

Tieftemperatur- Rasterkraftmikroskopie auf antiferromagnetischen Übergangsmetalloxiden

Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
des Fachbereiches Physik
der Universität Hamburg

vorgelegt von
Shenja Mirko Langkat
aus Hamburg

Hamburg
2002

Gutachter der Dissertation:

Prof. Dr. R. Wiesendanger

Prof. Dr. R. L. Johnson

Gutachter der Disputation:

Prof. Dr. R. Wiesendanger

Prof. Dr. R. Anton

Datum der Disputation:

01.07.2002

Vorsitzender des Promotionsausschusses:

Prof. Dr. F.-W. Büßer

Inhaltsangabe

Die Dissertation beschreibt hochauflösende Messungen mit dynamischer Nichtkontakt-Rasterkraftmikroskopie bei tiefen Temperaturen auf NiO und MnO, wobei Fragen der Langzeitstabilität und die Möglichkeit der Messung von Austauschkräften im Vordergrund stehen.

In einem einführenden Kapitel wird auf die Grundprinzipien der Rasterensormethoden und speziell auf das Rasterkraftmikroskop sowie die damit messbaren Kräfte eingegangen.

Anschließend wird das von mir benutzte 3-Kammer-Vakuum- und Badkryostatsystem, sowie das Mikroskop beschrieben. Bei dem Mikroskop handelt es sich um einen Eigenbau, der über einen *insitu* Proben- und Spitzenwechselmechanismus, einen Probenverschiebetisch und über eine Widerstandsheizung innerhalb des Probenhalters verfügt. Als Detektionsmechanismus wird ein Glasfaser-Interferometer verwendet. Die minimale Messtemperatur liegt bei 10 K.

Sämtliche in dieser Arbeit gezeigten Ergebnisse wurden im dynamischen Nichtkontaktmodus bei tiefen Temperaturen gewonnen. Nur so konnte ein hohes Auflösungsvermögen sowie eine gute Langzeitstabilität erreicht werden.

Während auf MnO keine saubere (001)-Oberfläche präpariert werden konnte, gelang dies mit der NiO(001)-Oberfläche durch einfaches Spalten im Ultrahochvakuum. Auf NiO(001) gelangen atomar auflösende Messungen, welche die Abbildung von Stufenkanten, Adsorbaten und Punktdefekten beinhalten. Für die Messungen wurden anfänglich Silizium-Spitzen, später mit Eisen bedampfte (magnetische) Spitzen verwendet. Es zeigte sich, dass nur eine der beiden Atomsorten (Ni oder O) als Maximum abgebildet wird. $\Delta f(z)$ -spektroskopische Messungen über einem kleinen Bereich der Oberfläche waren aufgrund thermischer Drift leicht verzerrt, zeigten aber einen deutlichen Kontrast zwischen den atomaren Maxima- und Minima-Positionen.

Anhand der spektroskopischen Messungen wurde das Wechselwirkungspotential zwischen Spitze und Probe an unterschiedlichen atomaren Positionen untersucht. Die kurzreichweitigen Kräfte lassen sich durch ein Morse-Potential beschreiben. Dadurch können Bindungsenergien und Abfalllängen berechnet werden. Die spektroskopischen Messungen legen einen minimalen Spitze-Probe-Abstand von $\approx 0,3$ nm nahe. Obwohl bei diesem Abstand ein an-

tiferromagnetischer Kontrast durch Austauschwechselwirkung erwartet wird, der innerhalb der Auflösungsgrenze des Mikroskops liegt, war kein solcher Kontrast zu erkennen.

Abstract

The dissertation deals with high-resolution measurements with dynamic Non-contact Atomic Force Microscopy at low temperatures on NiO and MnO, whereby the main focus lays on the achievement of long-time stability and a feasibility evaluation about measuring exchange forces.

An introductory chapter gives a review of the basic principles of Scanning Probe Methods, especially of the Atomic Force Microscope and the forces that can be measured.

Afterwards the used 3-chamber-vacuum- and bath-cryostat-system, as well as the homebuilt microscope is described. The microscope provides an *insitu* tip and sample exchange mechanism, a sample coarse *xy*-stage and a resistive heater inside the sample holder. As the detection mechanism an all-fiber interferometer is used. The lowest operating temperature is around 10 K.

All the measurements shown in this work were obtained in the Non-contact mode at low temperatures. This assures the high-resolution capability and good long-time stability.

Whereas on MnO no clean (001)-surfaces could be prepared, this was possible with NiO(001)-surfaces by simple cleavage in ultra-high vacuum. On NiO(001) measurements with atomic resolution were achieved including the mapping of step edges, adsorbates and point defects. At the beginning the measurements were done using sputtered silicon tips, later on tips with a (magnetic) iron coating were used. It came out that only one of the two atom types (Ni or O) was imaged as a maximum. $\Delta f(z)$ -spectroscopic measurements over a small surface area were slightly distorted by thermal drift, but a contrast between atomic maxima and minima positions was clearly observable.

On the basis of the spectroscopic measurements the interaction potential between tip and sample was analyzed site-dependent. The short-range forces can be expressed by a Morse potential and binding energies as well as decay length are calculated. From the spectroscopic measurements one can deduce a minimal tip-sample-distance of $\approx 0,3$ nm. Although at this distance an anti-ferromagnetic contrast, based on exchange forces, is expected to be within the resolution limit of the microscope, no such contrast was detectable.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	2
2	Experimentelle Grundlagen	4
2.1	Allgemeines zur Rastersondenmikroskopie	4
2.2	Rasterkraftmikroskopie	5
2.2.1	Messprinzip & Auslenkungsdetektion	5
2.2.2	Betriebsmodi	6
2.3	Kräfte an Oberflächen	7
2.3.1	Langreichweitige Kräfte	7
2.3.2	Kurzreichweitige Kräfte	9
3	Experimenteller Aufbau	11
3.1	Gesamtsystem	11
3.1.1	Schwingungsisoliation	11
3.1.2	UHV-System und Kryostat	12
3.1.3	Proben- und Spitzentransfer	13
3.2	Präparations- und Analysegeräte	13
3.2.1	Ionenkanone	13
3.2.2	Verdampfer	14
3.2.3	Massenspektrometer	15
3.2.4	LEED/Auger-System	15
3.3	Mikroskop	15
3.4	Interferometer	18
3.5	AFM-Elektronik	20
4	Experimentelle Methoden	24
4.1	Nichtkontakt-Rasterkraftmikroskopie	24
4.1.1	Der Nichtkontaktmodus	24
4.1.2	Nichtkontakt-Spektroskopie	26
4.1.3	Theorie des Nichtkontakt-AFM	26
4.2	Messung von Austauschkräften	28
4.2.1	Theoretische Überlegungen	28
4.2.2	Experimentelle Voraussetzungen	31

4.3	Praktische Durchführung der Messungen	32
4.4	Messsonden, Spitzen- und Probenpräparation	33
4.5	Einfluss der Umgebungsbedingungen	35
4.5.1	Tiefe Temperaturen	35
4.5.2	Ultrahochvakuum	36
5	Messungen auf Übergangsmetalloxiden	37
5.1	Die Bedeutung von Übergangsmetalloxiden	37
5.2	Die Struktur von NiO und MnO, Superaustausch-Wechselwirkung	37
5.3	Die (001)-Oberflächen von NiO und MnO	39
5.4	NiO auf atomarer Skala	42
5.4.1	Messungen mit Si-Spitzen	42
5.4.2	Messungen mit magnetischen Spitzen	43
5.4.3	Defekte auf der NiO(001)-Oberfläche	46
5.4.4	Austauschwechselwirkung	48
5.5	Abstandsabhängige Messungen	50
5.5.1	XY-Bilder bei verschiedenen Abständen	50
5.5.2	Spektroskopische Untersuchungen	53
5.5.3	Überlegungen zur Drift	63
6	Zusammenfassung	69
	Literaturverzeichnis	71
A	Abkürzungsverzeichnis	77
B	Publikationen und Präsentationen	78
B.1	Publikationen	78
B.2	Konferenzbeiträge	78
B.2.1	Vorträge	78
B.2.2	Posterbeiträge	79
C	Technische Pläne	80

Kapitel 1

Einleitung

1959 hielt Richard Feynmann einen mittlerweile legendären Vortrag vor der American Physical Society mit dem Titel „There’s Plenty of Room at the Bottom“. In diesem Vortrag beschrieb er mit phänomenaler Weitsicht die Möglichkeit, Strukturen im Nanometerbereich zu erzeugen und zu untersuchen und stellte insbesondere für den Bereich der Informationstechnik die damit zu gewinnenden technischen Möglichkeiten heraus. In der Folgezeit konzentrierten sich viele Bereiche der Wissenschaft auf die Untersuchung immer kleinerer Strukturen. 40 Jahre später haben sich einige der kühnen Prognosen bestätigt, denn wir verfügen heute über Computer, deren Speicher und Geschwindigkeit zu damaliger Zeit unvorstellbar waren.

Von der *Nanotechnologie* (gr. nano = Zwerg) werden aber auch in Zukunft weitreichende Veränderungen in Technik und Wirtschaft erwartet. Allerdings ist die Nanotechnologie keine für sich allein stehende Technologie, sondern ein Oberbegriff für ein weites Feld von Einzeltechnologien, die wiederum das Potenzial besitzen, jede uns heute bekannte Technologie zumindest zu beeinflussen. Anwendungsnahe Technologiefelder liegen in den Bereichen Materialwissenschaft, Elektronik, Informationstechnik, Optik, Sensorik und Feinmechanik. Insgesamt verkörpern die eben beschriebenen Felder der anwendungsnahen Nanotechnik ein Umsatzpotenzial von 54 Mrd. Euro weltweit im Jahr 2001 mit schnell steigender Tendenz.

Hand in Hand mit den Technologien zur Herstellung kleinster Strukturen ging die Untersuchung dieser Strukturen voran, die auch als Nanoanalytik bezeichnet wird. Einen Quantensprung erlebte die Nanoanalytik durch die Entwicklung der Rastersondenmikroskopie in den 80’er Jahren, mit der erstmals einzelne Atome im Realraum abgebildet werden konnten. Ihren Erfolg verdanken die Rastersondormethoden vor allem der Möglichkeit, verschiedene Probeneigenschaften mit hoher Auflösung zu messen.

Die vorliegende Arbeit untersucht die Möglichkeit, den Spinzustand eines einzelnen Atoms in einer antiferromagnetischen Oberfläche mit einem *Rasterkraftmikroskop* (engl. Atomic Force Microscope, AFM) aufzulösen. Dies würde

die ultimative Grenze der Auflösung magnetischer Probeneigenschaften darstellen. Dieses Ziel wurde bereits mit *spin-polarisierter Rastertunnelmikroskopie* (engl. spin-polarized Scanning Tunneling Microscopy, SP-STM) [1] [2] erreicht, wobei diese Methode auf die Abbildung elektrisch leitfähiger Oberflächen begrenzt ist. Technologisch interessant ist die hohe Auflösung insbesondere für die Informationstechnik. Die Speicherdichte von Festplatten hat in den vergangenen drei Jahrzehnten enorm zugenommen, stößt aber in naher Zukunft an die superparamagnetische Grenze. Die Erkenntnisse, die aus der Untersuchung von magnetischen Wechselwirkungen zwischen den Spins einer Spitze und der Probe gewonnen werden, könnten eines Tages zu einer Art „Spin-Speicher“ führen. Der theoretische Gewinn an Speicherdichte könnte nochmals einen Faktor 10^4 gegenüber heutiger Technik ausmachen. In diesem Zusammenhang werden zunehmend magnetische Oxide als Materialien der Zukunft gehandelt. Als Teil komplexer Multilagensysteme führen sie oftmals zu hohen Magnetowiderstandseffekten und bilden zusätzlich einen inerten Abschluss gegen weitere Oxidation.

Kapitel 2

Experimentelle Grundlagen

2.1 Allgemeines zur Rastersondenmikroskopie

Rastersondenmikroskopie ist der Sammelbegriff für eine ganze Reihe von Mikroskoptypen, die in den letzten zwanzig Jahren entwickelt wurden. Sie sind allesamt Weiterentwicklungen des 1982 erstmals vorgestellten *Rastertunnelmikroskops* (engl. Scanning Tunneling Microscope, STM) [3]. Das Grundprinzip einer zeilenweisen Abtastung der zu untersuchenden Probe mit einer geeigneten Messsonde (im weiteren als Spitze bezeichnet) ist bei allen Mikroskopvarianten gleich, wobei eine abstandsabhängige Wechselwirkung zwischen Spitze und Probe über einen Regelkreis konstant gehalten wird. Der wesentliche Unterschied dieser Mikroskopiemethode gegenüber klassischen Systemen wie *Lichtmikroskop* und *Transmissionselektronenmikroskop* (TEM) ist die serielle Messung. Das Abbild der Oberfläche entsteht im Computer durch Speicherung der x,y,z -Koordinaten der Spitze während der Oberflächenabtastung. Die atomar exakte Abtastung der Oberfläche wird durch piezoelektrische Aktuatoren realisiert. Als erfolgreichstes Design hat sich ein röhrenförmiges Piezoelement (im folgenden als *Scanner* bezeichnet) etabliert, das eine Bewegung der Spitze in allen drei Raumrichtungen zulässt [4].

Die Unterschiede der einzelnen Rastersondenmikroskope liegen in der Art der Wechselwirkung zwischen Spitze und Probe. Im Rastertunnelmikroskop war dies ein Strom. Nach Anlegen einer Spannung und Annäherung von Spitze und Probe fließt aufgrund des quantenmechanischen Tunneleffekts ein Strom, bevor ein mechanischer Kontakt zu Stande kommt. In den anderen Mikroskopvarianten ist an die Stelle des Tunnelstroms eine Vielzahl von Wechselwirkungen getreten, mit denen die Spitze sensitiv auf verschiedene Materialeigenschaften wird. Zu diesen Wechselwirkungen zählen verschiedene Kräfte, wie z.B. elektrostatische Kräfte, Reibungskräfte, Kontaktkräfte, magnetische Kräfte, aber auch ganz andere Wechselwirkungen wie z. B. Kapazitäten oder der Wärmefluss [5]. Die meisten dieser Mikroskopvarianten basieren auf dem

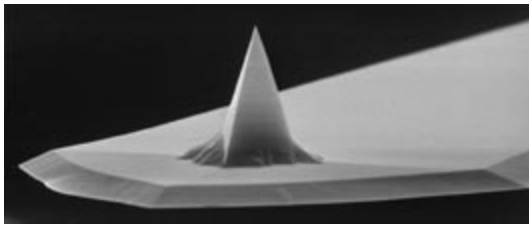


Abbildung 2.1: Die Spitze eines kommerziell hergestellten Si-Cantilevers. Abbildung entnommen von Nanosensors.

Rasterkraftmikroskop, das erstmals 1986 vorgestellt wurde [6] und im folgenden Abschnitt erläutert wird.

2.2 Rasterkraftmikroskopie

2.2.1 Messprinzip & Auslenkungsdetektion

Der Sensor eines Rasterkraftmikroskops ist eine mikrofabrizierte Blattfeder: der *Cantilever*. Ein Cantilever ist ein einseitig eingespannter Balken, der aus dotiertem Silizium oder Siliziumnitrid hergestellt wird [7][8]. Am vorderen Ende des Balkens befindet sich eine integrierte oder aufgeklebte Spitze (siehe Abb. 2.1). Treten Kräfte zwischen dieser Nanospitze und der Probe auf, verbiegt sich der Cantilever. Diese Verbiegung kann detektiert und für die Regelung des Spitze-Probe-Abstandes genutzt werden.

Neben dem Scanner ist der Detektionsmechanismus für die Cantileververbiegung die zweite wichtige Funktionseinheit in jedem AFM. In den Anfängen gab es hierfür noch verschiedene Methoden [9], wie z.B. die Detektion über einen Tunnelstrom oder die Veränderung der Kapazität. Heutzutage werden fast ausschließlich optische Methoden oder – falls das System sehr einfach aufgebaut werden soll – *piezoresistive Cantilever* eingesetzt. Piezoresistive Cantilever haben zwei Federarme, die einzeln elektrisch kontaktiert sind. Bei Verbiegung des Cantilevers ändern die Federarme ihren Widerstand, was eine einfache Detektion der Auslenkung ermöglicht.

Optische Methoden bieten ein sehr gutes Signal-zu-Rausch-Verhältnis über einen langen Bereich der Auslenkung. Zwei Verfahren werden derzeit benutzt: *Lichtzeigerablenkung* und *Interferometrische Detektion*. Bei der Lichtzeigerablenkung strahlt ein Laser in einem schrägen Winkel auf die Rückseite des Cantilevers, wird dort reflektiert und in die Mitte einer in Segmente aufgeteilten Photodiode gelenkt. Verbiegt sich der Cantilever, so verschiebt sich der Laserspot auf der Photodiode und erzeugt in den verschiedenen Segmenten unterschiedlich hohe Photoströme.

Die interferometrische Detektion verbindet die Vorteile eines äußerst sensitiven Detektionsmechanismus mit einer rein elektronischen Justierung. Da dieser Detektionsmechanismus keine Handgriffe am Mikroskop erfordert, ist er gut geeignet für die Anwendung in einem Tieftemperatur-Rasterkraftmikroskop,

das dauerhaft unter Ultrahochvakuum-Bedingungen (UHV) gehalten wird. Das genaue Funktionsprinzip wird im Kapitel 3.4 erklärt.

2.2.2 Betriebsmodi

Es gibt verschiedene Betriebsmodi, die man zum einen in Kontakt- und Nichtkontakt-Betriebsarten, zum anderen in statische und dynamische Betriebsarten unterscheiden kann (siehe Tabelle 2.1). Die Kontaktbetriebsarten sind durch einen (zeitweisen) mechanischen Kontakt zwischen Spitze und Probe gekennzeichnet, während bei Nichtkontaktbetriebsarten Spitze und Probe zwar sehr dicht angenähert werden, sich aber nicht berühren. Bei den dynamischen Betriebsarten wird der Cantilever vertikal moduliert und die Schwingungsamplituden sowie Frequenzen ausgewertet, während bei statischen Betriebsarten nur eine Verbiegung des Cantilevers durch die Probe hervorgerufen wird.

	statisch	dynamisch
Kontakt	Contact Mode AFM Frictional Force Micr. (FFM) Scanning Capacit. Micr. (SCM)	Tapping Mode AFM Pulsed Force Mode AFM [10]
Nichtkontakt	(Magnetic Force Micr. (MFM))	NonContact AFM (NC-AFM) (Magnetic Force Micr. (MFM)) (Electrostatic Force Micr. (EFM))

Tabelle 2.1: Die wichtigsten AFM-Betriebsmodi unterteilt nach grundsätzlichen Kriterien. Der NC-AFM Modus wird in Kapitel 4.1 beschrieben, zu den anderen Modi finden sich Beschreibungen in [5].

Historisch der erste (und auch einfachste) Betriebsmodus war der *statische Kontaktmodus*. Hierbei wird die Spitze im Kontakt über die Probe gerastert und der Spitze-Probe-Abstand jeweils so reguliert, dass die Durchbiegung des Cantilevers konstant bleibt. Auf diese Weise wird ein Bild der Oberfläche bei konstanter Auflagekraft der Spitze aufgenommen, was im wesentlichen die Topographie der Probenoberfläche widerspiegelt. Über die Durchbiegung des Cantilevers kann die Auflagekraft eingestellt werden. Typische Kräfte liegen hierbei im Bereich von nN.

Mit diesem Betriebsmodus gelang schon nach kurzer Zeit atomare Auflösung auf Kristallstrukturen wie Graphit [11]. Es zeigte sich jedoch, dass der Kontrastmechanismus nicht das Abfahren einzelner Atome ist, sondern vielmehr ein regelmäßiges Einhaken der Spitze in das Kristallgitter der Probe, was als *stick-slip-Bewegung* bezeichnet wird [12] [13]. Ursache hierfür sind starke adhäsive Kräfte zwischen Spitze und Probe im Kontaktbereich, die automatisch zu einer Kontaktfläche führen, die einige hundert Atome umfasst. Folglich wird zwar die Kristallsymmetrie korrekt abgebildet, einzelne Punktdefekte können jedoch nicht detektiert werden. Dies gelang erst nach Einführung des dynamischen Nichtkontaktmodus, der eine präzise Annäherung von Spitze und

Probe ohne einen direkten Kontakt ermöglicht. Dieser Modus wird in Kapitel 4.1 noch detaillierter vorgestellt.

2.3 Kräfte an Oberflächen

In der Natur kommen vier fundamentale Kraft-Wechselwirkungen vor. Für die Wechselwirkung einer feinen Spitze mit einer Oberfläche spielen die starke Kraft, die elektroschwache Kraft und die Gravitation quasi keine Rolle, so dass nur die elektromagnetische Kraft bleibt. Die elektromagnetische Kraft hat aufgrund der strukturellen und dynamischen Komplexität einer Oberfläche und einer Spitze verschiedene Anteile, die man mit uns geläufigeren Kräften ausdrücken kann. Generell lassen sich die Kräfte in langreichweitige und kurzreichweitige unterteilen, wobei hier mit kurzreichweitigen solche gemeint sind, deren Wirkungsgrad sich auf Längenskalen von wenigen Atomabständen beschränkt. Die Kräfte, welche für die Messungen in dieser Arbeit von Bedeutung sind, sollen im folgenden kurz erläutert werden.

2.3.1 Langreichweitige Kräfte

Van-der-Waals-Kraft

Van-der-Waals-Kräfte existieren zwischen sämtlichen Atomen und Molekülen und entstehen aufgrund von Dipol-Dipol Wechselwirkungen. Moleküle können permanente Dipole aufweisen und auch in nicht-polaren Atomen ein Dipolmoment induzieren. Nicht-polare Atome bauen durch kurzzeitige Ladungsfluktuationen ein Dipolmoment auf und erzeugen somit auch van-der-Waals-Kräfte zwischen nicht-polaren Atomen. Für die Wechselwirkung von zwei nicht-polaren Atomen besteht eine Distanzabhängigkeit von $1/z^6$. Dies lässt sich einfach durch die Art der Dipol-Wechselwirkung verstehen. Ein durch Ladungsfluktuation momentan entstandener Dipol p_1 erzeugt am Ort seines Nachbarn im Abstand r ein elektrisches Feld $\epsilon \sim p_1/z^3$, das über die Polarisierbarkeit α des dort befindlichen Atoms oder Moleküls an diesem ein Dipolmoment $p_2 \sim \alpha p_1/z^3$ induziert. Weil das Potential dieses Dipols im Feld proportional zu ϵ und p_2 ist, folgt damit für den bindenden Anteil der van-der-Waals-Wechselwirkung eine Abstandsabhängigkeit der Form $1/z^6$. Für größere Abstände (im Vakuum ab ≈ 5 nm) spielen Retardierungseffekte eine Rolle und führen zu einer stärkeren Abnahme des Wechselwirkungspotentials bis zu $1/z^7$ [14]. Die Wechselwirkung zwischen makroskopischen Körpern hängt von deren Geometrie ab. Näherungsweise kann diese Wechselwirkung durch Integration über das Volumen der beiden Körper berechnet werden¹. Für den Fall einer

¹Da sich die Dipolmomente alle gegenseitig beeinflussen ist eine Integration streng genommen nicht erlaubt. Der Fehler ist jedoch meistens kleiner als 20 % [14].

kugelförmigen Spitze mit Radius R über einer unendlich ausgedehnten ebenen Oberfläche mit kleinstem Abstand z ergibt sich mit der nichtretardierten Näherung

$$V_{\text{vdW,sphere}} \approx -\frac{HR}{6z} \quad (2.1)$$

und damit für die Kraft

$$F_{\text{vdW,sphere}} = -\frac{\partial V_{\text{vdW}}}{\partial z} \approx \frac{HR}{6z^2}, \quad (2.2)$$

wobei H die Hamaker-Konstante ist. H ist materialspezifisch und liegt für fast alle Festkörperkombinationen im Bereich $(0, 4 - 4) \times 10^{-19}$ J. Im Fall einer konischen oder pyramidalen Spitze ergibt sich für die Kräfte [40]

$$F_{\text{vdW,cone}} \approx \frac{H \tan^2(\alpha/2)}{6z} \quad (2.3)$$

$$F_{\text{vdW,pyram}} \approx \frac{2H \tan^2(\alpha/2)}{3\pi z}, \quad (2.4)$$

wobei α den vollen Öffnungswinkel der Spitze darstellt.

Elektrostatische Kraft

Elektrostatische Kräfte entstehen zwischen freien oder gebundenen Ladungen aufgrund von Coulomb-Wechselwirkungen. Sie setzen sich aus einem coulomb-schen und einem kapazitiven Anteil zusammen:

$$F_{\text{elstat}} = F_{\text{coul}} + F_{\text{kap}} = \frac{q_s q_p}{4\pi\epsilon_0 z^2} + \frac{U^2}{2} \frac{\partial C}{\partial z} \quad (2.5)$$

Hierbei sind q_s und q_p die Ladungen auf der Spitze und der Probe, ϵ_0 die elektrische Feldkonstante, U die Potentialdifferenz zwischen Spitze und Probe und C die Kapazität des Spitze-Probe-Systems. Falls die Spitze oder die Probe elektrisch leitend ist, so ist die Ladung in der leitenden Komponente durch die Bildladung der anderen Komponente gegeben. Da sämtliche Messungen in dieser Arbeit mit leitenden Spitzen vorgenommen wurden, gilt $q_s = -(CU + q_p)$, so dass Gleichung 2.5 folgende Form annimmt:

$$F_{\text{elstat}} = -\frac{(-q_p)q}{4\pi\epsilon_0 z^2} - \frac{q_p CU}{4\pi\epsilon_0 z^2} + \frac{U^2}{2} \frac{\partial C}{\partial z}, \quad (2.6)$$

wobei der Index p auch durch q ersetzt werden könnte, da sich in jedem Fall Ladung und Bildladung gegenüberstehen. Die Spannung U setzt sich zusammen aus einer angelegten Spannung U_{Bias} und der Kontaktpotentialdifferenz U_{KP} , die wiederum durch unterschiedliche Austrittsarbeiten in Spitze und Probe entsteht. Der erste Term kennzeichnet die Coulomb-Wechselwirkung zwischen

unbeweglichen Ladungen (und deren Bildladung) in Isolatoren und ist immer attraktiv. Der zweite (Misch-)Term stellt die Wechselwirkung zwischen einer unbeweglichen Ladung und einer induzierten Ladung $Q = CU$ dar und kann attraktiv oder repulsiv sein. Der dritte Term ist die Wechselwirkung zwischen den durch die Spannung U induzierten Ladungen und ist immer attraktiv. Die Summe aus zweitem und drittem Term kann in der Regel sehr klein gemacht werden, indem $U_{\text{Bias}} = -U_{\text{KP}}$ gesetzt wird.

Die Coulomb-Wechselwirkung einzelner Ladungen ist immer sehr langreichweitig. In polaren Kristallstrukturen, in denen sich positive und negative Ladungen makroskopisch ausgleichen, entsteht durch Integration aller Ladungen eine exponentiell abfallende und somit kurzreichweitige Wechselwirkung. Diese Wechselwirkung zeigt einen Kontrast zwischen negativen und positiven Atomen, der sogar bildgebend sein kann.

Magnetostatische Kraft

Magnetostatische Kräfte entstehen zwischen magnetischen Proben mit einem Streufeld \vec{H} und einer magnetischen Spitze, die vereinfacht als magnetischer Dipol \vec{m} dargestellt wird. Die Kraft ergibt sich dann als negativer Gradient der magnetischen Energie, also:

$$\vec{F}_{\text{magstat}} = \nabla \mu_0 (\vec{m} \cdot \vec{H}) \quad (2.7)$$

Die mit einem AFM messbare z -Komponente beträgt folglich:

$$F_{\text{magstat},z} = \mu_0 \sum_{i=1}^3 m_i \frac{\partial H_i}{\partial z} \quad (2.8)$$

2.3.2 Kurzreichweitige Kräfte

Kurzreichweitige Kräfte wechselwirken nur mit den vordersten Spitzenatomen und sind daher notwendig, um einen atomaren Kontrast zu erhalten. Die wichtigsten kurzreichweitigen Kräfte sind:

- **Chemische Bindungen**

Wenn sich Spitze und Probe soweit nähern, dass die Elektronenorbitale überlappen, können chemische Bindungen entstehen, die immer attraktiv sind. Es handelt sich dabei um ionische oder kovalente Bindungen, wobei letztere eine Richtungsabhängigkeit aufweisen. Für die Messung mit einer Siliziumspitze auf Si(111)-(7×7) wurden kovalente Bindungen als kontrastbildend auf atomarer Skala vorgeschlagen [15] und später experimentell bestätigt durch Messungen, in denen aufgrund der Richtungsabhängigkeit der $3sp^3$ Hybrid-Orbitale einzelne Si-Atome eine Struktur zeigten [16].

- **Pauli- und Kernabstoßung**

Neben attraktiven chemischen Bindungen treten auch starke repulsive Kräfte auf. Zunächst ist dies die Pauliabstoßung der Elektronen, so dass der Kontrast im Wesentlichen die totale Ladungsdichte der Oberfläche widerspiegelt [17]. Bei noch stärkerer Annäherung ist Kernabstoßung der Ionenrümpfe die stärkste repulsive Wechselwirkung.

- **Austauschkraft** Im Falle magnetischer Materialien treten zusätzliche spinabhängige Austauschkräfte auf. Die Energie dieser Wechselwirkung hat für zwei Atome i, j die allgemeine Form

$$U = -2J\vec{S}_i \cdot \vec{S}_j, \quad (2.9)$$

wobei J den „effektiven Heisenberg-Hamiltonoperator“ darstellt, der von dem Überlapp der Ladungsverteilungen beider Atome abhängt. Als Austauschenergie wird die Energiedifferenz zwischen paralleler und antiparalleler Ausrichtung der Spins bezeichnet. Die spinabhängige Austauschkraft ergibt sich daraus durch Bildung des negativen Gradienten.

Die kurzreichweitigen Kräfte können nur quantenmechanisch berechnet werden. Um diese Kräfte jedoch – ohne erheblichen Aufwand – quantitativ erfassen zu können, wird für die repulsiven Kräfte oftmals näherungsweise ein Exponentialgesetz $F_{\text{rep}} = C_{\text{exp}}e^{-(z/\alpha)}$ oder ein Potenzgesetz $F_{\text{rep}} = C_{\text{pot}}z^{-n}$ angewandt, wobei C_{exp} , C_{pot} , α und n empirische Konstanten sind. Größenordnungen für die Konstanten α und n sind $\alpha \sim 1 \text{ \AA}$ und $n \geq 8$. Ebenfalls lässt sich häufig ein *Morse-Potential* zur Beschreibung der kurzreichweitigen Wechselwirkungen benutzen. Das Morse-Potential findet Verwendung in der Molekül-Spektroskopie zur Beschreibung der kovalenten Wechselwirkung diatomiger Moleküle. Seine Form ist in Gl. 2.10 dargestellt.

$$U_{\text{Morse}}(z) = U_0 \left[\exp\left(-2\frac{z-z_0}{\lambda}\right) - 2\exp\left(-\frac{z-z_0}{\lambda}\right) \right] \quad (2.10)$$

Hierbei sind U_0 die Bindungsenergie, λ die Abfalllänge und z_0 der Gleichgewichtsabstand.

