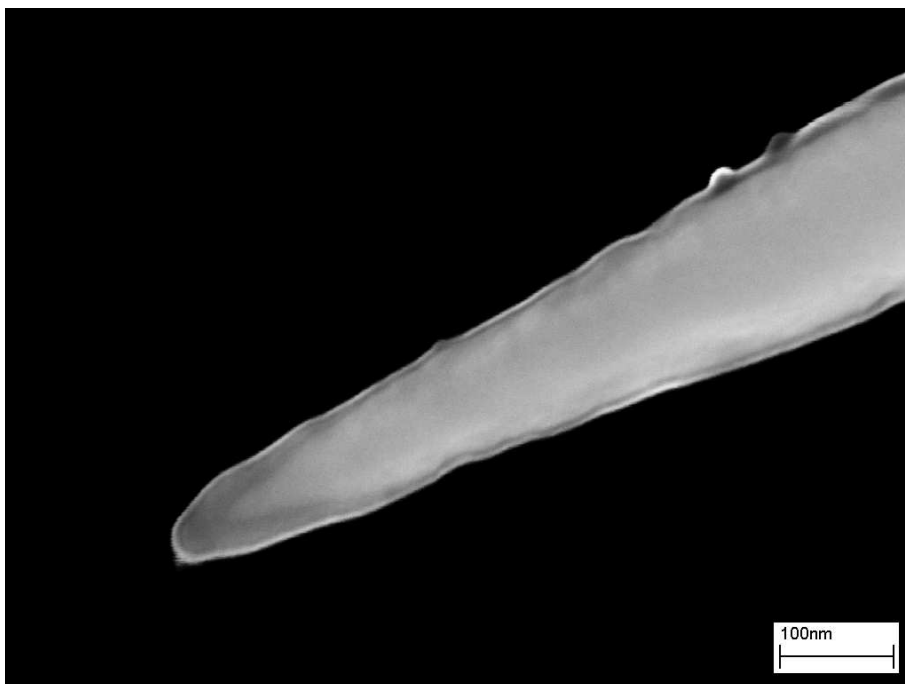


Abbildung 48: SEM-Aufnahme einer W-Spitze bei 150000-facher Vergrößerung

Diese entsteht durch das Aufbrechen von im Restgas enthaltenen Kohlenstoffverbindungen durch den Elektronenstrahl. Der Krümmungsradius am Apex der Spitze mit dieser Kohlenstoffhülle beträgt ca. 20 nm . Ohne Kohlenstoffablagerung kann mit etwa $5 - 10\text{ nm}$ der tatsächliche Krümmungsradius der Spitze nur abgeschätzt werden. Damit haben die mit dem dc-Verfahren hergestellten Spitzen die notwendigen Voraussetzungen, um Dots in der gewünschten Größe abzurastrern. Alle weiteren gezeigten Dot-Bilder sind mit diesen dc-geätzten W-Spitzen aufgenommen worden.

Der Widerstand der geätzten W-Spitze:

Im folgenden soll in einem einfachen Modell der elektrische Widerstand einer dc-geätzten W-Spitze abgeschätzt werden. Dabei wird aufgrund des vernachlässigbaren Widerstandes des ungeätzten Bereiches des W-Drahtes nur der geätzte Teil berücksichtigt. Schematisch ist dies in Abb. 49 dargestellt.

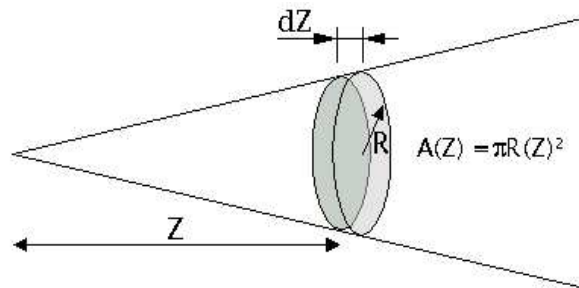


Abbildung 49: Schematische Darstellung zur Berechnung des Spitzenwiderstandes

$A(Z)$ ist die Querschnittsfläche des Drahtes an der Stelle Z und dZ die infinitesimal kleine Spitzenlänge. Unter der Annahme eines konstanten spezifischen Widerstandes ρ gilt damit für den Spitzenwiderstand:

$$R = \rho \cdot \int_0^l \frac{dZ}{A(Z)} \quad (14)$$

Dabei ist $\rho = 5,5 \cdot 10^{-8} \Omega m$ [36] der spezifische Widerstand von Wolfram und l ist die Spitzenlänge. Um $A(Z)$ zu bestimmen, wurde von einer Spitze mittels einer SEM-Aufnahme der Spitzenradius in Abhängigkeit vom Abstand vom Apex der

Spitze gemessen und daraus die Fläche $A(Z)$ berechnet. Eine Integration nach Gl. 14 liefert für eine Testspitze einen Widerstand von etwa 15Ω .

Diese Abschätzung an einer ausgewählten Spitze zeigt, dass der Spitzenwiderstand nicht vernachlässigt werden darf. Allerdings kann der Widerstand jeder einzelnen Spitze aufgrund der individuellen Spitzengeometrie variieren. Damit kann der hier berechnete Widerstand der W-Spitze nur eine Größenordnung von $10 - 20 \Omega$ wiedergeben.

4 Ergebnisse und Diskussion

4.1 Erste Testmessungen mit Pt/Ir-Spitzen

Um Widerstände von Nanostrukturen messen zu können, muss die Spitze die gewünschte Stelle der Probe so berühren, dass ein möglichst geringer und stabiler Kontaktwiderstand entsteht und gleichzeitig nur eine geringe Probendeformation stattfindet. Da für "normale" STM-Untersuchungen von Oberflächen häufig Pt/Ir-Spitzen wegen ihrer geringen thermischen Ausdehnung benutzt werden, wurde in ersten Testmessungen die Eignung dieser Spitzen untersucht.

Abb. 50 zeigt eine STM-Aufnahme eines polykristallinen $(\text{Co/Pt})_n$ -Multilagensystems vor der Berührung mit einer Pt/Ir-Spitze. Deutlich sind die einzelnen Kristallite des Multilagensystems mit einem mittleren Durchmesser von etwa 8 nm zu erkennen. Abb. 51 zeigt die gleiche Stelle der Probe nachdem die Pt/Ir-Spitze in der Bildmitte um etwa $2,5 \text{ nm}$ in die Probe gefahren worden ist. Beim Hineinfahren hat die Spitze auf der Probenoberfläche einen "Krater" aufgeworfen, welcher um ca. 50 nm aus der Bildmitte verschoben ist. Das Inset stellt einen Querschnitt durch diesen Krater auf einer Länge von 500 nm dar. Er hat eine Höhe von ca. 7 nm und einen Durchmesser von etwa 380 nm . Das Ausbilden eines solchen großen Kraters durch das Hineinfahren einer Pt/Ir-Spitze in die Probe ist häufig beobachtet worden. Wie in der Abb. 41 gezeigt, sind die geschnittenen Pt/Ir-Spitzen sehr unregelmäßig geformt und bewirken damit eine großflächige und undefinierte Probenoberflächendeformation.

Damit können mit diesen Spitzen an ausgewählten Stellen keine kontrollierbaren Widerstandsmessungen durchgeführt werden. Versuche mit Goldspitzen zeigen ein ähnliches Ergebnis wie mit Pt/Ir-Spitzen. Allerdings sind die Goldspitzen durch das Berühren der Probenoberfläche aufgrund der geringen Härte des Goldes oft so erheblich deformiert worden, dass keine brauchbaren Bilder der Probe nach dem Berühren aufgenommen werden konnten. Aus diesem Grund wurden die dc-geätzten W-Spitzen getestet.

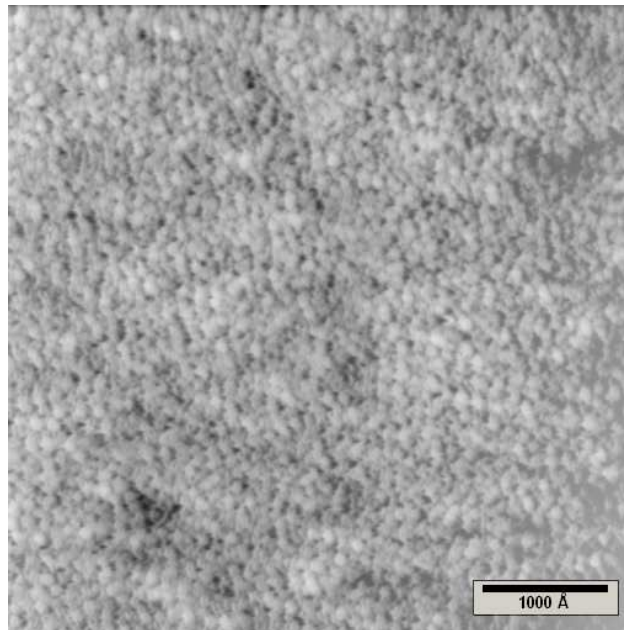


Abbildung 50: $(Co/Pt)_n$ -Multilagensystem vor dem Hineinfahren der Pt/Ir-Spitze.

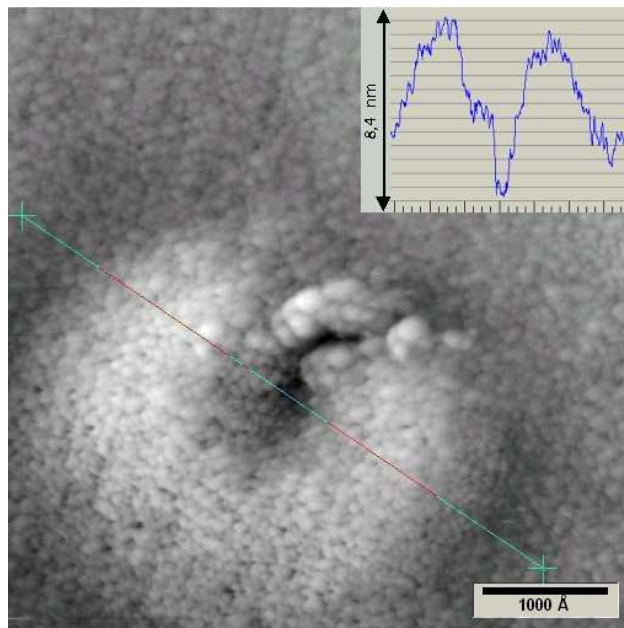


Abbildung 51: $(Co/Pt)_n$ -Multilagensystem nach der Berührung mit der Pt/Ir-Spitze in der Bildmitte. Das Inset zeigt einen Querschnitt durch den "Kratzer" auf einer Länge von 500 nm.

4.2 Herstellung von Punktkontakten mit einer W-Spitze

Die Testversuche an dem $(Co/Pt)_n$ -Multilagensystem mit der Pt/Ir-Spitze im obigen Kapitel zeigen, dass die Pt/Ir-Spitzen nicht gut geeignet sind, um Punktkontakte mit Nanostrukturen, wie z.B. den Dots, herzustellen. Im weiteren wird gezeigt, welche Eigenschaften dc- geätzte W-Spitzen für die Herstellung von Punktkontakten besitzen. Als Probe dient eine polykristalline Goldschicht. Zunächst wird die Probe abgerastert, um ein topographisches Bild von der Oberfläche zu gewinnen, wie in Abb. 52 zu sehen. Auch hier sind wieder die einzelnen Kristallite der Goldschicht zu erkennen. Durch Umschalten auf die externen Spannungsquellen und Erhöhen der Z-Piezospannung wird die W-Spitze in den mit dem Kreis markierten Kristallit gefahren (Kreis in Abb. 52) und gleichzeitig die Z-Piezospannung, der eingeprägte Strom und die Spannung über der Konstantstromquelle vom Computer ausgelesen. Die Eindringtiefe der Spitze wird durch ein gleichzeitiges Messen des Kontaktwiderstandes und der Z-Piezospannung bestimmt.

Abb. 53 stellt ein Bild der gleichen Stelle dar, nachdem die W-Spitze um ca. 2 nm in die markierte Stelle gefahren worden ist. Die Kristallite zeigen im Gegensatz zum Bild vor dem Hineinfahren eine innere "geriffelte" Struktur. An der Stelle, an der die Spitze die Probe berührt hat, hat sich eine Erhöhung mit einem mittleren Durchmesser von ca. 50 nm gebildet. Der Inset zeigt die Topographie durch diese Erhöhung (grüner Pfeil) auf einer Länge von 300 nm . Sie ist etwa 4 nm höher als die anderen Kristallite.

Die Eindringtiefe der Spitze in die Goldschicht ist so klein, dass nur eine geringfügige Veränderung der Probenoberfläche entsteht. Dieses ist ein wichtiger Aspekt für das Kontaktieren von Multilagenschichten mit der W-Spitze, wenn deren Schichtstruktur für Widerstandsmessungen mit dem STM beim Heranfahren der Spitze nicht zerstört werden soll. Die Erhöhung (grüner Pfeil) zeigt, dass die Spitze beim Herausziehen etwas Probenmaterial mitgenommen und einen kleinen "Goldfaden" gezogen hat. Die geriffelte Struktur innerhalb der Kristallite zeigt, dass beim Herausziehen auch die Spitzengeometrie verändert wurde und sich eine Doppelspitze gebildet hat. Da das Wolfram wesentlich härter als das Gold ist, kann davon ausgegangen werden, dass etwas Gold an der Spitze hängengeblieben ist und hauptsächlich dies die Spitze verändert hat.

Beim Heranfahren der Spitze wurde ein konstanter Strom von $1\text{ }\mu\text{A}$ in den

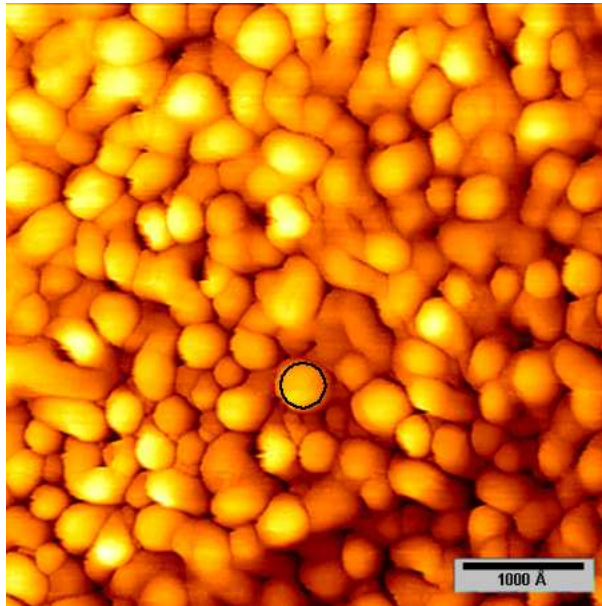


Abbildung 52: STM-Aufnahme einer Goldschicht mit einer W-Spitze. Der Kreis markiert die Mitte des Bildes, in welche die Spitze hineingefahren wird.

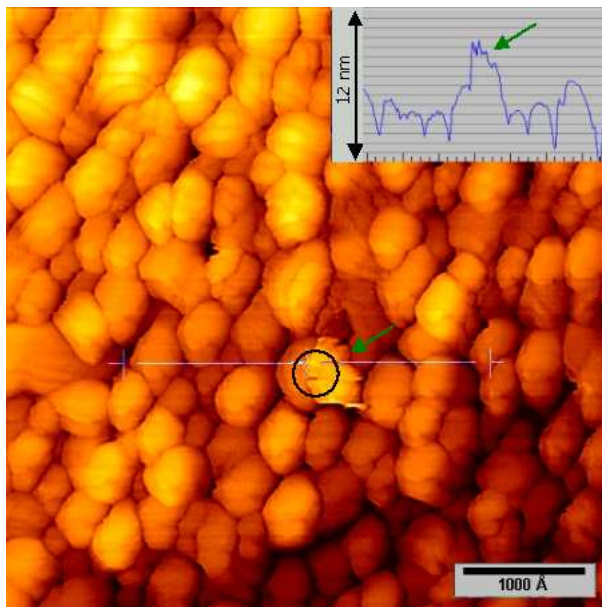


Abbildung 53: STM-Aufnahme der gleichen Stelle (Abb. 52), nachdem die Spitze etwa 2 nm tief in die markierte Stelle (Kreis) hineingefahren worden ist. Das Inset zeigt einen Querschnitt durch die Topographie auf einer Länge von 300 nm. Der grüne Pfeil im Inset markiert die Erhöhung.

Kontakt eingepreßt und gleichzeitig die Spannung über der Stromquelle gemessen. Bevor die Spitze die Probe berührt hatte, war dieser Strom unterbrochen. Sobald sie sich berührten, änderte der Widerstand sich sprunghaft von "unendlich" auf ca. 24 Ohm. Bei weiterer Annäherung der Spitze an die Probe um etwa 2 nm nahm der Widerstand auf etwa 20 Ohm ab.