Sofern elektrostatische und chemische Wechselwirkungen keine Rolle spielen, wird die Wechselwirkung zwischen Spitze und Probe oftmals in Näherung durch das *Lennard-Jones-Potential* modelliert:

$$V_{\text{LJ}} = E_0 \left(\left(\frac{r_0}{z}\right)^{12} - 2\left(\frac{r_0}{z}\right)^6 \right). \quad (2.11)$$

Hierbei stellt E_0 die Bindungsenergie und r_0 den Gleichgewichtsabstand dar. Der erste Term beschreibt die kurzreichweitigen repulsiven Kräfte, der zweite Term ist die attraktive van-der-Waals-Kraft für eine einatomige Spitze.

Kapitel 3

Experimenteller Aufbau

3.1 Gesamtsystem

Das Gesamtsystem ist in den Dissertationen von W. Allers [18] und A. Schwarz [19] sowie in [20] schon ausführlich beschrieben, wobei das Mikroskop gegen ein von mir gebautes ausgetauscht und einige Änderungen am Vakuumsystem und der Messelektronik vorgenommen wurden. Ich konzentriere mich daher auf eine Zusammenfassung und auf Details, die in den genannten Veröffentlichungen zu kurz kamen.

3.1.1 Schwingungsisolierung

Die möglichst perfekte Entkopplung des Spitze-Probe-Systems von jeglichen mechanischen Störeinflüssen ist die wichtigste Voraussetzung für hochauflösende Messungen mit einem Rastersondenmikroskop. Eine solche Schwingungsisolierung besteht in der Regel aus mehreren Stufen, wobei Tiefpass- und Hochpassartige Stufen enthalten sind. Die erste Entkopplungsstufe ist bei diesem Experiment ein spezielles Fundament. Die gesamte Anlage befindet sich in einem Kellerraum auf einem 3,5 m × 2,9 m großen Zementblock, der nicht direkt mit dem übrigen Gebäude verbunden ist und somit effektiv Trittschall und Gebäudeschwingungen dämpft. In diesen Zementblock ist eine Vertiefung eingelassen, um den Kryostaten aufzunehmen. Die zweite Stufe ist ein pneumatischer Schwingungsdämpfungstisch¹, auf dem die gesamte Anlage ruht (siehe Abb. 3.1). Diese beiden Stufen haben tiefpassartigen Charakter mit einer Grenzfrequenz von ≈ 2 Hz. Der Kryostat, in dem sich das Mikroskop während der Messung befindet (siehe Abschnitt 3.1.2), ist durch einen Wellbalg von der restlichen UHV-Anlage vibrationstechnisch abgekoppelt. Des Weiteren sind sämtliche Hohlräume im Gerüst der Kammer sowie die Kabelkanäle zur Anlage mit Quarzsand aufgefüllt. Den Hochpass in der Schwingungsisolierung

¹Luftisolationssystem PD, Integrated Dynamics Engineering GmbH, Deutschland

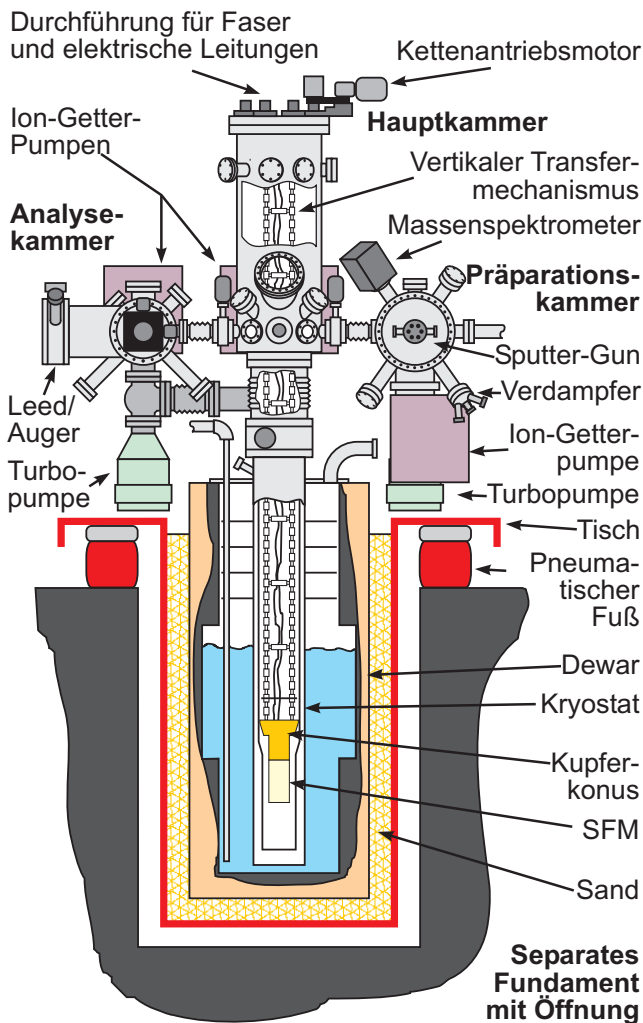


Abbildung 3.1: Schematische Ansicht der gesamten Anlage mit Blick von vorn.

bildet das Mikroskop selbst, das aus Keramiken aufgebaut ist und somit eine hohe Resonanzfrequenz hat.

3.1.2 UHV-System und Kryostat

Das UHV-System besteht aus drei miteinander verbundenen Kammern² und ist in Abb. 3.1 dargestellt. Eine Präparationskammer, über die Cantilever und Proben ein- und ausgeschleust werden können und die eine Ionenkanone und einen Elektronenstrahl-Verdampfer (siehe Abschnitt 3.2) zur Präparation der Cantilever zur Verfügung stellt. In der Mitte befindet sich die Hauptkammer. Sie enthält das an einer Kette hängende Mikroskop. Unterhalb der Hauptkammer befindet sich der Kryostat. Für Messungen bei tiefen Temperaturen wird das Mikroskop in den Kryostaten hinabgelassen. Die dritte UHV-Kammer

²Pink Vakuumtechnik GmbH, Deutschland

dient der Analyse. Sie enthält ein kombiniertes LEED³- und Auger-Elektronen-Spektroskopie-System (siehe Abschnitt 3.2). Derzeit wird in diese Kammer noch eine Elektronenstoßheizung eingebaut, mit der die Proben auf ca. 1200°C geheizt werden können.

Jede der drei Kammern ist mit einer vibrationslosen Ionengetterpumpe⁴ ausgestattet. Des weiteren befinden sich zwei Turbomolekularpumpen⁵ an der Anlage. Mit einer wird die Schleuse bzw. die Präparationskammer gepumpt, die andere hat über ein T-Stück Verbindung zur Haupt- und zur Analyse- kammer. Die Haupt- und die Analyse- kammer sind zusätzlich noch mit je einer Titansublimationspumpe⁶ ausgestattet.

3.1.3 Proben- und Spitzentransfer

Die zu untersuchenden Proben sowie die Cantilever werden auf spezielle Trägerplättchen aufgeklebt, die auf einem Transferblock durch alle drei UHV-Kammern geschoben und in der Hauptkammer mit Hilfe eines *Wobblestick*⁷ direkt in das Mikroskop eingesetzt werden können. In Abb. 3.2 ist eine Aufsicht auf die Kammern dargestellt. Man erkennt in dieser Abbildung, wie die Proben und Cantilever mittels zweier Drehschiebemanipulatoren und eines *xyz*-Manipulators transferiert werden können.

3.2 Präparations- und Analysegeräte

3.2.1 Ionenkanone

Die Präparationskammer ist mit einer Ionen-Sputter-Kanone⁸ ausgestattet. In dieser werden Edelgasatome (in diesem Fall Argon) durch beschleunigte Elektronen ionisiert und dann ebenfalls in einem Hochspannungsfeld variabler Größe beschleunigt [21]. Werden diese hochenergetischen Ionen auf ein Target gerichtet, schlagen sie Atome aus der Oberfläche heraus und können so zur Präparation von Spitzen und Proben benutzt werden. Ich habe die Ionenkanone benutzt, um die Spitzen aus Silizium von ihrer natürlichen Oxidschicht zu befreien.

³Low Energy Electron Diffraction

⁴VacIon Plus 150 & 300 (Starcell), Varian GmbH, Deutschland

⁵TMU 065 mit MZ 2T Membranvorpumpe, Pfeiffer Vacuum GmbH, Deutschland

⁶AML, Vertrieb Fisons, England

⁷Zangenwerkzeug in der Vakuumkammer, das von außen bedient werden kann.

⁸ISE 10, Omicron Vakuumphysik, Deutschland

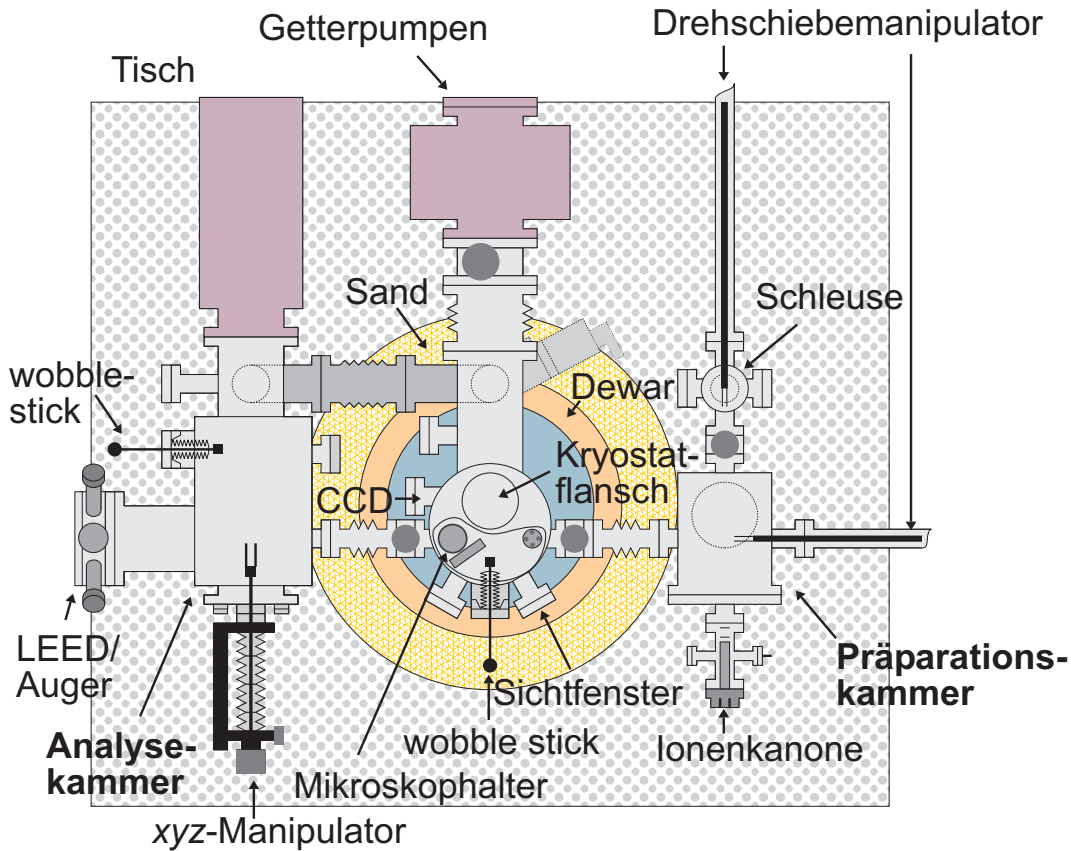


Abbildung 3.2: Schematische Ansicht der gesamten Anlage mit Blick von oben. Spitzen und Proben werden in der Schleuse direkt auf den Drehschiebemanipulator gesetzt und können von dort mit den Manipulatoren durch die Kammern transferiert werden.

3.2.2 Verdampfer

Für magnetische Messungen wurden die Spitzen nach dem Sputtern mit einer metallischen Schicht aus Eisen oder Nickel versehen. Dazu ist ein selbstgebauter Elektronenstrahlverdampfer [22] benutzt worden. Hierbei wird das zu verdampfende Metall durch Beschuss mit hochenergetischen Elektronen stark erhitzt bis es leicht schmilzt und verdampft. Die Abdampftrate kann über einen Ionenstrom gemessen werden. Dieser entsteht, da ein Teil der Metallatome ionisiert ist. Der Verdampfer ist zusätzlich mit einer Wasserkühlung ausgestattet, damit während der Aufdampfphase der Druck in der Kammer nicht zu sehr ansteigt.

3.2.3 Massenspektrometer

Die Präparationskammer ist mit einem Quadrupol-Massenspektrometer⁹ ausgestattet [23]. In diesem Gerät werden Restgasatome ionisiert und nach einer Beschleunigungsstrecke (~ 5 bis 15 V) durch eine von vier Polen umgebene Röhre geschickt. Die Pole werden so mit einem Gleich- und Wechselfeld betrieben, dass nur Ionen mit einem bestimmten Verhältnis von Masse zu Ladung die Röhre passieren können und am Ende auf einen Detektor treffen. Das Massenspektrometer ist hilfreich bei der Lecksuche an den UHV-Kammern und zur Überprüfung des Ausheizvorgangs durch Überwachung des H_2O -Peaks.

3.2.4 LEED/Auger-System

Hierbei handelt es sich um ein kombiniertes Gerät¹⁰, das sowohl LEED- (Low Energy Electron Diffraction) [24] als auch Auger-Spektroskopie-Messungen [25] ermöglicht. Beim LEED-System strahlen niederenergetische Elektronen im Bereich von $0,01$ bis 1 kV unter einem schrägen Winkel auf die Probenoberfläche. Auf einem fluoreszierenden Schirm kann dann ein Beugungsbild der reflektierten Elektronen beobachtet werden, das die kristallographische Struktur der Oberfläche widerspiegelt. Die Schärfe, Intensität und Anordnung der einzelnen LEED-Spots geben unter anderem Auskunft über die Oberflächenstruktur und deren Regelmäßigkeit.

Die Auger-Elektronen-Spektroskopie bietet hingegen die Möglichkeit einer chemischen Analyse der Oberfläche und ermöglicht damit die Kontrolle der Reinheit dieser Fläche. Dazu werden die Oberflächenatome durch Beschuss mit keV-Elektronen ionisiert, wobei ein Elektron niedriger Hauptquantenzahl das Atom verlässt. Den freigewordenen Platz nehmen Elektronen höherer Hauptquantenzahl ein, die dabei frei werdende Energie geht strahlungslos auf ein anderes Hüllenelektron über, welches das Atom verlässt. Die Energie dieser Elektronen hat diskrete atomspezifische Werte, über die der Atomkern identifiziert werden kann.

3.3 Mikroskop

Das Mikroskop entstand zum größten Teil während meiner Diplomarbeit. Der Aufbau ist detailliert in [26] beschrieben. Es erlaubt einen Proben- und Spitzenwechsel innerhalb des Vakuums und verfügt über eine $0,75$ Watt-Widerstandsheizung im Probenhalter des Mikroskops. Weiterhin ist das Mikroskop mit einem xy -Verschiebetisch ausgestattet, der eine laterale Verschiebung der Probe

⁹Transpector C100M und Quadrupol-Kombinationsmeßkopf, Leybold AG, Deutschland

¹⁰Spectaleed, Omicron Vakuumphysik, Deutschland

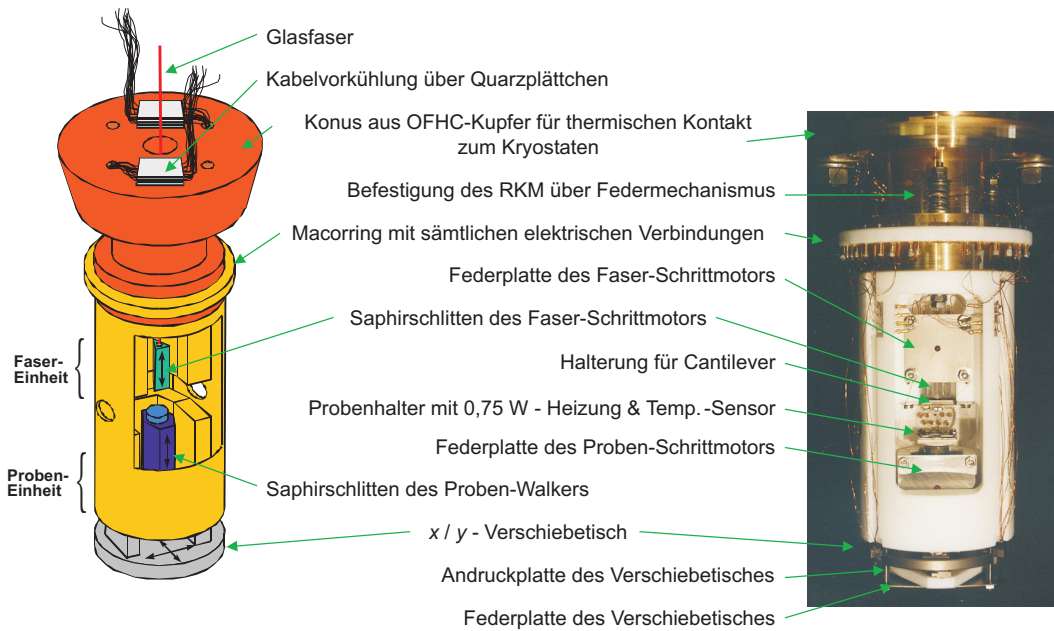


Abbildung 3.3: Schematische Ansicht und Abbildung des Mikroskops.

in einem Bereich von $3 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$ erlaubt.

Der Grundkörper des Mikroskops ist aus einem zylinderförmigen Block Macor mit einer Höhe von 10 cm und einem Durchmesser von 6 cm gefräst. Abbildung 3.3 gibt einen Überblick über die einzelnen Bauteile innerhalb des Mikroskops. Es verfügt über vier Schrittmotoren nach dem *Walker*-Prinzip [27] [28] und zwei Scanner. Ein Schrittmotor dient der Grobannäherung der Probe, ein weiterer der Grobannäherung des Glasfaserinterferometers (siehe Abschnitt 3.4) an den feststehenden Cantilever. Auf dem einen Scanner ist der Probenhalter montiert. Es wird also die Probe unter der feststehenden Spitze gerastert. Der andere Scanner dient zur exakten Positionierung des Glasfaserendes über der Rückseite des Cantilevers. Die anderen beiden Schrittmotoren erlauben eine laterale Verschiebung der Probe, um geeignete Bereiche für eine hochauflösende Messung herauszusuchen.

Sehr viel Wert wurde bei dem Mikroskop auf eine möglichst perfekte thermische Ankopplung aller relevanten Bauteile gelegt, um die Mikroskoptemperatur möglichst weit in Richtung der Minimaltemperatur von 4,2 K zu drücken. Dabei wurden fast alle in [19] und [26] diskutierten Verbesserungen ausgeführt. Im Einzelnen sind dies:

- **Original-Kupferkonus vom Kryostat-Hersteller¹¹**

Die Kühlleistung des Kryostaten wird über einen Kupferkonus an das Mikroskop weitergeleitet, welcher exakt in einen Gegenkonus des Kryo-

¹¹Oxford Instruments, England

stagen passt. Während für das von Schwarz und Allers [20] verwendete Mikroskop noch ein Nachbau verwendet wurde, habe ich wegen der optimalen Passform den vom Hersteller mitgelieferten Kupferkonus benutzt. Dieser hat zusätzlich aufgrund der Größe ein etwas höheres Gewicht von 5,8 kg.

- **Vergoldung und Politur des Kupferkonus**

Der Konus wurde weiterhin mit einer 1 μm dicken Goldschicht versehen und an den thermischen Kontaktflächen poliert. Dies schützt den Konus vor Oxidation und verbessert den thermischen Kontakt [29].

- **Optimale Ankopplung des Mikroskops an den Kupferkonus**

Die Kopffläche des Mikroskops wurde ebenfalls poliert und hat mit der vollen Fläche Kontakt zur Grundfläche des Kupferkonus. Damit das Mikroskop auch nach der Längenkontraktion durch Abkühlung einen guten thermischen Kontakt hat, wird es durch drei Federn mit einer Kraft von $3 \times 150 \text{ N}$ an den Konus gezogen.

- **Zusätzliche Strahlungsschilde**

Während das bisherige Mikroskop nur mit einem Strahlungsschild ausgestattet war, befinden sich jetzt vier Stück in einem Abstand von jeweils 6 cm über dem Kupferkonus. Auf diese Weise erreicht das unterste (entscheidende) Strahlungsschild eine niedrigere Temperatur.

- **Kabelkühlung**

Zum Betrieb des Mikroskops sind 50 Kabel notwendig, die an dem einen Ende Raumtemperatur und an dem anderen die Temperatur des Mikroskops haben und deshalb einen großen Wärmeeintrag liefern. Von diesen Kabeln sind 14 aus Kupfer mit einer spezifischen Wärmeleitfähigkeit von $\lambda_{\text{Cu}} = 384 \text{ W}/(\text{m} \times \text{K})$ bei 20° C [30] und 36 aus Manganin mit einer spezifischen Wärmeleitfähigkeit von $\lambda_{\text{Manganin}} = 22 \text{ W}/(\text{m} \times \text{K})$ bei 20° C [30]. Beide Kabeltypen sind mit Polyimid (Kapton) isoliert. Um diese Kabel effektiv vorzukühlen zu können, ist jedes einzelne Kabel an zwei Punkten mit starkem Druck an ein Tieftemperaturbad angekoppelt. Das erste Mal am obersten Strahlungsschild und ein zweites Mal direkt auf der Kopffläche des Kupferkonus. Damit die Kabel trotz des hohen Anpressdrucks an eine metallische Oberfläche noch hochspannungsfest sind, wurde bei der Kontaktfläche auf dem obersten Strahlungsplättchen ein 0,5 mm dickes Saphirplättchen und auf der unteren Kontaktfläche auf dem Cu-Block ein 0,5 mm dickes Quarzplättchen zwischen Kabel und Metallfläche gelegt. Kristalliner Saphir und Quarz haben bei sehr tiefen Temperaturen die höchste thermische Leitfähigkeit aller mir bekannten elektrischen Isolatoren. Unterhalb von 10 K hat Quarz eine höhere

thermische Leitfähigkeit, während oberhalb von 10 K Saphir besser geeignet ist [29]. Die Wärmeleitfähigkeiten sind bei tiefen Temperaturen stark temperaturabhängig. Zwischen 30 und 40 K, der Temperatur des obersten Strahlungsschildes, hat Saphir das Maximum seiner Wärmeleitfähigkeit von $\lambda_{\text{Saphir},35\text{K}} \approx 6000 \text{ W}/(\text{m}\times\text{K})$. Bei 8 K – ungefähr die Temperatur des Kupferkonus – hat Quarz das Maximum seiner Wärmeleitfähigkeit von $\lambda_{\text{Quarz},8\text{K}} \approx 1200 \text{ W}/(\text{m}\times\text{K})$.

Trotz dieser Verbesserungen ist die erreichte Minimaltemperatur nicht wie erwünscht gesunken. Im Messbetrieb betrug die kleinste Temperatur 9,2 K an der Konusunterseite und 9,5 K an der Probe, was nur einer Verbesserung von etwa 1 K entspricht. Abschließend muss man folgern, dass vermutlich der geringe Anpressdruck des Kupferkonus an den Gegenkonus eine zu geringe Kühlleistung liefert. Hierfür sprechen folgende Indizien:

- In einem Fall konnte eine deutlich geringere Temperatur von 6,5 K am Konus und 6,7 K an der Probe erreicht werden. Dies war möglich, nachdem das Mikroskop mit einer Temperatur von $\approx 120 \text{ K}$ in den Kryostaten gelassen wurde, der ungefähr bei Raumtemperatur war. Durch die anschließende Längenkontraktion des Kryostaten beim Abkühlen wurden Konus und Gegenkonus ineinander gepresst, so dass ein deutlich besserer thermischer Kontakt entstand.
- Bei einem ähnlichen System mit einem Kryostaten vom gleichen Hersteller betrug die Temperatur regelmäßig $\approx 7,5 \text{ K}$ [31] als der Konus nicht beschichtet war. Nach einer Silber-Beschichtung konnte die Temperatur unter 7 K gesenkt werden. Der wesentliche Unterschied der Systeme ist die Möglichkeit des anderen Systems mit einer zusätzlichen Kraft von 400 N den Konus in den Gegenkonus zu pressen.

3.4 Interferometer

Die Detektion der Cantileverauslenkung erfolgt über ein Glasfaser-Interferometer, dessen Funktionsprinzip [32][33] in Abb. 3.4 dargestellt ist. Dabei wird ein kohärenter, monochromatischer Laserstrahl¹² mit einer Wellenlänge von 780 nm über einen Faraday-Isolator¹³ in eine Glasfaser eingekoppelt. Der Faraday-Isolator verhindert durch Drehung der Polarisationssebene des Lichts und Verwendung von Polarisationsfiltern [34] eine Rückreflektion von Laserlicht in die Laserdiode, was diese zerstören würde. Hinter dem Faraday-Isolator befindet sich ein 2×2 - Teiler, ein faseroptischer Strahlungsteiler. Die Hälfte der

¹²Sony Laserdiode SLD201

¹³OZ-Optics Faradayisolator und Koppler

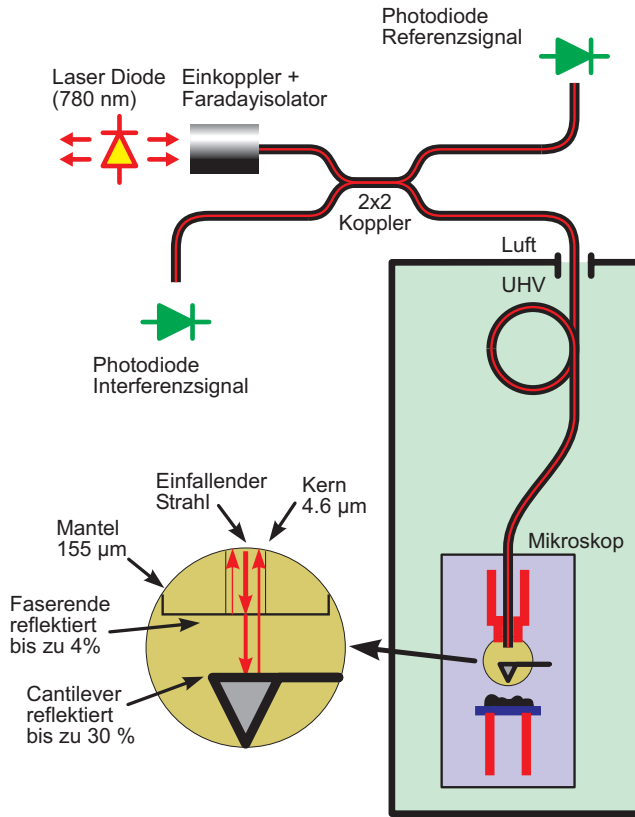


Abbildung 3.4: Funktionsprinzip des Glasfaserinterferometers.

Intensität wird hier in eine zweite Faser gekoppelt und mit einer Photodiode¹⁴ gemessen. Die andere Hälfte des Laserlichts läuft zum Faserende. Dieses ist am Ende eines Röhrenscanners befestigt und kann somit exakt über der Rückseite des Cantilevers in verschiedenen Abständen positioniert werden. Das Licht wird hier an zwei Ebenen reflektiert: zum einen am Glasfaserende und zum anderen am Cantilever. Das reflektierte Licht interferiert miteinander und enthält die Information über den Glasfaser-Cantilever-Abstand. Dieses Interferenzsignal wird über den 2×2 -Teiler in einen weiteren Faserarm gekoppelt und an dessen Ende mit einer Photodiode gemessen. Das Interferenzsignal ist maximal bei Cantilever-Glasfaserabständen

$$d_{\max} = n \frac{\lambda}{2}, n \in \mathbf{N} \quad (\text{konstruktive Interferenz}) \quad (3.1)$$

und minimal bei Abständen

$$d_{\min} = \left(n + \frac{1}{2}\right) \frac{\lambda}{2}, n \in \mathbf{N} \quad (\text{destruktive Interferenz}), \quad (3.2)$$

wobei λ die Wellenlänge von 780 nm ist. Der sensitivste Punkt befindet sich genau zwischen konstruktiver und destruktiver Interferenz, also bei den Abständen

$$d_{\text{sens}} = \left(\frac{n}{2} + \frac{1}{4}\right) \frac{\lambda}{2}, n \in \mathbf{N}. \quad (3.3)$$

¹⁴Philips Si-Photodiode BPF40

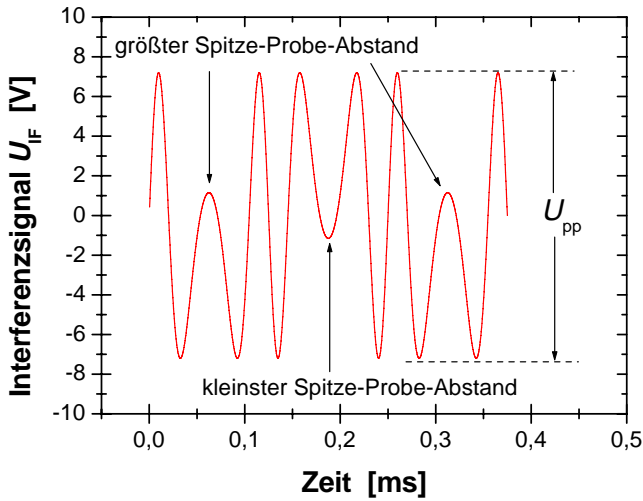


Abbildung 3.5: Interferenzsignal. Das Signal entsteht durch Anlegen einer 4 kHz Sinusschwingung an die z -Elektrode des Faserscanners. Die sensitivsten Punkte sind in diesem Fall durch $U_{\text{IF}} = 0$ V gegeben.

Experimentell eingestellt wird dieser Punkt, indem ein Sinussignal an die z -Elektrode des Faserscanners gelegt wird, so dass sich der Abstand zyklisch verändert. Das dadurch erhaltene Signal ist in Abb. 3.5 dargestellt. Anhand der Abbildung kann man sich schnell die Sensitivität im sensitivsten Punkt konstruieren. Das Signal kann durch

$$U_{\text{IF}} = U_{\text{Offset}} + \frac{U_{\text{pp}}}{2} \cos\left(\frac{4\pi d}{\lambda}\right) \quad (3.4)$$

ausgedrückt werden, wobei U_{pp} den elektrischen Spannungshub zwischen Minimum und Maximum bezeichnet. Die maximale Sensitivität s_{max} ist dann gegeben als Ableitung im sensitivsten Punkt d_{sens} :

$$s_{\text{max}} = \frac{\partial U_{\text{IF}}}{\partial d}(d_{\text{sens}}) = \pm \frac{2\pi U_{\text{pp}}}{\lambda}. \quad (3.5)$$

Das Vorzeichen der Sensitivität wechselt alternierend zwischen den benachbarten sensitivsten Punkten.