Die Abb. 54 zeigt eine $U(I)$ -Messung dieses Kontaktes bis zu einem Strom von $10 \mu\text{A}$. Der Kontakt zeigt ein Ohmsches Verhalten mit einem Widerstand von $20,08 \Omega$. Um den Kontaktwiderstand abzuschätzen, muss der Zuleitungswi-

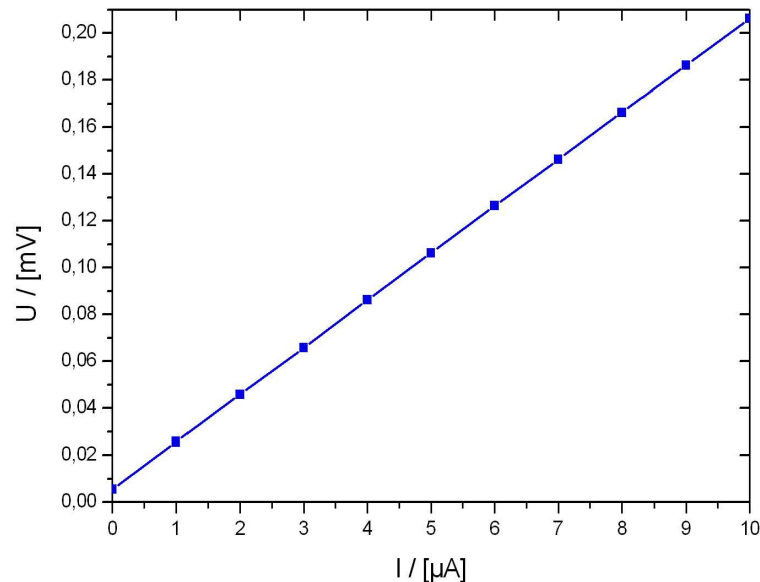


Abbildung 54: $U(I)$ -Kennlinie des Kontaktes von Abb. 53 bis zu einem Strom von $10 \mu\text{A}$. Der Kontakt zeigt ein ideales Ohmsches Verhalten mit einem Widerstand von $20,08 \Omega$.

derstand (etwa $9 - 11 \Omega$) und der Spitzenwiderstand (geschätzt etwa $10 - 20 \Omega$) berücksichtigt werden. Diese unvermeidlichen Widerstände ergeben zusammen $19 - 31 \Omega$ und zeigen damit, dass durch das Berühren einer Probe mit einer STM-Spitze ein Kontakt mit sehr geringem Übergangswiderstand von unter 2Ω hergestellt werden kann. Eine tiefere Diskussion über den Kontaktwiderstand folgt in Kapitel 4.4.1.

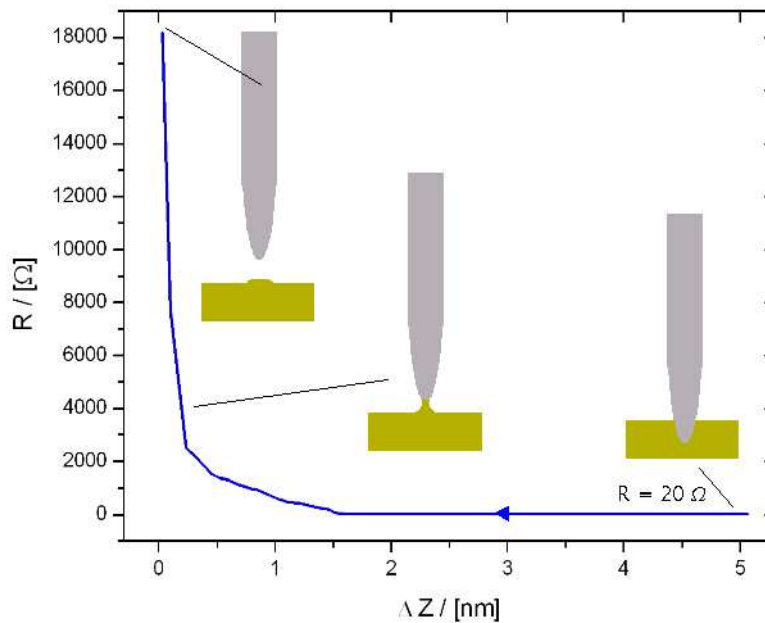


Abbildung 55: Kontaktwiderstand beim Herausziehen der W-Spitze aufgetragen über der zurückgelegten Verschiebung ΔZ der Spitze. Die Z-Piezospannung wird von rechts nach links reduziert und damit die Spitze aus der Probe gezogen. Die Bilder zeigen schematisch die jeweilige Position der Spitze relativ zur Probe. Die Z-Achse ist so gewählt, dass der Kontaktabriss bei $\Delta Z = 0$ nm erfolgt.

Der Widerstand des Kontaktes beim Herausziehen der Spitze ist in Abb. 55 abgebildet. Die Z-Piezospannung wird von rechts nach links reduziert und damit die Spitze um den Betrag ΔZ aus der Probe gezogen. Dabei ändert sich zunächst der Widerstand nur geringfügig, bis er kurz vor dem Abreißen des Kontaktes bei ca. $18\text{ k}\Omega$ stark ansteigt. Auffällig ist, dass der Kontakt erst abreißt, nachdem die Spitze um etwa 5 nm aus der Probe gezogen worden ist. Dieses stimmt gut mit der Erhöhung in Abb. 53 (grüner Pfeil) überein und zeigt damit ebenfalls, dass ein dünner Goldfaden beim Herausziehen der Spitze gezogen worden ist.

4.3 Goldpunktkontakte und Leitwertquantisierung

Im vorhergehenden Kapitel wurde mit einer W-Spitze eine Goldschicht untersucht und gleichzeitig der Widerstand beim Heran- und Herausfahren der Spitze in die bzw. aus der Schicht gemessen. Um die Entstehung eines Goldfadens und das Abrissverhalten näher untersuchen zu können, wurden weitere Experimente mit einer Goldspitze und mit $40 - 80 \text{ nm}$ dicken polykristallinen Goldschichten durchgeführt. Dabei wurde überprüft, ob mit diesem experimentellen Aufbau auch Leitwertstufen beim Herausziehen der Spitze aus der Probe beobachtet werden können. Um den Leitwert des Goldpunktkontaktes zu messen, wird ein konstanter Strom von $0,1 \mu\text{A}$ oder $1 \mu\text{A}$ in einen Kontakt zwischen der Spitze und der Probe eingepreßt und gleichzeitig die Spitze durch Erhöhung bzw. Reduzierung der Z-Piezospaltung mit einer Geschwindigkeit von etwa $0,1 \text{ nm/s}$ in die Probe gefahren bzw. herausgezogen. Alle Messungen erfolgen bei Zimmertemperatur und einem Druck von $1 - 4 * 10^{-6} \text{ mbar}$.

In der Abb. 56 ist exemplarisch der Leitwert in Einheiten von $2e^2/h$ in Abhängigkeit von der relativen Abstandsänderung zu sehen. Kurve (1) zeigt das Heranfahren und Kurve (2) das anschließende Herausziehen der Goldspitze aus der Goldprobe bei einem Strom von $1 \mu\text{A}$. Beim Heranfahren der Spitze nimmt der Leitwert ab Beginn des Kontaktes bei $\Delta Z = 6,1 \text{ nm}$ innerhalb von $0,6 \text{ nm}$ bis zu einem Wert von $860 G_0$ zu. Das entspricht einem Widerstand von etwa 15 Ohm . Wenn die Spitze anschließend wieder herausgezogen wird, nimmt der Leitwert mit zunehmendem Herausziehen der Spitze aus der Probe ab, so dass der Abriss des Kontaktes erst nach einer Distanz von $6,5 \text{ nm}$ erfolgt.

Wie bei der Goldschicht, in die eine W-Spitze gefahren wurde (Abb. 53, grüner Pfeil), deutet diese Leitwertmessung auf das Ausbilden eines Goldfadens hin, da selbst bei größeren Distanzen der Spitze von der Probe ein elektrischer Kontakt existiert, wie in der schematischen Zeichnung in Abb. 56 zu sehen ist. Es ist nicht ungewöhnlich, dass ein Goldfaden eine solche Länge von $6,5 \text{ nm}$ erreicht. In einigen Fällen sind Kontakte um 40 nm in die Länge gezogen worden. Costa-Krämer et al. finden bei SEM-Untersuchungen von Silberkontakten sogar Kontaktlängen von 800 nm [24].

Um diese Kontaktstelle weiter zu untersuchen, wurde die Spitze an der gleichen Stelle erneut in die Probe gefahren. Die Abb. 57 zeigt den Leitwert in Abhängigkeit von der relativen Abstandsänderung für das zweimalige Heranfahren bzw.

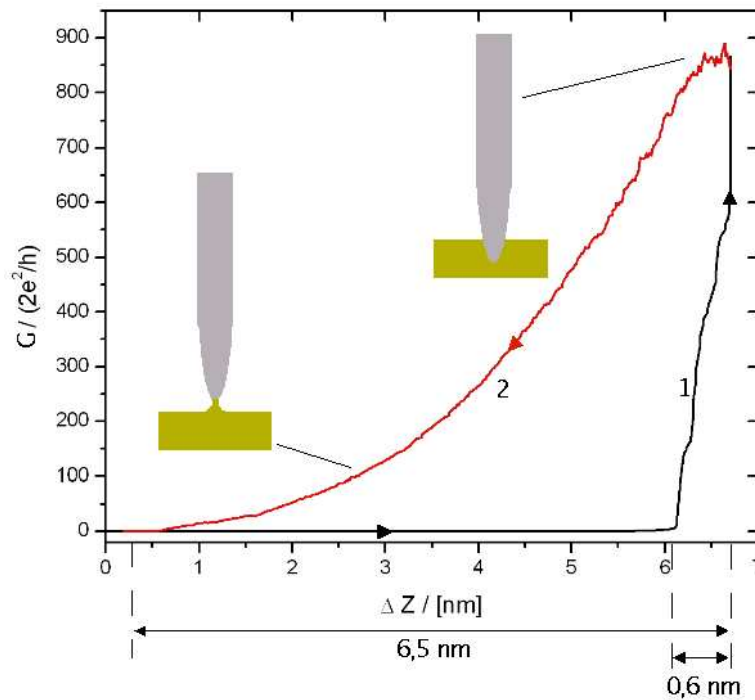


Abbildung 56: Leitwert in Abhängigkeit von der relativen Abstandsänderung ΔZ zwischen der Au-Spitze und einer polykristallinen Au-Schicht beim Heranfahren (1) an die Schicht und anschließendem Herausziehen (2) bei einem Strom von $I = 1 \mu A$. Die Z-Achse ist so gewählt, dass der Kontaktabriss bei etwa $\Delta Z = 0 \text{ nm}$ erfolgt.

Herausziehen der Spitze aus der Probe. (Die schwarze (1) und die rote (2) Kurve entsprechen einem Ausschnitt von der schwarzen (1) und der roten (2) Kurve in Abb. 56.) Nach dem ersten Abriss (2) erfolgte ein zweites Heranfahren der Spitze (3) bis zu einem Leitwert von etwa $36 G_0$. Bei dieser zweiten Annäherung entsteht der Kontakt nicht an der Abrissstelle, sondern erst bei einer Rückkehr-Distanz von $2,7 \text{ nm}$. Beim zweiten Herausfahren (4) der Spitze aus der Probe nimmt der Leitwert wieder ab, bis der Kontakt nach einer zur Kontaktentstehung relativen Distanz von 1 nm wieder abreißt. Dabei zeigt diese Kurve Leitwertplateaus bei $4 G_0$ und $9 G_0$. Weiterhin ist bei allen Kurven auffällig, dass die Steigung des Leitwertes in Abhängigkeit von der Annäherung ΔZ beim Heranfahren immer größer als beim Herausziehen der Spitze ist.

Dieses hysteretische Verhalten bei mehrmaligem Heran- und Herausfahren der Spitze ist typisch für die Goldpunktkontakte. Eine mögliche Ursache dafür kann

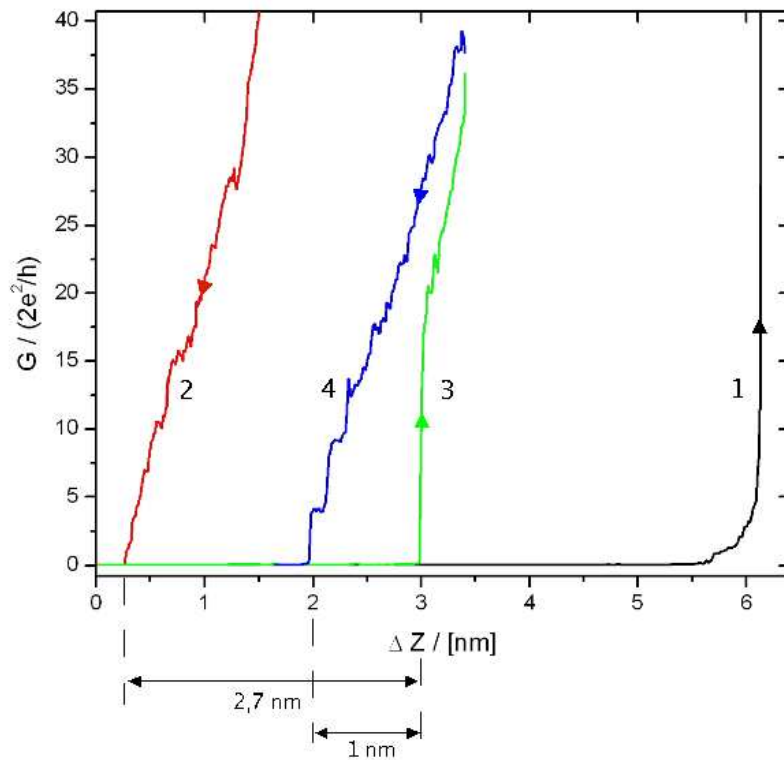


Abbildung 57: Leitwert in Abhängigkeit von der relativen Abstandsänderung ΔZ zwischen der Au-Spitze und einer polykristallinen Au-Schicht bei mehrmaligem Heran- und Herausfahren in die bzw. aus der Schicht bei einem Strom von $I = 1 \mu\text{A}$: heran (1), heraus (2), heran (3), heraus (4). Die schwarze (1) und die rote (2) Kurve entsprechen einem Ausschnitt von der schwarzen (1) und der roten (2) Kurve aus Abb. 56 bis zum Leitwert von $40 G_0$.

die Hysterese des Z-Piezoelementes sein. Diese liegt typischerweise in der Größenordnung von 10-15% und würde damit beim zweiten Heranfahren, nachdem die Spitze beim ersten Herausziehen um 6 nm aus der Probe gefahren wurde, nur eine Rückkehr-Distanz von etwa $0,6 - 0,9 \text{ nm}$ bewirken. Die beobachtete Rückkehr-Differenz von $2,7 \text{ nm}$ ist somit mit einer Hysterese des Z-Piezoelementes allein nicht zu erklären. Unter der Voraussetzung, dass beim zweiten Heranfahren der Spitze an die Probe der Kontakt wieder an der gleichen Stelle zwischen der Spitze und der Probe entsteht, kann diese Hysterese nur mit einer Kollabierung des gezogenen Fadens erklärt werden. Beim Ziehen wird elastische Energie im Faden gespeichert, welche nach dem Abreißen des Kontaktes ein Abnehmen der Fadenlänge bewirkt. Die unterschiedliche Steigung des Leitwertes in Abhängig-

keit von ΔZ kann ebenfalls auf das Kollabieren und somit auf ein Abstumpfen der Kontaktfläche zurückgeführt werden. Dieses Abstumpfen bewirkt, dass die Kontaktfläche bei erneutem Heranfahren größer ist und damit der Leitwert beim Heranfahren der Spitze schneller mit ΔZ zunimmt als er beim Herausziehen abnimmt. Diese modellmäßige Betrachtung ist schematisch in Abb. 58 dargestellt. Die Abbildungen 1-4 entsprechen dem jeweiligen Heran- und Herausfahren der Spitze von Abb. 57. Beim Heranfahren (1) der Spitze an die Probe nimmt der Leitwert schnell zu. Beim Herausfahren (2) wird ein "Goldfaden" gezogen, welcher kurz vor dem Abreißen eine dünne Verengung mit dem Kontaktradius R_1 besitzt. Nach dem Abreißen des Kontaktes kollabiert der gezogene Faden (3) und der Radius der bei der nächsten Annäherung entstehenden Kontaktfläche vergrößert sich auf den Wert R_2 . Dadurch nimmt bei erneuter Annäherung der Spitze an die Probe der Leitwert mit einer größeren Steigung zu, als er beim vorherigen Herausfahren der Spitze abgenommen hat.

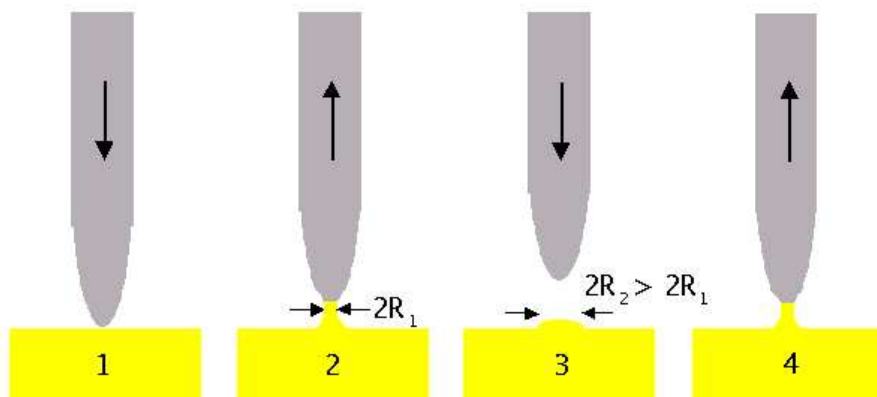


Abbildung 58: Schematische Darstellung zum Abstumpfen des Kontaktes. Die dargestellten Fälle entsprechen den jeweiligen Leitwertkurven in Abb. 57.

4.3.1 Die Leitwertstufen

Die blaue Kurve (4) in Abb. 57 zeigt im Vergleich zur "glatten" roten Kurve (2) deutliche Leitwertplateaus bei $4 G_0$ und $9 G_0$. Offensichtlich ist der Punktkontakt durch das erste Hineinfahren und Herausziehen derart "trainiert" worden, dass beim zweiten Herausziehen Leitwertstufen beobachtet werden können.