3.5 AFM-Elektronik

Die zur Steuerung des AFM benutzte Elektronik besteht aus mehreren Modulen, wobei einige kommerziell erhältlich sind, andere im Institut entwickelt wurden. Die wichtigsten Komponenten sollen hier kurz vorgestellt werden:

- **Amplitudenregler**

Bei Messungen im Nichtkontakt-Modus schwingt der Cantilever mit einstellbarer Amplitude bei seiner Resonanzfrequenz. Aufgrund von intrinsischer Dämpfung und Energiedissipation vom Cantilever in die Probe muss dem Cantilever Energie zugeführt werden, damit die Schwingungsamplitude erhalten bleibt. Diese Aufgabe übernimmt der Amplitudenregler. Dazu wird das Auslenkungssignal des Cantilevers über eine

Proportional-Integral-Regelschleife (PI-Regler) und einen Phasenschieber auf den Anregungspiezo für die Schwingung zurückgekoppelt. Der PI-Regler passt die Amplitude des rückgekoppelten Signals so an, dass die Schwingungsamplitude den einstellbaren Sollwert annimmt. Der Phasenschieber ist eine, über ein Zehngangpotentiometer einstellbare, elektronische Signalverzögerung, mit der die Phasenlage zwischen Schwingung und Anregung über die gesamten 360° eingestellt werden kann. Experimentell wird die Phase so eingestellt, dass die Anregungsamplitude ihr Minimum erreicht.

Das Prinzip des hier vorgestellten Amplitudenreglers wird häufig als *selbstangeregter Oszillator* bezeichnet im Unterschied zu den ebenfalls sehr gebräuchlichen Geräten, bei denen der Cantilever mit einer festgelegten Frequenz und Amplitude extern angeregt wird.

- **Phase Locked Loop**¹⁵

Der Phase Locked Loop (PLL) wandelt die Frequenzverschiebung $\Delta f = f - f_0$ in eine elektrische Spannung um. Dies geschieht nach dem in Abb. 3.6 dargestellten Prinzip. Herzstück des PLL ist ein spannungskontrollierter digitaler Oszillator (VCDO), dessen Frequenz von einer Kontrollspannung gesteuert wird. Dieser Oszillator schwingt zu jeder Zeit exakt mit der Frequenz des Cantilevers und einer Phasenverschiebung $\Phi = 90^\circ$. Diese Regelung geschieht auf folgende Weise: Zu Beginn der Messung wird die Frequenz des VCDO automatisch durchgestimmt, bis er exakt die Frequenz des Cantilevers getroffen hat. Das Ausgangssignal des VCDO f_{ref} wird mit dem Signal vom Cantilever f multipliziert. Die Multiplikation erzeugt eine Oszillation bei $f_{\text{ref}} + f = 2 \times f$, die zusätzlich einen Gleichspannungsanteil enthält. Der Gleichspannungsanteil $U_{\Delta f}$ ist proportional zu $A \cdot \cos(\Phi)$, wobei A die Amplitude der Eingangsschwingung ist. $U_{\Delta f}$ wird über einen Tiefpass und eine Verstärkerstufe herausgefiltert und stellt Δf dar.

Die Ausgangssituation mit $\Phi = 90^\circ$ erzeugt demnach eine Ausgangsspannung $U_{\Delta f} = 0$ V. Ändert sich die Frequenz f , so führt dies zu einer Änderung der Phase Φ . Wegen $U_{\Delta f} \sim A \cdot \cos(\Phi)$ resultiert daraus eine Änderung von $U_{\Delta f}$, so dass am Ausgang eine der Frequenzverschiebung Δf proportionale Spannung ausgegeben wird. Zusätzlich wird diese Spannung einem Regler zugeführt, der die Kontrollspannung für den VCDO so anpasst, dass dieser wieder mit der Frequenz f schwingt und die Phase Φ wieder konstant bleibt.

Der PLL zeichnet sich gegenüber einem analogen Gerät, das zu Beginn meiner Arbeit benutzt wurde [18], durch ein etwas geringeres Rauschen und durch die Langzeitstabilität aus. Das Rauschen in einer 3

¹⁵easyPLL, Nanosurf AG, Schweiz

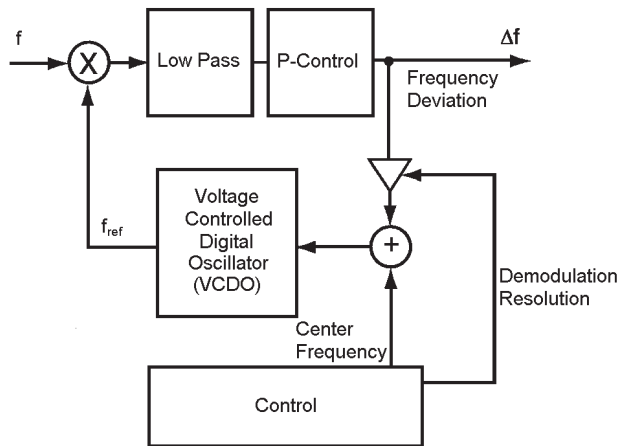


Abbildung 3.6: Funktionsprinzip des Phase Locked Loop. Abbildung entnommen aus der Bedienungsanleitung.

kHz-Bandbreite beträgt ca. $40 \text{ mHz}_{\text{RMS}}$ gegenüber $60 \text{ mHz}_{\text{RMS}}$ bei dem analogen Gerät und liegt damit über dem in Kapitel 4.5.1 berechneten Frequenzrauschen des Cantilevers bei 10 K. Das Rauschen des PLL ist daher wesentlich für die erreichbare Auflösung. Auch die Langzeitstabilität des PLL ist durch die Benutzung des digitalen Oszillators um ein Vielfaches besser. Bei einer Testmessung über 14,2 Stunden unter möglichst konstanten Bedingungen (über Nacht) und Speisung der beiden Geräte mit einem Quarz-stabilisierten Funktionsgenerator driftete das analoge Gerät um 16,8 Hz, während der PLL eine Drift von nur 33 mHz zeigte.

- **Datenerfassungssystem und Hochspannungsverstärker**

Das Datenerfassungssystem¹⁶ ist ein speziell für Rastersondenmikroskopie konzipiertes Transputersystem, in dessen Gehäuse zusätzlich die Hochspannungsverstärker für die Ansteuerung der Piezos integriert sind. Es enthält vier Mikroprozessoren (CPU), von denen 2 auf einer ISA-Karte innerhalb eines MS-DOS PC und die anderen zwei innerhalb des TOP-Systems lokalisiert sind. Die verschiedenen Prozessoren übernehmen verschiedene Aufgaben, so z.B. Steuerung des Mikroskops, Zwischenspeicherung der Daten, Aufbereitung der Bildschirmausgabe und Kommunikation mit dem PC. Abgespeichert werden die Messdaten auf der Festplatte des PC. Die Software besteht aus einem in OCCAM¹⁷ programmierten Teil, der auf dem Transputer läuft und einer in TurboPascal/TurboVision programmierten Bedienoberfläche, die auf dem PC abläuft. Diese Software wurde komplett am Institut entwickelt [35].

Das Datenerfassungssystem enthält acht Hochspannungsverstärker, die

¹⁶TOPSystem II, WA Electronics (jetzt Oxford Instruments), England

¹⁷Transputer-Programmiersprache, die eine teilautomatische Verteilung des Programms auf verschiedene Prozessoren ermöglicht.

Spannungen im Bereich -10 V bis $+10\text{ V}$ zwanzigfach verstärken. Fünf Hochspannungsverstärker dienen zur Steuerung des Probenscanners, die anderen drei steuern den Faserscanner. Weiterhin enthält das Gerät zwei 16-bit Analog-Digital-Wandler (ADC), mit denen beliebige Signale während der Messung aufgezeichnet werden können. In der Regel sind dies die z -Position des Scanners sowie die Frequenzverschiebung Δf . Das Datenerfassungssystem wurde von mir um zwei weitere ADC ergänzt und die Software entsprechend angepasst. Neben den internen Digital-Analog-Wandlern zur Erzeugung der Spannungen für den Probenscanner enthält das System noch einen weiteren programmierbaren Digital-Analog-Wandler, der die Spannungsrampen für die spektroskopischen Untersuchungen (siehe Kap. 5.5.2) liefert.

- **Feedback**

Statt des in der Original-Software des TOPSystem II integrierten Feedbacks zur Regelung des Spitze-Probe-Abstandes wurde ein externer analoger Feedback benutzt. Dieser enthält einen Proportional- und einen Integralregler, die jeweils mittels Zehngang-Potentiometers eingestellt werden können. Weiterhin enthält der Feedback einstellbare Verstärker für Eingangs- und Ausgangssignale. Damit eine hohe Verstärkung des Ausgangssignals für die Datenaufnahme eingestellt werden kann, verfügt der Feedback noch über eine Sample & Hold - Schaltung, mit der die aktuelle Spannung als negativer Offset addiert werden kann, um den Ausgang auf 0 V zu bringen. Die PI-Regler können auch über TTL-Signale geschaltet werden und es ist möglich, zu der Ausgangsspannung eine vom Transputer vorgegebene Spannung zu addieren. Dies ist erforderlich für eine automatisch ablaufende kontrollierte Spitzenannäherung (Approach), sowie für spektroskopische Untersuchungen.

- **Walker-Treiber**

Der Walker-Treiber erzeugt ein Spannungssignal, mit dem die Schrittmotoren im Mikroskop angesteuert werden. Da das Signal aus der Netzspannung ausgeschnitten wird, laufen die Schrittmotoren mit einer Frequenz von 50 Hz . Die Schrittmotoren können sowohl mit einer Handsteuerung als auch vom PC/Transputer gesteuert werden, womit eine automatische Annäherung von Spitze und Probe möglich wird.

Kapitel 4

Experimentelle Methoden

4.1 Nichtkontakt-Rasterkraftmikroskopie

4.1.1 Der Nichtkontaktmodus

Beim *Nichtkontaktmodus* [36] tritt (fast) kein Kontakt zwischen Spitze und Probe auf, er ermöglicht somit die zerstörungsfreie Abbildung beliebig weicher Oberflächen. Er erlaubt Messungen mit atomarer Auflösung, wie erstmals von Giessibl auf Si(111)-7×7 gezeigt [37]. Daher habe ich ausschließlich diesen Modus bei meinen Untersuchungen verwendet.

Hinter dem Nichtkontaktmodus steht die Idee, den Spitze-Probe-Abstand genau so zu wählen, dass die Spitze zwar deutlich attraktive Kräfte, wie z.B. van-der-Waals-Kräfte, elektrostatische Kräfte (siehe Kapitel 2.3) spürt, aber noch kein direkter Kontakt stattfindet, bei dem die atomare Konfiguration von Spitze oder Probe modifiziert werden könnte. Eine Voraussetzung hierfür ist, dass der maximale Kraftgradient der Spitze-Probe-Wechselwirkung $F_{\text{int}}(z)$ kleiner ist als die Federkonstante des Cantilevers c , also

$$\frac{\partial F_{\text{int}}}{\partial z} < c \text{ für alle } z \in \mathbf{R}^+, \quad (4.1)$$

da ansonsten bei Unterschreitung eines kritischen Abstandes die Spitze in die Probe gezogen würde (engl. „*Snap-in*“). Eine große Federkonstante des Cantilevers führt jedoch zu einer geringen Sensitivität, weshalb folgender Trick benutzt wird: Der Cantilever wird vor Annäherung an die Probe zur (vertikalen) Schwingung mit seiner Resonanzfrequenz f_0 angeregt. Hierfür wird meistens ein am Substrat des Cantilevers befestigtes piezoelektrisches Plättchen benutzt, das bei Anlegen einer Spannung seine Dicke verändert. Die Schwingungsamplitude wird über eine Regelstrecke konstant gehalten. Bei Annäherung der Spitze an die Probe wird das parabolische Federpotential, in dem sich die Spitze bewegt, zunehmend durch das Spitze-Proben-Potential gestört (siehe Abb. 4.1). Dies führt zu einer Änderung Δf der Resonanzfrequenz in

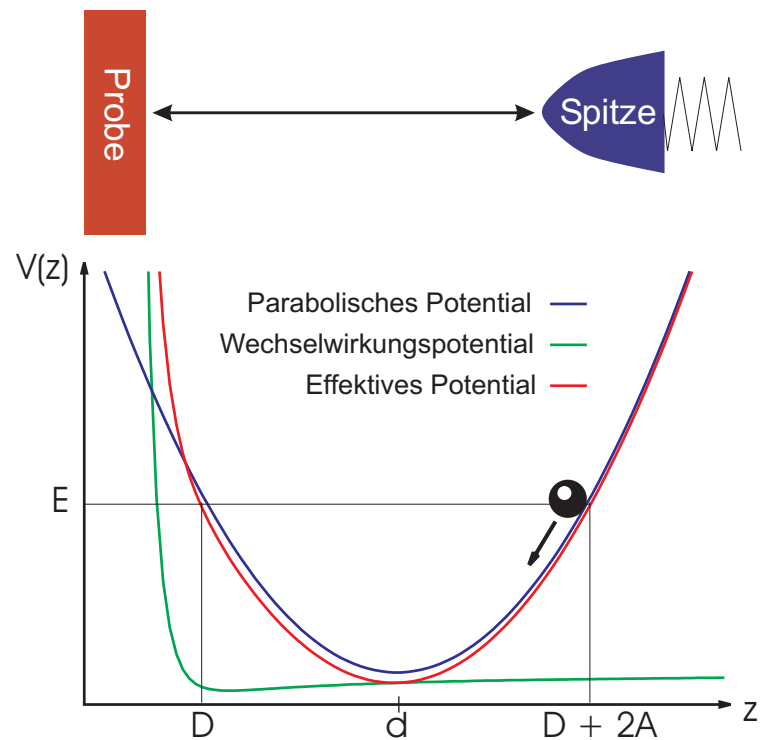


Abbildung 4.1: Die Spitze (die hier durch eine Kugel symbolisiert ist) bewegt sich in einem Potential, das sich aus dem Wechselwirkungspotential der Spitze mit der Oberfläche und dem parabolischen Potential des Cantilevers zusammensetzt.

der Form, dass sich die Resonanzfrequenz verringert, wenn sich die Spitze im Bereich des attraktiven Potentials bewegt. Bei weiterer Annäherung von Spitze und Probe wird das Potential stark repulsiv und die Resonanzfrequenz vergrößert sich. Dieser Bereich wird aber während der Messung vermieden, da die Spitze in direkten Kontakt mit der Oberfläche gerät und Modifikationen von Spitze und Probe sehr wahrscheinlich sind. Voraussetzung für diesen Messmodus sind Vakuumbedingungen, da nur hier genügend hohe Güten $Q > 10000$ der Cantileverschwingung vorkommen. Für solch hohe Güten kann folgende Näherung benutzt werden:

$$Q \approx \frac{f_0}{f_2 - f_1}, \quad (4.2)$$

wobei f_1 und f_2 die Frequenzen bezeichnen, bei denen die Schwingungsamplitude auf den $1/\sqrt{2}$ Teil der Amplitude bei f_0 abgefallen ist. Wie in Abschnitt 4.5.1 noch gezeigt wird, steigt mit der Güte auch die minimal detektierbare Frequenzverschiebung.

4.1.2 Nichtkontakt-Spektroskopie

Während die durch Rasterung der Oberfläche entstehenden Bilder lateral aufgelöste „Probeninformationen“ bei konstantem Spitze-Probe-Abstand liefern (xy -Bilder), erhält man durch spektroskopische Untersuchungen Abstands-aufgelöste Probeninformationen an einem Ort auf der Probe. Dazu wird die Spitze an einem spezifischen Ort über der Probe gehalten und nur ein Parameter systematisch verändert, während zeitgleich die Frequenzverschiebung Δf aufgezeichnet wird. Typischerweise wird der Spitze-Probe-Abstand z durchgeführt, wodurch sich eine $\Delta f(z)$ -Kurve ergibt, aber genauso aussagekräftig ist eine Messung in Abhängigkeit der Schwingungsamplitude A , wobei der Abstand zwischen Probe und der Cantilever-Halterung konstant bleibt. Man erhält dann eine $\Delta f(A)$ -Kurve, die den gleichen Informationsgehalt hat. Im Gegensatz zu den herkömmlichen Kraft-Distanz-Kurven treten hierbei keine Hysterese-Effekte durch den im vorangegangenen Abschnitt angesprochenen „snap in“ auf [40]. Es sind aber noch andere Spektroskopiekurven denkbar, wie z.B. eine $\Delta f(\text{Bias})$ -Kurve, bei der die Biasspannung zwischen Probe und Spitze systematisch durchgeführt wird. Damit lässt sich auf einfache Weise das Kontaktpotential bestimmen. Es ist die Biasspannung beim Minimum der parabelförmigen $\Delta f(\text{Bias})$ -Kurve.

Sowohl $\Delta f(z)$ - als auch $\Delta f(A)$ -Kurven haben qualitativ einen Verlauf, der dem Wechselwirkungspotential aus Abb. 4.1 ähnelt. Bei großen Spitze-Probe-Abständen ist $\Delta f = 0$. Mit abnehmenden Spitze-Probe-Abstand wird Δf zunehmend negativ bis zu einem Minimum in unmittelbarer Nähe der Probenoberfläche. Bei weiterer Annäherung der Spitze wird Δf sehr schnell positiv.

4.1.3 Theorie des Nichtkontakt-AFM

Die mit den Spektroskopiekurven gemessenen Δf -Werte haben zunächst physikalisch wenig Aussagekraft. Interessanter ist eine Rekonstruktion des Wechselwirkungspotentials U_{int} bzw. der Kraft $F_{\text{int}} = -\frac{\partial}{\partial z} U_{\text{int}}$ zwischen Spitze und Probe. Für diese Rekonstruktion gibt es verschiedene Ansätze:

Für den Grenzfall sehr kleiner Schwingungsamplituden¹ ist die Frequenzverschiebung unabhängig von der Amplitude und proportional zum Kraftgradienten. Es gilt dann [38]:

$$\Delta f \approx -\frac{f_0}{2c} \frac{\partial F_{\text{int}}(d)}{\partial z}. \quad (4.3)$$

Hierbei ist d der Spitze-Probe-Abstand bei nicht schwingendem Cantilever. Für die in dieser Arbeit benutzten Amplituden müssen aufwendigere Rechnungen zur Rekonstruktion des Wechselwirkungspotentials benutzt werden. Hölscher

¹Kleine Schwingungsamplituden sind gegeben, wenn sich die Wechselwirkungskraft über den gesamten Schwingungsbereich nur leicht verändert.

et al. fanden eine analytische Methode, um aus $\Delta f(A)$ -Kurven das Potential zu bestimmen [39]. Giessibl und Gotsmann et al. entwickelten Methoden, mit denen aus $\Delta f(z)$ -Kurven direkt die Wechselwirkungskraft gewonnen werden kann. Giessibl benutzt einen störungstheoretischen Ansatz [40] und entwickelt daraus ein Verfahren, um aus den diskreten Δf -Werten einer $\Delta f(z)$ -Kurve die diskreten Wechselwirkungskräfte zu berechnen [41]. Gotsmann et al. berechnen die Wechselwirkungskraft durch numerische Lösung der Bewegungsgleichung [42].

Dürig benutzt Variationsrechnung und erhält damit eine Gleichung, die mit großer Genauigkeit den Zusammenhang zwischen Frequenzverschiebung und Spitze-Probe-Kraft ausdrückt [43]:

$$\Delta f = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \frac{f_0}{cA^{3/2}} \int_D^{D+2A} \frac{F_{\text{int}}(z)}{\sqrt{z-D}} dz. \quad (4.4)$$

Dabei sind A die Schwingungsamplitude und D der kürzeste Spitze-Probe-Abstand. Die Kraft zwischen Spitze und Probe F_{int} wird über den gesamten Oszillationsweg der Spitze integriert. Allerdings tragen aufgrund des Gewichtungsfaktors $1/\sqrt{z-D}$ vor allem die Kräfte nahe der Probenoberfläche an der Stelle D zur Frequenzverschiebung bei. Ein NC-AFM ist daher besonders sensitiv auf kurzreichweitige Spitze-Probe-Kräfte, was die bemerkenswert gute Ortsauflösung trotz der relativ großen Oszillationsamplituden erklärt.

Eine Methode zur Bestimmung der Spitze-Probe-Kräfte aus der Frequenzverschiebung ist die Inversion des Integrals Gl. 4.4. Aufgrund seiner Abel'schen Form erhält man durch die Auflösung nach F_{int} die Gleichung [43] [44]

$$F_{\text{int}}(D) = \sqrt{2} \frac{cA^{3/2}}{f_0} \frac{\partial}{\partial D} \int_D^{D+2A} \frac{\Delta f(z)}{\sqrt{z-D}} dz, \quad (4.5)$$

die eine einfache und direkte Berechnung von F_{int} aus experimentell gemessenen Δf -Kurven ermöglicht. Die experimentellen Kraftkurven können dann durch bekannte Kraftgesetze beschrieben werden.

Die Gleichung 4.4 zeigt, dass – neben der Spitze-Probe-Wechselwirkung – Δf von den intrinsischen Eigenschaften des Cantilevers (Federkonstante c , Resonanzfrequenz f_0) und der Schwingungsamplitude A abhängt. Der Beitrag dieser Parameter kann einfach herausgerechnet werden, indem die normalisierte Frequenzverschiebung [40]

$$\gamma = \frac{\Delta f c A^{3/2}}{f_0} \quad (4.6)$$

benutzt wird, die nur noch von der Spitze-Probe-Wechselwirkung abhängig ist.

4.2 Messung von Austauschkräften

4.2.1 Theoretische Überlegungen

Ziel der Untersuchungen auf NiO ist die Messung der antiferromagnetischen Struktur im Realraum. Dies erfordert neben der atomaren Abbildung der Oberfläche zusätzlich die Detektion des Wechselwirkungskontrastes zwischen „spin-up“- und „spin-down“-Plätzen aufgrund von Austauschkräften. Diese Kräfte können zwar recht groß werden², sind aber im Vergleich zu den anderen kontrastgebenden Wechselwirkungen extrem kurzreichweitig. Bisher ist mir kein experimenteller Nachweis mit einem AFM bekannt. Es gibt jedoch theoretische Arbeiten, welche die Möglichkeit eines Austauschkraftmikroskops nahelegen.

- Erstmalig wird diese Idee von Wiesendanger et al. [45] erwähnt. Sie berechnen die Austauschkraft einer flächenförmigen CrO₂-Spitze über einer Cr(001)-Oberfläche und erhalten Werte von 0,01 bis 0,1 nN bei einem Abstand von 0,5 nm. Aus den berechneten Größen leiten sie die prinzipielle Messbarkeit von Austauschkräften mit einem AFM ab, wofür sie den Begriff *Exchange Force Microscopy* (EFM) prägen.
- Die erste umfangreichere Arbeit auf diesem Gebiet stammt von Mukasa et al. [46]. Sie benutzen ein eindimensionales Elektronen-Gas-Modell, d.h., Spitze und Probe bestehen jeweils aus einer Kette von Atomen in gleichen Abständen a , und es gibt delokalisierte s-Elektronen in dieser Kette. Da für Abstände $d \gg a$ praktisch kein direkter Überlapp der 3d-Wellenfunktionen vorhanden ist, berechnen sie die Austauschkraft über eine s-d-Wechselwirkung mit freien Elektronen, die durch die Vakuumbarriere zwischen Spitze und Probe tunneln. Insofern ist dieses Modell nur für Metalle gültig. Für die Materialkombinationen Fe/Fe und Co/Co berechnen sie die spinabhängige Austauschkraft zwischen allen Atomen der Spitze und Probe. Es zeigt sich, dass die mit Abstand stärkste Austauschkraft zwischen dem Spitzen- und Probenatom mit kleinstem Abstand besteht. Sie erhalten Werte in der Größenordnung 0,01 bis 0,1 nN für Abstände $d < 0,4$ nm. Aufgrund des exponentiellen Abfalls der Austauschkraft deuten sie an, dass der Spin einzelner Atome abgebildet werden könnte [47].
- Das Modell wurde von Nakamura et al. erweitert und berechnet abstandsabhängig mit einer *first-principles*-Methode die Austauschenergie zwischen zwei Eisenfilmen (001), die jeweils aus drei Monolagen bestehen [48]. Es ergeben sich Energien von einigen 10 meV. Die daraus bestimmte

²Austauschwechselwirkungen im Festkörper haben typischerweise Energien von 1 - 10 meV, während z.B. die magnetostatische Energie zwischen zwei Dipolen der Größe $1 \mu_B$ im Abstand von 0,1 nm nur $5,4 \times 10^{-5}$ eV beträgt.

spinabhängige Austauschkraft (pro Einheitszelle) liegt in der Größenordnung von bis zu 1 nN für Abstände $d < a$ und 0,01 nN bis 0,1 nN für $a < d < 1,7a$, wobei a die Fe-Gitterkonstante ($a = 0,283$ nm) ist. Unterschiede in der Austauschkraft zeigen sich auch bezüglich verschiedener lateraler Ausrichtung der beiden Filme (Atom über Atom oder Atom über Lücke). Diese Unterschiede in der Austauschkraft liegen ebenfalls in der Größenordnung von 1 nN bei Abständen $d < a$ [49] [50]. Bei solch kleinen Abständen kommt es bereits zu deutlichen Änderungen in der Ladungsträgerdichte der beiden Filme [51] [52]. Die d-Orbitale der benachbarten Atome haben einen deutlichen Überlapp. Folglich basiert für diese kleinen Abstände die Austauschkraft auf einem direkten Austausch, während für größere Abstände die von Mukasa angesprochene s-d-Wechselwirkung zum Tragen kommt und einen indirekten Austausch über den RKKY-Mechanismus³ ermöglicht.

- Anhand der errechneten Austauschenergien und -kräfte ($E_{\text{ex}} \approx 10$ meV, $F_{\text{ex}} \approx 0,1$ nN) lässt sich der dadurch hervorgerufene Topographiekontrast abschätzen [54]. Typische Parameter für Messungen mit atomarer Auflösung sind $\Delta E \approx 10$ eV, $\Delta F \approx 4$ nN bei $\Delta f \approx -70$ Hz und $A \approx 10$ nm (entnommen aus [39]). Diese Werte lassen sich in die Relation $\Delta f \propto \sqrt{\Delta E \Delta F}$ [55] einsetzen und führen auf einen durch Austauschwechselwirkung bedingten Frequenzkontrast von unter 1 Hz. Anhand von geeigneten $\Delta f(z)$ -Spektroskopien wie in Abb. 5.21a) lässt sich der dadurch erreichbare Topographiekontrast auf weniger als 5 pm bestimmen.
- Einen sehr ähnlichen Kontrast berechnen Ness et al. mit einem tight-binding Modell für den Fall einer pyramidalen Eisenspitze über einer Cr(001)-Oberfläche [56]. Sie berechnen explizit den Höhenunterschied zwischen paralleler und antiparalleler Ausrichtung⁴ bei konstant 1,5 nN Austausch-Wechselwirkung und erhalten Werte von 6 bis 7 pm.
- Die für die geplanten Messungen wichtigsten theoretischen Vorarbeiten kommen von Foster et al. [57] [58]. Sie benutzen ein vollständiges *ab initio*-Verfahren zur Berechnung des Potentials einer spinpolarisierten Spitze über den verschiedenen Oberflächenpositionen von NiO(001). Da sich die von mir verwendeten Fe- oder Ni-beschichteten Spitzen schwierig modellieren lassen, verwenden Foster et al. eine hypothetische Spitze, die aus einem H- bzw. einem Na-Atom mit ortsfestem Spin besteht. Die Spinrichtung wurde dabei (anti-)parallel zu den Ni-Atomen gewählt, um die

³RKKY=Ruderman - Kittel - Kasuya - Yosida: Wechselwirkung zwischen Ionen, vermittelt durch quasifreie Elektronen [53].

⁴Cr ist ein Antiferromagnet, wobei einzelne (001)-Ebenen für sich ferromagnetisch sind. Bei einer gestuften (001)-Oberfläche hat man also jeweils Ebenen mit entgegengesetzter Spinorientierung.

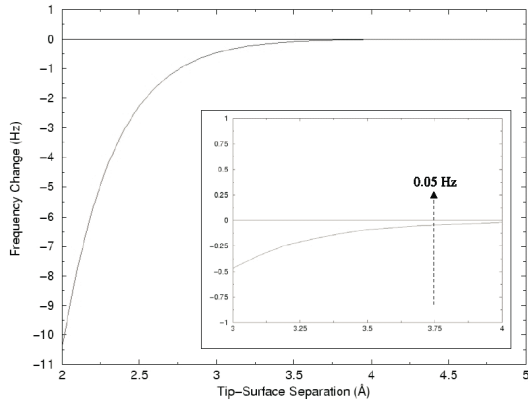


Abbildung 4.2: Frequenzkontrast aufgrund unterschiedlicher Austauschwechselwirkung über spin-up und spin-down Ni-Atomen, gemessen mit einer Spitze aus einem spinpolarisiertem H-Atom. Gekennzeichnet ist der Abstand, bei dem der Frequenzkontrast 50 mHz beträgt, was der Auflösungsgrenze des Mikroskops entspricht. Abbildung entnommen aus [58].

maximale Austauschwechselwirkung zu erzielen. Durch Differentiation erhalten sie die Kraft, von der nur der spinabhängige Anteil berücksichtigt wird. Anschließend berechnen sie den Frequenzkontrast in diesem Kraftfeld, wobei sie typische Cantilever- und Messparameter ($A = 6,7$ nm, $f_0 = 201$ kHz, $c = 37$ N/m) verwenden. Für den Fall einer spinpolarisierten H-Spitze ist der Frequenzkontrast in Abb. 4.2 dargestellt. Nimmt man als unterstes Limit der Frequenzauflösung 50 mHz an, was etwas über dem RMS-Rauschen des PLL liegt, darf der Spitze-Probe-Abstand nicht mehr als $3,75$ Å betragen, liegt also in der Größenordnung der Gitterkonstante von NiO.

Die Abb. 4.2 zeigt die extreme Kurzreichweitigkeit der Austauschkraft, wobei nicht klar ist, ob ein Abstand unter $3,75$ Å erreicht werden kann, da es eine hohe chemische Affinität zwischen Eisen und den Sauerstoffplätzen gibt [59]. Um den minimalen Abstand abschätzen zu können, haben Foster et al. die Kräfte verschiedener metallischer Spitzen über den Sauerstoffplätzen einer MgO-Oberfläche berechnet. Die Abb. 4.3 zeigt das Ergebnis für drei Metalle (Pd, Cu, Na) und ein hypothetisches Metall (M^*), das durch eine hohe Adsorptionsenergie von $-4,0$ eV gekennzeichnet ist. Während für die Metalle Pd, Cu und Na eine stetige Annäherung bis auf $2,5$ Å möglich ist, zeigt das Metall M^* bei $3,8$ Å einen Sprung in der Kraftkurve. Dieser Sprung wird durch eine Versetzung des O-Atoms um $0,8$ Å zur Spitze hervorgerufen. Da ein solcher Sprung eine massive Störung der Messung bewirkt, stellt $3,8$ Å die Grenze der Annäherung für das Metall M^* dar. Inwiefern quantitativ das von mir benutzte Fe bzw. Ni mit dem Metall M^* vergleichbar ist, lässt sich nicht einfach sagen. Die Rechnungen zeigen aber qualitativ, welche Schwierigkeiten bei der Messung auf oxidischen Oberflächen auftreten können.

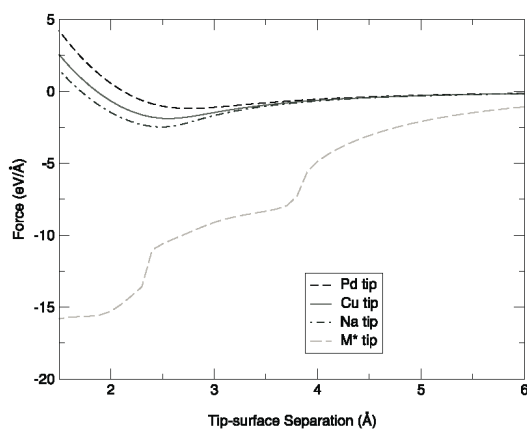


Abbildung 4.3: Kraft zwischen Spitze und Probe als Funktion des Abstandes für verschiedene Metalle. Bei M^* handelt es sich um ein hypothetisches, auf O stark adsorbierendes Metall. Die Abstände beziehen sich auf die Kristallposition des O-Atoms, ohne Relaxation. Abbildung entnommen aus [58].

4.2.2 Experimentelle Voraussetzungen

Da die Austausch-Wechselwirkung deutlich kleiner ist als jene Wechselwirkungen, welche die atomare Auflösung hervorbringen, erwarten wir im Topographie-Bild in erster Linie die atomare Korrugation zu sehen. Die Austausch-Wechselwirkung sollte dann einen zusätzlichen Beitrag liefern, der leichte Höhenunterschiede zwischen Atomen mit unterschiedlicher Spinrichtung zeigt. Damit dieser Effekt messbar wird, müssen folgende Bedingungen erfüllt sein:

1. **Wahre atomare Auflösung:** Prinzipiell muss das System aus Spitze, Mikroskop und Probe einzelne Atome abbilden können. Diese Forderung geht über die Abbildung der Kristallsymmetrie, wie sie im Kontaktmodus erreicht wird [11] [12] [13], hinaus.
2. **Benutzung einer magnetischen Spitze und möglichst parallele Einstellung der Spins von Spitze und Probe:** Austauschkräfte treten nur dann auf, wenn das vorderste Spitzenatom einen ortsfesten Spin hat. Damit der Kontrast zwischen den spin-up und spin-down Atomen maximal wird, muss die Richtung des Spins im vordersten Spitzenatom parallel bzw. antiparallel sein. Liegt zwischen den beiden Richtungen ein Winkel Θ , ist der Kontrast um den Faktor $\sin(\Theta)$ reduziert. Bei einer orthogonalen Ausrichtung würde der Kontrast folglich ganz verschwinden.
3. **Sehr kleiner Abstand zwischen Spitze und Probe:** Austauschkräfte treten erst auf, wenn ein nennenswerter Überlapp zwischen den Orbitalen auftritt, die das magnetische Moment der Atome tragen. Bei NiO sind dies die sehr lokalisierten d -Orbitale. Der Abstand zwischen Spitze und Probe muss daher eine ähnliche Größe wie der Abstand der Atome im NiO-Kristall haben.
4. **Ausreichendes Auflösungsvermögen des Mikroskops:** Wenn die ersten drei Punkte erfüllt sind ist noch unklar, ob die Auflösung des Mikroskops ausreicht, einen antiferromagnetischen Kontrast zu zeigen.

Im Kapitel 4.5.1 werden wir für den Cantilever bei tiefen Temperaturen ein Frequenzrauschen von $23 \text{ mHz}_{\text{RMS}}$ berechnen. Der PLL hat ein Grundrauschen von etwa $40 \text{ mHz}_{\text{RMS}}$. Dazu kommen weitere Rauschquellen, wie z.B. Phasen- und Leistungsrauschen der Laserdiode, mechanische Schwingungen des Mikroskops und Rauschen in den weiteren Elektronik-Komponenten. In dieser Größenordnung von 50 bis 100 mHz muss auch der antiferromagnetische Kontrast liegen. Eine genaue Grenze ist schwer anzugeben, da durch eine gute Datenauswertung auch kleinere Effekte erkennbar wären.

4.3 Praktische Durchführung der Messungen

Die xy -Bilder wurden allesamt im geregelten Betrieb aufgenommen. Dabei wird sowohl die Schwingungsamplitude als auch die Frequenzverschiebung über eigene PI-Regler konstant gehalten. Dieses Prinzip der zwei getrennten Regelkreise ist in Abb. 4.4 mit den wichtigsten elektronischen Komponenten skizziert. Üblicherweise werden sechs Bilder gleichzeitig aufgenommen: Im ersten Kanal die Topographie, also das Ausgangssignal des Reglers, der den Spitze-Probe-Abstand steuert. Im zweiten Kanal wird das Fehlersignal des Reglers aufgezeichnet, also die Abweichung der aktuellen Cantilever-Frequenz von seiner Sollfrequenz. Bei optimalen Reglereinstellungen sollte dieses Bild möglichst strukturlos sein. Der dritte Kanal wird für die Aufzeichnung der Anregungsamplitude für die Schwingung des Cantilevers benutzt. Dieses Bild spiegelt den Energieverlust (Energiedissipation) des Cantilevers während einer Schwingung wider und wird auch als Dissipationssignal bezeichnet. Für alle drei Kanäle wird sowohl das Bild beim Fahren der Spitze von links nach rechts (Trace), als auch der Rückweg (Retrace) aufgenommen.

Für die spektroskopischen Messungen wird der zu untersuchende Probenbereich zunächst in ein Gitter von $n \times n$ Punkten unterteilt (siehe Abb. 4.5). Eine automatische Software-Routine nimmt an allen Punkten eine Spektroskopiekurve auf, beginnend in der linken unteren Ecke und dann zeilenweise, bis die obere rechte Ecke erreicht ist. Im Fall von $\Delta f(z)$ -Kurven erhält man als Datensatz einen quaderförmigen Bereich über der Oberfläche, in dem für jeden Ort die Frequenzverschiebung des Cantilevers bekannt ist. Konkret sieht die Datenaufnahme für eine $\Delta f(z)$ -Kurve folgendermaßen aus:

1. Bei eingeschaltetem Feedback wird der laterale Ort für die Spektroskopiekurve angefahren.
2. Der Feedback wird ausgeschaltet.
3. Die Spitze wird zum Startpunkt der Spektroskopiekurve zurückgezogen.

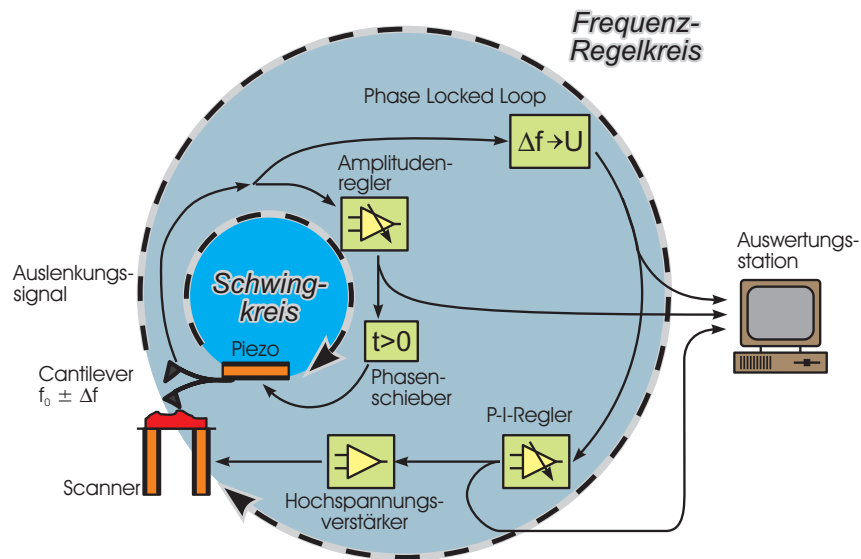


Abbildung 4.4: Messprinzip des NC-AFM mit konstanter Schwingungsamplitude. Das Auslenkungssignal vom Glasfaserinterferometer wird einem Regelkreis zugeführt, der die Schwingungsamplitude konstant hält und einem weiteren Regelkreis, der die Schwingungsfrequenz konstant hält.

4. Die eigentliche Spektroskopiekurve wird gefahren (Hin- und Rückweg, engl. Trace/Retrace).
5. Die Spitze wird wieder auf den ursprünglichen Abstand an die Probe herangefahren (Stabilisationspunkt).
6. Der Feedback wird eingeschaltet, weiter mit 1.

4.4 Messsonden, Spitzen- und Probenpräparation

Die von mir verwendeten Cantilever⁵ haben typischerweise die in Tabelle 4.1 aufgestellten Abmessungen und Eigenschaften. Mit dem Elastizitätsmodul $E = 1.69 \cdot 10^{11} \text{ N/m}^2$ von Silizium lässt sich die Federkonstante c aus den Abmessungen des Cantilevers berechnen [8]:

$$c = \frac{Ewt^3}{4l^3} \quad (4.7)$$

Da die Abmessungen der einzelnen Cantilever leicht schwanken (siehe Tabelle 4.1), die Resonanzfrequenz jedoch exakt bekannt ist, benutze ich eine Formel

⁵Nanosensors Pointprobe NCL, Nanosensors GmbH, Deutschland

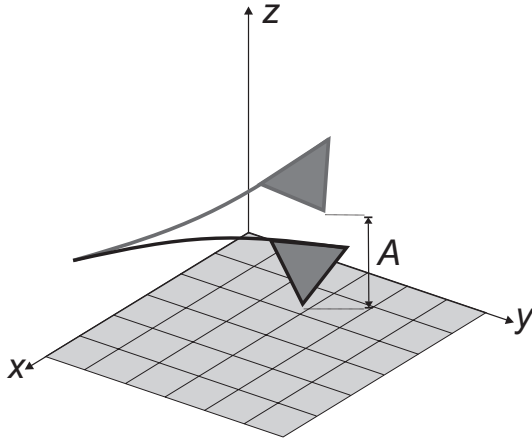


Abbildung 4.5: Das Prinzip der Spektroskopiefeld-Methode. Der Cantilever oszilliert mit einer Amplitude A nahe der Probenoberfläche und fährt systematisch einen quaderförmigen Bereich in x -, y - und z -Richtung ab.

von Sader et al. [60] [61], mit welcher der Bereich möglicher Federkonstanten etwas weiter eingeschränkt werden kann. Danach kann die Federkonstante auch folgendermaßen berechnet werden:

$$c = M_e \rho w t l \omega_0^2 \quad (4.8)$$

M_e ist die normalisierte effektive Masse und hat den Wert 0,2427 für $l/w > 5$. ρ ist die Dichte von Silizium $\rho = 2330 \text{ kg/m}^3$ und ω_0 die Resonanzkreisfrequenz des Cantilevers.

Eigenschaft	Variable	Wertebereich
Länge	l	224 μm
Breite	w	34 - 36 μm
Dicke	t	6,8 - 7,5 μm
Höhe d. Spitze	h	10 - 15 μm
Resonanzfrequenz	f_0	183 - 203 kHz
Federkonstante	c	40 - 57 N/m
spez. Widerstand		0,01 - 0,025 $\Omega \text{ cm}$

Tabelle 4.1: Die Eigenschaften der von mir verwendeten Cantilever. Es handelt sich dabei um Herstellerdaten.

Nach dem Einschleusen in die UHV-Kammer sind die Spitzen durch Ar-Ionenstrahl-Sputtern von ihrer Oxidschicht befreit worden. Für die magnetischen Messungen wurden daraufhin die Spitzen mit Eisen oder mit Nickel bedampft. Die Schichtdicken lagen dabei mit $\sim 10 \text{ nm}$ im Bereich des Spitzenradius.

Die Proben wurden vor dem Spalten an allen vier Seitenflächen mit $\approx 100 \text{ nm}$ Gold bedampft, das wiederum elektrischen Kontakt zum Probenträger hatte. Auf diese Weise ließen sich Probleme mit Oberflächenladungen reduzieren. Diese Technik ist auch von anderen angewendet worden [62]. Die Oberfläche wurde durch einfaches Spalten im UHV präpariert. Dazu wurde durch Ansägen des Kristalls eine Sollbruchstelle erzeugt und anschließend ein Cantilever-

Halter auf den Kristall geklebt. Dies ermöglicht ein Spalten in der Hauptkammer, indem der aufgeklebte Cantilever-Halter mit dem Wobble-Stick gegriffen und der Kristall dann gebrochen wird. Das überbleibende Bruchstück kann somit wieder aus der Kammer heraustransferiert werden, und der Zeitraum zwischen Spaltung und Einsetzen der Probe in das Mikroskop ist sehr gering.

4.5 Einfluss der Umgebungsbedingungen

4.5.1 Tiefe Temperaturen

Alle in dieser Arbeit vorgestellten Messungen wurden bei tiefen Temperaturen, also bei Kühlung mit flüssigem Helium (LHe) vorgenommen, obwohl ein Betrieb bei Raumtemperatur oder Kühlung mit flüssigem Stickstoff (LN₂) auch möglich ist. Die Kühlung mit LHe erfordert zwar einen erheblichen experimentellen Mehraufwand, bringt aber etliche Vorteile mit sich:

- **Geringeres Rauschen des Cantilevers**

Der Cantilever ist in guter Näherung ein System mit einem Freiheitsgrad und schwingt in diesem Freiheitsgrad prinzipiell mit einer thermischen Energie $E_{\text{th}} = \frac{1}{2}k_{\text{B}}T$. Bezogen auf den dynamischen Modus führt dies zu einem Frequenzrauschen der Form [36]

$$\delta f_{\text{RMS}} = \sqrt{\frac{k_{\text{B}}T f_0 B}{2\pi Q c \langle z_{\text{osc}}^2 \rangle}}. \quad (4.9)$$

Hierbei stellt B die Bandbreite des Systems und $\langle z_{\text{osc}}^2 \rangle$ das mittlere Amplitudenquadrat des selbstangeregten Oszillators, in guter Näherung also seine Schwingungsamplitude dar. Hieran erkennt man die Bedeutung der Temperatur für die Frequenzauflösung. Für typische Werte von $f_0 = 190$ kHz, $B = 3$ kHz, $Q = 10000$, $c = 50$ N/m und $z_{\text{osc}} = 7$ nm erhält man für Raumtemperatur (293 K) $\delta f_{\text{RMS}} = 122$ mHz und für die tiefste mit diesem Mikroskop erreichbare Temperatur (10 K) $\delta f_{\text{RMS}} = 23$ mHz. Wie in Kapitel 3.5 beschrieben, liegt damit bei tiefen Temperaturen das thermische Rauschen des Cantilevers unter dem Rauschen der Auswertelektronik.

- **Stabile Probe**

Bestimmte Proben, wie z.B. kondensierte Edelgase sind erst bei tiefen Temperaturen stabil und somit einer Untersuchung zugänglich.

- **Geringere thermische Drift**

Die für diese Arbeit durchgeführten Langzeitmessungen über einige Stunden machen es erforderlich, dass die unvermeidbare thermische Drift in

dem System weitestgehend minimiert wird. Die Ankopplung an ein Tieftemperaturbad verbessert die Langzeitstabilität gleich auf zwei Arten. Zum einen sind Temperaturschwankungen in dem System durch die Ankopplung an ein Bad konstanter Temperatur extrem reduziert, zum anderen sinkt der thermische Längenausdehnungskoeffizient bei tiefen Temperaturen stark ab, so dass Temperaturschwankungen deutlich kleinere Längenänderungen zur Folge haben.

- **Besseres Vakuum**

Die Kryostatwand wirkt als großflächige Kältefalle und verbessert den Druck damit um mindestens eine Größenordnung.

4.5.2 Ultrahochvakuum

Unter normalen Umgebungsbedingungen sind alle Oberflächen mit einem mikroskopischen Wasserfilm überzogen. Des weiteren reagieren die meisten chemisch reinen Oberflächen mit der Luft, am häufigsten durch Oxidation. Experimente auf atomar sauberen Oberflächen sind somit nur möglich, wenn Probenpräparation und Messung unter bestmöglichen Vakuumbedingungen stattfinden. Mit UHV-Technik sind Druckwerte von unter 1×10^{-8} Pa (1×10^{-10} mbar)⁶ möglich, bei denen Proben über Tage hinweg untersucht werden können, ohne nennenswert durch Adsorbate zu verschmutzen. Die Benutzung der Ultrahochvakuumtechnik erfordert jedoch experimentellen Mehraufwand. Sämtliche Flansche an der Vakuumkammer müssen dem CF-Typ⁷ entsprechen. Insbesondere bei der Auswahl aller Materialien für das Mikroskop und anderer Teile innerhalb der Kammer ist darauf zu achten, dass diese nur minimal ausgasen und Temperaturen von ca. 150° C problemlos überstehen. Dies ist notwendig, da nach dem Abpumpen der Kammer diese für einige Tage bei erhöhten Temperaturen von mindestens 120° C ausgeheizt werden muss. Durch den Ausheizprozess desorbiert Wasser von den Wänden, was bei Raumtemperatur nur über einen sehr langen Zeitraum geschehen und einen niedrigen Druck unmöglich machen würde.

⁶In dieser Arbeit wurden fast ausschließlich SI-Einheiten verwendet. Da in der Vakuumtechnik die Einheit mbar noch sehr verbreitet ist, habe ich sie an dieser Stelle mit aufgeführt.

⁷Die Maße sind in der ISO-Norm 3669 definiert.

Kapitel 5

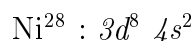
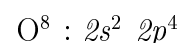
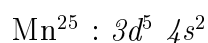
Messungen auf Übergangsmetalloxiden

5.1 Die Bedeutung von Übergangsmetalloxiden

Als Übergangsmetalle werden die Elemente zwischen der zweiten und dritten Hauptgruppe im Periodensystem bezeichnet¹. Die Elemente an dieser Stelle sind gekennzeichnet durch den Einbau von Elektronen in die $3d$ -, $4d$ - und $5d$ -Orbitale. Dies führt zu einer großen Spannbreite an elektrischen Eigenschaften der Übergangsmetalloxide. Sie reichen von Isolatoren über Halbleiter und Metalle bis hin zu den Hochtemperatursupraleitern auf Kupferoxidbasis (z.B. $\text{YB}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_5$). Es sind aber nicht nur die elektrischen, sondern auch die chemischen Eigenschaften, welche die Übergangsmetalloxide technologisch interessant machen. Die häufigsten Anwendungen liegen derzeit im Bereich der Katalyse (insbesondere als Oxidationskatalysator) und als Gassensoren.

5.2 Die Struktur von NiO und MnO, Superaustausch-Wechselwirkung

NiO und MnO haben sowohl kristallographisch als auch magnetisch recht ähnliche Eigenschaften, von denen einige in Tabelle 5.1 zusammengefasst sind. Die kristallographischen Eigenschaften lassen sich durch das einfache Modell eines ionischen Kristalls erklären. Dazu sei im Folgenden die Elektronenkonfiguration der äußeren Schalen dargestellt:



¹Hiervon ausgenommen sind natürlich die Lanthaniden und Actiniden.

	Struktur	Gitterkonstante	Relaxation	„Rumpling“	Néel-Temp.
NiO	fcc	4,168 Å	-0,7% bis -3%	-5% bis +5%	523 K
Quelle	[59]	[59]	[63]	[63]	[64]
MnO	fcc	4,445 Å	keine Angabe	keine Angabe	116 K
Quelle	[59]	[59]			[65]

Tabelle 5.1: In der Tabelle sind die für diese Arbeit interessanten Materialparameter aufgeführt. Die Relaxation ist definiert als $\frac{1}{2}(x^+ + x^-)$, Rumpling als $(x^- - x^+)$, wobei x^+ und x^- die Versetzung von Anion und Kation bezeichnen.

Im einfachsten Fall stellt man sich vor, dass ein oder zwei Elektronen aus der $3d$ -Schale des Metalls zu dem Sauerstoff wechseln. Dieses ionische Modell erklärt die Kristallstruktur der beiden Oxide. Sowohl NiO als auch MnO kristallisieren in der NaCl-Struktur, also einem kubisch flächenzentrierten Gitter mit zweiatomiger Basis. Die Gitterkonstante a beträgt bei NiO 4,168 Å und bei MnO 4,445 Å. Man würde erwarten, dass die verbleibenden $3d$ -Elektronen ein Leitungsband bilden. Dies ist aber nicht der Fall. Vielmehr sind die $3d$ -Elektronen stark lokalisiert und machen die Kristalle zu Isolatoren mit einer Bandlücke von $\approx 4,3$ eV für NiO [66] und $\approx 3,6$ eV für MnO [65]. Aufgrund der starken Lokalisation der $3d$ -Elektronen ist die direkte Austausch-Wechselwirkung zwischen den nächsten Nachbarn (nächstes Metallatom in $\langle 110 \rangle$ -Richtung) der Metall-Atome vernachlässigbar klein. Für die magnetische Struktur ist daher die Superaustausch-Wechselwirkung zwischen den übernächsten Nachbarn (nächstes Metallatom in $\langle 100 \rangle$ -Richtung) ausschlaggebend. Dieser Superaustausch funktioniert über eine Kopplung der $3d$ -Elektronen mit den $2p$ -Elektronen des Sauerstoffs. Als Grundzustand gehen wir davon aus, dass das Sauerstoffatom (Anion, A^{2-}) zwei Elektronen der benachbarten Kationen K^{2+} aufgenommen und damit eine Edelgaskonfiguration hat. Eines der p -Elektronen des A^{2-} wechselt nun zum benachbarten K^{2+} und stellt sich entsprechend der Hundschen Regel zum dortigen Spin ein. Das zurückbleibende p -Elektron macht das Anion paramagnetisch und erlaubt so eine direkte Austausch-Wechselwirkung mit dem anderen Kation. Auf diese Weise entsteht eine indirekte Kopplung der Kationen-Spins über das unmagnetische Anion. Im Fall von MnO und NiO ist der energetisch günstigste Zustand eine antiparallele Kopplung der übernächsten Nachbarn, was sowohl NiO als auch MnO zu Antiferromagneten macht.

Im folgenden werde ich mich auf die Erklärung von NiO beschränken, da atomar auflösende Messungen auf MnO nicht möglich waren (siehe Kapitel 5.3). In Abb. 5.1 ist die NiO-Kristallstruktur inklusive der Spins der Ni-Atome skizziert. Die Spins der Atome innerhalb einer (111)-Ebene koppeln ferromagnetisch. Die (111)-Ebenen koppeln untereinander antiferromagnetisch, so dass benachbarte (111)-Ebenen entgegengesetzten Spin haben. Im Kristall zeigen die Spins innerhalb einer (111)-Ebene in eine von sechs mög-

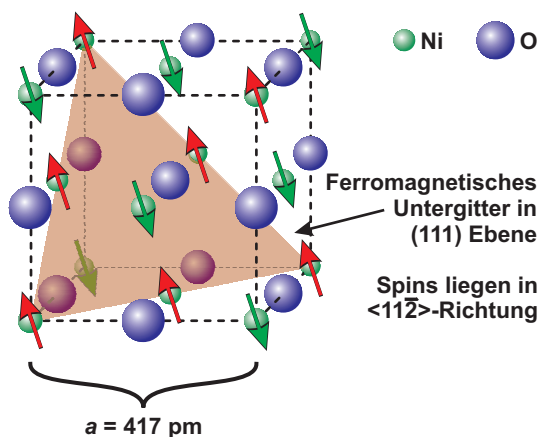


Abbildung 5.1: Kristallstruktur von NiO. Die Spins der Ni-Atome innerhalb einer (111)-Ebene sind ferromagnetisch ausgerichtet. Benachbarte (111)-Ebenen sind antiferromagnetisch orientiert.

lichen $\langle 1\bar{2}1 \rangle$ -Richtungen. An der Oberfläche kann diese Richtung jedoch gedreht sein. Über die Spinrichtung an der (001)-Oberfläche gibt es Quellen mit unterschiedlichen Ergebnissen. Hillebrecht [67] berichtet, dass an der (001)-Oberfläche die magnetische Struktur so ist, wie im Kristall, wobei vorwiegend Domänen mit einer größeren Komponente in der Ebene vorhanden sind, d. h. der $\bar{2}$ -Index liegt in der Ebene. Die Spins hätten somit einen Winkel von 24° zur Oberfläche. Dagegen berichtet Stöhr [68] von einer Spinrichtung, die aus der Ebene herausragt. Beide Messungen wurden mit *Magnetisch Linearer Dichroismus Röntgenspektroskopie (XMLD)* in Verbindung mit *Photoelektronen-Emissionen-Mikroskopie (PEEM)* gemacht.

5.3 Die (001)-Oberflächen von NiO und MnO

Die (001)-Oberfläche von NiO stellt nahezu den perfekten Abschluss des Kristalls dar. Feststellbar ist lediglich eine leichte Relaxation der gesamten Oberfläche nach innen in der Größenordnung -2% der Gitterkonstanten und eine vertikale Versetzung der Ni- und O-Atome (engl.: rumpling), die vermutlich leicht negativ [69] [70], aber dicht bei Null ist. Ein negatives rumpling bedeutet, dass die Ni-Atome gegenüber den O-Atomen erhöht sind. In der Abb. 5.2 der (001)-Oberfläche erkennt man zwei wichtige Dinge: Erstens bilden die Ni-Atome mit gleicher Spinrichtung Reihen entlang der $\langle 001 \rangle$ -Richtung und zweitens haben die Sauerstoff- und die Nickelplätze die gleiche Symmetrie, sind also kristallographisch ununterscheidbar.

Eine saubere Oberfläche, die aus relativ großflächigen (001)-Terrassen besteht, lässt sich durch einfaches Spalten eines Einkristalls im UHV erreichen. Wie in Abb. 5.3 dargestellt zeigt diese Oberfläche ein scharfes (1×1) -LEED-Pattern [71] [72]. Jedoch verschmutzt die Oberfläche relativ schnell, wenn das Mikroskop mehrfach zum Spitzenwechsel aus dem Kryostaten in die Hauptkammer transferiert werden muss. Atomar auflösende Messungen waren jeweils

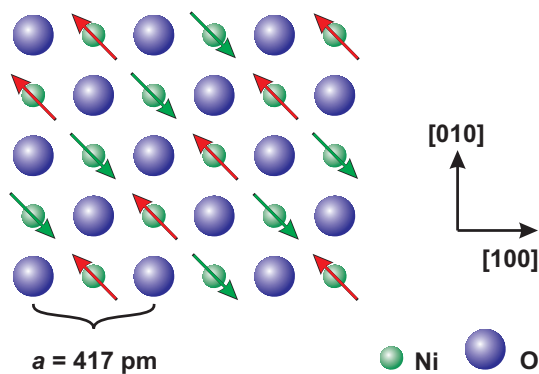


Abbildung 5.2: Die (001)-Oberfläche von NiO. Die Spins der Ni-Atome sind entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtung gleich ausgerichtet.

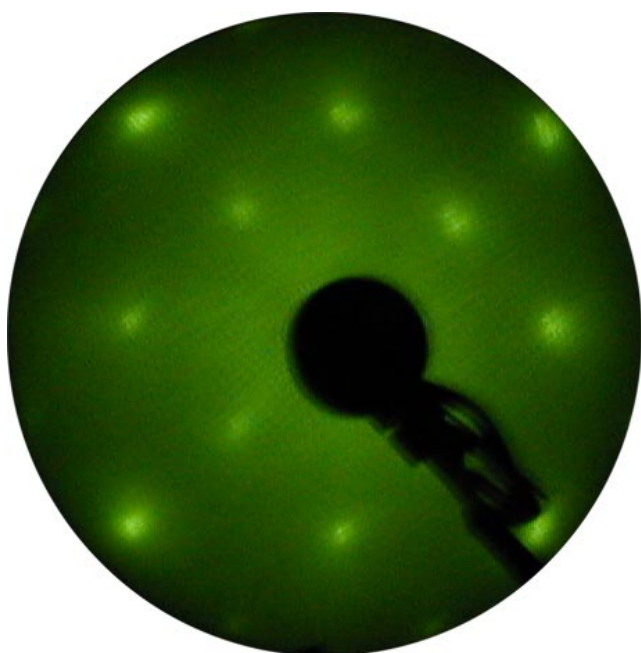


Abbildung 5.3: Das LEED-Bild zeigt ein sauberes (1×1) -Pattern ohne Überstruktur. Elektronenenergie: 157 eV, senkrechte Einstrahlrichtung.

nur einige Tage nach dem Spalten möglich.

Es zeigte sich jedoch bei Messungen mit einem anderen Mikroskop [73], welches zusätzlich über eine Elektronenstoß-Probenheizung verfügt, dass durch Heizen der Probe die Oberfläche perfekt ausheilt und danach frei von Adsorbaten ist. In Abb. 5.4 ist ein topographischer Überblick zu sehen. Das Bild a) zeigt die Oberfläche direkt nach dem Spalten. Schon hier sind etliche Adsorbate, allerdings auch klare Stufenkanten zu erkennen. Dieses Bild ist typisch für die Qualität der Oberflächen nach dem Spalten. Die Stufenkanten laufen entlang niedrig-indizierter kristallographischer Richtungen, z.B. $\langle 110 \rangle$ und $\langle 010 \rangle$, wobei $\langle 010 \rangle$ auch die Richtung ist, entlang welcher der Kristall gespalten wurde. Die $\langle 110 \rangle$ -Stufenkanten zeigen oftmals eine Mikrofacettierung, die überwiegend $\langle 100 \rangle$ und $\langle 010 \rangle$ -Stufen zeigt. Das Bild b) zeigt eine andere Probe, die nach dem Spalten für 15 Stunden bei 500°C und einem Druck von weniger als 10^{-10} mbar geheizt wurde. Danach waren keine Adsorbate zu er-

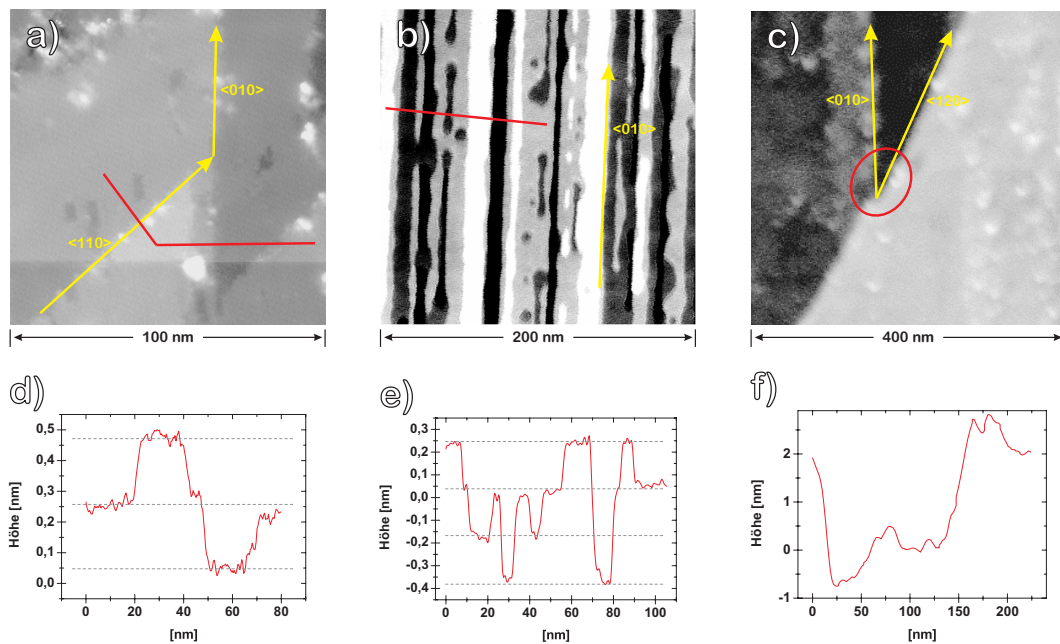


Abbildung 5.4: Topographischer Überblick von MnO(001) und NiO(001). **a)** NiO-Oberfläche nach dem Spalten und Transfer des Mikroskops in den Kryostaten. Es sind mehrere monoatomare Stufen und zahlreiche Adsorbate zu erkennen. **b)** Diese NiO-Probe wurde 15 Stunden bei 500°C geheizt. Dadurch erhält man eine defekt- und adsorbatfreie Oberfläche, die nur monoatomare Stufen zeigt. **c)** Dieses Bild zeigt MnO(001). Die Oberfläche war schon direkt nach dem Spalten und dem Transfer des Mikroskops von zahlreichen Adsorbaten bedeckt, die sich vornehmlich an den Stufenkanten anlagern. Die Stufenkanten selbst sind zwischen 0,5 und 3,5 nm hoch. **d)** bis **f)** Höhenprofile der Bilder **a)** bis **c)** entlang der roten Linie.

kennen. Lediglich monoatomare Stufenkanten unterteilen die (001)-Terrassen.