Ein weiteres Beispiel zeigt Abb. 59. Die Z-Piezospaltung wird auch hier von

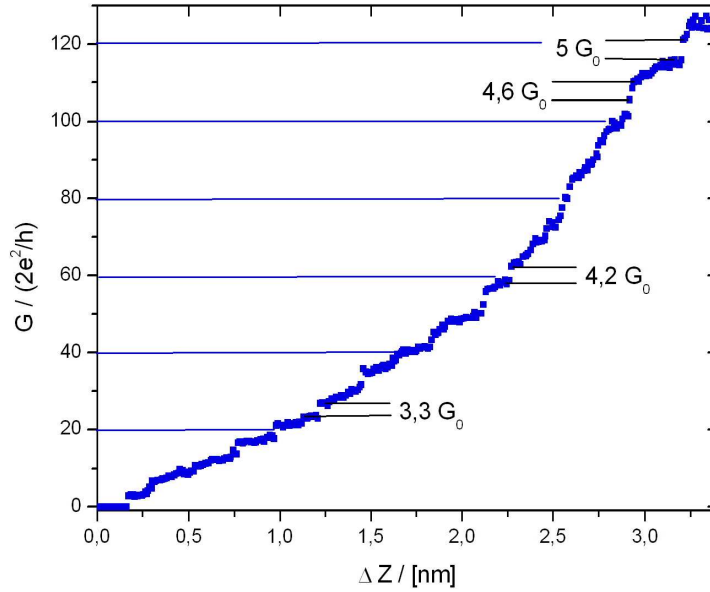


Abbildung 59: Leitwertstufen eines Goldpunktkontaktes in Abhängigkeit von der relativen Verschiebung ΔZ der Spitze bei einem Strom von $I = 1 \mu A$.

rechts nach links reduziert und damit die Spitze aus der Probe gefahren. Dabei nimmt der Leitwert in Stufen ab bis der Kontakt bei $3 G_0$ abreißt. Diese Kurve stellt einen Einzelfall dar, der zeigt, dass auch Leitwertstufen bis zu einem Leitwert von $130 G_0$ auftreten können. An ausgewählten Stellen sind diese Leitwertstufen graphisch hervorgehoben. Die Leitwertplateaus liegen nicht unbedingt bei ganzzahligen Vielfachen von G_0 . Ebenso können die einzelnen Stufen von ganzzahligen Vielfachen von G_0 abweichen.

Im weiteren wird der Leitwert kurz vor dem Abriss des Kontaktes näher untersucht. Abb. 60 zeigt exemplarisch den Leitwert in Einheiten von $2e^2/h$ über der relativen Abstandsänderung für zwei verschiedene Goldpunktkontakte (rot und schwarz). Der eingeprägte Strom beträgt hier $I = 0,1 \mu A$. Bei einer größeren Eindringtiefe der Spitze in die Probe von $0,5 - 0,7 \text{ nm}$ und einem entsprechend größerem Leitwert von etwa $5 - 9 G_0$ sind keine Leitwertstufen zu beobachten. Wird nun die Spitze zunehmend aus der Probe gezogen, nimmt der Leitwert stufenartig ab, bis er bei $\Delta Z = 0,15 \text{ nm}$ (schwarze Kurve) bzw. $\Delta Z = 0,13 \text{ nm}$ (rote Kurve) verschwindet. An diesen Stellen erfolgt der Abriss des Punktkon-

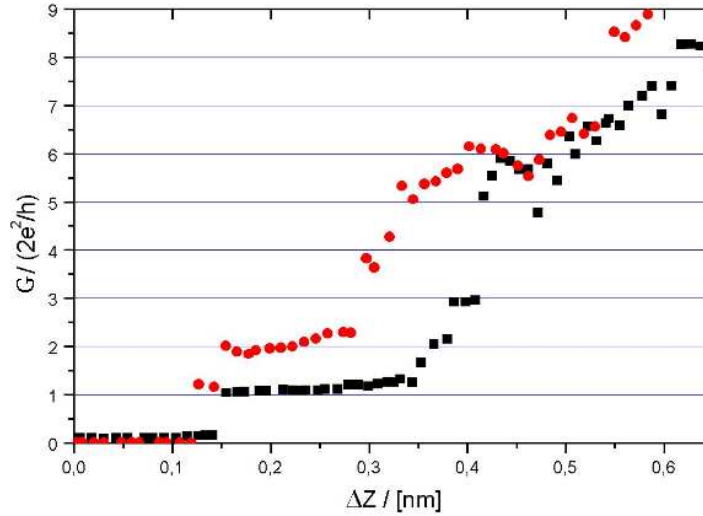


Abbildung 60: Leitwertstufen von Gold für zwei verschiedene Punktkontakte (rot und schwarz) bei $I = 0,1 \mu\text{A}$. Die Z-Piezospannung wird von rechts nach links reduziert und damit die Spitze aus der Probe herausgefahren. Dabei nimmt der Leitwert in Stufen bis zum Abriss bei $G_0 = 2e^2/h$ ab.

taktes. Der entsprechende Leitwert von etwa $1G_0$ an der Abrissstelle zeigt, dass es sich hier um einen einatomigen Punktkontakt handelt (siehe Kapitel 4.3.3). Der Leitwert des ersten Plateaus der schwarzen Kurve ist um etwa $0,1 G_0$ von $1 G_0$ nach oben verschoben. Ein solch kleiner Offset wurde öfters bei Leitwertmessungen beobachtet. Die Ursache für diesen Offset konnte nicht ganz geklärt werden. Möglicherweise existieren Tunneleffekte aus der Nachbarschaft des Punktkontaktes, die einen zusätzlichen Beitrag zum Leitwert leisten.

4.3.2 Makroskopische Beschreibung des Punktkontaktes

Im folgenden soll mit einem einfachen makroskopischen Modell die geometrische Form des Goldpunktkontaktes angenähert werden. Dazu wird zuerst der Radius R der Kontaktfläche mit der Näherung nach Sharvin und dem semiklassischen Korrekturterm für den ballistischen Kontakt berechnet. Dabei wird angenommen, dass der Widerstand nur durch die kleinste Querschnittsfläche des Kontaktes gebildet wird.

Nach Gl. 11 gilt für den Kontaktradius R :

$$R = \sqrt{\frac{G}{G_0} \cdot \frac{1}{0,69\pi^2}} \cdot \lambda_F \quad (15)$$

Dabei ist $\lambda_F = 5,236 \cdot 10^{-10} \text{ m}$ die Fermiwellenlänge von Gold [38]. Mittels dieser Gleichung wird im folgenden aus dem gemessenen Leitwert der Kontaktradius in Abhängigkeit von der Verschiebung ΔZ berechnet.

Abb. 61 zeigt oben einen vergrößerten Ausschnitt von Abb. 59 bis zu einem Leitwert von $60 G_0$. Bei einem Leitwert von $3 G_0$ reißt der Kontakt ab. Die Kurve unten stellt den Kontaktradius nach der korrigierten Sharvinformel für den gleichen Ausschnitt dar. Die Stufen des Kontaktradius sind aufgrund von Gl. 15 mit den Leitwertstufen korreliert. Beim Herausziehen der Spitze nimmt der Kontaktradius von rechts nach links ab und kann bis zu einer Verschiebung von etwa $\Delta Z = 0,8 \text{ nm}$ gut durch eine lineare Funktion approximiert werden (grüne Linie). Danach nimmt er abrupt bis zum Abriss des Kontaktes bei $\Delta Z = 0,17 \text{ nm}$ ab. Besonders deutlich ist an dieser Stelle die Stufe des Kontaktradius von $0,35 \text{ nm}$ auf 0 nm zu erkennen. Diese entspricht der Leitwertstufe von $0 G_0$ auf $3 G_0$. Das abrupte Abnehmen des Kontaktradius in Abhängigkeit von der Verschiebung ΔZ kurz vor dem Abriss zeigt, dass der Punktkontakt insbesondere für kleiner werdende Durchmesser instabil gegen mechanische Dehnung wird.

W. B. Jian et al. [39] benutzten zur Beschreibung der Abhängigkeit der Kontaktfläche vom Leitwert bei Goldpunktkontakten ein Konusmodell. In diesem Modell sind die beiden Spitzen zweier Kegel mit dem Öffnungswinkel Θ so gegeneinander geschoben, dass eine kreisförmige Verengung gegeben ist, wie in Abb. 62 (Bilder a und b) zu sehen ist. Das Herausziehen und Heranfahen der Spitze ändert dabei reproduzierbar die Kontaktfläche bei gleichbleibendem Konuswinkel. Dabei ist der Kontaktradius proportional zur Verschiebung ΔZ . Durch Anpassen der entsprechenden Geometriefunktion an den Leitwert in Abhängigkeit von der relativen Verschiebung konnten sie den Öffnungswinkel des Konus berechnen. Der lineare Bereich (grüner Strich) in Abb. 61 entspricht diesem Konusmodell.

Das abrupte Abnehmen des Kontaktradius kurz vor dem Abriss zeigt jedoch, dass das Konusmodell beim oben dargestellten Kontaktradius (Abb. 61) an dieser Stelle versagt. Aus diesem Grund wird im weiteren dieses Konusmodell erweitert. Die beiden Elektroden sind, wie in Abb. 62 zu sehen, auch hier zunächst wie

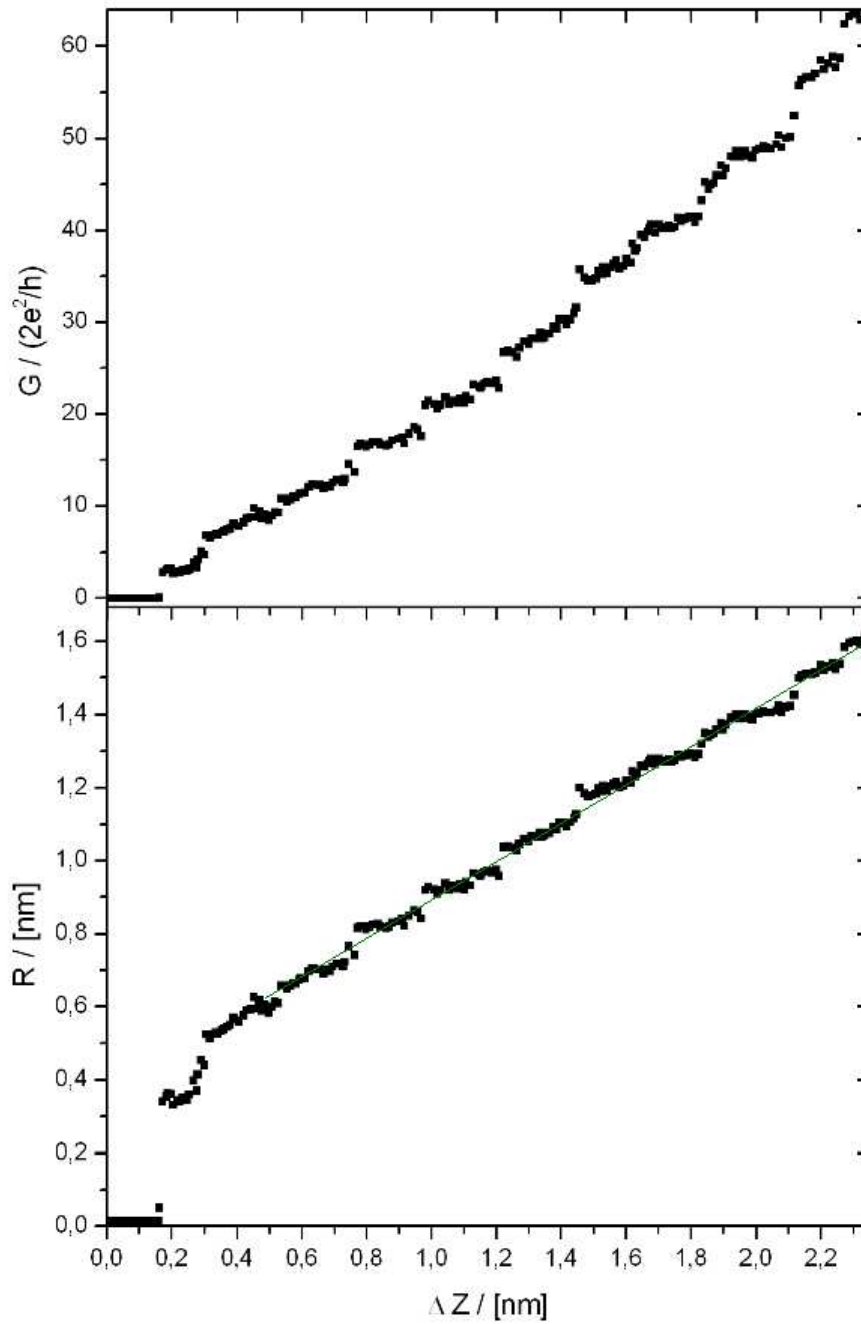


Abbildung 61: oben: Leitwertstufen von Gold bei $I = 1\mu\text{A}$ in Abhängigkeit von der Verschiebung ΔZ bis zum Leitwert von $60 G_0$. Die Spitze wird von rechts nach links aus der Probe gezogen und damit der Leitwert reduziert. Diese Kurve entspricht einem vergrößerten Ausschnitt von Abb. 59. unten: Kontaktradius der obigen Leitwertkurve in Abhängigkeit von ΔZ bis $60 G_0$.

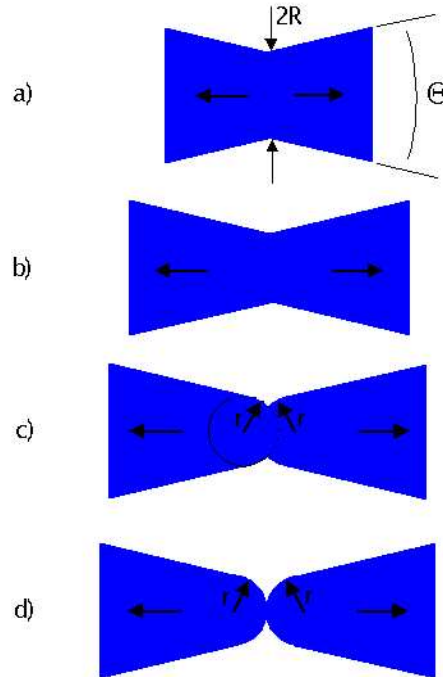


Abbildung 62: *Erweiterung des Konusmodells: Das Auseinanderziehen bewirkt zunächst eine Verkleinerung des Kontaktradius R , ohne den Öffnungswinkel Θ der Kegel zu verändern (a-b). Beim weiteren Ziehen geht die Konusform in eine Kugelform mit dem gleichbleibendem Radius r über (c-d).*

ein Doppelkegel mit dem Öffnungswinkel Θ geformt (a). Das Auseinanderziehen bewirkt dabei eine Verkleinerung des Kontaktradius R , ohne den Öffnungswinkel der Kegel zu verändern (b). Durch das weitere Ziehen geht dann die Konusform in eine Kugelform mit gleichbleibendem Kugelradius r über (c-d). Die Berechnung des Kontaktradius R in Abhängigkeit von der relativen Verschiebung ΔZ befindet sich im Anhang. Für den kugelförmigen Teil des Kontaktes gilt:

$$R = \sqrt{r^2 - \left(r - \frac{\Delta Z}{2}\right)^2} \quad (16)$$

Für den linearen, kegelförmigen Bereich folgt:

$$R = \frac{1}{2} \cdot \tan\left(\frac{\Theta}{2}\right) \cdot \Delta Z + const \quad (17)$$

Dabei ist ΔZ die relative Distanz zwischen der Spitze und der Probe, r der Kugelradius und Θ der Konusöffnungswinkel. Das Anpassen dieser Funktionen an

den Radius nach Sharvin ermöglicht die Bestimmung des Kugelradius r und des Öffnungswinkels Θ als variable Parameter. In der Abb. 63 ist die Abb. 61 mit der angepassten Funktion des Kugelmodells (Gl. 16, rote Kurve, bis $\Delta Z = 0,97 \text{ nm}$ angepasst) und des Kegelmодells (Gl. 17, grüne Kurve, ab $\Delta Z = 0,97 \text{ nm}$ angepasst) zu sehen. Der hier ermittelte Radius und der Öffnungswinkel betragen $r = 1,2 \text{ nm}$ und $\Theta = 91^\circ$.