MnO spaltet sehr viel schlechter in (001)-Ebenen. Schon mechanisch muss sehr viel Kraft aufgewendet werden, um überhaupt den Kristall zu brechen. Die Oberfläche sah immer sehr zerworfen und verunreinigt aus (siehe Abb. 5.4c). Die schlechte Spaltbarkeit wurde auch von anderen bestätigt, die nur sehr diffuse LEED-Bilder erhielten [59]. Die Verunreinigungen in MnO sind in der Regel Oxide höherer Ordnung, wie z.B. MnO_2 , Mn_2O_3 , Mn_3O_4 , Carbide wie MnCO_3 und Hydroxide wie $\text{Mn}(\text{OH})_2$ [74]. Durch zyklisches Heizen und Beschießen der Probe mit Ar-Ionen sollte es möglich sein, eine saubere Oberfläche zu erzeugen [75]. So zerfällt MnO_2 bei etwa 800 K zu MnO. Da mir diese Präparationsmöglichkeiten nicht zur Verfügung standen und mit NiO auch ohne Probenheizung akzeptable Ergebnisse zu erzielen waren, wurden die Untersuchungen auf MnO eingestellt.

5.4 NiO auf atomarer Skala

Voraussetzung für atomar auflösende Messungen ist eine Spitze, die am Apex aus einer „Nanospitze“, also einem einzelnen vorstehenden Atom besteht. Nur mit einer solchen Spitzenkonfiguration ergibt sich ein Kontrast in der kurzreichweitigen Wechselwirkung. Auf die Geometrie am Spitzenapex hat man durch Ionenbeschuss, Bedampfen und „kontrollierte Tip-Crashes“ nur einen sehr unkontrollierbaren Einfluss. Unter einem kontrollierten Tip-Crash ist eine sanfte kurzzeitige Berührung der Spitze mit der Probenoberfläche zu verstehen. Insgesamt war es mir nur mit einer von sieben nicht bedampften und mit sieben von 20 bedampften Spitzen möglich, atomare Auflösung zu erzielen. Atomare Auflösung war dabei oftmals erst nach einigen Stunden Messen und diversen Tip-Crashes möglich. Des Weiteren war die Stabilität der Messung oftmals sehr unterschiedlich. Teilweise gab es atomare Auflösung nur über wenige Zeilen und mit geringer Qualität, während andere Spitzen über mehrere Stunden oder sogar Tage stabile Messungen ermöglichten. Brachte die Spitze keine atomare Auflösung, wurde sie in der Regel noch einmal durch Ionenbeschuss und Bedampfen präpariert. Spitzen, die nach der ersten Präparation keine atomare Auflösung brachten, konnten nur in einem einzigen Fall durch eine zweite Präparation so verändert werden, dass sie atomare Auflösung erreichten. Weiterhin konnte in einem Fall eine Spitze, die zunächst atomare Auflösung zeigte, durch längere Messungen allerdings in den Abbildungseigenschaften degradieren, durch eine erneute Präparation wieder atomare Auflösung erzielen.

5.4.1 Messungen mit Si-Spitzen

Zunächst wurde versucht, die Oberfläche mit einer gesputterten Si-Spitze atomar abzubilden. Durch sukzessives Vergrößern der Bereiche auf der Oberfläche, die nicht durch Defekte oder Adsorbate verunreinigt waren, konnten Messungen mit atomarer Auflösung der (001)-Oberfläche von NiO erreicht werden. Die in Abb. 5.5 dargestellte Messung wurde bei einer Frequenzverschiebung $\Delta f = -25$ Hz aufgenommen; der γ -Wert betrug $\gamma \approx 1,75 \times 10^{-14} \text{N}\sqrt{\text{m}}$. Die atomare Korrugation entlang der $\langle 100 \rangle$ -Richtung lag bei ≈ 30 pm, was vergleichbar ist mit den von Hosoi et al. gemessenen 40 pm Korrugation [76]. Das Abbildungsverhalten war insgesamt sehr instabil, konnte aber durch eine zusätzlich angelegte Bias-Spannung etwas verbessert werden. Diese Bias-Spannung entsprach nicht der negativen Kontaktpotentialdifferenz, sondern wurde empirisch eingestellt, um eine möglichst schwingungsfreie Messung zu ermöglichen. Während der Aufnahme von Bild 5.5 betrug die Bias-Spannung -1,95 V, das Rauschen lag bei 5 pm_{RMS}. Kurz nach dieser Messung kam es zu einem Spitzenwechsel und atomare Auflösung war nicht mehr zu erzielen.

Bei einem Vergleich der Messung mit dem Kristallmodell von NiO fällt auf, dass die Abstände der Maxima den Abständen einer Einheitszelle entsprechen.

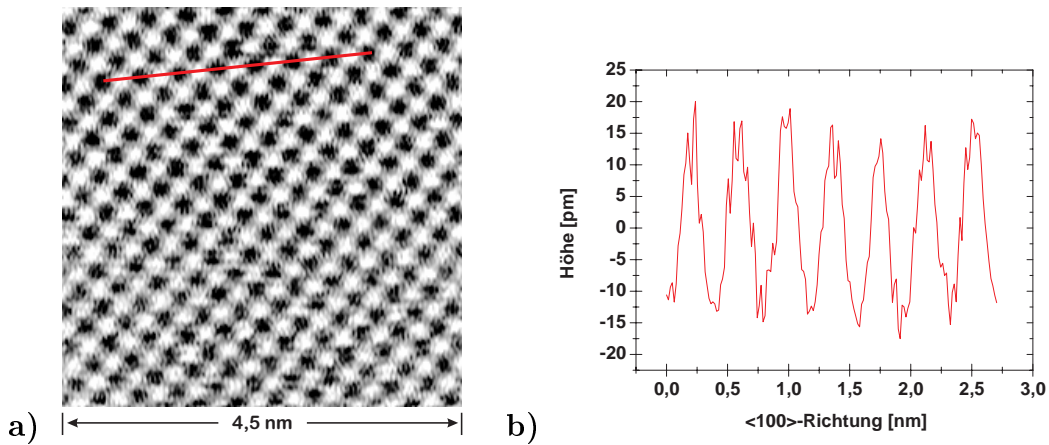


Abbildung 5.5: a) Atomar aufgelöste Abbildung der (001)-Oberfläche von NiO mit einer Si-Spitze. Aufnahmeparameter: $T = 10$ K, $f_0 = 198$ kHz, $\Delta f = -25$ Hz, $A = 20$ nm, $U_{\text{Bias}} = -1,95$ V, $\gamma \approx -1,8 \times 10^{-14} \text{N}\sqrt{\text{m}}$. b) Querschnitt entlang der roten Linie. Die atomare Korrugation beträgt ≈ 30 pm.

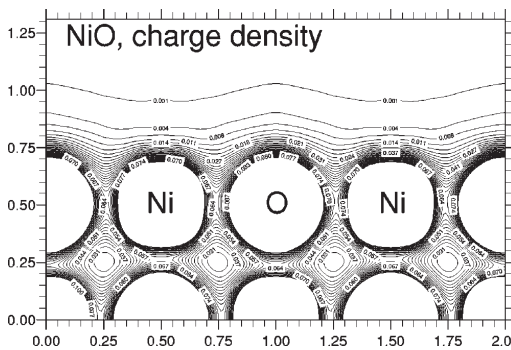


Abbildung 5.6: Valenzelektronenladungsdichte an der (001)-Oberfläche nach einer numerischen Berechnung [77]. Die Achsenbeschriftungen sind in Einheiten der Gitterkonstante vorgenommen.

Man sieht also nur eine der beiden Atomsorten, die unter Symmetriebetrachtungen nicht unterscheidbar sind.

Das „Rumpling“ an der Oberfläche lässt die Ni-Atome zwar leicht vorstehen, jedoch nur in der Größenordnung von wenigen pm, woraus sich keine Aussage ableiten lässt. Wie Ciraci darstellt [17], bildet das NC-AFM die Valenzelektronenladungsdichte ab, solange die durch die Spitze induzierten Ladungsverschiebungen klein sind. Eine numerische Berechnung der Valenzelektronenladungsdichte von Castell et al. [77] ist in Abb. 5.6 dargestellt. Aus der Grafik geht hervor, dass die Sauerstoffplätze als Maxima abgebildet werden sollten. Weiterhin liegt die Korrugation von ≈ 20 pm in der Größenordnung der von mir gemessenen Werte.

5.4.2 Messungen mit magnetischen Spitzen

Nachdem atomare Auflösung mit einfachen Si-Spitzen gezeigt wurde, bestand die Aufgabe darin, dies auch mit magnetisch beschichteten Spitzen reproduzie-

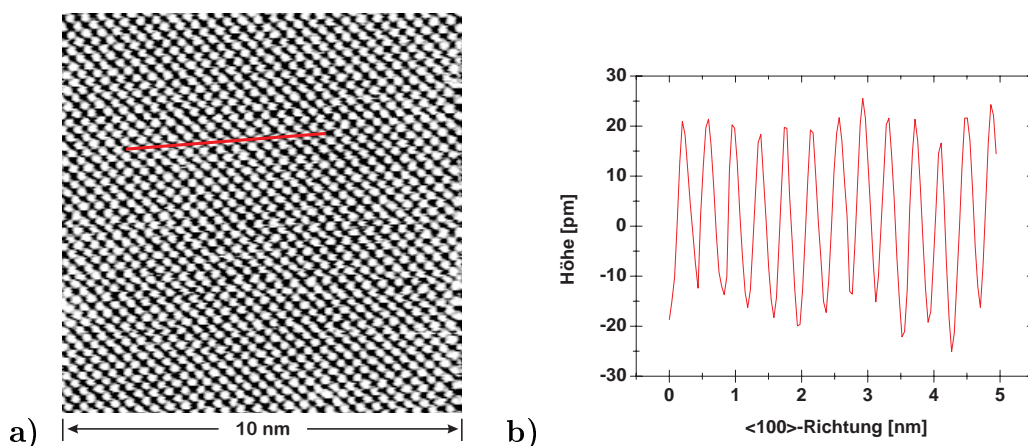


Abbildung 5.7: a) Abbildung der (001)-Oberfläche von NiO mit einer Fe-bedampften Spitze. Aufnahmeparameter: $T = 13,7$ K, $f_0 = 201$ kHz, $\Delta f = -49$ Hz, $A = 6,7$ nm, $\gamma \approx -6,8 \times 10^{-15} \text{N}\sqrt{\text{m}}$. b) Querschnitt entlang der roten Linie. Die atomare Korrugation beträgt ≈ 40 pm.

ren zu können. Dies ist Voraussetzung um einen zusätzlichen, durch spinabhängige Austausch-Wechselwirkung bedingten Effekt entdecken zu können. Dazu wurde unter ähnlichen Bedingungen, jedoch mit Fe-beschichteten oder mit Ni-beschichteten Cantilevern gemessen. Es zeigte sich empirisch, dass die Abbildungseigenschaften durch den Metallfilm verbessert werden. Die Messungen waren stabiler, Spitzenwechsel seltener und auch nach einem Spitzenwechsel mit Verlust der atomaren Auflösung war oftmals durch Aufsuchen eines anderen Ortes auf der Probe atomare Auflösung wiederzugewinnen. In den Fällen, wo die Spitze ihre atomare Auflösungsfähigkeit verlor, ist es manchmal möglich gewesen, durch einen kontrollierten Tip-Crash wieder atomare Auflösung zu erzielen. Insgesamt wurden 13 Cantilever mit Eisen und 7 Cantilever mit Nickel bedampft. Davon zeigten 4 Fe-Cantilever und 3 Ni-Cantilever atomare Auflösung, teilweise jedoch mit geringer Qualität.

In Abb. 5.7 ist ein $10 \text{ nm} \times 10 \text{ nm}$ defektfreier Bereich der Oberfläche zu sehen. Die normalisierte Frequenzverschiebung betrug $\gamma \approx -6,8 \times 10^{-15} \text{N}\sqrt{\text{m}}$, die Korrugation lag bei ≈ 40 pm, wobei die gemessenen Korrugationen immer stark vom Spitze-Probe-Abstand abhängig sind. Der in Abb. 5.7 dargestellte Bereich ist der größte defektfreie Bereich, den ich gefunden habe. Die Messung wurde an dem – der Spaltung der Probe – folgenden Tag gemacht. Zwischen Spaltung der Probe und Messung lag somit nur ein Transfer des Mikroskops in den Kryostaten. Bei weiteren Transfers des Mikroskops wurde die Oberfläche oftmals mit zusätzlichen Adsorbaten verunreinigt (siehe Abschnitt 5.4.3).

Die Abbildung 5.8 zeigt ein atomar aufgelöstes Bild der NiO(001)-Oberfläche mit einer Spitze, die mit $6,6$ nm Ni bedampft wurde. Die Korrugation in $\langle 100 \rangle$ -Richtung lag in diesem Fall bei ≈ 9 pm, es waren mit anderen Ni-

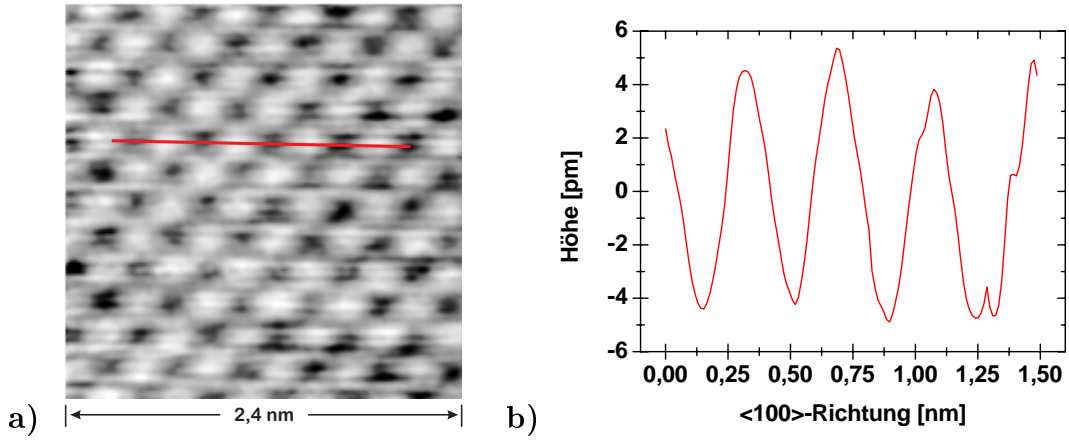


Abbildung 5.8: a) Abbildung der (001)-Oberfläche von NiO mit einer Ni-bedampften Spitze. Aufnahmeparameter: $T = 16,1$ K, $f_0 = 189$ kHz, $\Delta f = -28$ Hz, $A = 8,3$ nm, $\gamma \approx -5,4 \times 10^{-15} \text{N}\sqrt{\text{m}}$. b) Querschnitt entlang der roten Linie. Die atomare Korngitterhöhe beträgt ≈ 9 pm.

Spitzen aber auch deutlich höhere Korngitterhöhen messbar. Die Tabelle 5.2 zeigt einen Vergleich der verschiedenen Spitzen und der Parameter bei atomarer Auflösung. Die Spannweite der γ -Werte sowie der gemessenen Korngitterhöhen ist für die Metall-beschichteten Spitzen sehr groß. Die Wechselwirkung mit der Oberfläche ist also nicht nur vom Material, sondern insbesondere auch von der atomaren Konfiguration am Spitzenapex abhängig.

Spitze	Anzahl	γ	Korngitterhöhe $\langle 100 \rangle$
Si	1	$-1,7 \times 10^{-14} \text{N}\sqrt{\text{m}} - 1,8 \times 10^{-14} \text{N}\sqrt{\text{m}}$	30 pm – 44 pm
Fe	4	$-3,8 \times 10^{-15} \text{N}\sqrt{\text{m}} - 1,2 \times 10^{-14} \text{N}\sqrt{\text{m}}$	10 pm – 129 pm
Ni	3	$-2,3 \times 10^{-15} \text{N}\sqrt{\text{m}} - 2,9 \times 10^{-14} \text{N}\sqrt{\text{m}}$	6 pm – 49 pm

Tabelle 5.2: Die Tabelle gibt eine Übersicht über die normalisierten Frequenzverschiebungen und die Korngitterhöhen in $\langle 100 \rangle$ -Richtung aller atomar aufgelösten Bilder der NiO(001)-Oberfläche. Die hohe Maximalkorngitterhöhe bei der Fe-Spitze trat nur bei einer Messung auf. Diese wird in Abschnitt 5.5.1 näher erläutert.

Die mit den bedampften Spitzen gemessenen Bilder zeigen ebenfalls nur eine der beiden Atomsorten als Maximum. Die in Abschnitt 5.4.1 genannten Argumente sprechen auch bei den Messungen mit den bedampften Spitzen für eine Abbildung der Sauerstoffatome als Maxima. Darüber hinaus besteht eine starke chemische Affinität zwischen den Metallatomen der Spitze und den Sauerstoffplätzen [59]. Diese ist so stark, dass an NiO(001)/Fe-Grenzflächen eine FeO-Schicht entsteht [78]. Jedoch kann eine Kontrastinversion, wie sie auf der (0001)-Oberfläche von Graphit beobachtet wurde [79], nicht vollständig ausgeschlossen werden. Eine solche Kontrastinversion tritt auf, wenn die Spitze-Probe-Wechselwirkung über einem Punkt des Kristallgitters durch die

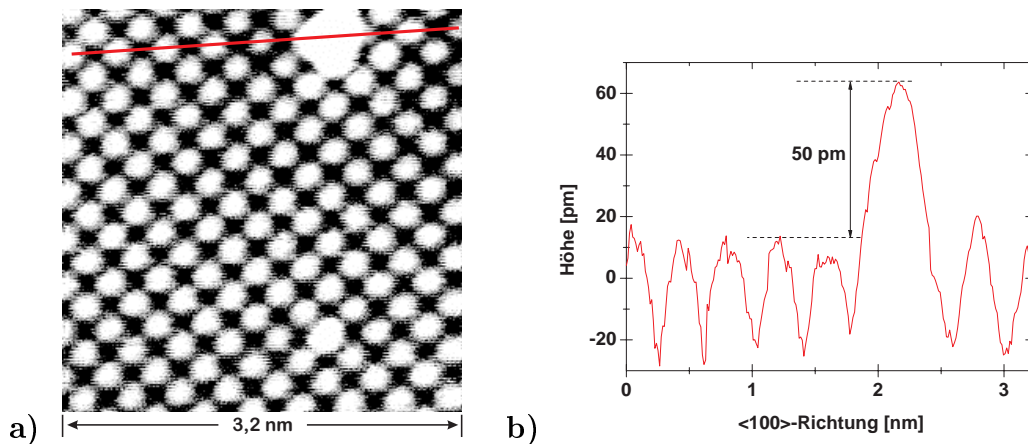


Abbildung 5.9: a) NiO(001) mit zwei Defekten: einem Adsorbat und einem Punktdefekt. Aufnahmeparameter: $T = 13,7$ K, $f_0 = 201$ kHz, $\Delta f = -51$ Hz, $A = 7,5$ nm, $\gamma \approx -8,3 \times 10^{-15} \text{ N}\sqrt{\text{m}}$. b) Querschnitt entlang der roten Linie, die die Höhe des Adsorbats zeigt.

Wechselwirkung des vordersten Spitzenatoms mit den nächsten Nachbaratomen dominiert wird. Dieses Szenario ist für die NiO(001)-Oberfläche eher unwahrscheinlich, da ein Sauerstoffplatz nur von vier Ni-Atomen umgeben ist, während bei Graphit(0001) eine Leerstelle von sechs C-Atomen umgeben ist. Weiterhin hat die auf Graphit dominierende van-der-Waals-Wechselwirkung keine Richtungsabhängigkeit im Gegensatz zu den lokalisierten chemischen Wechselwirkungen, welche auf der NiO-Oberfläche die wichtigere Rolle spielen.

5.4.3 Defekte auf der NiO(001)-Oberfläche

Wie schon im vorangegangenen Abschnitt erläutert, war es schwierig, einen größeren defektfreien Bereich auf der Oberfläche zu finden. Neben Defekten aus dem Spaltprozess wie Stufenkanten und Fehlstellen waren etliche Adsorbate auf der Oberfläche vorhanden. Die Abb. 5.9 zeigt einen Ausschnitt mit zwei Defekten auf der Oberfläche: Ein Adsorbat und ein Punktdefekt, der in Abb. 5.10 vergrößert abgebildet wurde. Aufgrund der geringen Höhe des Punktdefektes von ≈ 10 pm kann es sich nicht um ein Adsorbat handeln. Vermutlich ist dies ein Fremdatom oder ein Punktdefekt in der direkt darunter liegenden Ebene. Bei einem Defekt in einer noch tiefer liegenden Ebene müssten Auswirkungen auf die Nachbaratome zu sehen sein, was nicht der Fall ist. Die Abbildungen 5.9 und 5.10 verdeutlichen, dass mit dem Rasterkraftmikroskop im dynamischen Nichtkontaktmodus echte atomare Auflösung erzielt und nicht nur die Kristallsymmetrie abgebildet wurde.

Die guten Abbildungseigenschaften der bedampften Spitzen werden auch durch eine Messung untermauert, bei der es möglich war, über eine Stufenkante hinweg, sowohl auf der oberen als auch auf der unteren Ebene atomare

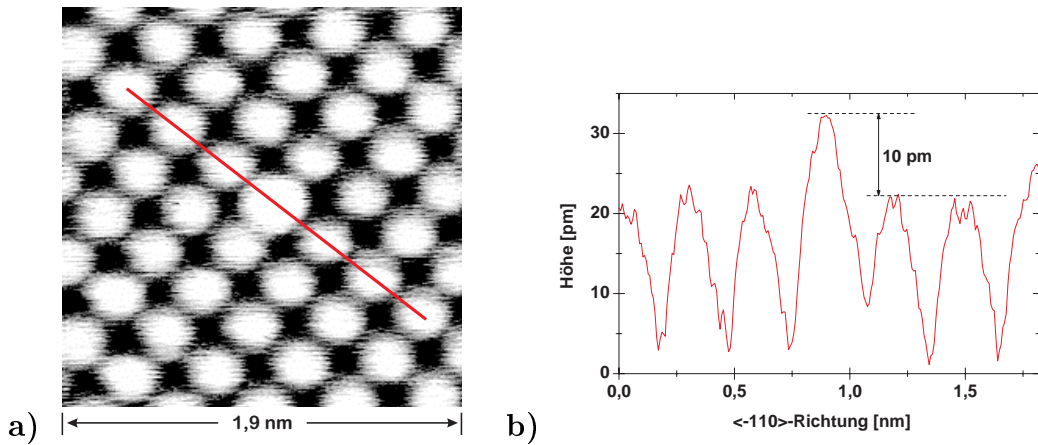


Abbildung 5.10: a) Vergrößerung des Punktdefekts aus Abb. 5.9. Aufnahmeparameter: $T = 13,7$ K, $f_0 = 201$ kHz, $\Delta f = -51$ Hz, $A = 7,5$ nm, $\gamma \approx -8,3 \times 10^{-15} \text{ N}\sqrt{\text{m}}$. b) Querschnitt entlang der roten Linie. Die leichte Überhöhung von 10 pm spricht für ein eingebautes Fremdatom oder einen „vergrabenen“ Defekt.

Auflösung zu erzielen (siehe Abb. 5.11). Notwendigerweise musste hierfür die Spitze etwas zurückgezogen werden, was die kleinere Korrugation von ≈ 15 pm erklärt. In der Nähe der Stufenkante (auf der unteren Ebene) wechselwirken bereits die Atome der oberen Lage mit der Spitze, die dadurch leicht angehoben wird. Aus diesem Grund verschwindet langsam der atomare Kontrast. Die Höhe der Stufenkante entspricht mit 210 pm gerade einer halben Gitterkonstante. Folglich liegen die Maxima in der oberen Ebene über den Minima der unteren Ebene, was anhand des in Abb. 5.11 eingezeichneten Gitters deutlich wird. Auf der unteren Ebene ist weiterhin ein Defekt zu erkennen. Das Gitter und die Tiefe des Defekts von über 100 pm deuten auf drei benachbarte Fehlstellen hin. Die Überhöhung am Rand könnte dann eine Folge von nicht abgesättigten Bindungen sein.

Die vorgestellten Messungen zeigen, dass eine hohe laterale und vertikale Auflösung möglich war. Das Rauschen in den Messungen lag teilweise bei $1,5 \text{ pm}_{\text{RMS}}$ in einer Bandbreite von 1 kHz und damit deutlich unter dem Rauschen der Messung mit den Si-Spitzen. Trotzdem konnte in keiner Messung eine durch spinabhängige Austausch-Wechselwirkung entstehende magnetische Überstruktur beobachtet werden. Die Fourierpektren aller Bilder zeigen ebenfalls nur die einfache Gitterkonstante.

Die von mir und anderen [76] gemessenen Fehlstellen lassen weitere Aussagen über die abgebildete Atomart zu. Es gibt zwar sowohl Ni- [80] als auch O-Fehlstellen auf der (001)-Oberfläche, jedoch überwiegen die O-Fehlstellen [59], was für eine Abbildung der Sauerstoffplätze als Maxima spricht. Um die Frage der abgebildeten Atomart zu klären, könnte man folgende, jedoch sehr zeitaufwändige Untersuchung durchführen. Wie McKay [72] nachgewie-

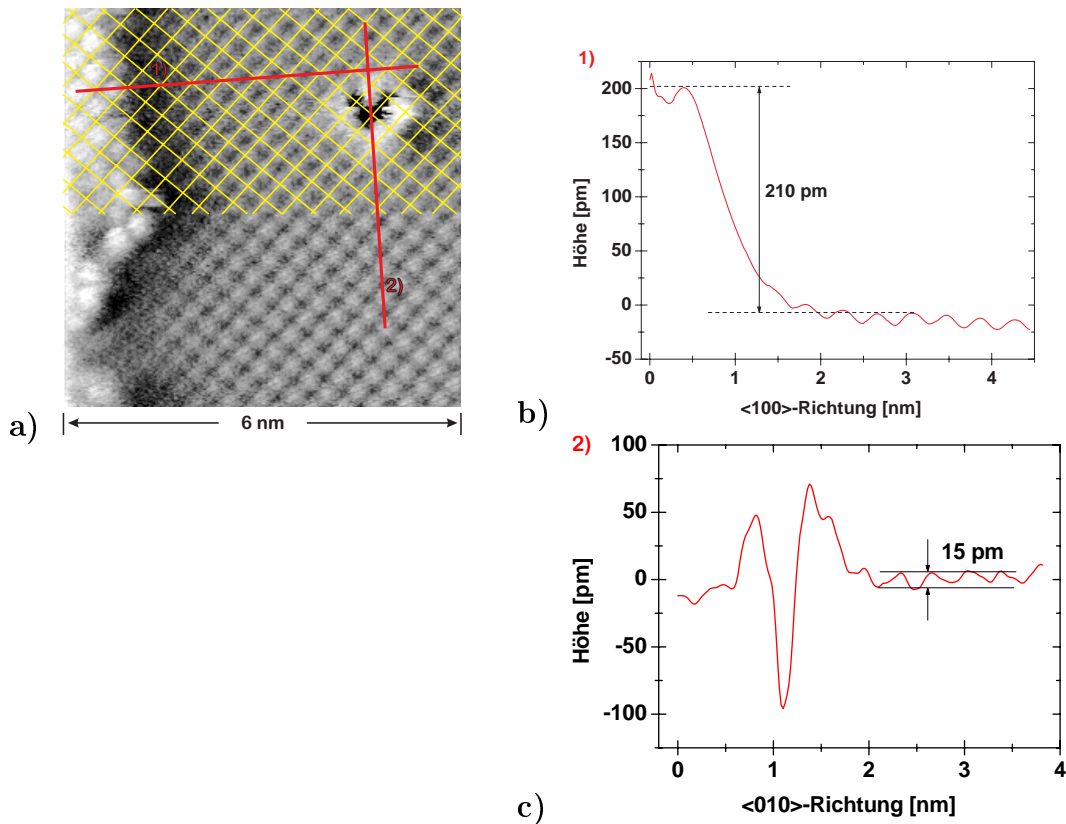


Abbildung 5.11: a) Atomare Abbildung einer Stufenkante. Um den Kontrast zu erhöhen, wurde das Bild zusätzlich differenziert. Aufnahmeparameter: $T = 13,7$ K, $f_0 = 201$ kHz, $\Delta f = -23$ Hz, $A = 7,5$ nm, $\gamma \approx -3,8 \times 10^{-15} \text{N}\sqrt{\text{m}}$. b) Höhenprofil (im Topographiebild) über die Stufenkante. Die Stufenhöhe beträgt 210 pm, es handelt sich folglich um eine monoatomare Stufe. c) Höhenprofil (im Topographiebild) über den Defekt. Die Tiefe des Defektes deutet auf eine Fehlstelle. Die Überhöhung am Rand könnte dann eine Folge von nicht abgesättigten Bindungen sein.

sen hat, werden durch Ar-Ionen-Sputtern vorwiegend Sauerstoffatome aus der Oberfläche geschlagen. Man könnte also durch Sputtern der NiO-Probe gezielt Sauerstoff-Fehlstellen produzieren. Durch größerflächige Messungen auf einer gesputterten und einer nichtgesputterten Probe könnte man durch Vergleich der Fehlstellendichte auf die abgebildete Atomsorte schließen.

5.4.4 Austauschwechselwirkung

Als nächstes stellt sich die Frage, warum kein magnetischer Kontrast durch spinabhängige Austausch-Wechselwirkung gemessen werden konnte. Dafür möchte ich an dieser Stelle überprüfen, inwieweit die in Kapitel 4.2 diskutierten Voraussetzungen in diesem Experiment realisiert sind.

Der erste Punkt ist erfüllt: Die Abbildung von einzelnen Punktdefekten

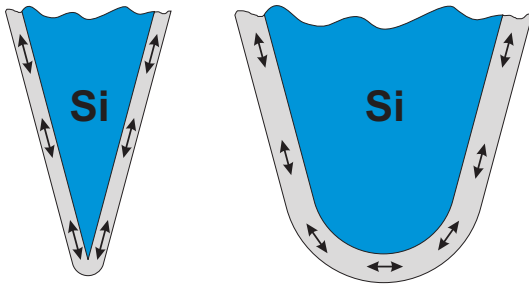


Abbildung 5.12: Dünne Eisenfilme sind in-plane magnetisiert. Aufgrund unterschiedlicher Geometrien am Spitzenapex sind unterschiedliche Magnetisierungen der vordersten Spitzenatome möglich.

ohne ein Übersprechen auf benachbarte Atome beweist, dass die laterale Auflösung ausreichend ist um Wechselwirkungen mit einem einzelnen Atom nachzuweisen. Die vorangegangene Diskussion zeigt weiterhin, dass vermutlich die Sauerstoffatome als Maxima abgebildet werden. Der Spitze-Probe-Abstand über den Ni-Atomen wäre folglich etwas geringer, was den Kontrast durch Austausch-Wechselwirkung positiv beeinflussen würde.

Der zweite Punkt ist zum Teil erfüllt. Sicherlich hat das vorderste Spitzenatom durch die Beschichtung mit ferromagnetischem Eisen einen ortsfesten Spin. Es ist auch sehr unwahrscheinlich, dass dieser während der Messung gedreht wird, da Antiferromagnete kein makroskopisches Magnetfeld erzeugen. Die Richtung der Spins in Spitze und Probe ist jedoch unklar. Für die Probe wurde dieses Problem in Kapitel 5.2 erörtert und man kann lediglich sagen, dass die Spins nicht genau in der Ebene liegen, sondern schräge oder senkrecht zur Oberfläche. Bei den Spitzen kann man zwar makroskopisch davon ausgehen, dass sich aufgrund der Formanisotropie eine Magnetisierung in der Spitzenachse, also senkrecht zur Probenoberfläche ergibt [81], jedoch könnte die Magnetisierung in den vordersten Spitzenatomen auch in der Ebene liegen, wie dies für bestimmte Rastertunnelmikroskopie-Spitzen [82] [83] bekannt ist. Wie in Abb. 5.12 illustriert, ist dies insbesondere bei Spitzen mit einem großen Spitzenradius wahrscheinlich.

Der dritte und vierte Punkt sind stark miteinander korreliert. Die Simulationen von Foster [57] [58] zeigen die rapide Abnahme des Spinkontrastes mit dem Abstand. Je sensitiver das Mikroskop ist, desto größer darf der Spitze-Probe-Abstand sein. Jedoch ist es fraglich, ob ein solcher Abstand mit einer Fe-beschichteten Spitze über der NiO(001)-Oberfläche erreicht werden kann, denn das Eisen wechselwirkt recht stark mit den Sauerstoffatomen. Bei Unterschreitung eines Mindestabstandes werden chemische Wechselwirkungen so stark, dass die Sauerstoffatome der Probe sprunghaft nach außen relaxieren und eine stabile Messung nicht möglich ist.

Die angesprochenen Punkte machen deutlich, warum möglicherweise kein magnetischer Kontrast zu erzielen war. Die bedeutendste Unbekannte ist die Spinrichtung der Spitze. Diese könnte bei folgenden Messungen durch ein ausreichend großes und während der Messung vorhandenes Magnetfeld in verschiedene Richtungen gezwungen werden. Zweites Problem ist der notwendige sehr

kleine Abstand zwischen Spitze und Probe. Zunächst konzentrierte ich mich darauf, rauscharme Messungen bei weitestgehend minimiertem Spitze-Probe-Abstand zu machen.

5.5 Abstandsabhängige Messungen

5.5.1 XY-Bilder bei verschiedenen Abständen

In der Regel ist atomare Auflösung nur in einem engen Frequenzverschiebungsbereich von einigen Hz möglich. In seltenen Fällen zeigt die Spitze jedoch ein solch stabiles Abbildungsverhalten, dass sich der Bereich atomarer Auflösung über einige 10 Hz erstreckt. Mit einer solchen Spitze wurden hintereinander atomar aufgelöste Bilder aufgenommen und dabei je Bild auf eine um 5 Hz erniedrigte Frequenzverschiebung geregelt. Die Serie beginnt mit einer Messung bei $\Delta f = -40$ Hz. Danach konnte die Spitze bis auf $\Delta f = -70$ Hz an die Oberfläche angenähert werden. Dies entsprach einer realen Annäherung um ≈ 130 pm. Beim darauffolgenden Bild mit $\Delta f = -75$ Hz kam es nach wenigen Zeilen zu einem Tip-Crash mit Verlust der atomaren Auflösung. Die Abfolge der Topographiebilder ist in Abb. 5.13 dargestellt.

Auffällig in der Bildserie ist der qualitative Wechsel in der Form der Atome zwischen Bild d) und Bild e). Gleichzeitig nimmt die Korrugation in $\langle 100 \rangle$ -Richtung enorm zu, von 64 pm bei Bild d) auf 115 pm bei Bild e). Dies deutet auf einen Spitzenwechsel hin, der eine geänderte Spitzenkonfiguration zur Folge hatte. Noch eindeutiger ist der Spitzenwechsel zu erkennen, wenn man sich die in Abb. 5.14 dargestellten Dissipationsbilder ansieht. Die Bilder b) bis d) zeigen hier diagonale atomare Reihen von links-oben nach rechts-unten, der Spitzenapex ist also nicht kugelsymmetrisch. In den Bildern e) bis g) sind diagonale Reihen von rechts-oben nach links-unten zu sehen. Die Asymmetrie der Spitze hat folglich gedreht. Des Weiteren sind die Dissipationswerte nach dem Spitzenwechsel deutlich höher als vorher². Vermutlich verursachte die Spitze nach dem Spitzenwechsel deutlich stärkere Relaxationen der Probe lokal unter dem Spitzenapex. Dies würde die ungewöhnlich hohe Korrugation sowie die höhere Energiedissipation erklären.

Zwischen Bild d) und e) wurde also der kleinstmögliche Abstand für diese Spitzenkonfiguration unterschritten. In beiden Bildern ist jedoch kein antiferromagnetischer Kontrast zu erkennen.

Der Tip-Crash beim weiteren Annähern der Spitze an die Probe kann verschiedene Ursachen haben. Zum einen können die von Foster vorgeschlagenen Ionensprünge auftreten (siehe Kapitel 5.4.4), zum anderen kann es sich um ein Problem des Reglers handeln welches auftritt, wenn ein negativeres Δf eingestellt wird als die minimalste Frequenzverschiebung Δf_{\min} des Spitze-Probe-

²Aufgrund der relativen Farbskala ist dies auf den Bildern nicht zu erkennen.

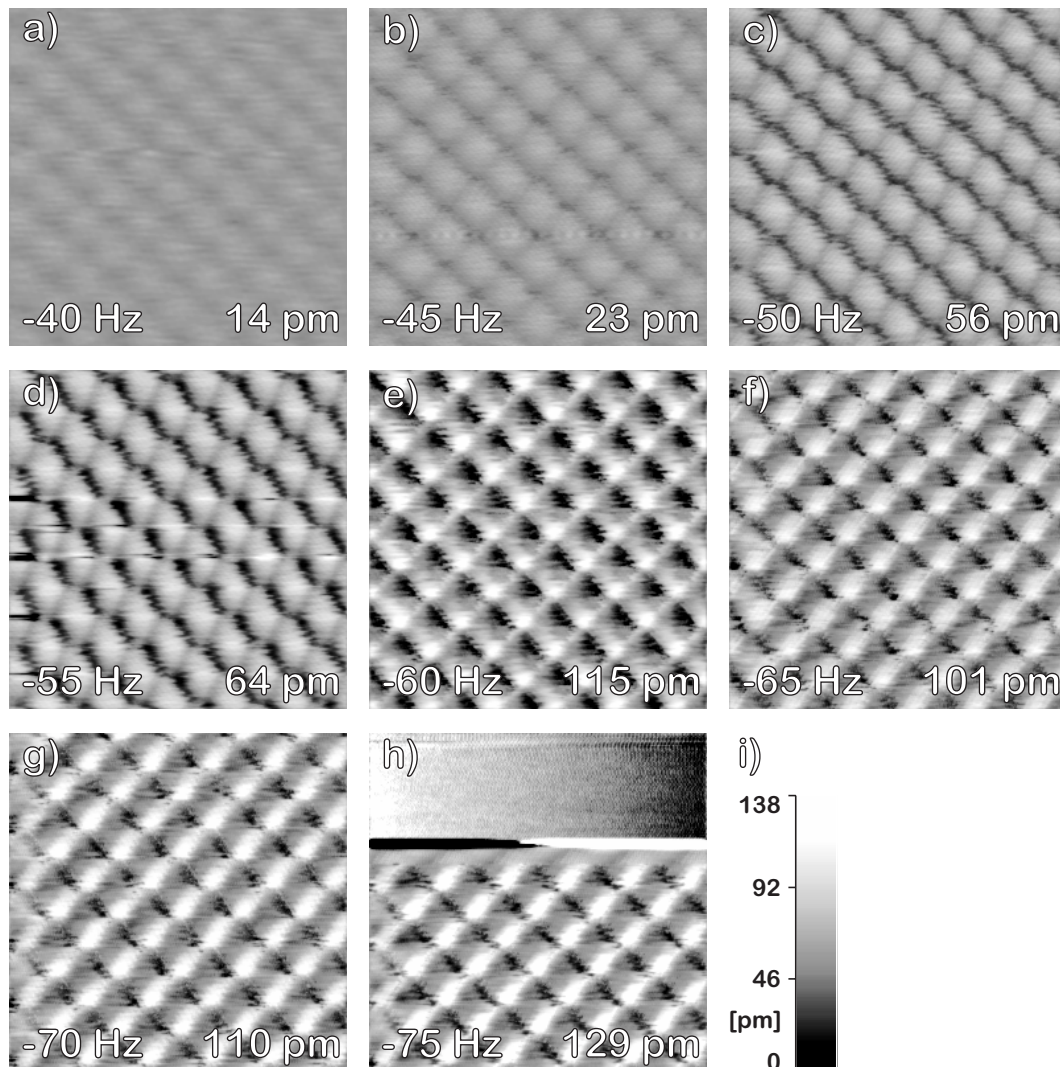


Abbildung 5.13: a) - h) NiO(001)-Oberfläche bei verschiedenen Δf . Links unten ist Δf , rechts unten die atomare Korugation in $\langle 100 \rangle$ -Richtung angegeben. Aufnahmeparameter: $T = 14,4$ K, $f_0 = 195$ kHz, $A = 7,3$ nm, $\gamma \approx -6,1 \times 10^{-15}$ bis $-1,1 \times 10^{-14} \text{ N}\sqrt{\text{m}}$. Zwischen Bild d) und Bild e) ist es sehr wahrscheinlich zu einem Spitzenwechsel gekommen. Die in Bild g) erkennbaren Anfahreffekte auf der linken Seite (Scanrichtung von links nach rechts) kommen zustande, da die Probeschräge allein durch den Feedback ausgeglichen wird und dieser beim Richtungswechsel den Sollwert nicht perfekt halten kann. In Bild h) war der Spitze-Probe-Abstand so weit reduziert, dass es während der Messung zu einem Tip-Crash kam. i) Relative Farbskala für die Bilder a) bis h).

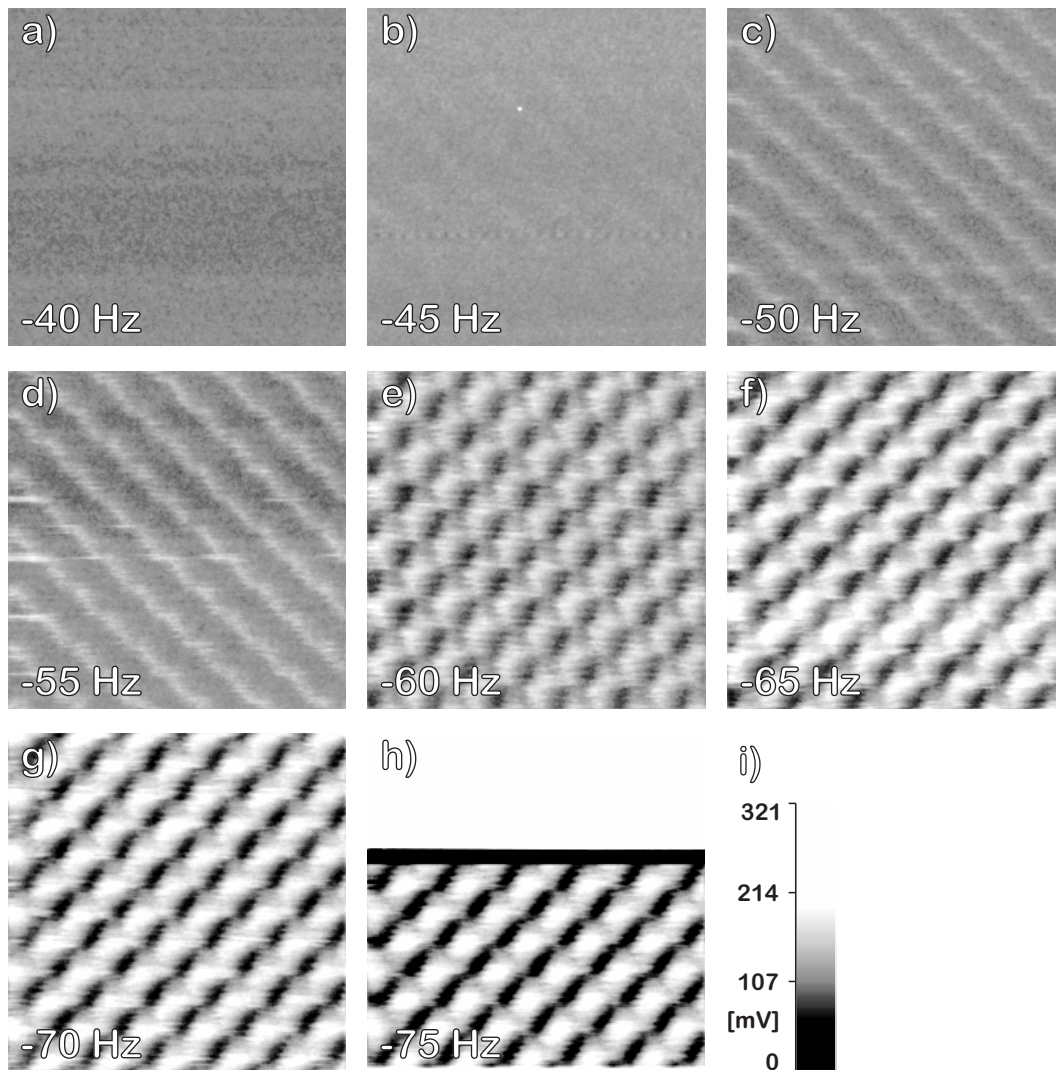


Abbildung 5.14: a) - h) Dissipationssignale zu den Messungen aus 5.13. Ein Vergleich der Bilder d) und e) deutet erneut auf einen Spitzenwechsel hin. i) Relative Farbskala für die Bilder a) bis h).

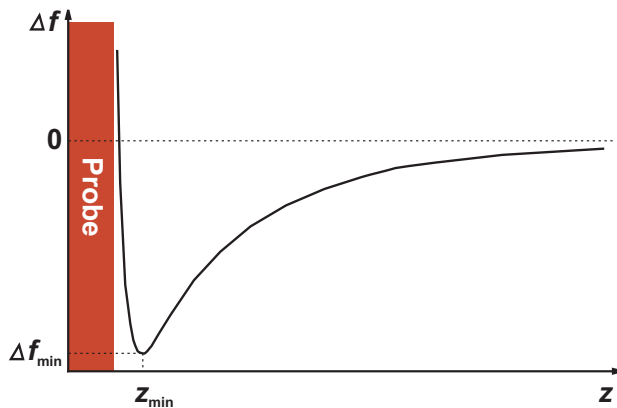


Abbildung 5.15: Prinzipielle Form einer $\Delta f(z)$ -Kurve. Wenn als Sollwert der Frequenzverschiebung ein kleinerer Wert als Δf_{\min} eingestellt wird, fährt der Feedback die Spitze in die Probe, da der Sollwert nicht erreicht werden kann.

Systems. In Abb. 5.15 erkennt man, was dann passiert: Bei Unterschreitung des Abstandes z_{\min} ändert sich das Vorzeichen der Steigung der $\Delta f(z)$ -Kurve. Da die Polarität des Feedbacks konstant bleibt, fährt dieser die Spitze in die Probe.

5.5.2 Spektroskopische Untersuchungen

Gemessene Spektroskopiefelder

Das Regelproblem aus dem vorangegangenen Abschnitt tritt nicht bei spektroskopischen Messungen auf, da hier der Regelkreis während des Fahrens der Spektroskopiekurve ausgeschaltet ist. Des weiteren sollte sich durch $\Delta f(z)$ -Kurven die minimale Frequenzverschiebung Δf_{\min} ermitteln lassen, die dann benutzt werden kann, um xy -Bilder in einem „sicheren“ Frequenzverschiebungsbereich ohne Tip-Crash aufzunehmen.

Voraussetzung für eine Unterscheidung von spin-up und spin-down - Plätzen ist die Aufnahme von Spektroskopiekurven exakt über den Atomen, also mit lateral atomarer Auflösung. Auf Si(111)-(7×7) wurde dies bereits von Morita [84] und Lantz [85] [86] erfolgreich praktiziert, wobei Morita erst durch wiederholte Messungen und zugehörige Statistik die Eindeutigkeit der Messung belegt. Da es aufgrund des Kriech-Effektes aller piezoelektrischen Materialien [87] meiner Meinung nach sehr schwierig ist, atomar exakt eine Position auf der Oberfläche anzufahren, habe ich ein ganzes Feld von Spektroskopiekurven mit einer atomar auflösenden Spitze aufgenommen.

Ein konkreter Datensatz ist in den Abbildungen 5.16 bis 5.20 dargestellt. In Abb. 5.16 sind zwei AFM-Bilder zu sehen. Das Bild a) ist vor, das Bild b) nach dem Spektroskopiefeld bei ansonsten identischen Parametern aufgenommen worden. Das Spektroskopiefeld besteht aus 32×32 Spektroskopiekurven (Trace & Retrace) mit jeweils 256 Datenpunkten. Die Aufnahmedauer betrug 1 h 20 min. Die Bilder vor und nach den Spektroskopien zeigen atomare Auflösung. Des weiteren gibt es in dem Spektroskopiefeld keine Unstetigkeiten in

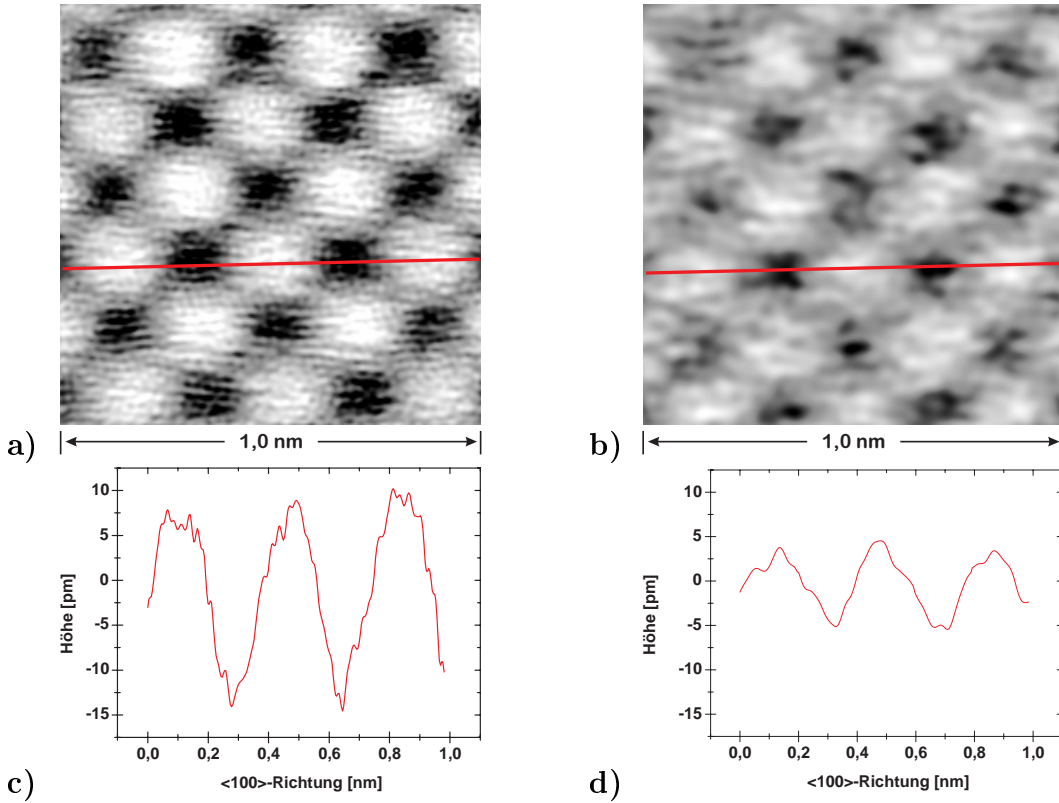


Abbildung 5.16: a) und b) Topographiebilder vor und nach Aufnahme des Spektroskopiefeldes. Aufnahmeparameter: $T = 14,9$ K, $f_0 = 195$ kHz, $\Delta f = -32,2$ Hz, $A = 7,3$ nm, $\gamma \approx -4,9 \times 10^{-15} \text{ N}\sqrt{\text{m}}$. c) und d) Querschnittsprofile der Bilder a) und b) entlang der roten Linien.

den $\Delta f(z)$ -Kurven. Dies beweist, dass kein Spitzenwechsel stattgefunden hat. Zwischen den Bildern vor und nach der Spektroskopie ist fast keine laterale Drift zu erkennen, jedoch hat die atomare Korrugation abgenommen, obwohl beide Bilder bei der gleichen Frequenzverschiebung $\Delta f = -32,2$ Hz aufgenommen wurden. Die Frequenzverschiebung von $-32,2$ Hz war auch der Regelpunkt für jede einzelne Spektroskopiekurve. Von diesem Punkt aus wurde die Spitze $9,80$ nm zurückgezogen und dann eine Spektroskopiekurve (Trace & Retrace) von $9,93$ nm Länge gefahren, also noch etwas dichter an die Probe als der Stabilisationspunkt liegt. Neben den Δf -Werten ist zusätzlich noch die Topographie und das Dissipationssignal mit aufgezeichnet worden.

Der Topographiekanal enthält die linearen Spannungsrampen, mit denen die Spitze gefahren wurde. Diese Spannungsrampen sind aber um die Werte beim Stabilisationspunkt gegeneinander verschoben. Da der Stabilisationspunkt bei $\Delta f = -32,2$ Hz gesetzt wurde, also einem Wert, bei dem atomare Auflösung vorliegt, sollte in jedem der 256 Layer des Topographiekanal die

atomare Auflösung erkennbar sein. Jedoch ist dies nicht der Fall. Im Wesentlichen sieht man in den Bildern einen Intensitätsgradienten von 12,0 nm, der gut mit dem Aufnahmezeitpunkt der jeweiligen Spektroskopiekurve korreliert. Die Ursache hierfür ist neben einem – in dem xy -Bild vor der Spektroskopie gemessenen – tatsächlichen Intensitätsgradienten von 0,4 nm und leichter thermischer Drift vor allen Dingen ein Leckstrom in der Sample-and-Hold-Schaltung des Feedbacks, also nur eine elektronische Drift des gemessenen Signals. Wird diese Drift durch einen geeigneten Fit vom Bild subtrahiert, zeigt sich nur noch Rauschen, weswegen das Bild hier nicht dargestellt ist.

Im folgenden werden die Δf -Werte analysiert. In dem Layer, der den gleichen Spitze-Probe-Abstand wie der Stabilisationspunkt hat, sollte kein Kontrast erkennbar sein, da in diesem Layer alle Spektroskopiekurven den Wert $\Delta f = -32,2$ Hz haben. Natürlich stimmen die gemessenen Werte nicht exakt, um aber quantitative Aussagen treffen zu können, wurde für jeden Layer der Mittelwert $\sigma_{\Delta f}$ aller Δf -Werte und die Standardabweichung berechnet und diese Werte über den Spitze-Probe-Abstand aufgetragen (siehe Abb. 5.17). Aus der Abbildung wird deutlich, dass zwar die Standardabweichung mit Annäherung an die Probe zunimmt, es aber ein lokales Minimum gibt und dieses Minimum liegt bei den Trace-Kurven exakt in dem Layer, der dem Spitze-Probe-Abstand im Stabilisationspunkt entspricht. Die generelle Zunahme von $\sigma_{\Delta f}$ mit Annäherung an die Oberfläche ist dadurch zu erklären, dass es natürlich statistische Schwankungen des Spitze-Probe-Abstandes gibt und die sich daraus ergebenden Schwankungen in Δf bei kleinen Abständen größer sind, wie man anhand der $\Delta f(z)$ -Kurve sofort erkennt.

Beim Betrachten der $\Delta f(z)$ -Kurven in Abb. 5.17 fällt weiter auf, dass die Retrace-Kurven zu deutlich niedrigeren Δf -Werten gehen. Dies ist nur durch einen geringeren Spitze-Probe-Abstand zu erklären und tatsächlich lassen sich sowohl die $\Delta f(z)$ -Kurven als auch die Standardabweichungen durch eine Verschiebung um 0,18 nm entlang der z -Achse zur Deckung bringen. Für diese Hysterese zwischen den Trace- und den Retrace-Kurven gibt es drei Erklärungen: Erstens führt der schon erwähnte Kriecheffekt im Piezomaterial zu einer leichten Hysterese, die nur durch sehr langsames Fahren der Spannungsrampen vermieden werden kann. Zweitens war während dieser Messung die Zeitkonstante des Amplitudenreglers relativ niedrig eingestellt. Dies führt, wie sich später herausstellte, ebenfalls zu leichten Hysterese-Effekten. Der dritte und bedeutendste Grund war eine zum Zeitpunkt dieser Messung noch vorhandene Hysterese in der Spannungsrampe, mit der die Spitze an die Probe gefahren wurde. Diese elektrische Hysterese sieht man im Topographiesignal (also der am Scanner anliegenden Spannung), das ich ja gleichzeitig mit gespeichert habe. In Abb. 5.18 ist die gemessene gegen die angelegte Spannungsrampe aufgetragen. Die elektronische Hysterese in dieser Messung betrug 0,12 nm und macht somit den größten Teil der gesamten Hysterese aus. Dieses Problem entstand durch ungünstige Auslegung einer Eingangsstufe im Feedback, durch

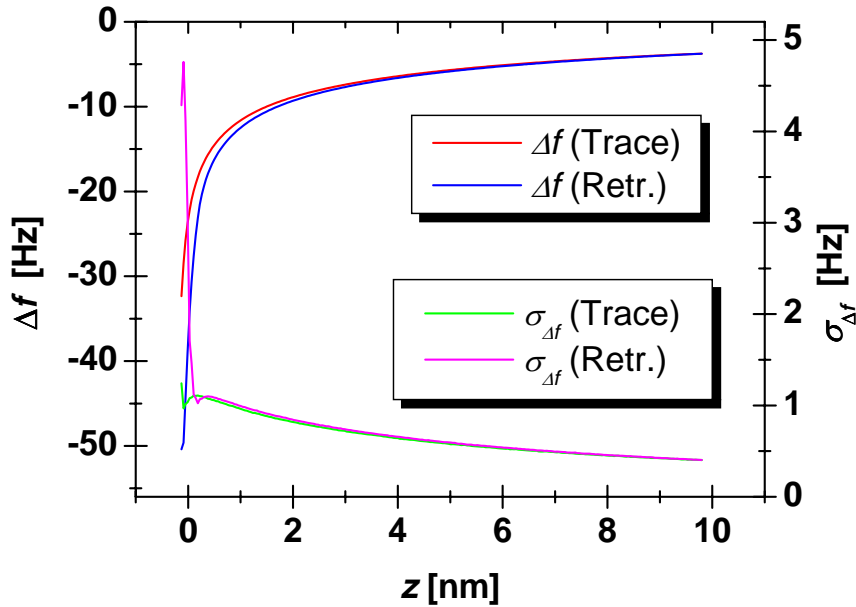


Abbildung 5.17: $\Delta f(z)$ -Kurve auf NiO. Die Kurve entstand durch Mittelung über 1024 $\Delta f(z)$ -Kurven eines Spektroskopiefeldes. Weiterhin ist die Standardabweichung vom Mittelwert aufgetragen. Die Retrace-Kurven scheinen zu kleineren Spitze-Probe-Abständen zu reichen. Tatsächlich sind die Trace- und Retrace-Kurven um 0,18 nm gegeneinander verschoben.

den die Spannungsrampe läuft und wurde durch Änderung der Zeitkonstanten behoben.

Da die kleinsten Spitze-Probe-Abstände bei den Trace und den Retrace-Kurven offensichtlich unterschiedlich sind, wurden die untersten Layer des $\Delta f(z)$ -Feldes genauer betrachtet. Während in den Trace-Bildern nur Rauschen zu erkennen ist, zeigen die Retrace-Bilder eine deutliche Struktur, die mit den Atompositionen korreliert ist. In Abb. 5.19 sind die untersten Layer abgebildet. Die gezeigten Strukturen können jedoch nicht direkt mit einzelnen Atomen identifiziert werden. Es sind vielmehr diagonale Linien zu erkennen, die ungefähr entlang der Maxima im Topographiebild laufen und einen Hell-Dunkel-Kontrast von ≈ 10 Hz haben. Im oberen Viertel des Bildes ist zusätzlich ein seitlicher Versatz zu sehen. Ich vermute, dass die Übereinstimmung der Atompositionen vor und nach dem Spektroskopiefeld zufällig ist und tatsächlich während der Spektroskopie eine laterale Drift in diagonaler Richtung stattgefunden hat. Diese Annahme wird untermauert durch die in Abschnitt 5.5.3 dargestellte Messung, bei der eine ähnlich große laterale Drift auftritt.