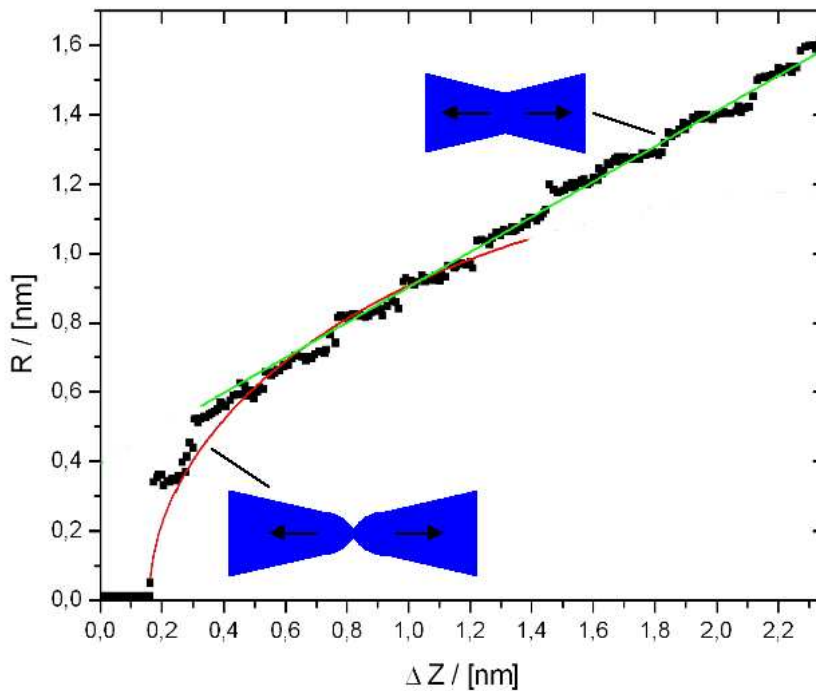


Abbildung 63: Angepasste Funktion des Kontaktradius von Abb. 61 mit dem Kugelmodell (rot) und dem Kegelmodell (grün). Der ermittelte Radius und der Öffnungswinkel betragen $r = 1,2 \text{ nm}$ und $\Theta = 91^\circ$. Die blau gezeichneten Kontaktelektroden zeigen zur Funktion des Kugelmodells (gemäß Gl. 16) und des Kegelmodells (gemäß Gl. 17) die entsprechende Kontaktgeometrie.

Im folgenden ist ein weiteres Beispiel für die Anwendung des Kontaktmodells dargestellt. Abb. 64 zeigt oben einen Ausschnitt der roten Kurve von Abb. 56 bis zum Leitwert von $60 G_0$. Im Gegensatz zum ersten Beispiel sind keine ausgeprägten Plateaus im Leitwert in Abhängigkeit von der Verschiebung erkennbar. Der Abriss des Kontaktes findet hier bei einem Leitwert von $1 \cdot G_0$ statt. Unten ist der zu diesem Leitwert nach Gl. 15 gehörende Kontaktradius und die entsprechende, angepasste Kontaktradiusfunktion nach dem Kugel- (rot, Gl. 16)

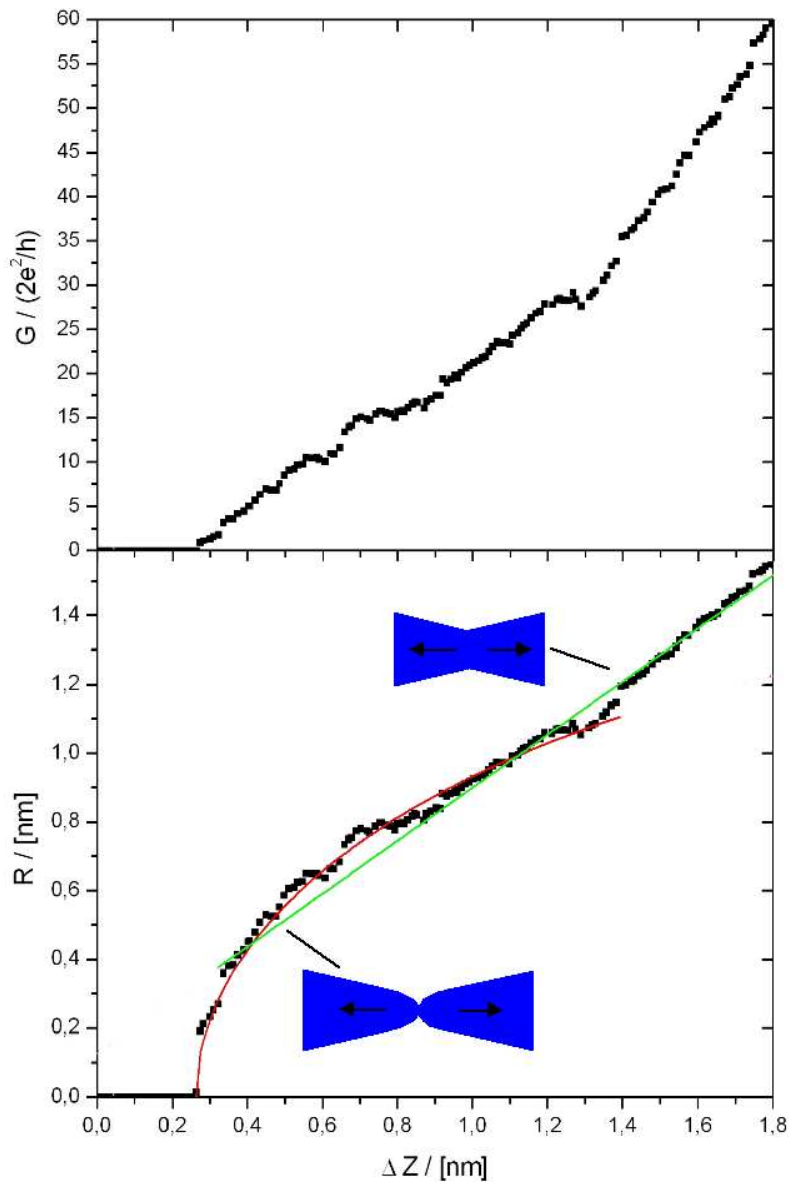


Abbildung 64: oben: Leitwertstufen von Gold bei $I = 1 \mu A$ in Abhängigkeit von der Verschiebung ΔZ bis zum Leitwert von $60 G_0$. Die Spitze wird von rechts nach links aus der Probe gezogen und damit der Leitwert reduziert. Diese Kurve entspricht einem vergrößerten Ausschnitt von Abb. 56. unten: Kontaktradius und die angepasste Funktion des Kontaktradius zu der oberen Leitwertkurve mit dem Kugelmodell (rot) und dem Kegelmodell (grün). Der Radius und der Öffnungswinkel betragen hier $r = 1,4 \text{ nm}$ und $\Theta = 114^\circ$. Die blau gezeichneten Kontaktelektroden zeigen zur Funktion des Kugelmodells (gemäß Gl. 16) und des Kegelmodells (gemäß Gl. 17) die entsprechende Kontaktgeometrie.

und dem Kegelmodell (grün, Gl. 17) dargestellt. Auch hier nimmt der Radius zunächst linear dem Kegelmodell folgend und anschließend dem Kugelmodell entsprechend mit der Verschiebung ΔZ ab. Wie beim Leitwert sind auch hier keine ausgeprägten Plateaus vorhanden. Der Abriss des Kontaktes erfolgt bei einem Kontaktradius von etwa $0,2 \text{ nm}$. Der zugehörige Leitwert beträgt $1 \cdot G_0$, dem man dem einatomigen Punktkontakt zuordnen kann (siehe Kapitel 4.3.3). Damit entspricht nach diesem Modell der dazugehörige Kontaktradius von $0,2 \text{ nm}$ dem halben Atomdurchmesser. Im Vergleich zum Atomabstand von Gold im Festkörper von $0,28 \text{ nm}$ [38] erscheint dieser Kontaktdurchmesser von $0,4 \text{ nm}$ um etwa $0,1 - 0,2 \text{ nm}$ zu groß. Möglicherweise muss deshalb der errechnete Kontaktradius für das letzte Plateau geringfügig nach unten korrigiert werden. Die Anpassparameter ergeben hier einen Kugelradius von $r = 1,4 \text{ nm}$ (angepasst bis $\Delta Z = 0,91 \text{ nm}$) und einen Öffnungswinkel von $\Theta = 114^\circ$ (angepasst ab $\Delta Z = 0,91 \text{ nm}$).

Die gute Übereinstimmung zwischen den experimentellen Werten und dem hier neu vorgestellten Modell zeigt, dass dieses für kleine Kontaktdurchmesser eine gute Näherung ist. Der hier berechnete Spezialfall nach Sharvin gilt nur für den ballistischen Transport mit $R \gg l$ (l ist die mittlere freie Weglänge des Elektrons). Für große Kontaktflächen mit $R \ll l$ ist der Ladungstransport diffus und der Leitwert folgt dem Gesetz nach Maxwell mit $G = \frac{2R}{\rho}$. Zwischen diesen beiden Grenzfällen kann der Leitwert mit einer Näherung nach Wexler berechnet werden [20]. Im Gegensatz zum Sharvinleitwert ist hier der Leitwert abhängig von der freien Weglänge der Ladungsträger. D. Erts et al. [20] konnten durch Messen des Kontaktdurchmessers in einem TEM-STM (TEM, Transmissions-Elektronen-Mikroskop) mit Hilfe der Wexler-Näherung zeigen, dass bei Goldpunktkontakten die mittlere freie Weglänge $l = 3,8 \text{ nm}$ beträgt. Damit ist für den hier betrachteten Kontaktradius von maximal $1,6 \text{ nm}$ der Leitwert nach Sharvin noch eine gute Näherung.

4.3.3 Atomistische Beschreibung des Punktkontaktes

Die bisherige Betrachtung hat die Entstehung des Gold-Punktkontaktes mit einem makroskopischen Modell beschrieben, ohne auf die atomistische Struktur des Kontaktes einzugehen. Das Modell versagt bei der Erklärung der Leitwertstufen und des häufig beobachteten Abrisses des Kontaktes bei einem Leitwert

von $1 \cdot G_0 \approx \frac{1}{12900 \Omega}$. Im folgenden wird dieses Phänomen durch eine atomistische Betrachtung des Punktkontaktes erläutert.

Rubio et al. [40] haben ebenfalls Leitwertstufen beim Auseinanderziehen von Gold-Punktkontakten mit einem STM beobachtet. Durch eine Kombination des STM's mit einem Rasterkraftmikroskop konnten sie damit zusätzlich die Kraft auf den Gold-Punktkontakt messen, während dieser unter Normalbedingungen auseinandergezogen wurde. Dazu ist die Goldprobe auf einem Biegebalken befestigt und mit der STM-Spitze ein Punktkontakt hergestellt worden. Beim Herausziehen der Spitze ist der Biegebalken aufgrund der wirkenden Kraft verbogen worden. Diese Verbiegung und die damit resultierende Kraft konnte mittels des AFM-Kantilevers gemessen werden. Damit konnten sie nachweisen, dass eine Stufe im Leitwert mit einer Kraftänderung und damit mit einer atomaren Reorganisation des Goldfadens korreliert ist. Die mechanische Dehnung des Kontaktes speichert auf einer Plateaulänge die elastische Energie in den Atombindungen. Bei einer bestimmten mechanischen Spannung wird das System instabil, was zu einer atomaren Umstrukturierung des Fadens führt. Für das Auseinanderreißen des letzten Kontaktes mit dem Leitwert von $1 \cdot G_0$ ermittelten sie eine Kraft von $1,5 \pm 0,2 \text{ nN}$. Theoretische Arbeiten ergeben eine etwas geringere Kraft von $0,91 \text{ nN}$ bzw. $1,1 \text{ nN}$ [41, 42].

Soerensen et al. [41] haben mit Molekulardynamik-Simulationen (MD-Simulationen) zur Entstehung eines Gold-Punktkontaktes zwischen zwei Elektroden in verschiedenen Kristallorientierungen gezeigt, dass beim Auseinanderziehen der Kontakte ein Gleiten von atomaren Ebenen eine wichtige Funktion einnimmt. Typische Gleitprozesse des Kontaktes sind in Abb. 65 dargestellt. Durch das Auseinanderziehen der Kontakte geht die Struktur in der Kontaktnähe in einen zunehmend ungeordneten Zustand über. Es entstehen zahlreiche Gitterbaufehler, wie z.B. Stapelfehler und Fehlstellen. Der letzte Kontakt unmittelbar vor dem Abriss wird von einem einzelnen Atom gebildet. Sie fanden, dass der Leitwert dieses einatomigen Kontaktes etwa $G_0 = 2e^2/h \simeq \frac{1}{12900 \Omega}$ entspricht. Da Gold monovalent ist, gehört dieser Leitwert zu einem einzigen Transportkanal. Weiterhin zeigten sie, dass die Form der Leitwertstufen von der Elastizität des experimentellen Aufbaus abhängt. Die Leitwertstufen fallen bei einem elastischen Aufbau, wie der von Rubio, deutlicher aus als bei einem starren Aufbau, wie er in dieser Diplomarbeit verwendet wurde.

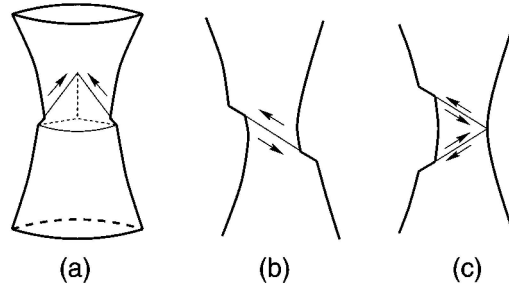


Abbildung 65: *Typische Gleitprozesse beim Auseinanderziehen eines Goldkontaktes nach [41]: a) 3-Ebenen-Gleiten, b) einfaches Gleiten, c) Gleitprozess von zwei nicht-parallelen Ebenen*

Durch die Kombination eines STM mit einem Transmissions-Elektronenmikroskop (TEM-STM) ist es gelungen, einen Gold-Faden abzubilden und gleichzeitig dessen Leitwert zu messen [43, 44]. Damit konnte auch experimentell nachgewiesen werden, dass die Leitwertstufen mit der atomaren Umstrukturierung des Fadens gekoppelt sind, und eine Kette von einzelnen Goldatomen einen Leitwert von $G_0 = 2e^2/h$ besitzt.

Die Ergebnisse dieser Arbeiten werden nur durch das quantenmechanische Transportkanalmodell nach Gl. 8 richtig beschrieben. Der Leitwert setzt sich danach aus der Summe der Transmissionswahrscheinlichkeiten T_n aller unabhängigen Leitungskanäle multipliziert mit dem Leitwertquantum G_0 zusammen. Das Abnehmen des Kontaktradius auf atomarer Längenskala durch das Herausziehen der Spitze aus der Probe bewirkt, dass die Anzahl N der Transportkanäle durch diesen Kontakt verringert wird. Jedesmal wenn ein Kanal geschlossen wird, bewirkt dieses eine Stufe im Leitwert. Aufgrund der veränderlichen Transmissionswahrscheinlichkeiten (siehe Abb. 7) muss der Leitwert nicht genau bei ganzzahligen Vielfachen von G_0 liegen. Ebenso muss eine Leitwertstufe der n -ten Ordnung nicht notwendigerweise durch das Schließen von n Kanälen entstehen. In diesem Sinne ist der Begriff Leitwertquantisierung bei Metallen mit Vorsicht zu verwenden. Die Anzahl der Kanäle ist quantisiert, allerdings nicht die Transmissionswahrscheinlichkeiten T_n . Je größer der Leitwert ist, desto mehr Transportkanäle mit verschiedenen Transmissionskoeffizienten sind am Ladungstransport beteiligt. Dadurch sind die Plateaus mit zunehmendem Leitwert undeutlicher ausgeprägt. Dieses "Verwaschen" der Plateaus zu größerem Leitwert hin bestätigt damit die

mittels Histogrammen gefundenen Ergebnisse von Punktkontakten anderer Autoren (vergl. Abb. 8). Die Tatsache, dass auch bei Leitwerten niedriger Ordnung nicht immer Leitwertstufen beobachtet werden können, hat verschiedene Ursachen wie z.B. Verunreinigungen im verwendeten Gold [19] und die Geometrie der Kontaktfläche [37]. Eine weitere Ursache ist die Geometrie der Kontaktelektroden [26]. Die Abb. 63 und Abb. 64 zeigen, dass unter Verwendung von Kontaktelektroden mit einem kleineren Krümmungsradius von $1,2\text{ nm}$ und einem kleineren Öffnungswinkel von 91° , die gemessene Leitwertkurve stärker ausgeprägte Leitwertstufen besitzt als bei Verwendung von Kontaktelektroden mit einem größeren Krümmungsradius von $1,4\text{ nm}$ und einem größerem Öffnungswinkel von 114° . Dies zeigt eine gute Übereinstimmung mit der theoretischen Berechnung mittels des freien Elektronengases (Abb. 10).

Bindungsbereich und interatomarer Abstand der einatomigen Kette

Im folgenden wird die Länge des letzten Plateaus kurz vor dem Abriss des Kontaktes bei einem Leitwert von $1 \cdot G_0$ näher untersucht. In Abb. 60 ist dieses Plateau mit einer Länge von ca. 2 \AA besonders ausgeprägt. Diese im Vergleich zu den anderen Plateaus relativ große Länge bestätigt gut die Ergebnisse von anderen Autoren. J. L. Costa-Krämer et al. [24] konnten mit Histogrammen, in denen die relative Anzahl der letzten Plateaus über deren Länge aufgetragen ist, zeigen, dass bei Zimmertemperatur das letzte Plateau bei $1 \cdot G_0$ eine mittlere Länge von $1,3\text{ \AA}$ besitzt. Um im weiteren diese experimentell gefundene Länge des letzten Plateaus zu untersuchen, soll in einem einfachen Schmelzpunktmodell die Bindungsbereich Z_0 zwischen zwei Goldatomen abgeschätzt werden. Für die Wurzel aus der mittleren quadratischen Auslenkung der Atome am Schmelzpunkt gilt nach der Lindemannschen Schmelzpunktformel [45]:

$$x = \sqrt{\frac{9\hbar^2 T_s}{M k_B \theta^2}} \quad (18)$$

Dabei ist $T_s = 1338\text{ K}$ die Schmelztemperatur, $M = 196,9\text{ u}$ die Atommasse und $\theta = 165\text{ K}$ die Debyetemperatur von Gold [38]. Das Einsetzen in Gl. 18 ergibt für Gold $x = 0,33\text{ \AA}$. Das bedeutet, dass am Schmelzpunkt der Abstand zwischen zwei Goldatomen sich um etwa $0,33\text{ \AA}$ erhöht hat und die Gitterordnung aufgehoben wird. Es ist zu erwarten, dass für noch größere Auslenkungen die Atom-

bindung aufgebrochen wird, da der Überlapp der beteiligten Wellenfunktionen zu klein wird. Damit kann nach diesem Modell die kritische Bindungsbereichweite angegeben werden mit:

$$Z_0 \approx 0,33 \text{ \AA} \ll 2 \text{ \AA} \quad (19)$$

Aufgrund dieser relativ geringen kritischen Bindungsbereichweite kann ausgeschlossen werden, dass eine Plateaulänge von 2 \AA nur durch das Dehnen von einer einzelnen Atombindung zustande kommt. Wie die folgende Betrachtung zeigt, kann die Plateaulänge auf eine atomare Bewegung des Kontaktbereiches zurückgeführt werden.