Im folgenden sollen einzelne Spektroskopiekurven im zeitlichen Verlauf betrachtet werden. Exemplarisch werden hierfür in Abb. 5.20 drei einzelne Spektroskopiekurven dargestellt. Es handelt sich um die Kurve links unten, in der Mitte rechts und rechts oben. Da die Spektroskopiekurven zeilenweise von un-

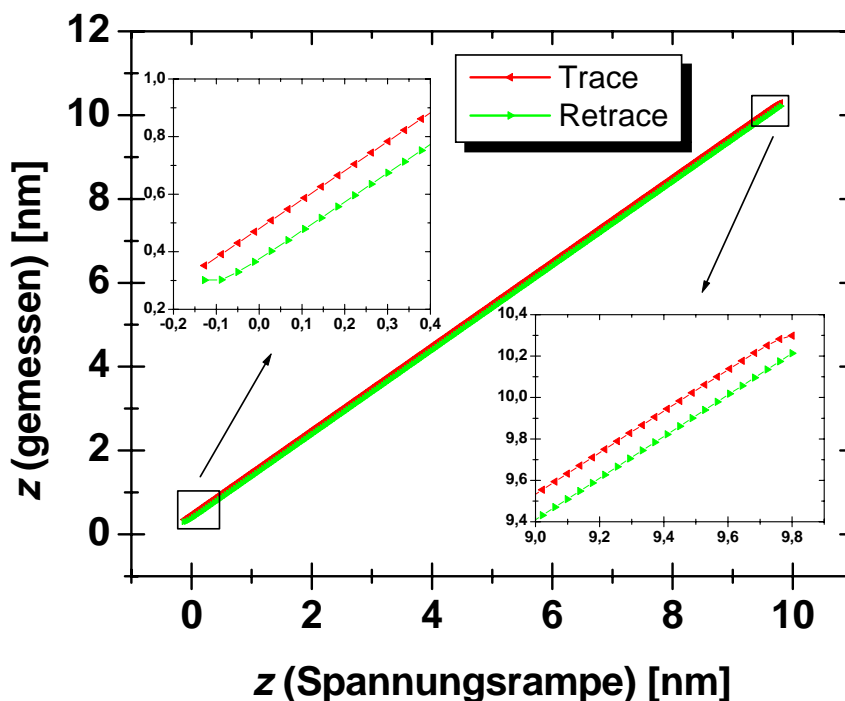


Abbildung 5.18: An den Scanner angelegte Spannungsrampe für das Fahren der $\Delta f(z)$ -Kurve. Deutlich ist eine Hysterese zu erkennen, die etwa 0,12 nm ausmacht.

ten nach oben, unten links beginnend, aufgenommen worden sind, haben wir die erste Kurve, die mittlere und die letzte des Datensatzes. Im Graphen zeigen die Kurven die schon bekannte Hysterese auf der z -Achse, aber zusätzlich ist noch eine Drift auf der Δf -Achse vorhanden. Während der 1h 20 min ist die gemessene Frequenzverschiebung um 1,5 Hz kleiner geworden. Die Ursachen dieser Frequenzverschiebung werden im Kapitel 5.5.3 erörtert. Die Verringerung der Resonanzfrequenz erklärt jedoch die geringere Korrugation auf dem Kontrollbild nach der Spektroskopiefeldaufnahme. Für die Berechnung der Spitze-Probe-Kraft F_{int} ist diese Drift jedoch unerheblich, da sie als nahezu konstanter Offset bei der Differentiation gemäß Gl. 4.5 wegfällt.

Rekonstruktion des Wechselwirkungspotentials

Anhand der in Abb. 5.19 dargestellten Bilder lässt sich – unabhängig davon, ob laterale Drift stattgefunden hat oder nicht – bestimmen, welche Spektroskopiekurven über einem Maximum und welche über einem Minimum aufgezeichnet wurden. In dem Layer-254-Bild sind fünf Minima (rot) und fünf Maxima (blau) gekennzeichnet. An diesen Punkten werden die Spektroskopiekurven weiter ausgewertet. Da alle Messpunkte aus zwei benachbarten Zeilen (13 und 14) stammen und die Zeit zur Aufnahme dieser Kurven weniger als 5 Minuten beträgt, sind die angesprochenen Drifteffekte hier vernachlässigbar klein. Zur

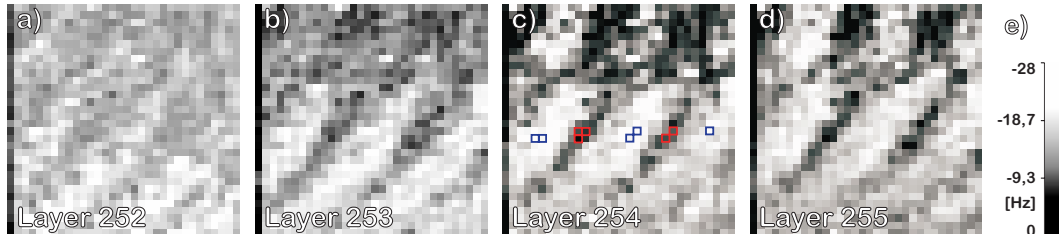


Abbildung 5.19: a) bis d) Aus den Retrace $\Delta f(z)$ -Kurven sind die untersten vier Layer dargestellt. Von links nach rechts Layer 252 bis 255. Deutlich ist eine Struktur zu erkennen, die mit den Atompositionen korreliert. Die diagonalen Linien kommen wahrscheinlich durch laterale Drift entlang dieser Richtung zustande. Die Bildgröße ist jeweils $1\text{ nm} \times 1\text{ nm}$. In dem Layer-254-Bild sind die Positionen eingezeichnet, an denen die Spektroskopiekurven weiter ausgewertet wurden (siehe Abschnitt 5.5.2). e) relative Farbskala, die für die Abbildungen a) bis d) gilt.

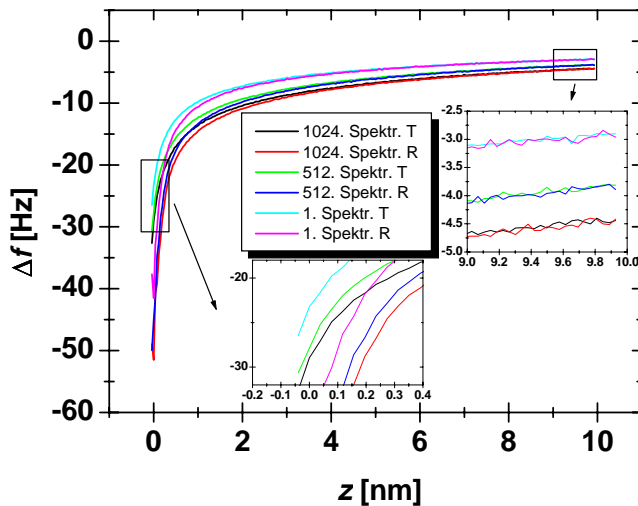


Abbildung 5.20: $\Delta f(z)$ -Kurven im zeitlichen Verlauf. Dargestellt ist die erste, die 512. und die 1024. Kurve des Datensatzes aus 1024 Kurven. Neben der Verschiebung um $0,18\text{ nm}$ in z -Richtung ist auch eine Verschiebung auf der Δf -Achse zu erkennen, die mit der Zeit der Messung korreliert ist.

Verdeutlichung sind in Abb. 5.21a) die erste $\Delta f(z)$ -Kurve aus Zeile 13 und die letzte $\Delta f(z)$ -Kurve aus Zeile 14 eingezeichnet. Sie liegen fast exakt übereinander. Die Abbildung enthält weiterhin exemplarisch zwei der 10 ausgewerteten Spektroskopiekurven, eine Minimum- und eine Maximum-Kurve. Die beiden Kurven liegen ebenfalls übereinander, mit Ausnahme eines kleinen Bereiches von $\approx 0,3$ nm bei geringstem Spitze-Probe-Abstand. Um Fehler aufgrund der Hysterese in der Spannungsrampe zu vermeiden, wurde der Datenpunkt bei kleinstem Spitze-Probe-Abstand weggelassen (vergl. dazu auch den Inset der Abb. 5.18). Die z -Achse wurde so gelegt, dass der Punkt $z = 0$ dem kleinsten Spitze-Probe-Abstand der Messung entspricht.

Durch Benutzung der Methode von Dürig (Gl. 4.5) [43] in einer Software-Implementierung von Hölscher [44] lässt sich aus den $\Delta f(z)$ -Kurven das Spitze-Probe-Potential und durch anschließende Differentiation die Kraft F_{int} gewinnen. Dieses Verfahren wurde auf die Kurven angewandt. Das Ergebnis ist in Abb. 5.21b) für die zwei Kurven aus Abb. 5.21a) und in Abb. 5.22 für alle Kurven aus Zeile 14 dargestellt.

Da ich Aussagen über die kurzreichweitigen Kräfte gewinnen möchte, habe ich folgendes Verfahren auf alle Kurven angewandt [85] [86] [88]: Zuerst wurde eine analytische Beschreibung aller langreichweitigen Kräfte F_{long} gesucht. Ein gut passender Ausdruck ist:

$$F_{\text{long}} = \frac{k}{z - z_{\text{off}}}. \quad (5.1)$$

Gemäß Gl. 2.3 und 2.4 beschreibt dies sowohl die van-der-Waals-Kraft einer konischen oder pyramidalen Spitze als auch die elektrostatische Kraft einer sphärischen Spitze [89]. Beide Modelle sind plausibel für den benutzten Cantilever. Die Parameter k und z_{long} wurden nach der Methode der kleinsten Quadrate in dem Bereich von $z=1 \dots 10$ nm vom Punkt dichtester Annäherung an die Messdaten angepasst (engl.: *fit*). Der Startpunkt von 1 nm wurde gewählt, da sowohl der kurzreichweitige, als auch der folgende langreichweitige Fit (siehe folgenden Absatz) gut passen. Die erhaltenen Werte sind in Tabelle 5.3 zusammengefasst. Der Mittelwert $z_{\text{off}} \approx 0,62$ nm kann als der Spitze-Probe-Abstand der makroskopischen Spitze bei $z = 0$ interpretiert werden. Für jede Kurve wurde die langreichweitige Kraft $F_{\text{long}}(z)$ von der Spektroskopiekurve $F_{\text{int}}(z)$ abgezogen, inklusive des Bereiches von $z=0 \dots 1$ nm. Die resultierende kurzreichweitige chemische Kraft $F_{\text{chem}} = F_{\text{int}} - F_{\text{long}}$ ist in Abb. 5.21c) dargestellt.

Die chemischen Kräfte können durch ein Morse-Potential gemäß Gl. 2.10 beschrieben werden. Durch einen Fit der Kraft an die Messwerte erhalten wir die Parameter des Morse-Potentials. Die Werte sind ebenfalls in Tabelle 5.3 zusammengefasst. Die errechneten Mittelwerte sind $U_{0,\text{min}} = 0.99$ eV, $\lambda_{\text{min}} = 1.47$ Å, $z_{0,\text{min}} = -0.73$ Å über einem atomaren Minimum und $U_{0,\text{max}} = 1.37$ eV,

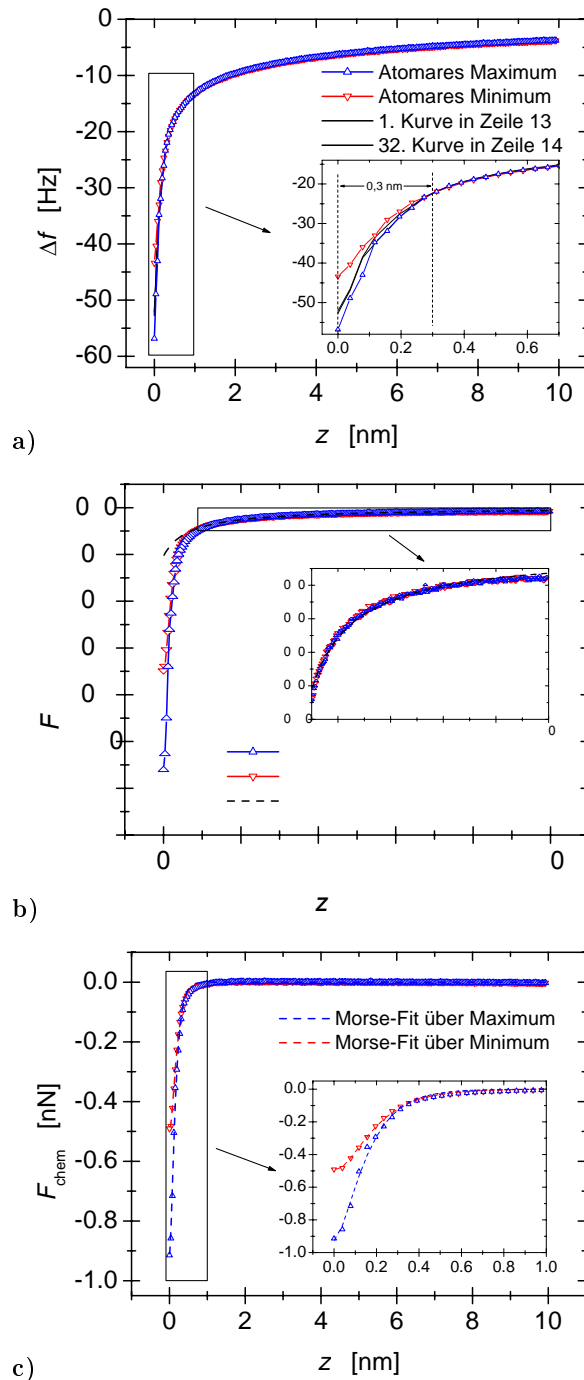


Abbildung 5.21: Zwei Spektroskopiekurven, die über einem atomaren Maximum (Spitze oben, blau) und einem Minimum (Spitze runter, rot) aufgenommen wurden. Der Punkt dichtester Annäherung definiert den Nullpunkt der z -Achse. **a)** $\Delta f(z)$ -Kurven, aufgenommen bei einer Schwingungsamplitude $A = 7,3$ nm. Der atomare Kontrast zeigt sich auf den letzten 0,3 nm der Spektroskopiekurve. Zusätzlich ist die erste Kurve der Zeile 13 und die letzte Kurve der Zeile 14 aufgetragen um zu verdeutlichen, dass Drifteffekte innerhalb dieser beiden Zeilen vernachlässigbar sind. **b)** Die entsprechenden Spitze-Probe-Kräfte F_{int} wurden aus den in a) gezeichneten Kurven bestimmt. Die langreichweitigen Kräfte wurden im Bereich 1...10 nm mit einem inversen Potenzgesetz z^{-1} gefittet (gestrichelte Kurve). **c)** Durch Subtraktion der langreichweitigen Kräfte erhält man die kurzreichweitigen Kräfte F_{chem} . Ein Fit mit der Kraft eines Morsepotentials ist für die Maximum- (blaue Linie) und die Minimum-Position (rote Linie) gezeigt.

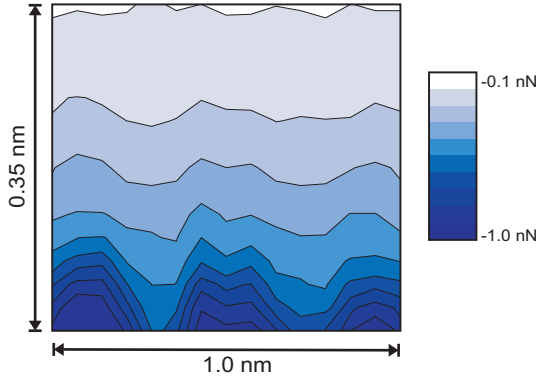


Abbildung 5.22: Aus den $\Delta f(z)$ -Kurven wurde das komplette dreidimensionale Kraftfeld rekonstruiert. Die Abbildung zeigt einen Schnitt durch das Feld entlang Zeile 14 (entspricht ungefähr der $[001]$ -Richtung des Kristalls). Die Skalierung in x - und z -Richtung ist unterschiedlich.

Position		langreichweitiger Fit		kurzreichweitiger Fit			
X	Y	k [eV]	z_{off} [nm]	U_0 [eV]	λ [nm]	z_0 [nm]	
10	13	-0.852	-0.659	1.025	0.159	-0.099	M
10	14	-0.864	-0.631	1.102	0.151	-0.090	i
11	14	-0.855	-0.599	0.867	0.140	-0.048	n
22	13	-0.849	-0.615	0.860	0.140	-0.046	i
23	14	-0.862	-0.602	1.100	0.146	-0.082	m
mean _{min}		-0.857	-0.621	0.991	0.147	-0.073	u
st. dev _{min}		0.007	0.025	0.120	0.008	0.024	m
4	13	-0.830	-0.589	1.346	0.115	-0.051	M
5	13	-0.836	-0.610	1.484	0.121	-0.072	a
17	13	-0.864	-0.633	1.482	0.121	-0.056	x
18	14	-0.852	-0.599	1.337	0.115	-0.046	i
28	14	-0.855	-0.628	1.197	0.108	-0.019	m
mean _{max}		-0.847	-0.612	1.369	0.116	-0.049	u
st. dev _{max}		0.014	0.019	0.120	0.005	0.019	m

Tabelle 5.3: Die Tabelle enthält die berechneten Parameter für die ausgewerteten Spektroskopiekurven. Die oberen fünf Messpunkte sind über einem atomaren Minimum, die unteren fünf Messpunkte über einem Maximum aufgenommen worden. Die Kurven, bei denen der X -Index nur um 1 verschieden ist, gehören zum gleichen Atom, also z.B. die ersten drei Werte. Die darauffolgenden Werte gehören zum direkten Nachbaratom. Die Mittelwerte für den langreichweitigen Fit, sowie der z_0 -Parameter für den kurzreichweitigen Fit sind innerhalb der Fehlergrenzen identisch, wohingegen U_0 und λ deutlich unterschiedlich für die verschiedenen Gitterplätze sind.

$\lambda_{\max} = 1.16 \text{ \AA}$, $z_{0,\max} = -0.49 \text{ \AA}$ über einem atomaren Maximum, wobei der kleine Unterschied in den z_0 -Werten innerhalb des statistischen Fehlers liegt.

Es sollte erwähnt werden, dass der systematische Fehler deutlich größer ist. Der größte Fehler kommt durch die ungenaue Kenntnis der Federkonstante ($\pm 8 \%$), welche sich direkt auf die errechnete Kraft auswirkt. Kleiner, aber signifikant, sind Fehler in der Bestimmung der Schwingungsamplitude und der z -Skala der Spektroskopiekurven. Diese Fehler wirken sich sogar stärker als linear auf die Kraft aus. Die Werte für U_0 und λ hängen ebenfalls von dem Minimalabstand ab, bei dem der langreichweitige Fit begonnen wurde. Versuchsweise wurden verschiedene Abstände von $0,5 \dots 1,5 \text{ nm}$ benutzt. Obwohl die Fits nicht so gut passten, wurden die U_0 und λ Werte berechnet. Sie weichen von den genannten Werten um bis zu 30% ab. Zusammenfassend ist der Fehler für U_0 und λ ebenfalls mit $\pm 30 \%$ anzunehmen.

Die Unterschiede in den z_{off} - und z_0 -Werten kommen durch die mikroskopische Form des Spitzenapex und die Definition dieser Werte zustande. Der langreichweitige Fit basiert auf einer speziellen makroskopischen Spitzenform (unabhängig von der atomaren Struktur des Spitzenapex), wohingegen der kurzreichweitige Morse-Fit die Wechselwirkung zwischen dem vordersten Spitzenatom und der Probe beschreibt. Weiterhin stellt z_{off} den Abstand der starren Spitze dar, während z_0 der negative Abstand des vordersten Spitzenatoms zum Gleichgewichtsabstand ist. Für die Materialkombination Fe/Ni wird ein Gleichgewichtsabstand von $z_{\text{Fe/Ni}} \approx 2.4 \text{ \AA}$ berichtet [90]. Der tatsächliche Spitze-Probe-Abstand am Punkt dichtester Annäherung sollte daher $z_{\text{Fe/Ni}} - z_0 \approx 3 \text{ \AA}$ sein.

Um die Frage zu klären, ob spinabhängige Austauschkräfte eine Rolle bei dieser Messung gespielt haben, habe ich die errechneten Parameter sowohl von benachbarten Minima als auch von benachbarten Maxima verglichen. Wie man in Tabelle 5.3 sieht und wie ich bei der Auswertung vieler weiterer Kurven festgestellt habe, gibt es keine systematischen Unterschiede. Folglich sind die Effekte zu klein, um sie mit dem aktuellen Aufbau messen zu können, obwohl für einen Spitze-Probe-Abstand von 3 \AA ein messbarer Effekt vorhergesagt wurde [57, 58].

Rekonstruierte Spektroskopiefelder

Der kritischste Parameter bei den im vorigen Abschnitt vorgestellten Spektroskopiefeldern stellt der Punkt dichtester Annäherung an die Oberfläche dar. Der Abstand ist nur schwer kontrollierbar und schon geringste Unterschreitungen eines Minimalabstandes können zum Spitzenwechsel führen. Der im vorigen Abschnitt dargestellte Datensatz war daher auch der einzige, bei dem es vor und nach der Aufnahme eines Spektroskopiefeldes möglich war, atomare Auflösung zu erzielen. Aus diesem Grunde bin ich dazu übergegangen, geregelte xy -Bilder bei verschiedenen Frequenzverschiebungen aufzunehmen und

daraus die $\Delta f(z)$ -Kurven zu rekonstruieren. Für diese Messung wurde ein Bereich auf der Oberfläche herausgesucht, der zusätzlich ein Adsorbat enthielt. Auf diese Weise lässt sich laterale Drift besser verfolgen und nachträglich automatisch korrigieren [91]. Der Datensatz besteht aus 25 geregelten xy -Bildern wobei Δf systematisch von -2 Hz bis -22,5 Hz geändert wurde. Beim darauffolgenden Bild mit $\Delta f = -23$ Hz kam es zum Spitzenwechsel mit Verlust der atomaren Auflösung. Die Aufnahmedauer aller 25 Bilder betrug 75 Minuten. Zur Veranschaulichung ist in Abb. 5.23 jedes zweite Topographiebild der Serie dargestellt. Mit negativeren Frequenzverschiebungen steigt die atomare Korrugation. Während in den ersten Bildern noch kein Kontrast erkennbar ist, beträgt die Korrugation in $\langle 100 \rangle$ -Richtung bei dem letzten Bild der Serie 44 pm.

Aus den xy -Bildern lassen sich Spektroskopiekurven an spezifischen Orten extrahieren. Anhand der Atompositionen erkennt man jedoch eine laterale Drift von $\approx 0,3$ nm über die gesamte Aufnahmedauer. Zur Rekonstruktion der $\Delta f(z)$ -Kurven wurde daher für drei verschiedene Plätze (auf dem Adsorbat, über einem atomaren Maximum und über einem atomaren Minimum) in jedem Bild einzeln der gleiche Probenort herausgesucht und der Δf -Wert an dieser Stelle benutzt. Die so gewonnenen Spektroskopiekurven sind in Abb. 5.24 dargestellt. Obwohl diese Kurven natürlich leicht unterschiedlich sind und somit einen atomaren Kontrast zeigen, sind sie aufgrund ebenfalls vorhandener Drift in z -Richtung von ≈ 1 nm nicht zur direkten Auswertung verwendbar.

5.5.3 Überlegungen zur Drift

Die vorangegangenen Abschnitte zeigen, dass die Messung von Spektroskopen mit atomarer Auflösung extreme Anforderungen an Stabilität und Sensitivität der Messapparatur stellen. Die Anforderungen sind so hoch, dass sie derzeit selbst mit dem hier vorgestellten Tieftemperatur-Rasterkraftmikroskop nicht zu erreichen sind. Im folgenden sollen die verschiedenen separierbaren Drift- und Hysteresebeiträge, deren Ursachen und mögliche Beseitigung erörtert werden. Zusammenfassend haben sich folgende Probleme aus den Experimenten ergeben:

- Es gibt eine **laterale Drift**. Diese betrug bei den xy -Bildern zur Rekonstruktion einer Spektroskopiekurve 0,24 nm/h und bei dem Spektroskopiefeld 0,4 nm/h. Dies sind quasi identische Werte, wie sie Wittneven mit einem ähnlichen Aufbau findet [31].
- Die **vertikale Drift** beträgt bei der Spektroskopiefeldaufnahme 8,7 nm/h und bei den xy -Bildern $\approx 0,8$ nm/h.
- Es gibt eine **Drift der Resonanzfrequenz** des Cantilevers. Bei der Spektroskopiefeldaufnahme betrug diese -1,1 Hz/h.

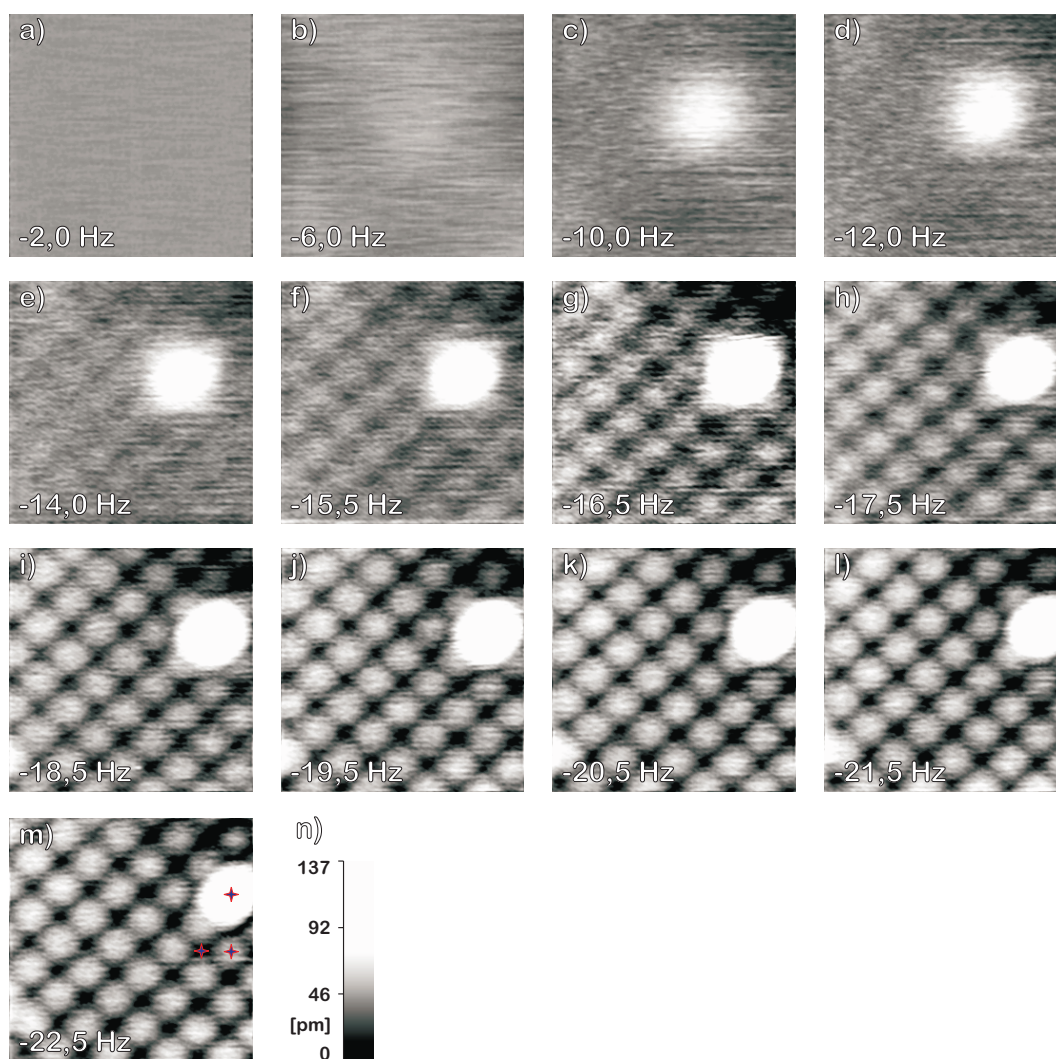


Abbildung 5.23: a) bis m) Topographiebilder auf der NiO(001)-Oberfläche bei verschiedenen Frequenzverschiebungen (13 Bilder aus einer Serie von 25 Bildern). Der Kontrast nimmt mit Annäherung an die Oberfläche zu. Gleichzeitig ist eine laterale Drift zu erkennen. Aufnahmeparameter: $T = 14,3$ K, $f_0 = 196$ kHz, $A = 12,8$ nm, $\gamma \approx -7,1 \times 10^{-16}$ bis $-8,0 \times 10^{-15} \text{ N}\sqrt{\text{m}}$. In Bild m) sind die lateralen Orte eingezeichnet, über denen die in Abb. 5.24 dargestellten Spektren rekonstruiert wurden. n) Relative Farbskala für die Abbildungen a) bis m).

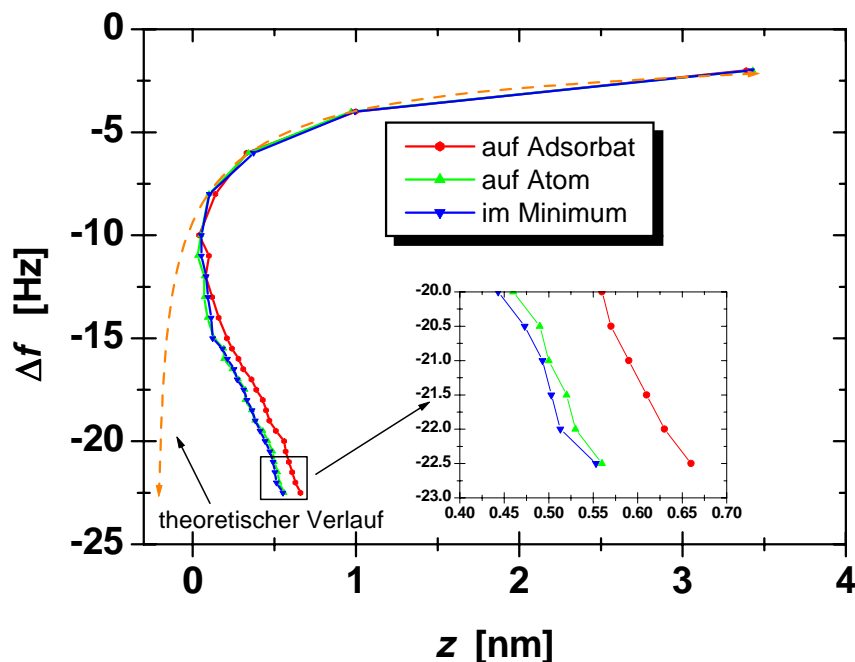


Abbildung 5.24: Rekonstruierte Spektroskopiekurven aus den in Abb. 5.23 dargestellten xy -Bildern auf den in Abb. 5.23.e) gekennzeichneten Plätzen. Die drei $\Delta f(z)$ -Kurven zeigen zwar einen Kontrast bei sehr negativen Frequenzverschiebungen, jedoch führt Drift in Richtung der z -Achse dazu, dass eine weitere Auswertung nicht möglich ist. Der orangene Pfeil deutet an, wie die Kurven qualitativ aussehen müssten.

- Die $\Delta f(z)$ -Kurven zeigen eine **Hysterese zwischen Trace und Retrace**. Bei der Aufnahme des Spektroskopiefeldes betrug dieser Wert 0,18 nm.