Soerensen zeigte mit MD-Simulationen, dass das Auseinanderreißen der Gold-elektroden mit einer Erhöhung der Unordnung in der unmittelbaren Kontaktnähe verbunden ist. Dieses führt zu schwach gebundenen Atomen in metastabilen Positionen in der Nähe des einatomigen Punktkontaktes, welche benutzt werden, um eine einatomige Kette aufzubauen. Je größer die Anzahl von schwächer gebundenen Atomen in der Nähe der Kette ist, desto größer ist die Wahrscheinlichkeit, eine "lange" Kette ziehen zu können [19]. Das "Trainieren" des Kontaktes durch mehrfaches Hinein- und Herausfahren der Spitze erhöht die Unordnung und damit die Wahrscheinlichkeit, die Leitwertstufen zu messen. Aufgrund der großen Anzahl von schwach gebundenen Atomen in unmittelbarer Nähe des Punktkontaktes ist die mittlere Länge des letzten Plateaus relativ zu den anderen Plateaus mit $G > G_0$ besonders groß.

Yanson stellte Histogramme auf, in denen bei 4,2 K die relative Anzahl der letzten Plateaus mit einem Leitwert von $1 \cdot G_0$ über deren Länge, welche bis zu 20 \AA erreichen kann, aufgetragen ist [19]. Dabei sind deutliche Maxima in periodischen Abständen von etwa $2,7 \text{ \AA}$ gemessen worden. Die Anzahl der Maxima wurde der Anzahl der Atome in den Ketten und der Abstand von etwa $2,7 \text{ \AA}$ dem kritischen Atomabstand vor dem Abreißen zugeordnet.

4.3.4 Die Stromdichte im Punktkontakt

Die in dieser Arbeit gemessenen Leitwertkurven zeigen keine tendenzielle Abhängigkeit vom eingepprägten Strom mit $1 \mu A$ und $0,1 \mu A$. Dieses Ergebnis steht in guter Übereinstimmung mit *Bias*-abhängigen Experimenten bei $12K$ von Yanson [19]. Offensichtlich werden diese Gold-Punktkontakte nur unwesentlich von großen Stromdichten beeinflusst. In Abb. 66 ist die Stromdichte durch den in

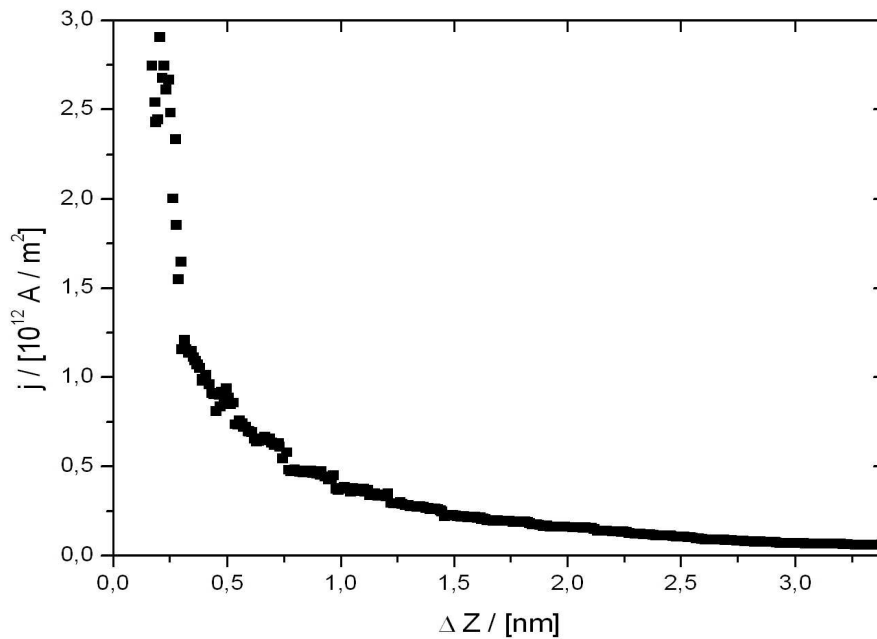


Abbildung 66: Stromdichte durch den in Abb. 59 dargestellten Punktkontakt in Abhängigkeit von ΔZ .

Abb. 59 dargestellten Punktkontakt in Abhängigkeit von ΔZ aufgetragen. Der eingepreßte Strom für die hier durchgeführte Leitwertmessung beträgt $1 \mu A$. Die Kontaktfläche wurde dabei mittels des Radius nach Sharvin (Gl. 15) berechnet. Die Stromdichte nimmt mit zunehmenden Herausziehen der Spitze aus der Probe von rechts nach links zu, bis der Kontakt bei einer Stromdichte von etwa $2,9 \cdot 10^{12} A/m^2$ abreißt. An dieser Stelle beträgt der Leitwert $3G_0$. Für einen einatomigen Punktkontakt mit einem korrigierten Radius nach Sharvin von 2 \AA würde bei einem Strom von $I = 1 \mu A$ die Stromdichte sogar $8 \cdot 10^{12} A/m^2$ betragen. Andere Messungen zeigen, dass die atomaren Ketten Ströme bis $100 \mu A$ (das entspricht einer Stromdichte von $8 \cdot 10^{14} A/m^2$) transportieren können [19].

In makroskopischen Leitern liegen die maximal möglichen Stromdichten mit etwa $10^5 A/m^2$ viele Größenordnungen darunter. Der große Strom, welcher ein Punktkontakt transportieren kann, ist auf den ballistischen Ladungstransport zurückzuführen. Aufgrund der fehlenden Streuzentren können die Ladungsträger sich nahezu ungehindert ausbreiten.

4.4 Widerstandsmessungen an Gold-Dots

Im folgenden wird das Berühren von Gold-Dots mit einer W-Spitze an einigen Beispielen dargestellt. Abb. 67 zeigt eine STM-Aufnahmen von Gold-Dots mit einer mittleren Höhe von 30 nm und einem mittleren Durchmesser von 100 nm auf einer Goldschicht.

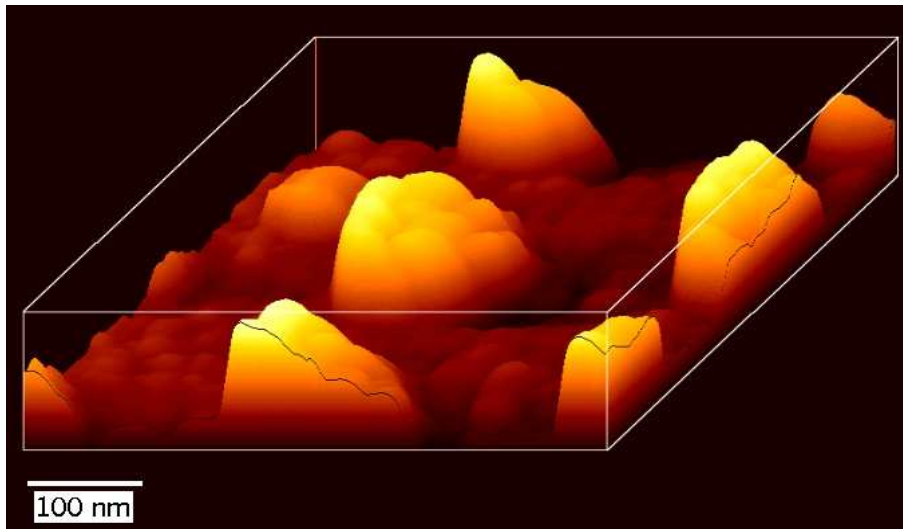


Abbildung 67: Gold-Dot (Mitte) vor dem Berühren mit der STM-Spitze. Die mittlere Dorthöhe beträgt 30 nm und der mittlere Dotdurchmesser 100 nm .

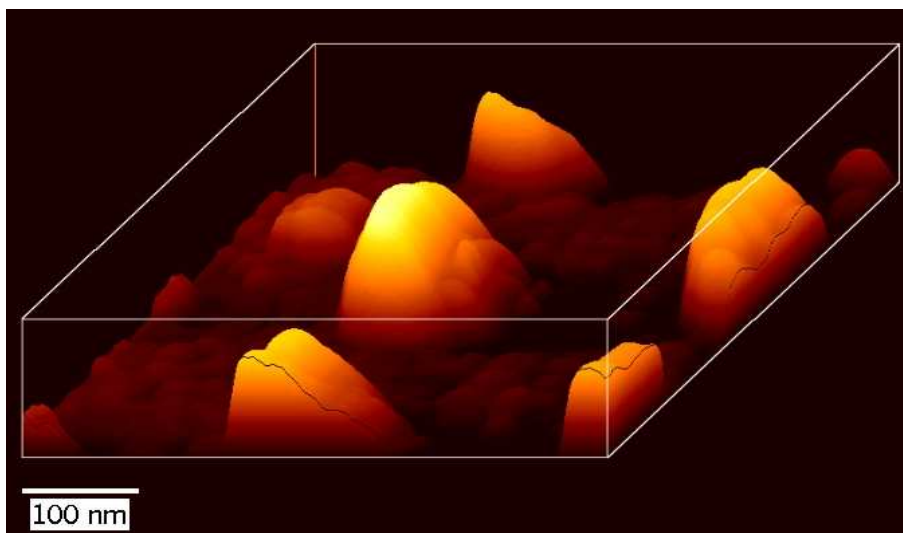


Abbildung 68: Gold-Dot (Mitte) nach dem Berühren mit der STM-Spitze. Die Eindringtiefe der W-Spitze in den Dot beträgt hier $3,2\text{ nm}$.

Der Umgebungsdruck bei der Aufnahme betrug $3 \cdot 10^{-6}$ mbar. Die Aufnahme ist mit einem langsamen Rastermodus innerhalb von 5 Minuten aufgenommen worden. Damit ist das Risiko, die Spitze während des Abrasterns aufgrund der großen Höhenunterschiede in die Probe zu fahren und dadurch die Spitze zu zerstören, reduziert worden. Die Spitzenspannung betrug $U_S = 1$ V und der Tunnelstrom $I_S = 1$ nA. An der Rauigkeit der Dots und der Schicht ist zu erkennen, dass diese polykristallin sind. Abb. 68 zeigt eine zweite STM-Aufnahme der gleichen Stelle, nachdem die W-Spitze um etwa $3,2$ nm in den mittleren Dot der Abb. 67 hineingefahren und danach wieder herausgezogen worden ist. Deutlich zu sehen ist, dass dieser Dot höher als vor dem Kontakt mit der Spitze ist. Die anderen Dots zeigen keine auffällige Formänderung. Offensichtlich ist der mittlere Dot beim Herausziehen der Spitze erheblich in die Länge gezogen worden. Die Geometrie der W-Spitze ist durch das Hineinfahren nur unwesentlich verändert worden, da ansonsten die beiden Bilder Unterschiede aufweisen würden, wie z.B. durch einen Doppelspitzeneffekt.

Um die Höhe des mittleren Dots vor und nach dem Kontakt mit der Spitze zu bestimmen, wurde jeweils davor und danach ein manueller Line-Scan an diesem Dot durchgeführt. Abb. 69 zeigt diesen Line-Scan bevor (schwarz) und nachdem (rot) die Spitze hinein- und wieder herausgefahren worden ist. Zu beachten ist, dass bei diesem manuellen Line-Scan nur die Höhe richtig wiedergegeben wird, nicht aber die laterale Information (undefinierte Scan-Geschwindigkeit, siehe Kapitel 3.3.2). An dieser Abbildung erkennt man, dass der Dot beim Herausziehen der Spitze um ca. 12 nm in die Höhe gezogen worden ist.

Im weiteren folgt ein zweites Beispiel für das Berühren eines Dots der gleichen Probe mit einer W-Spitze. Abb. 70 zeigt eine STM-Aufnahme der Gold-Dots mit der mittleren Höhe von 30 nm und dem mittleren Durchmesser von 100 nm, die bei gleichen Parametern aufgenommen wurde. Der Arbeitspunkt des STM ist bei dieser Aufnahme etwas nach oben gehoben worden, so dass kein Tunnelkontakt zur Goldschicht bestand. Nach dieser Aufnahme wurde die Spitze in den Dot oben links um $3,1$ nm hinein- und wieder herausgefahren. In der anschließenden STM-Aufnahme (Abb. 71) sieht man, dass alle Dots eine von der vorherigen Aufnahme etwas abweichende Geometrie besitzen. Abgesehen von dieser allgemeinen Veränderung zeigt der berührte Dot (oben links) fast keine geometrische Verformung. Diese an allen Dots beobachtbare kleine Veränderung kann auf eine Veränderung

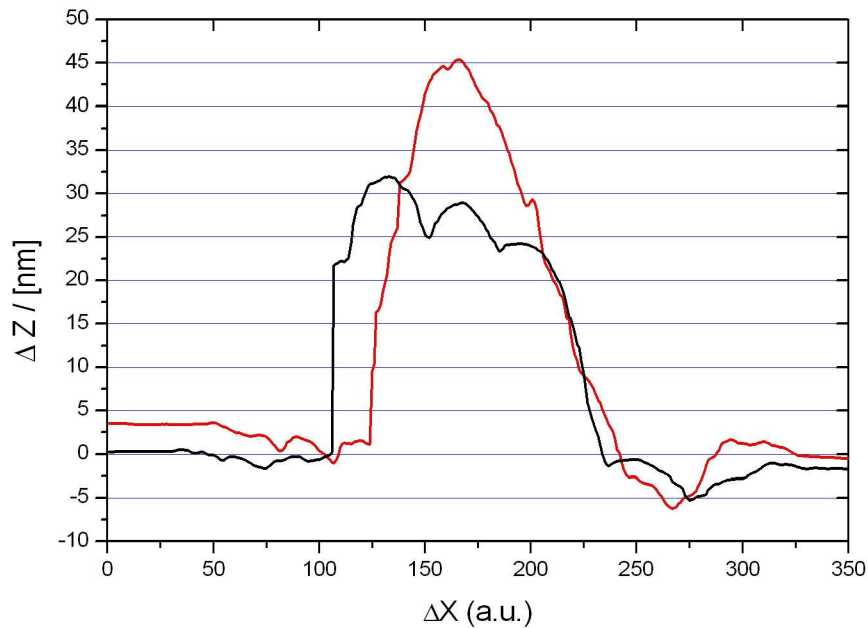


Abbildung 69: Manueller Line-Scan durch *den mittleren Dot* von Abb. 67 und Abb. 68; schwarz: vor der Berührung mit der Spitze, rot: nach der Berührung mit der Spitze

der Spitzengeometrie durch das Berühren des Dots zurückgeführt werden.

Die hier vorgestellten Beispiele zeigen, dass das Ausmaß der Verformung durch das Berühren des Dots mit der W-Spitze sehr verschieden sein kann. Ebenso kann die Lebensdauer der W-Spitze sehr unterschiedlich sein. Bei sorgfältiger Handhabung kann eine Spitze für über 20 Punktkontakte mit einem Dot benutzt werden. Nach dem Herausziehen kann sich die Spitzenqualität verschlechtern, aber auch verbessert haben.

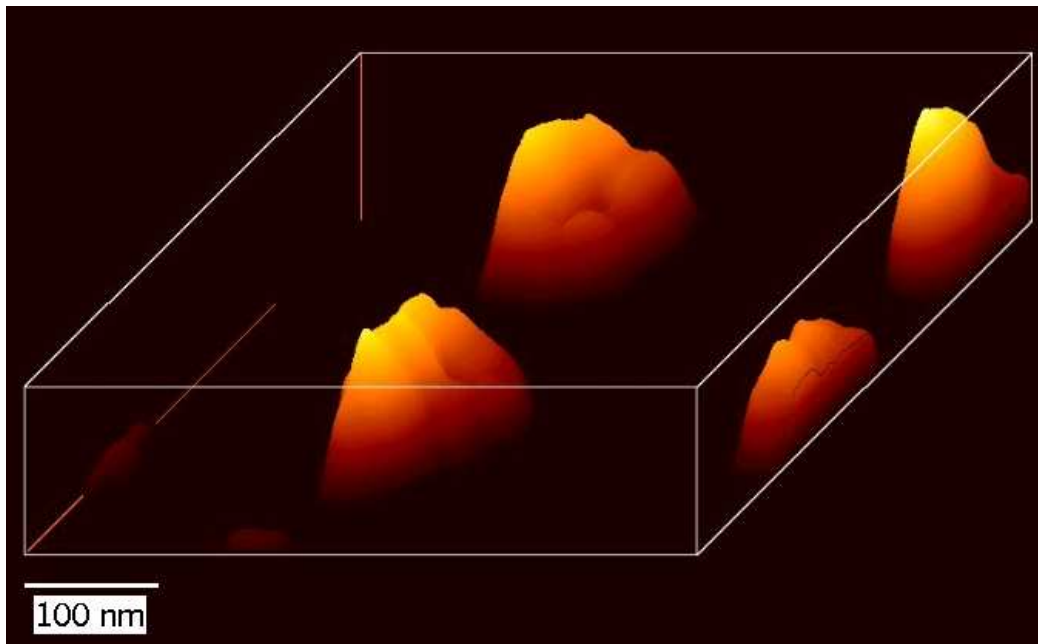


Abbildung 70: Gold-Dot (oben links) vor dem Berühren mit der STM-Spitze. Die mittlere Dorthöhe beträgt 30 nm und der mittlere Dotdurchmesser 100 nm.

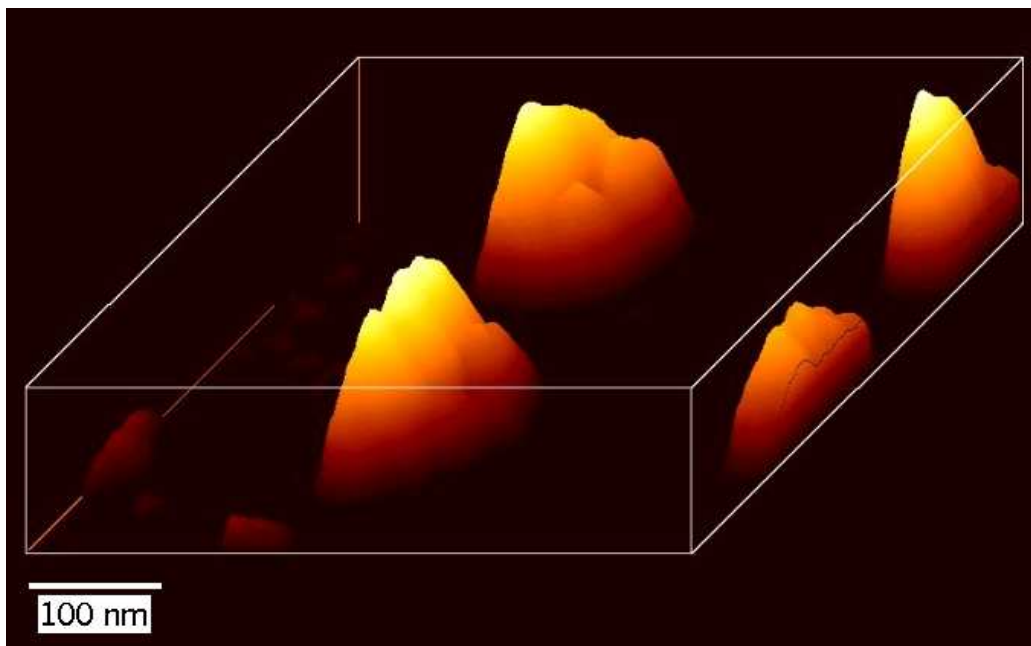


Abbildung 71: Gold-Dot (oben links) nach dem Berühren mit der STM-Spitze. Die Eindringtiefe der W-Spitze in den Dot beträgt hier 3,1 nm.

4.4.1 Der Dotwiderstand und die U(I)-Kennlinie

An den Gold-Dots, die mit der W-Spitze berührt worden sind, sind Widerstandsmessungen durchgeführt worden. Abb. 72 zeigt die U(I)-Kennlinie bis zu einem Strom von $100 \mu A$ eines mit der STM-Spitze berührten Dots mit einer mittleren Höhe von 30 nm und einem mittleren Durchmesser von 100 nm . Die Kennlinie ist linear, der Kontakt zeigt damit ein Ohmsches Verhalten. Die Steigung der Kennlinie entspricht einem Widerstand von $R = 20,13 \Omega$. Abgesehen von wenigen Ausnahmen, die auf eine Drift zurückgeführt werden können, zeigen alle aufgenommenen U(I)-Kennlinien das Ohmsche Verhalten.

Im weiteren soll geprüft werden mit welcher Genauigkeit eine solche Widerstandsmessung durchgeführt werden kann. In Abb. 73 ist der Widerstand R der einzelnen Messpunkte von der U(I)-Kennlinie in Abb. 72 in Abhängigkeit vom eingepprägten Strom I aufgetragen. Die rote Linie entspricht dem mit der U(I)-Kennlinie ermittelten mittleren Widerstand von $R = 20,13 \Omega$. Es ist deutlich zu sehen, dass mit zunehmendem Strom die Fluktuation des Widerstandes R kleiner wird und dieser sich schließlich bei einem Strom von $100 \mu A$ sehr gut dem Wert von $R = 20,13 \Omega$ annähert. Die Schwankungen um diesen Mittelwert werden dabei mit zunehmendem Strom kleiner, da die relativen Abweichungen der U(I)-Kennlinie bei höheren Strömen abnehmen. Bei Strömen oberhalb von $70 \mu A$ ist die Schwankung kleiner als $6 \text{ m}\Omega$. Mit Hilfe dieser Auftragung wird besonders deutlich, wie gut der Widerstand dem Ohmschen Gesetz folgt. Es können Widerstandsabweichungen vom Ohmschen Gesetz für hohe Ströme von mehr als $6 \text{ m}\Omega$ aufgelöst werden.

Da mit diesem experimentellen Aufbau nur eine Zweipunktmessung möglich ist, setzt sich dieser Widerstand aus der Summe der einzelnen Widerstände aller am Stromlauf beteiligten Komponenten zusammen (vergl. Abb. 21, Kapitel. 3.2.2). Diese einzelnen Beiträge werden im weiteren näher erläutert.

Zuleitungswiderstand:

Die Widerstände aufgrund der Zuleitungen und der Probenkontaktierung können zusammen mit 9-11 Ohm angegeben werden. Dieser Beitrag entspricht etwa der Hälfte des gesamten Widerstandes.

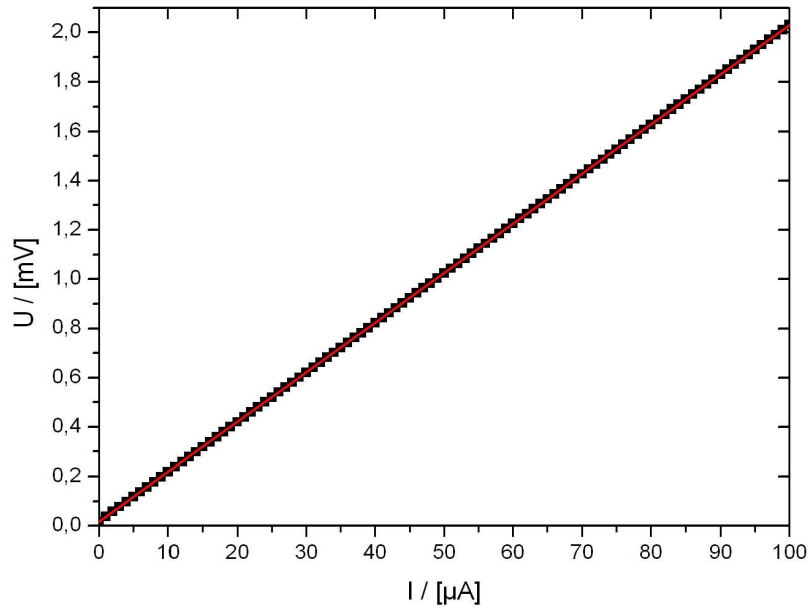


Abbildung 72: $U(I)$ -Kennlinie eines mit einer W-Spitze kontaktierten Dots mit einem Widerstand von $R = 20,13 \Omega$. Die Eindringtiefe der Spitze in den Dot beträgt $2,4 \text{ nm}$.

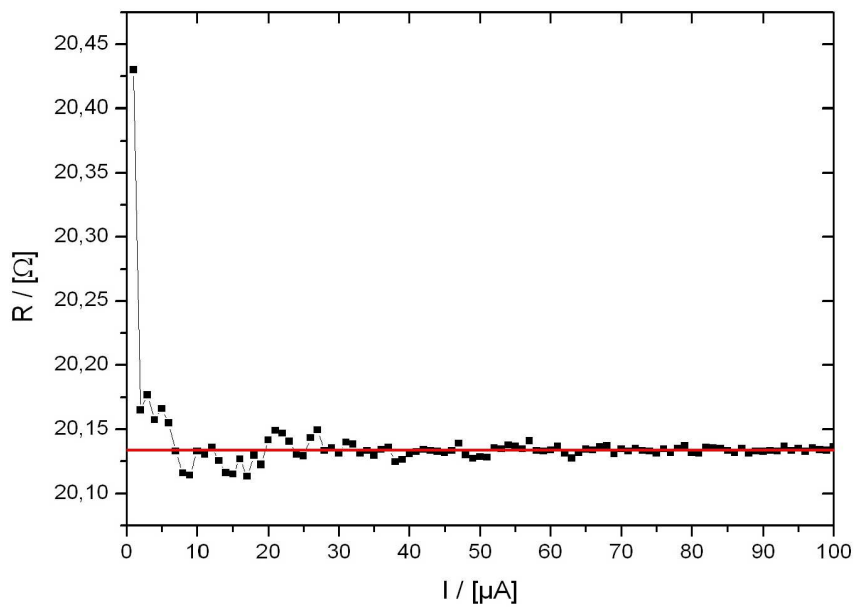


Abbildung 73: $R(I)$ -Kennlinie der Abb. 72. Die rote Linie entspricht dem mit der $U(I)$ -Kennlinie ermitteltem mittleren Widerstand von $R = 20,13 \Omega$.

Spitzenwiderstand:

Der Spitzenwiderstand der verwendeten W-Spitzen kann mit etwa 10-20 Ohm abgeschätzt werden (siehe Kapitel 3.6.3). Damit entspricht dieser Widerstand ungefähr der anderen Hälfte des Gesamtwiderstandes.

Kontaktwiderstand:

Der Kontaktwiderstand zwischen der Spitze und den Dots ist keine konstante Größe. Der Gesamtwiderstand verschiedener Dots derselben Probe mit der gleichen Spitze gemessen liegt zwischen 18 und 33 Ohm. Dieser Widerstandsunterschied ist im wesentlichen von der Eindringtiefe der Spitze in den Dot abhängig, welche zwischen einigen Å bis zu 5 nm liegt. Das Kriterium für eine Widerstandsmessung ist eine hinreichende zeitliche Stabilität. Widerstände von mehr als 30 Ohm fluktuieren in der Regel in einer Minute um mehrere Ohm und werden deswegen nicht berücksichtigt. Damit kann diese Schwankungsbreite zwischen 18 und 33 Ohm auf einen undefinierten Kontaktwiderstand zurückgeführt werden. Da ein konstanter Widerstandsbeitrag von etwa 20 Ω durch die gesamte Zuleitung und die Spitze entsteht, kann damit der Kontaktwiderstand zwischen der Spitze und der Probe von weit unter 10 Ω abgeschätzt werden. Ein ähnliches Ergebnis findet sich in [10]. Dort werden Kontaktwiderstände zwischen einer Probe und einer STM-Spitze in der Größenordnung von mehreren 10 m Ω gefunden.

Dotwiderstand:

Der Widerstand der hier kontaktierten Dots wird durch folgende Abschätzung ermittelt. Ein Gold-Dot mit einem Durchmesser von 100nm, einer Höhe von 30nm und einem spezifischen Widerstand von $\rho = 10 \mu\Omega cm$ [48] hat einen Widerstand von 0,4 Ω . Damit ist der Dotwiderstand im Vergleich zum Gesamtwiderstand sehr klein. Allerdings ist die Genauigkeit der U(I)-Kennlinie mit einer Auflösung bei höheren Strömen von 6 m Ω ausreichend, um schon eine eventuelle Abweichung von 1,5 % vom Ohmschen Gesetz auch für einen Dot mit einem Widerstand von 0,4 Ω nachweisen zu können. Damit kann davon ausgegangen werden, dass ein Dot mit diesen Abmessungen mit einem maximalen Fehler von 1,5 % dem Ohmschen Gesetz folgt.

Es ist nicht möglich, den Absolutwiderstand eines Dots in dieser Größe zu messen. Ein sinnvoller Vergleich der gemessenen Gesamtwiderstände zwischen einem mit der STM-Spitze kontaktierten Dot und der Goldschicht kann aufgrund der Schwankungsbreite des Kontaktwiderstandes nicht durchgeführt werden. Allerdings können Widerstandsänderungen z.B. aufgrund eines Magnetfeldes gemessen werden.

4.4.2 Die zeitliche Stabilität des Kontaktwiderstandes

Die zeitliche Stabilität des Kontaktes zwischen der Spitze und der Probe ist eine wichtige Voraussetzung, um magnetfeldabhängige Widerstandsänderungen messen zu können. Zahlreiche Messungen zeigen, dass hinreichend stabile Kontakte schon bei einer Eindringtiefe der Spitze in die Probe von weniger als 5 nm erreicht werden können. Im folgenden wird an exemplarischen Beispielen die zeitliche Stabilität des Kontaktes zwischen einer W-Spitze und der Gold-Dots gezeigt und diskutiert. Alle vorgestellten Ergebnisse sind mit einem konstanten Strom von $100\text{ }\mu\text{A}$ und bei einem Druck von $p = 1 - 6 \cdot 10^{-6}\text{ mbar}$ gemessen worden. Die Dorthöhe der kontaktierten Dots beträgt 30 nm und der Dotdurchmesser 100 nm .

Abb. 74 zeigt den Widerstand aufgetragen über einen Zeitraum von 6 Minuten. Die Eindringtiefe der Spitze in den Dot beträgt hier nur $0,23\text{ nm}$. Deutlich zu sehen ist, dass der Widerstand um ca. $100\text{ m}\Omega$ nach oben driftet. Gemittelt entspricht das einer Drift von $16,6\text{ m}\Omega/\text{min}$. Diese Drift ist mit einem hochfrequenten Rauschen von etwa $6\text{ m}\Omega$ überlagert.

Eine sehr stabile Widerstandsmessung über einen langen Zeitraum von 30 Minuten bei einem Strom von $I = 100\text{ }\mu\text{A}$ zeigt Abb. 75. Die Eindringtiefe der W-Spitze in den Dot beträgt hier $2,2\text{ nm}$. Der Widerstand nimmt innerhalb dieser 30 Minuten um nur $190\text{ m}\Omega$ zu. Das entspricht einer mittleren Drift von $6,3\text{ m}\Omega/\text{min}$.

Im allgemeinen ist die zeitliche Drift des Widerstandes von verschiedenen Dots, die mit einer W-Spitze berührt worden sind, unterschiedlich groß. Nicht alle Widerstände zeichnen sich durch eine zeitliche Drift von unter $20\text{ m}\Omega/\text{min}$ aus. Man findet sowohl zunehmende als auch abnehmende Widerstandsdriften. Etwa $2/3$ der durchgeführten Stabilitätsmessungen zeigen dabei eine zunehmende Drift. Im folgenden soll erläutert werden, auf welchen Mechanismen die beobachtete Widerstandsdrift beruhen kann. Dazu gehören mechanische Instabilitäten,

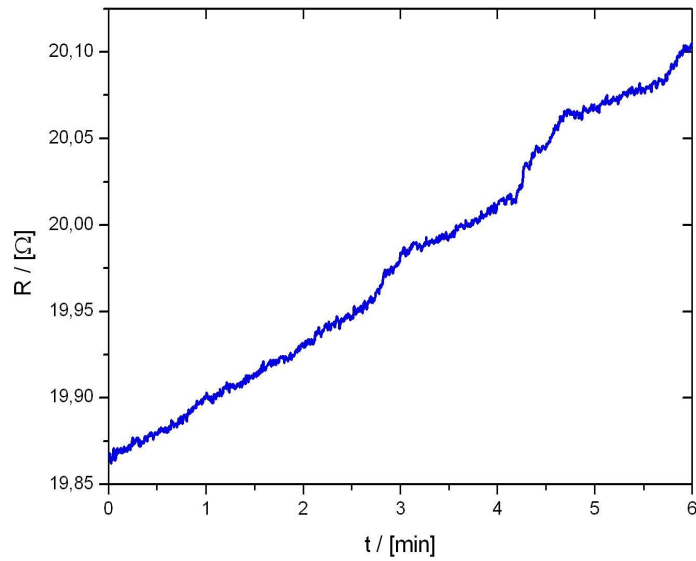


Abbildung 74: Zeitliche Stabilität eines Kontaktes bei einem Strom von $I = 100 \mu\text{A}$. Der Widerstand driftet zeitlich gemittelt um $16,6 \text{ m}\Omega/\text{min}$.

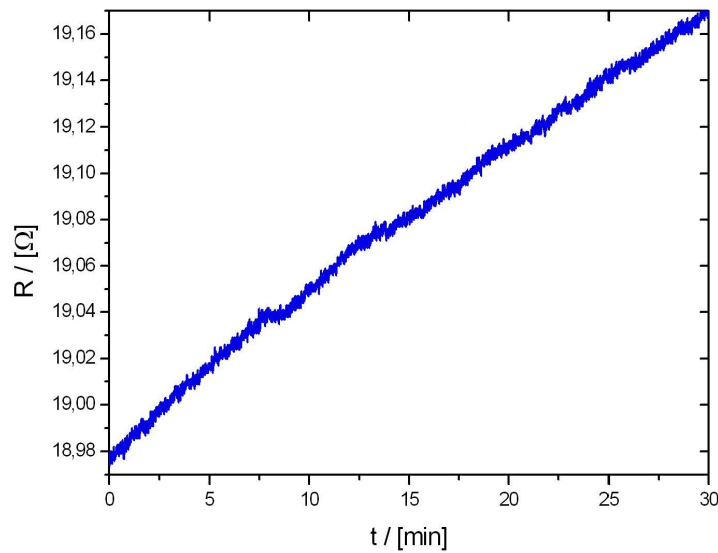


Abbildung 75: Zeitliche Stabilität eines Widerstandes bei einem Strom von $I = 100 \mu\text{A}$. Der Widerstand driftet zeitlich gemittelt um nur $6,3 \text{ m}\Omega/\text{min}$.

wie das Kriechen und die Drift der Piezoelemente, aber möglicherweise auch ein thermischer Effekt durch eine Erwärmung der Kontaktfläche und der Probe.

Erwärmung durch die hohe Stromdichte:

Die Stromdichte durch einen Dot mit einem Durchmesser von 100 nm bei einem Strom von $100\mu\text{A}$ beträgt etwa $6\cdot 10^{10}\text{ A/m}^2$. Die Stromdichte an der Kontaktstelle ist um ein bis zwei Größenordnungen größer, sie kann allerdings nicht exakt angegeben werden, da die Kontaktfläche unbekannt ist. Eine Erwärmung des Kontaktes, aber auch des Dots und der Spitze aufgrund der hohen Stromdichte, könnte einen Anstieg des Widerstandes verursachen. Allerdings zeigen zeitabhängige Widerstandsmessungen auch bei einem Strom von nur $10\mu\text{A}$ keinen Unterschied zu den oben vorgestellten Ergebnissen bei einem Strom von $100\mu\text{A}$. Außerdem folgen die $U(I)$ -Kennlinien dem Ohmschen Gesetz. Dies deutet darauf hin, dass eine Erwärmung aufgrund der hohen Stromdichte unwahrscheinlich ist. Um dies zu überprüfen, soll im folgenden die Temperaturerhöhung des Kontaktes und dessen nähere Umgebung mit einem Modell nach R. Holm [49] abgeschätzt werden. In diesem Modell wird die Temperatur an der Kontaktstelle im wesentlichen von der Wärmeleitfähigkeit zu einem kälteren Reservoir und der angelegten Spannung U bestimmt. Mit der Annahme, dass eine metallische Verengung an ihren breiten Enden mit jeweils einem Wärmereservoir mit der Zimmertemperatur T_0 gekoppelt ist und kein weiterer Wärmeaustausch mit der Umgebung stattfindet, folgt nach Anwendung des Wiedemann-Franz-Gesetzes für die Temperatur T an der engsten Stelle:

$$T^2 = T_0^2 + \frac{U^2}{4L} \quad (20)$$

Dabei ist T die Temperatur an der Kontaktstelle, U die angelegte elektrische Spannung zwischen den beiden Reservoirs mit der Temperatur $T_0 = 300\text{ K}$ und L ist die Lorenz-Zahl. In guter Näherung kann mit $L = 2,4 \cdot 10^{-8} \frac{\text{W}\Omega}{\text{K}^2}$ die Lorenz-Zahl für Metalle als konstant angenommen werden [49].

Um dieses Modell auf den mit der W-Spitze kontaktierten Dot anzuwenden, wird angenommen, dass die Goldschicht und der ungeätzte Bereich der W-Spitze die beiden Temperaturreervoirs mit $T_0 = 300\text{ K}$ bilden. Bei einer angenommenen Spannung von $U = 1\text{ mV}$ bei einem Strom von $100\mu\text{A}$ (das entspricht einem Widerstand von 10 Ohm , zusammengesetzt aus Kontaktwiderstand, Spit-

zenwiderstand und Dotwiderstand) ergibt sich eine Temperaturerhöhung von nur 17mK . Eine kleine Korrektur dieses Wertes aufgrund der geringfügig unterschiedlichen Leitfähigkeiten von Gold und Wolfram kann vernachlässigt werden [49]. Diese sehr geringe Temperaturerhöhung erscheint zunächst aufgrund der hohen Stromdichte insbesondere an der Kontaktfläche nicht plausibel. Zu beachten ist allerdings, dass die Kontaktfläche den kleinsten Widerstand bildet. Damit wird die am Kontakt entstehende Joulesche Wärme schnell abgeleitet. Bei einem typischen Temperaturkoeffizienten des Widerstandes bei Metallen in der Größenordnung von 10^{-3}K^{-1} [50] bewirkt diese Temperaturerhöhung eine Widerstandsänderung unterhalb der Nachweisgrenze.

Das Kriechen des Piezoelementes:

Das Kriechen des Piezoelementes bewirkt ein weiteres Hineinfahren der Spitze in die Probe und damit ein Sinken des Kontaktwiderstandes (siehe Kapitel 3.3.3). Dieses Kriechen wird durch eine sehr langsame Annäherung der Spitze an die Probe weitgehend reduziert.

Die thermische Drift:

Durch eine thermische Drift des experimentellen Aufbaus kann die Spitze aus der Probe sowohl heraus- als auch hineingefahren und damit der Widerstand vergrößert oder reduziert werden. Diese Drift ist unvermeidbar. Testmessungen des Kontaktwiderstandes unter Normalbedingungen zeigen, dass der Kontaktwiderstand sehr empfindlich auf Temperaturänderungen der Umgebung reagiert. Eine Temperaturerhöhung durch z.B. die Körperwärme einer in die Nähe des Rasterkopfes gehaltenen Hand führt schon zu einer reproduzierbaren Widerstandserhöhung eines Punktkontaktes.

Die hier aufgeführten Einflüsse zeigen, dass eine zeitliche Instabilität des Widerstandes aufgrund des Kriechens und einer Temperaturerhöhung des Punktkontaktes wegen der hohen Stromdichte weitgehend ausgeschlossen werden kann. Der Punktkontakt wird also maßgeblich von Temperaturschwankungen in der Umgebung beeinflusst. Die Empfindlichkeit des Kontaktwiderstandes gegenüber dieser thermisch verursachten relativen Abstandsänderung zwischen der Spitze und der Probe ist abhängig von der Eindringtiefe der Spitze in die Probenoberfläche und

der Geometrie der Kontaktfläche. Um die Temperaturschwankung zu reduzieren, wird das STM unter Hochvakuum betrieben. Allerdings kann dadurch nicht eine Temperaturstrahlung aus der Umgebung verhindert werden. Dadurch kann der Abstand zwischen der Probe und der Spitze und damit auch der Kontaktwiderstand variieren.

Die hier vorgestellten Messungen zeigen, dass ein Dot mit einer W-Spitze elektrisch kontaktiert werden kann, ohne diesen durch eine zu große Eindringtiefe der Spitze zu zerstören. Gleichzeitig ist der Gesamtwiderstand so stabil, dass er innerhalb von 30 Minuten um nur $0,2 \Omega$ variiert (Abb. 75). In den $U(I)$ -Kennlinien werden diese Driften nicht sichtbar, da sie unterhalb von 50 Sekunden aufgenommen werden. Magnetische Multilagendots in der CPP-Geometrie (Current Perpendicular to Plane), die den Riesenmagnetowiderstand zeigen, zeigen eine Widerstandsänderung in Abhängigkeit eines äußeren Magnetfeldes in der Größenordnung von etwa $0,2 \Omega$ (siehe Kapitel 4.5). Eine magnetfeldabhängige Widerstandsänderung gemessen unterhalb einer Minute liegt damit deutlich über der zeitlichen Instabilität des Kontaktwiderstandes. Die hier erreichte Stabilität ist somit ausreichend, um magnetfeldabhängige Widerstandsmessungen von diesen Multilagendots durchführen zu können.

4.5 (Co/Cu)_n-Multilagedots

Wie die bisherigen Messungen gezeigt haben, lassen sich stabile Punktkontakte zwischen einer W-Spitze und einer nanostrukturierten Probe herstellen. Allerdings sind mit dieser Methode nur relative Widerstandsänderungen messbar. Systeme, die große Widerstandsänderungen in Abhängigkeit von einem Magnetfeld zeigen, sind Multilagenschichten mit abwechselnd magnetischen und unmagnetischen Lagen. Bei geeigneter Schichtfolge kann in diesen Systemen in Abwesenheit eines magnetischen Feldes eine antiferromagnetische Kopplung zwischen den magnetischen Lagen eingestellt werden. Legt man in der Schichtebene ein Magnetfeld an, können die Spinmomente parallel ausgerichtet werden. Aufgrund spinabhängiger Streuprozesse ändert sich dadurch der Widerstand des Multilagensystems im äußeren Magnetfeld in der Größenordnung von 2-70 % und wird deshalb Riesenmagnetowiderstand (GMR, Giant Magneto Resistance) genannt [3, 4, 46, 51]. Hierbei fließt der Strom in der Schichtebene in der sogenannten CIP-Konfiguration (CIP, Current In Plane). Eine noch größere magnetfeldabhängige Widerstandsänderung erhält man in der sogenannten CPP-Konfiguration (Current Perpendicular to Plane). Hier fließt der Strom senkrecht zur Schichtebene. Allerdings ist der CPP-Widerstand aufgrund der geringen Schichtdicken bei makroskopischen lateralen Abmessungen zu klein und damit nicht messbar. Durch Reduzierung der lateralen Abmessungen auf Nanometerskala zu einem Dot kann der Widerstand so erhöht werden, dass er einer Messung zugänglich ist.

Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurde versucht, den Widerstand solcher GMR-Dots in Abhängigkeit von einem Magnetfeld zu messen. Um diese Dots herzustellen, wurde mittels EBL eine Lackmaske nach dem oben beschriebenen Verfahren (Kapitel 3.5.1) auf einer Goldschicht hergestellt. Vor der Belackung wurde die polykristalline Goldschicht für eine Stunde bei einer Temperatur von 350 °C unter Argonschutzgas getempert. Dadurch wird die Rauigkeit der Goldoberfläche durch eine Rekristallisation des Goldes reduziert. Dieses ist wichtig für das gleichmäßige Aufdampfen der Multilagenschichten. Die so hergestellte Lackmaske wurde anschließend in der Arbeitsgruppe von Prof. G. Reiss (Universität Bielefeld) abwechselnd mit Kobalt und Kupfer bedampft, so dass sich abwechselnd Kobalt- und Kupferschichten bildeten. Die Schichtparameter wurden so gewählt, dass sich zwischen den Co-Schichten eine antiferromagnetische Kopplung einstellt. Abb. 76 zeigt eine SEM-Aufnahme von der fertigen Struktur. Man

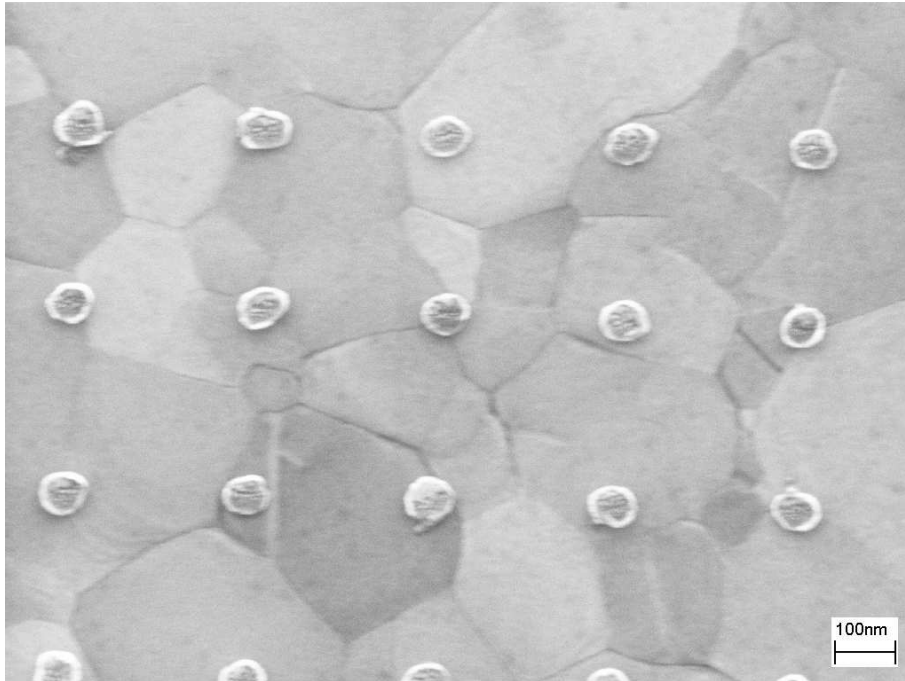


Abbildung 76: SEM-Aufnahme bei 80000-facher Vergrößerung von GMR-Multilagendots auf einer getemperten polykristallinen Goldschicht. Diese Dots sind in der Universität Bielefeld (Arbeitsgruppe Reiss) hergestellt worden. Die mittlere Dothöhe beträgt 39 nm und der mittlere Dotdurchmesser 75 nm.

erkennt regelmäßige Anordnungen von $(\text{Co}/\text{Cu})_n$ -Multilagendots auf der Goldoberfläche mit einer mittleren Höhe von 39 nm und einem mittleren Durchmesser von 75 nm. Der mittlere Dotabstand beträgt 302 nm. Der helle Ring an den Doträndern kann, wie schon bei den Gold-Dots gesehen (Kapitel 3.5.1), auf eine Gratbildung zurückgeführt werden. Deutlich ist zu erkennen, dass der mittlere Kristallitdurchmesser der Goldschicht mit etwa 300 nm wesentlich größer ist als bei den ungetemperten Goldschichten mit einem mittleren Kristallitdurchmesser von etwa 30 nm. Weiterhin erscheint die Oberfläche glatter als bei den ungetemperten Goldschichten. Zwischen den einzelnen Kristalliten sind gut die Korngrenzen zu erkennen.

Um die Widerstandsänderung dieser Dots in Abhängigkeit von einem äußeren Magnetfeld abschätzen zu können, ist gleichzeitig während der Bedampfung der Lackmaske auch eine Referenzprobe ohne Lackmaske bedampft worden. Abb. 77 zeigt die so erhaltene magnetfeldabhängige relative Widerstandsänderung bezogen auf das Widerstandsminimum bei angeschaltetem Magnetfeld dieser Multi-

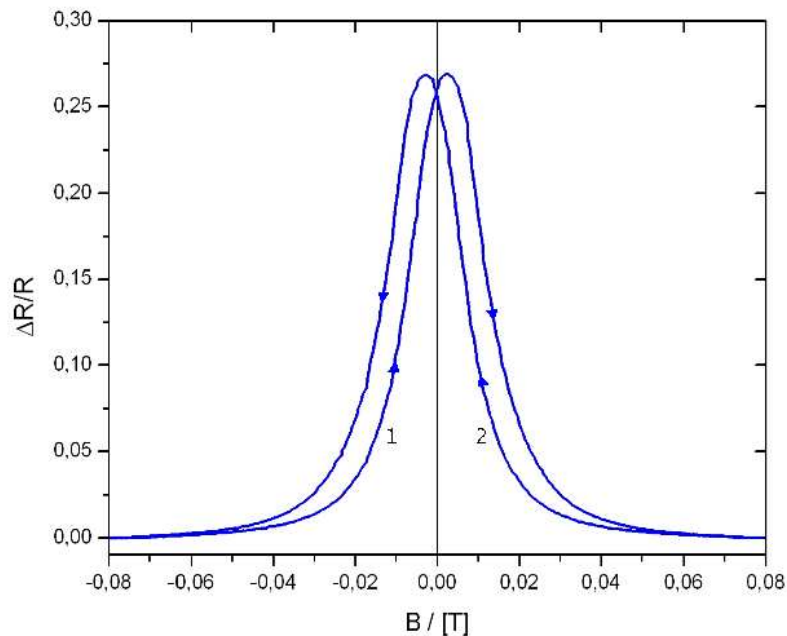


Abbildung 77: Relative Widerstandsänderung in Abhängigkeit von einem Magnetfeld eines CuCu-Multilagensystems in der CIP-Geometrie nach [52].

lagenschicht in CIP-Geometrie [52]. Ausgehend von einem negativen Magnetfeld nimmt der Widerstand zunächst mit größer werdendem Magnetfeld zu (1) bis er ein Maximum erreicht und danach wieder abnimmt. Bei anschließender Reduzierung des Magnetfeldes nimmt der Widerstand wiederum bis zu einem erneuten Maximum, welches gegenüber dem ersten Maximum zu kleinerem Magnetfeld verschoben ist, zu und danach wieder ab (2).

Dieses hysteretische Verhalten ist typisch für diese GMR-Multilagensysteme. Ursache ist das "Pinning" der Spinnomente, welches nach einer Ausrichtung in paralleler Richtung aufgrund eines angelegten Magnetfeldes auch im darauf folgenden Nullfeld noch eine Abweichung von der "idealen" antiferromagnetischen Kopplung aufweist.

Damit zeigt diese Referenzprobe, dass schon ein Magnetfeld von 50 mT ausreichend ist, um eine Widerstandsänderung von etwa 25 % zu erreichen. Ein oben gezeigter GMR-Dot mit einem Durchmesser von 75 nm , einer Höhe von 39 nm und einem typischen spezifischen Widerstand von $10 \mu\Omega \text{ cm}$ hat in der CPP-Geometrie einen Widerstand von etwa $0,9 \Omega$. Eine Widerstandsänderung von 25 % im äuße-

ren Magnetfeld entspricht damit einer Änderung des Dotwiderstandes um $0,23\Omega$. Diese Änderung liegt deutlich unterhalb der im Rahmen dieser Arbeit beobachteten Stabilität des Kontaktwiderstandes und sollte damit gut messbar sein.

Leider konnten Widerstandsmessungen an dieser Probe im Rahmen der Diplomarbeit nicht mehr durchgeführt werden. Ein häufiger Spitzenwechsel führte in der Endphase der Arbeit zu Kontaktproblemen zwischen der Spitze und dem Edelstahlröhrchen im Z-Piezoelement. Die vorher erzielte notwendige Kontaktstabilität zum Messen der Dots mit Hilfe der W-Spitzen war damit nicht mehr erreichbar und konnte kurzfristig vom Hersteller nicht mehr hergestellt werden.

4.6 Bewertung des experimentellen Aufbaus und Ausblick

Das Messen lokaler Widerstandsänderungen, wie z.B. von CPP-Systemen in Abhängigkeit von einem Magnetfeld, stellt zahlreiche Anforderungen an den experimentellen Aufbau. In dieser Arbeit konnten mit dem Umbau eines vorhandenen Rastertunnelmikroskops wichtige Voraussetzungen erfüllt werden:

1. Es ist gelungen, ein vorhandenes STM so umzubauen, dass lokale Widerstandsmessungen automatisiert durchgeführt werden können. Dieser Aufbau wurde erfolgreich an Schichten und mit EBL hergestellten Dots getestet.
2. Es sind W-Spitzen hergestellt worden, welche zum Abrastern und Berühren von Nanostrukturen geeignet sind. Insbesondere erhalten diese Spitzen auch nach dem Berühren der Probenoberfläche ihre Abbildungseigenschaft mit ausreichender Bildqualität, so dass mit derselben Spitze die durch die Berührung verursachte Probendeformation untersucht werden kann. Darüberhinaus können weitere ausgewählte Stellen berührt werden.
3. U(I)-Kennlinien zeigen, dass die Kontakte Ohmsches Verhalten besitzen.
4. Es kann ein hinreichend zeitlich stabiler Kontaktwiderstand zwischen der Spitze und der Probe hergestellt werden, ohne die Probenoberfläche durch eine zu große Eindringtiefe der Spitze zu zerstören.

Mit diesen erfüllten Anforderungen konnten einige technische und physikalische Probleme gelöst werden. Allerdings sind diesem Aufbau Grenzen gesetzt. Aufgrund der bisherigen Erfahrungen sollte ein anderer Aufbau für zukünftige Untersuchungen von lokalen Widerständen folgende zusätzliche Eigenschaften besitzen:

1. Der Arbeitsbereich des Z-Piezos sollte größer sein, um höhere Dots als 30nm mit ausreichender Bildqualität abrastern zu können.
2. Um Leiterbahnen untersuchen zu können, wäre ein größerer laterale Rasterbereich als der des hier verwendeten STM's von maximal $500 * 500\text{nm}^2$ wünschenswert.

3. Eine große Hilfe wäre eine optische Kontrolle des Punktkontaktes mit Hilfe eines TEM-STM's oder SEM-STM's. Damit können z.B. die Einflüsse des Kriechens der Piezoelemente auf den Kontaktwiderstand besser abgeschätzt werden.
4. Das hier verwendete STM zeigt eine kleine laterale Drift in einem äußeren inhomogenen Magnetfeld. Diese Drift verursacht Änderungen des Kontaktwiderstandes, die von Magnetowiderstandsänderungen getrennt werden müssen. Daher sind zukünftige Messungen nur mit homogenen Magnetfeldern bzw. STM's, die durch Magnetfelder nicht beeinflusst werden, möglich.

5 Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurde ein bestehendes Beetle-STM so modifiziert, dass ortsauflösende Widerstandsmessungen von Nanostrukturen durchgeführt werden können. Dazu wurden Eingriffe in den elektronischen Schaltkreis vorgenommen, um externe Messgeräte zu integrieren. Für eine stabile Spannungsversorgung des Z-Piezoelementes wurde ein spezielles Netzgerät gebaut. Ein selbst geschriebenes Programm automatisiert das Messverfahren. Eine Programmänderung des STM-Programms Prodas durch die Firma Proscope ermöglicht zusätzlich das gezielte Steuern der STM-Spitze innerhalb des Bildfensters.

Als Nanostrukturen dienten Gold-Nanodots, die mittels EBL auf einer homogenen Goldschicht präpariert wurden. Die Goldschicht gewährleistet die rückseitige Kontaktierung der Dot, während über die STM-Spitze ein Strom eingepreßt wird.

Um geeignete STM-Spitzen für eine Widerstandsmessung bei möglichst geringer Verformung der Dot-Oberfläche zu erhalten, wurden verschiedene STM-Spitzen untersucht. Die Pt/Ir-Spitzen lassen sich schnell herstellen und können gut für atomare Auflösung verwendet werden, allerdings sind sie für das Abrastern von Nanostrukturen nur bedingt verwendbar. Ebenso sind die geschnittenen Goldspitzen aufgrund ihrer Geometrie zum Rastern nur eingeschränkt zu gebrauchen. Daraufhin wurden geätzte W-Spitzen getestet. Dafür wurde ein Ätzstand in Kombination mit einer Abschaltel Elektronik aufgebaut. Die so hergestellten Spitzen zeigen die notwendigen Voraussetzungen, wie z.B. einen kleinen Krümmungsradius und einen kleinen Schaftdurchmesser, um Nanostrukturen abrastern zu können.

Desweiteren wurden die Rastereigenschaften des verwendeten STM-Systems untersucht. Dabei stellte sich heraus, dass das STM bei abgerasterten Dots mit einer Höhe von 30 nm die Höhenangaben falsch wiedergibt. Deshalb musste eine Möglichkeit gefunden werden, auch für große Höhenunterschiede das Z-Piezoelement zu kalibrieren. Eine weitere Untersuchung der Piezoeigenschaften ergibt, dass ein zeitabhängiges Kriechen und eine thermische Drift auftreten können. Diese werden für stabile Punktkontaktmessungen unterdrückt, indem die zeitlichen Spannungsänderungen am Z-Piezoelement klein gehalten und die Messungen im Hochvakuum durchgeführt werden.

Tests an einer Goldschicht mit einer W-Spitze zeigen, dass ein elektrischer

Kontakt mit geringem Übergangswiderstand hergestellt werden kann, ohne die Probe stark zu deformieren. Bei Verwendung einer Goldspitze und einer Goldschicht werden beim Herausziehen der Spitze aus der Probe die typischen Leitwertstufen beobachtet. Zu diesen ballistischen Punktkontakten wird ein Modell über die Kontaktgeometrie vorgestellt, welches die experimentellen Daten gut beschreibt.

Im weiteren wurde der Kontaktwiderstand zwischen einer W-Spitze und Gold-Dots näher untersucht. Es konnten Nanostrukturen mit einer STM-Spitze kontaktiert werden, ohne diese durch eine zu große Eindringtiefe zu zerstören. Der hergestellte Kontakt zeigt Ohmsches Verhalten. Gleichzeitig konnte der Widerstand für eine Messung des GMR-Widerstandes in der CPP-Geometrie zeitlich genügend stabil gehalten werden. Eine Abschätzung zeigt, dass eine übermäßige Erwärmung des kontaktierten Dots und des Kontaktes aufgrund der hohen Stromdichte ausgeschlossen werden kann.

Hiermit ist ein universelles Gerät vorgestellt worden, das gut geeignet ist, um orts aufgelöste Widerstandsmessungen durchzuführen. Durch Einbau eines STM mit einer größeren Bildweite in ein SEM könnten sehr gut auch Leiterbahnen oder andere Nanostrukturen untersucht werden [53]. Aufgrund des schwankenden Kontaktwiderstandes unterschiedlicher Kontakte in der Größenordnung von 10Ω ist es nicht möglich, den Absolutwiderstand von Strukturen mit geringem Widerstand (z.B. ein Golddot) zu messen. Neben den GMR-Systemen zeigen auch sogenannte TMR-Systeme (TMR, Tunneling Magneto Resistance) eine große Widerstandsänderung in Abhängigkeit von einem Magnetfeld. Diese Widerstandsänderung liegt je nach Schichtsystem, bei Zimmertemperatur in der Größenordnung von 40 % [46]. Aufgrund des im Vergleich zum Kontaktwiderstand relativ großen Tunnelwiderstandes dieser Systeme, könnten die Widerstände entsprechender Multilagedots mit dem STM auch absolut gemessen werden.

6 Anhang

Im folgenden soll aus dem Kontaktradius R (Kapitel 4.3.2) die Kontaktgeometrie in Abhängigkeit von der Verschiebung ΔZ mit einem einfachen Modell berechnet werden. In Abb. 78 ist dieses Kontaktmodell schematisch dargestellt. Die Elektroden haben den Konusöffnungswinkel Θ mit der Steigung a , den Kugelradius r und sind um den Betrag ΔZ ineinander geschoben. Aus diesen Parametern soll der Kontaktradius R der Kontaktfläche (roter Strich) in Abhängigkeit von der relativen Verschiebung ΔZ berechnet werden.

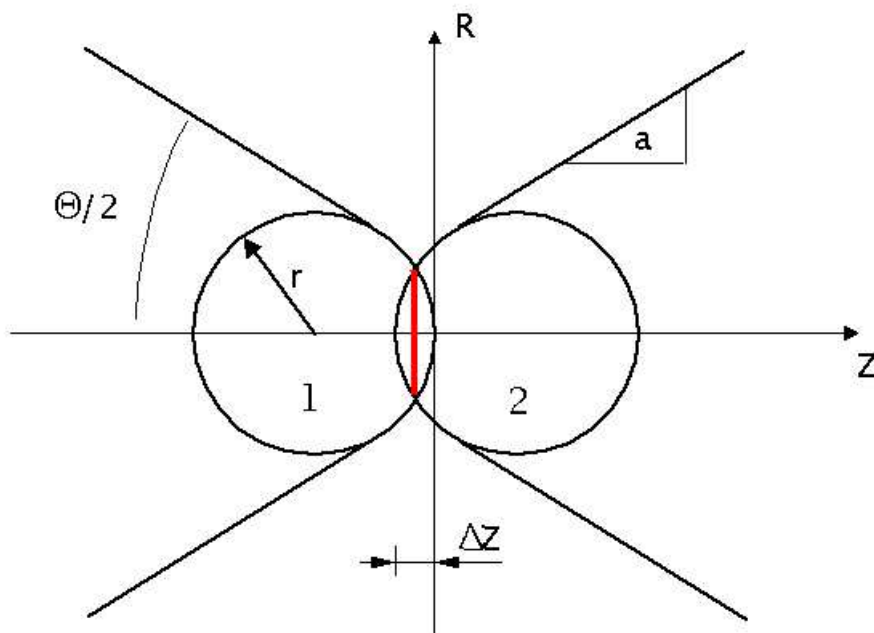


Abbildung 78: Kontaktmodell beim Herausziehen der Spitze: Die beiden Kontaktelektroden (Öffnungswinkel Θ) mit den aufgesetzten Halbkugeln (Radius r) sind um den Betrag ΔZ ineinander geschoben. Die kreisförmige Schnittfläche (Radius R) ist durch den roten Strich gekennzeichnet.

1. Radius der Kugelschnittfläche:

Mit der Annahme, dass die äußere Kugelform erhalten bleibt und die Kontaktelektroden identisch sind, gilt für den Radius der Schnittfläche für die linke Kugel 1 und die rechte Kugel 2:

$$R_1 = \sqrt{r^2 - (r + Z)^2} \quad (21)$$

$$R_2 = \sqrt{r^2 - (r - \Delta Z - Z)^2} \quad (22)$$

Aus der Bedingung $R = R_1 = R_2$ folgt $Z = \frac{-\Delta Z}{2}$ und damit:

$$R = \sqrt{r^2 - \left(r - \frac{\Delta Z}{2}\right)^2} \quad (23)$$

Das Anpassen dieser Funktion an den Radius nach Sharvin ermöglicht das Ermitteln des Elektrodenradius r als variablen Parameter.

2. Öffnungswinkel der Kegel:

Die Steigung des linearen Bereiches entspricht der halben Steigung der Kegelgeraden:

$$\frac{dR}{d\Delta Z} = \frac{a}{2} \quad (24)$$

Damit gilt für den Kontaktradius R :

$$R = \frac{a}{2} \cdot \Delta Z + const \quad (25)$$

Durch Anpassen dieser Geraden an den Kontaktradius R in Abhängigkeit von ΔZ mit dem Parametern a und der nicht weiter interessierenden Konstante $const$ kann der Öffnungswinkel Θ des Kegels berechnet werden:

$$\Theta = 2 \cdot \arctan(a) \quad (26)$$

Damit gilt für den Kontaktradius R :

$$R = \frac{1}{2} \cdot \tan\left(\frac{\Theta}{2}\right) \cdot \Delta Z + const \quad (27)$$

Somit kann der Radius nach Sharvin R in Abhängigkeit von der Verschiebung ΔZ in zwei Bereiche eingeteilt werden. Der erste, relativ schnell zunehmende Bereich kurz vor dem Abreißen des Kontaktes, kann dem kugelförmigen Apex mit dem Radius r und der zweite lineare Bereich dem Doppelkonus mit dem Öffnungswinkel Θ zugeordnet werden.

Literatur

- [1] B. Stahlmecke, Diplomarbeit an der Gerhard-Mercator-Universität Duisburg, August 2002
- [2] T. Kebe, Diplomarbeit an der Gerhard-Mercator-Universität Duisburg, November 2002
- [3] S. Tumanski, Thin Film Magnetoresistive Sensors, Institute of Physics Publishing
- [4] J-Ph Ansermet, J. Phys. Condens. Matter 10, p. 6027 (1998)
- [5] K. Nielsch, Doktorarbeit an der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg (2002)
- [6] K. Wellock et al., Phys. Rev. Lett. 60, p. 10291 (1999)
- [7] W. Vavra et al., Appl. Phys. Lett. 66, p. 2579 (1995)
- [8] A. Bietsch et al., J. Vac. Technol. B 18, p. 1160 (2000)
- [9] F. Houze et al., Appl. Phys. Lett. 69, p. 1975 (1996)
- [10] S. Theeuwes et al., Appl. Phys. Lett. 77, p. 2370 (2000)
- [11] http://ww.pi1.physik.uni-stuttgart.de/nhp/seminars/ss00/10_wellen_teilchen.pdf
- [12] Wiesendanger, Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy, Cambridge
- [13] J. Tersoff und D. R. Hamann, Phys. Rev. B 31 (1985), p. 805
- [14] G. Binnig et al., Phys. Rev. Lett. 49, p. 57 (1982)
- [15] Colton, Procedures in Scanning Probe Microscopies, Wiley
- [16] <http://www.physikinstrumente.com/tutorial/>
- [17] B. J. van Wees, Phys. Rev. Lett. 60, p.848 (1988)
- [18] E. Scheer et al., Phys. Rev. Lett. 78, p.3535 (1997)
- [19] A. I. Yanson, Doktorarbeit, Universität Leiden 2001

- [20] D. Erts et al, Phys. Rev. B 61, p. 12725 (2000)
- [21] Yu. V. Sharvin, Sov. Phys. JETP 21, p. 655 (1965)
- [22] M. Büttiker et al., Phys. Rev. B 31, p. 6207 (1985)
- [23] E. Scheer et al., Nature 394, p.154 (1998)
- [24] J. L. Costa-Krämer et al, Phys. Rev. B 55, p. 5416 (1997)
- [25] Y. Ooka et al., J. Magn. Magn. Mat. 226-230, p. 1848 (2001)
- [26] J. A. Torres et al, Phys. Rev. B 49, p. 16581 (1994)
- [27] A. M. Bratkovski et al, Phys. Rev. B 52, p. 5036 (1995)
- [28] H. Weinforth, Diplomarbeit an der Gerhard-Mercator-Universität Duisburg 1994
- [29] K. Besoke, Surf. Sci. 181 (1987), p. 145-153
- [30] A. Schummers, persönliche Auskunft
- [31] Bedienungsanleitung des Beetle-STM
- [32] S. Viera, IBM J. Res. Develop. 30, p.553
- [33] Firma IBS, Berlin (<http://www.ibs-magnet.de>)
- [34] Produktkatalog der Firma Allresist
- [35] J. P. Ibe et al, J. Vac. Sci. Technol. A 8, p. 3570 (1990)
- [36] Tipler, Physik, Spektrum
- [37] A. G. Scherbakov et al., Phys. Rev. B 53, p. 4054 (1996)
- [38] Ch. Kittel, Einführung in die Festkörperphysik, Oldenbourg Verlag München
- [39] W. B. Jian et al., Phys. Rev. B 59, p. 3168 (1999)
- [40] G. Rubio et al., Phys. Rev. Lett. 76, p. 2302 (1996)
- [41] M. Soerensen et al. Phys. Rev. B 57, p. 3283 (1998)

- [42] M. Okamoto et al, Phys. Rev. B 60, p. 7808 (1999)
- [43] K. Takayanagi et al. JEOL News Vol. 34E No. 1, p. 20 (1999)
- [44] H. Ohnishi et al, Nature 395, p. 780 (1998)
- [45] J. M. Ziman, Prinzipien der Festkörpertheorie, Verlag Harry Deutsch
- [46] R. C. O' Handley, Modern Magnetic Materials, Wiley
- [47] Ibach-Lüth, Festkörperphysik, Springer-Verlag
- [48] S. Friedrichowski, Dissertation an der Gerhard-Mercator-Universität Duisburg (1997)
- [49] R. Holm, Electric Contacts, Springer-Verlag (1967)
- [50] Kuchling, Taschenbuch der Physik
- [51] G. Reiss, 30. Ferienkurs des Instituts für Festkörperforschung (IFF), GMR Experimente (D3)
- [52] Tobias Hempel, persönliche Auskunft
- [53] A. Emundts et al., Review Of Scientific Instruments 72, p. 3546 (2001)