Als Ursachen dafür kommen folgende Aspekte in Frage:

- Thermische Drift im Mikroskop.
- Drift- und Hysterese-Effekte in der Elektronik.
- Kriecheffekt des Piezomaterials.

Die Ursache der lateralen Drift ist die thermische Drift im Mikroskop. Sie entsteht durch Temperaturänderungen an beliebigen Stellen des mechanischen Pfades zwischen Spitze und Probe, welcher die Röhrenpiezos von Glasfaser und Probe, deren Saphirschlitten, die Titanplatte des xy -Verschiebetisches und natürlich den Macorkörper des Mikroskops beinhaltet. Anhand der Längenausdehnungskoeffizienten $\alpha(T)$ dieser Materialien ist eine Abschätzung der Auswirkung von Temperaturschwankungen möglich. Bisher sind keine genauen Längenausdehnungskoeffizienten der Materialien bei 10 K bekannt. Wären

die spezifischen Wärmekapazitäten $C_V(T)$ bei Raumtemperatur und bei 10 K bekannt, ließe sich die Näherung

$$\frac{\alpha(T)}{\alpha(293)} \approx \frac{C_V(T)}{C_V(293)} \quad (5.2)$$

benutzen [92], aber auch diese Daten sind schwierig zu erhalten. Aus Messungen des integralen Längenausdehnungskoeffizienten [93] kann man jedoch abschätzen, dass der Längenausdehnungskoeffizient bei 10 K für Macor $\approx 3 \times 10^{-6}$ und für PZT $\approx 1,5 \times 10^{-6}$ beträgt, während der Wert für Titan demgegenüber vernachlässigbar klein ist. Da bei Raumtemperatur der Längenausdehnungskoeffizient von Saphir kleiner ist als der von Titan, gehe ich davon aus, dass bei tiefen Temperaturen der Wert für Saphir ebenfalls vernachlässigbar klein ist. Aus der Differenz der Längenausdehnungskoeffizienten kann die Temperaturschwankung bei gegebener Drift abgeschätzt werden. Die Länge des thermischen Pfades in lateraler Richtung ist gegeben durch den Radius des Mikroskops von 30 mm. Die beteiligten Materialien sind hauptsächlich Macor und Titan, so dass die Differenz der Längenausdehnungskoeffizienten $\approx 3 \times 10^{-6}$ beträgt. Eine laterale Drift von gemessenen 0,4 nm/h entspricht somit einer Temperaturänderung von 4,4 mK/h. Diese Temperaturschwankung liegt unterhalb der Messgenauigkeit der beiden Temperatursensoren am Mikroskop und entspricht dem Limit dessen, was experimentell mit dem vorhandenen Badkryostaten erreichbar ist. Trotz der Ankopplung an das Tieftemperaturbad mit konstanter Temperatur lassen sich Temperaturschwankungen nicht gänzlich vermeiden. Die Mikroskoptemperatur ist von der Füllhöhe des Heliums im Kryostaten abhängig. Zwar läuft der größte Teil des Wärmeaustausches über den Kupferkonus, so dass bei einer Füllhöhe über dem Kupferkonus eine geringere Abhängigkeit zwischen Füllhöhe und Temperatur besteht, aber die Wärmestrahlung der Kryostatwände reicht aus, um die angegebene Temperaturdrift zu verursachen.

Weiterhin gibt es auch Wärmequellen im Mikroskop. Die Hauptquelle ist der Laser des Interferometers, der am Glasfaserende 0,12 mW Lichtleistung aussendet. Dieser sollte aber keinen wesentlichen Einfluss haben, da die Leistung des Lasers konstant geregelt wird und der Laser selber nur einmal pro Woche zum Laden der Versorgungsbatterie ausgeschaltet wird. Während der Rasterbewegung und durch die Anregung der Cantileverschwingung wird ebenfalls Wärme erzeugt. Diese liegt jedoch für typische Messungen bei wenigen μW bzw. sogar im nW-Bereich. Für die Positionierung des Glasfaserendes über dem Cantilever muss jedoch für einige Zeit³ ein 4 kHz Sinussignal von ≈ 80 V an die z -Elektrode des Faserscanners angelegt werden. Die Kapazität des Faserscanners beträgt 5,6 nF, so dass eine Leistung von

$$P = U_{\text{RMS}} \times I_{\text{RMS}} = \frac{U_{\text{RMS}}^2}{Z} = \frac{U^2}{2} \omega C \approx 70 \text{mW} \quad (5.3)$$

³bis zu einigen Minuten

erzeugt wird. Z ist die Impedanz des Faserscanners. Dies führt zu einer massiven Ausdehnung des Faserscanners über mehrere Interferenzsignalmaxima, also einige 100 nm. Nach etwa 20 min. hat sich der Piezo wieder abgekühlt, und eine stabile Annäherung der Probe kann gestartet werden; jedoch ist durchaus denkbar, dass die noch verbliebene Wärmemenge zu kleinen Drifterscheinungen führt, die beim Approach nicht bemerkbar sind.

Die hohe vertikale Drift hat zwei Ursachen: Thermische Drift im Mikroskop und elektronische Drift. Die thermische Drift lässt sich wie im vorigen Abschnitt abschätzen, wobei als Länge des thermischen Pfades jetzt 60 mm (Unterkante des Macorkörpers bis zur Mitte des Faser-Walkers) und als Längenausdehnungskoeffizient die Differenz von Macor und PZT angenommen werden, also $1,5 \times 10^{-6}$. Bei einer Temperaturschwankung von errechneten 4,4 mK/h erhält man somit eine vertikale Drift \approx von 0,4 nm/h. Dieser Wert ist geringer als die gemessenen 8,7 bzw. 0,8 nm/h, allerdings stellt er auch die Untergrenze dar, da natürlich Temperaturschwankungen im Macorgehäuse sich erst stark zeitverzögert auf das Piezomaterial übertragen, wodurch die Längenausdehnung nicht so stark ausgeglichen wird.

Der andere Driftanteil entsteht durch elektronische Drift der Sample & Hold - Schaltung des Feedbacks. Durch Leckströme wird der Kondensator, der die Gegenspannung hält, langsam entladen (Haltedrift). Dies erklärt, warum die vertikale Drift so unterschiedlich war, während lateral ja ähnliche Werte in den beiden Messungen festgestellt wurden. Die Haltedrift hängt hauptsächlich von der Größe der gehaltenen Gegenspannung ab und die kann sehr unterschiedlich sein. Die elektronisch bedingte 8,3 nm/h Drift in der Spektroskopiefeldaufnahme spiegelt unter Berücksichtigung der Verstärkungsfaktoren im Feedback eine Haltedrift von 42,3 mV/h der Sample & Hold - Schaltung. Dies ist ein sehr geringer Wert [94], der überhaupt erst durch Benutzung eines 10 μ F - Kondensators möglich wurde. Der Leckstrom betrug in diesem Fall

$$I = \frac{\Delta U}{\Delta t} C = \frac{42,3 \text{ mV}}{1 \text{ h}} 100 \mu\text{F} = 1,18 \text{ nA} \quad (5.4)$$

und lässt sich nicht mehr wesentlich reduzieren, da eine Erhöhung der Kapazität auch den Leckstrom erhöht. Die Benutzung der Sample & Hold - Schaltung lässt sich jedoch oftmals umgehen, wenn nur in einem kleinen Gebiet gemessen wird und die Spitze-Probe-Abstände nur geringfügig variieren, wie es bei den atomar auflösenden Messungen der Fall ist. Da die Schrittweite des Probenwalkers bei Schritten nach oben kleiner ist als bei Schritten nach unten, kann man die Position des Walkers durch sukzessives Hoch- und Runterfahren bei zurückgezogener Probe so einstellen, dass der Approach ungefähr mit der Spannung 0 V am Probenscanner endet. Dann lässt sich auch ohne Benutzung der Sample & Hold - Schaltung eine hohe Signalverstärkung einstellen, ohne dass der Eingangsbereich der Analog-Digital-Wandler von -10 V bis +10 V überschritten wird.

Die in der Spektroskopiefeldmessung festgestellte Drift der Resonanzfrequenz des Cantilevers ist vermutlich real, denn die Drift des PLL macht höchstens 20 bis 30 mHz aus⁴. Typische Si-Cantilever haben zwar eine temperaturabhängige Drift der Eigenfrequenz von $\frac{1}{f_0} \frac{\partial f_0}{\partial T} = -5,8 \times 10^{-5} \text{K}^{-1}$ bei Raumtemperatur [95], bei tiefen Temperaturen ist diese Drift jedoch vernachlässigbar klein, denn die bestimmenden Faktoren „Längenausdehnungskoeffizient“ und „Änderung des Elastizitätsmoduls mit der Temperatur“ gehen mit der Temperatur für Silizium gegen Null [96] [29]. Wahrscheinlich kommt die Resonanzfrequenzänderung durch thermische Drift der Phase zwischen Cantileverschwingung und Anregung im Amplitudenregler zustande. Die Änderung der Schwingungsfrequenz bei leichter Verstimmung der Phase beträgt $\approx 2 \text{Hz}/^\circ$. Aus der Schaltung des Amplitudenreglers lässt sich die maximale temperaturabhängige Drift der Phase zu $0,25 \text{Hz}/^\circ\text{C}$ berechnen. Die Drift von $-1,1 \text{Hz/h}$ entspräche dann einer Temperaturdrift im Amplitudenregler von $4,4^\circ\text{C/h}$, was durchaus möglich ist.

Die in der Spektroskopiefeldaufnahme (und auch in anderen hier nicht gezeigten $\Delta f(z)$ -Kurven) festgestellte Hysterese zwischen den Trace- und den Retrace-Kurven ist bereits in Kapitel 5.5.2 erörtert worden. Die hauptverursachende elektronische Hysterese wurde durch Anpassung des Feedbacks vollständig beseitigt, die Zeitkonstanten des Amplitudenreglers werden ebenfalls kürzer gewählt, jedoch lässt sich der Krieeffekt physikalisch nicht weiter verringern, denn das verwendete Piezomaterial PZT-8 wurde aufgrund des geringen Krieeffekts ausgewählt. Der Krieeffekt nimmt auch mit der Temperatur rapide ab, so dass die vorhandene Kühlung mit Flüssig-Helium schon das Optimum darstellt. Allerdings kann der Effekt verringert werden, indem die Kurven langsamer durchgeföhren werden. Bei der Aufnahme ganzer Spektroskopiefelder hat man dann aber mehr Probleme mit thermischer Langzeitdrift, so dass man hier Vor- und Nachteile abwägen muss.

⁴In einem Test zeigte der PLL eine Drift von $\approx 30 \text{mHz}$ über einen Zeitraum von 14 Stunden.

Kapitel 6

Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit beschreibt Messungen mit dynamischer Tieftemperatur-Rasterkraftmikroskopie an den antiferromagnetischen Übergangsmetalloxiden NiO und MnO.

Motiviert sind die Arbeiten durch den wissenschaftlich-technischen Nutzen höchstauflösender Messungen. Insbesondere das Ziel der Messung von spinabhängigen Austauschkräften auf atomarer Skala stellt wissenschaftliches Neuland dar. Für dieses Vorhaben kommt nur dynamische Nichtkontakt-Rasterkraftmikroskopie in Frage, denn sie ermöglicht die höchstauflösende Messung von Kraftwechselwirkungen in einem Abstand von wenigen Å über der Probenoberfläche. Überlegungen zum thermischen Rauschen des Cantilevers zeigen den Vorteil von Messungen bei tiefen Temperaturen.

Die benutzte Messapparatur besteht aus drei UHV-Kammern, die auf einem pneumatischen Schwingungsdämpfungstisch aufgebaut sind. Das Mikroskop hängt an einer Kette, mit der es in einen Badkryostaten herabgelassen werden kann. Die damit erreichbare Messtemperatur liegt bei 10 K. Das Mikroskop verfügt über einen Spitzen- und Probenwechselmechanismus, ein Glasfaserinterferometer, eine in den Probenhalter integrierte Widerstandsheizung sowie einen x/y -Verschiebetisch. Die Messelektronik besteht aus verschiedenen kommerziellen und selbstentwickelten Komponenten.

Als Probensystem wurden die (001)-Oberflächen von MnO und NiO ausgewählt, da sie durch Spalten im UHV leicht zu präparieren sind und aufgrund des Antiferromagnetismus atomare Reihen mit alternierendem Spin haben. Größerflächige Messungen zeigten, dass nur die NiO(001)-Oberfläche sauber genug spaltet, um atomar flache Ebenen zu haben. Auf diesen Ebenen konnte atomare Auflösung sowohl mit Si-Spitzen als auch mit Fe-bedampften Spitzen erreicht werden. Die Abbildungseigenschaften mit den Fe-beschichteten Cantilevern waren stabiler und das Rauschen geringer. Es konnten Stufenkanten und Punktdefekte abgebildet werden, welche die hohe Auflösung demonstrieren. In den Messungen war jeweils nur eine Atomsorte als Maximum zu sehen. Aufgrund der hohen chemischen Affinität zwischen den Fe-Atomen der Spitze

und den O-Atomen der Probe handelt es sich dabei vermutlich um die Sauerstoffplätze.

Erstmals gelang die Aufnahme eines Feldes von $\Delta f(z)$ -Kurven über der Probenoberfläche mit atomarer Auflösung. Obwohl durch thermische Drift das atomare Gitter in den Spektroskopiedaten leicht verzerrt erscheint, lassen sich die Spektren über einem atomaren Maximum deutlich von denen über einem atomaren Minimum unterscheiden. Anhand der spektroskopischen Daten wurde das Spitze-Probe-Wechselwirkungspotential rekonstruiert. Nach Abzug der langreichweitigen van-der-Waals-Kräfte konnten die kurzreichweitigen Kräfte durch ein Morse-Potential beschrieben werden. Es ergaben sich Bindungsenergien von $U_{0,\min} = 0.99$ eV über einem atomaren Minimum und $U_{0,\max} = 1.37$ eV über einem Maximum, sowie Abfalllängen von $\lambda_{\min} = 1.47$ Å und $\lambda_{\max} = 1.16$ Å, wobei der Fehler für alle genannten Werte mit $\pm 30\%$ beziffert wird. Die spektroskopischen Untersuchungen zeigten ebenfalls, dass trotz der Affinität der Spitze-Probe-Abstand bis auf $\approx 0,3$ nm reduziert werden kann. Da für diesen Abstand ein deutlich messbarer Austauschkontrast vorhergesagt wurde, liegt vermutlich eine nahezu orthogonale Ausrichtung der Spins in Spitze und Probe vor, die den Austauschkontrast verschwinden lässt.

Spektroskopische Langzeitmessungen zeigen das physikalische Limit der Stabilität auf. Großflächige Spektroskopien mit atomarer Auflösung sind aufgrund von unvermeidbarer thermischer Drift in der Größenordnung von 0,5 nm/h in vertikaler und lateraler Richtung mit dem bestehenden System kaum zu erreichen.

Literaturverzeichnis

- [1] R. Wiesendanger, H.-J. Güntherodt, G. Güntherodt, R. J. Gambino, R. Ruf, Phys. Rev. Lett. **65**, 247 (1990)
- [2] S. Heinze, M. Bode, A. Kubetzka, O. Pietzsch, X. Nie, S. Blügel, and R. Wiesendanger, Science **288**, 1805 (2000)
- [3] G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber, E. Weibel, Phys. Rev. Lett. **49**, 57 (1982)
- [4] C. J. Chen, Introduction to Scanning Tunneling Microscopy, Oxford University Press (1993)
- [5] R. Wiesendanger, Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy, Cambridge University Press (1994)
- [6] G. Binnig, C. F. Quate, Ch. Gerber, Phys. Rev. Lett. **56**, 930 (1986)
- [7] T. R. Albrecht, S. Akamine, T. E. Carver, C. F. Quate, J. Vac. Sci. Technol. A **8**, 3386 (1990)
- [8] O. Wolter, Th. Bayer, J. Greschner, J. Vac. Sci. Technol. B **9**,1353 (1991)
- [9] D. Sarid, Scanning Force Microscopy, Oxford University Press (1991)
- [10] H.-U. Krottil, T. Stifter, H. Waschipky, K. Weishaupt, S. Hild, O. Marti, Surf. and Interf. Anal. **27**, 336 (1999)
- [11] C. M. Mate, G. M. McClelland, R. Erlandsson, S. Chiang, Phys. Rev. Lett. **59**, 1942 (1987)
- [12] S. Fujisawa, E. Kishi, Y. Sugawara, S. Morita, Phys. Rev. B **51**, 7849 (1995)
- [13] H. Hölscher, U. D. Schwarz, O. Zwörner, R. Wiesendanger, Z. Phys. B **104**, 295 (1997)
- [14] J. Israelachvili, Intermolecular & Surface Forces, Sec. Ed., Academic Press (1991)

-
- [15] R. Erlandsson, L. Olsson, P. Martensson, *Phys. Rev. B* **54**, 8306 (1996)
- [16] F. J. Giessibl, S. Hembacher, H. Bielefeldt, J. Mannhart, *Science* **289**, 422 (2000)
- [17] S. Ciraci, A. Baratoff, I. P. Batra, *Phys. Rev. B* **41**, 2763 (1990)
- [18] W. Allers, *Tieftemperatur-Rasterkraftmikroskopie im Ultrahoch-Vakuum auf van-der-Waals-Oberflächen*, Dissertation, Shaker Verlag (1999)
- [19] A. Schwarz, *Aufbau eines Ultrahochvakuum-Tieftemperatur-Rasterkraftmikroskops und Untersuchung des Abbildungsmechanismus auf LiF (001) und InAs (110)*, Dissertation, Shaker Verlag (1998)
- [20] W. Allers, A. Schwarz, U.D. Schwarz, R., Wiesendanger, *Rev. Sci. Instrum.* **69**, 221 (1998)
- [21] R. G. Wilson, G. R. Brewer, *Ion Beams: With applications to ion implantation*, Wiley, New York (1973)
- [22] M. Getzlaff, J. Bansmann, J. Braun, G. Schönhense, *Z. Phys. B* **104**, 11 (1997)
- [23] R. E. March, R.J. Hughes, *Quadrupole storage mass spectrometry*, Wiley, New York (1989)
- [24] M. A. van Hove, W. H. Weinberg, C.-M. Chan, *Low energy electron diffraction: experiment, theory and surface structure determination*, Springer, Berlin (1986)
- [25] L. E. Davis et al, *Handbook of auger electron spectroscopy*, Eden Prairie, Minnesota (1976)
- [26] S. Langkat, *Untersuchung zur Elastizitätsmessung mittels Rasterkraftmikroskopie und Aufbau eines Tieftemperatur-Ultrahochvakuum-Rasterkraftmikroskops mit einem Probenverschiebetisch*, Diplomarbeit, Universität Hamburg, Institut für Angewandte Physik (1998)
- [27] S. H. Pan, International Patent Application Number PCT/GB93/00539
- [28] Chr. Wittneven, R. Dombrowski, S. H. Pan, R. Wiesendanger, *Rev. Sci. Instrum.* **68**, 3806 (1997)
- [29] H. Frey, *Tieftemperaturtechnologie*, VDI-Verlag (1981)
- [30] H. Kuchling, *Taschenbuch der Physik*, 13. Aufl., Verlag Harri Deutsch (1991)

-
- [31] Chr. Wittneven, Aufbau eines Ultrahochvakuum-Tieftemperatur-Rastertunnelmikroskops mit drehbarem Magnetfeld und Untersuchung der Streuzustände ionisierter Dotieratome an InAs(110), Dissertation, Universität Hamburg (1998)
- [32] D. Rugar, H. J. Mamin, P. Guethner, *Appl. Phys. Lett.* **55**, 2558 (1989)
- [33] A. Moser, H. J. Hug, T. Jung, U. D. Schwarz, H.-J. Güntherodt, *Meas. Sci. Technol.* **4**, 769 (1993)
- [34] A. Schwarz, Untersuchung von Übergangsmetalloxiden mittels Rasterkraftmikroskopie und Aufbau eines faseroptischen, interferometrischen Detektionssystems für ein Rasterkraftmikroskop, Diplomarbeit, Universität Hamburg, Institut für Angewandte Physik (1994)
- [35] R. Dombrowski, Aufbau eines Ultrahochvakuum-Tieftemperatur-Rastertunnelmikroskops mit rotierbarem Magnetfeld und magnetfeldabhängige Rastertunnelspektroskopie an der InAs(110)-Oberfläche, Dissertation, Universität Hamburg (1998)
- [36] T. R. Albrecht, P. Grütter, D. Horne, D. Rugar, *J. Appl. Phys.* **69**, 668 (1991)
- [37] F. J. Giessibl, *Science* **267**, 68 (1995)
- [38] H. Hölscher, U. D. Schwarz, R. Wiesendanger, *Appl. Surf. Sci.* **140**, 344 (1999)
- [39] H. Hölscher, W. Allers, U. D. Schwarz, A. Schwarz, R. Wiesendanger, *Phys. Rev. Lett* **83**, 4780 (1999)
- [40] F. J. Giessibl, *Phys. Rev. B* **56**, 16010 (1997)
- [41] F. J. Giessibl, *Appl. Phys. Lett.* **78**, 123 (2001)
- [42] B. Gotsmann, B. Anczykowski, C. Seidel, H. Fuchs, *Appl. Surf. Sci.* **140**, 314 (1999)
- [43] U. Dürig, *Appl. Phys. Lett.* **75**, 433 (1999)
- [44] H. Hölscher, A. Schwarz, W. Allers, U. D. Schwarz, R. Wiesendanger, *Phys. Rev. B* **61**, 12678 (2000)
- [45] R. Wiesendanger, D. Bürgler, G. Tarrach, A. Wadas, D. Brodbeck, H.-J. Güntherodt, G. Güntherodt, R. J. Gambino, R. Ruf, *J. Vac. Sci. Technol. B* **9**, 519 (1991)

-
- [46] K. Mukasa, H. Hasegawa, Y. Tazuke, K. Sueoka, M. Sasaki, K. Hayakawa, *Jpn. J. Appl. Phys.* **33**, 2692 (1994)
- [47] K. Mukasa, K. Sueoka, H. Hasegawa, Y. Tazuke, K. Hayakawa, *Mater. Sci. Eng. B* **31**, 69 (1995)
- [48] K. Nakamura, H. Hasegawa, T. Oguchi, K. Sueoka, K. Hayakawa, K. Mukasa, *Phys. Rev. B* **56**, 3218 (1997)
- [49] K. Nakamura, T. Oguchi, H. Hasegawa, K. Sueoka, K. Hayakawa, K. Mukasa, *Jpn. J. Appl. Phys.* **37**, 6575 (1998)
- [50] K. Nakamura, T. Oguchi, H. Hasegawa, K. Sueoka, K. Hayakawa, K. Mukasa, *Appl. Surf. Sci.* **140**, 366 (1999)
- [51] K. Nakamura, T. Oguchi, H. Hasegawa, K. Sueoka, K. Hayakawa, K. Mukasa, *Appl. Surf. Sci.* **142**, 433 (1999)
- [52] K. Nakamura, T. Oguchi, H. Hasegawa, K. Sueoka, K. Hayakawa, K. Mukasa, *J. Magn. Soc. Japan* **23**, 724 (1999)
- [53] W. Nolting, *Quantentheorie des Magnetismus*, Teubner Stuttgart (1986)
- [54] W. Allers, S. Langkat, R. Wiesendanger, *Appl. Phys. A* **72** [Suppl.], 27 (2001)
- [55] S. H. Ke, T. Uda, K. Terakura, *Phys. Rev. B* **59**, 13267 (1999)
- [56] H. Ness, F. Gautier, *Phys. Rev. B* **52**, 7352 (1995)
- [57] A. S. Foster, *Theoretical Modelling of Non-contact Atomic Force Microscopy on Insulators*, Dissertation, University College London (2001)
- [58] A. S. Foster, A. L. Shluger, *Surf. Sci.* **490**, 211 (2001)
- [59] V. E. Henrich, P. A. Cox, *The surface science of metal oxides*, Cambridge University Press (1994)
- [60] J. E. Sader, I. Larson, P. Mulvaney, L. R. White, *Rev. Sci. Instrum.* **66**, 3789 (1995)
- [61] J. E. Sader, J. W. M. Chon, P. Mulvaney, *Rev. Sci. Instrum.* **70**, 3967 (1999)
- [62] R. J. Lad and V. E. Henrich, *Phys. Rev. B* **38**, 10860 (1988)
- [63] M. D. Towler, N. M. Harrison, M. I. McCarthy, *Phys. Rev. B* **52**, 5375 (1995)

-
- [64] M. Marynowski, W. Franzen and M. El-Batanouny, Phys. Rev. B **60**, 6053 (1999)
- [65] P. A. Cox, Transition Metal Oxides, Clarendon Press Oxford (1992)
- [66] G. A. Sawatzky, J. W. Allen, Phys. Rev. Lett. **53**, 2339 (1984)
- [67] F. U. Hillebrecht, H. Ohldag, N. B. Weber, C. Bethke, U. Mick, Phys. Rev. Lett. **86**, 3419 (2001)
- [68] J. Stöhr, A. Scholl, T. J. Regan, S. Anders, J. Lüning, M. R. Scheinfein, H. A. Padmore, R. L. White, Phys. Rev. Lett. **83**, 1862 (1999)
- [69] W. Tasker, D. M. Duffy, Surf. Sci. **137**, 91 (1984)
- [70] T. Urano, T. Kanji, M. Kaburagi, Surf. Sci. **134**, 109 (1983)
- [71] J. M. McKay, V. E. Henrich, Phys. Rev. Lett. **53**, 2343 (1984)
- [72] J. M. McKay, V. E. Henrich, Phys. Rev. B **32**, 6764 (1985)
- [73] M. Liebmann, A. Schwarz, S. Langkat, R. Wiesendanger, Rev. Sci. Instrum., eingereicht (2002)
- [74] B. Hermsmeier, J. Osterwalder, D.J. Friedmann, B. Sinkovic, T. Tran and C.S. Fadley, Phys. Rev. B. **42**, 11895 (1990).
- [75] B. Hermsmeier, J. Osterwalder, D.J. Friedmann and C.S. Fadley, Phys. Rev. Lett. **62**, 478 (1989).
- [76] H. Hosoi, K. Sueoka, K. Hayakawa, K. Mukasa, Appl. Surf. Sci. **157**, 218 (2000)
- [77] M. R. Castell, S. L. Dudarev, G. A. D Briggs, A. P. Sutton, Phys. Rev. B **59**, 7342 (1999)
- [78] T. J. Regan, H. Ohldag, C. Stamm, F. Nolting, J. Lüning, J. Stöhr, R. L. White, Phys. Rev. B **64**, 214422 (2001)
- [79] H. Hölscher, W. Allers, U. D. Schwarz, A. Schwarz, R. Wiesendanger, Phys. Rev. B **62**, 6967 (2000)
- [80] M. R. Castell, P. L. Wincott, N. G. Condon, C. Muggelberg, G. Thornton, Phys. Rev. B **55**, 7859 (1997)
- [81] M. Kleiber, Untersuchung ultradünner magnetischer Filme mittels Magnetkraftmikroskopie und spinpolarisierter Rastertunnelmikroskopie im Ultrahochvakuum, Dissertation, Universität Hamburg (2000)

-
- [82] M. Bode, O. Pietzsch, A. Kubetzka, R. Wiesendanger, *J. of Electr. Spectr. and Rel. Phen.* **114-116**, 1055 (2001)
- [83] M. Bode, O. Pietzsch, A. Kubetzka, S. Heinze, R. Wiesendanger, *Phys. Rev. Lett.* **86**, 2142 (2001)
- [84] S. Morita, Y. Sugawara, K. Yokohama, T. Uchihashi, *Nanotechnology* **11**, 120 (2000)
- [85] M. A. Lantz, H. J. Hug, P. J. A. van Schendel, R. Hoffmann, S. Martin, A. Baratoff, A. Adurixit, H.-J. Güntherodt, Ch. Gerber, *Phys. Rev. Lett.* **84**, 2642 (2000)
- [86] M. A. Lantz, H. J. Hug, R. Hoffmann, P. J. A. van Schendel, P. Kappenberger, S. Martin, A. Baratoff, H.-J. Güntherodt, *Science* **291**, 2580 (2001)
- [87] C. Hamann, M. Hietschold, *Raster-Tunnel-Mikroskopie*, Akademie Verlag, Berlin (1991)
- [88] M. Guggisberg, M. Bammerlin, Ch. Loppacher, O. Pfeiffer, A. Abdurixit, V. Barwich, R. Bennewitz, A. Baratoff, E. Meyer, H.-J. Güntherodt, *Phys. Rev. B* **61**, 11151 (2000)
- [89] L. Olsson, N. Lin, V. Yakimov, R. Erlandsson, *J. Appl. Phys.* **84**, 4060 (1998)
- [90] H.-P. Cheng, D. E. Ellis, *Phys. Rev. B* **39**, 12469 (1989)
- [91] C. Rahn, *Experimentelle Analyse der Eignung problemorientierter Verarbeitungsmethoden für SXM-Bilder*, Diplomarbeit Informatik, Universität Hamburg (2001)
- [92] D. A. Wigley, *Mechanical Properties of Materials at low Temperatures*, Plenum Press, New York - London (1971)
- [93] G. Nunes, Jr. Williams, D. Williams, *J. Vac. Sci. Technol. B* **13**, 1063 (1995)
- [94] U. Tietze, C. Schenk, *Halbleiter-Schaltungstechnik*, Springer (1993)
- [95] F. J. Gießibl, *Progress in Atomic Force Microscopy*, Habilitationsschrift, Universität Augsburg (2000)
- [96] Y. Okada, Y. Tokumaru, *J. Appl. Phys.* **56**, 314 (1984)

Anhang A

Abkürzungsverzeichnis

AFM	Atomic Force Microscope
STM	Scanning Tunneling Microscope
SP-STM	Spin-polarized Scanning Tunneling Microscope
TEM	Transmission Electron Microscope
UHV	Ultrahochvakuum
FFM	Frictional Force Microscopy
MFM	Magnetic Force Microscopy
NC-AFM	Non-contact Atomic Force Microscopy
EFM	Electrostatic Force Microscopy
EFM	Exchange Force Microscopy
LHe	Liquid Helium
LN ₂	Liquid Nitrogen
LEED	Low Energy Electron Diffraction
PI-Regler	Proportional-Integral-Regler
PLL	Phase Locked Loop
VCDO	Voltage Controlled Digital Oscillator
CPU	Central Processing Unit
ADC	Analog Digital Converter
XMLD	X-Ray Magnetic Linear Dichroism
PEEM	Photoelectron-Emission-Microscope

Anhang B

Publikationen und Präsentationen

B.1 Publikationen

1. W. Allers, S. Langkat, R. Wiesendanger: *Dynamic low-temperature scanning force microscopy on nickel oxide (001)*, Appl. Phys. A **72** [Suppl.], 27 (2001)
2. M. Liebmann, A. Schwarz, S. Langkat, R. Wiesendanger: *A low-temperature ultrahigh vacuum scanning force microscope with a split-coil magnet*, Rev. Sci. Instrum., to be published (2002)
3. S. Langkat, H. Hölscher, A. Schwarz, R. Wiesendanger: *Measurement of the interatomic forces between an iron coated tip and the nickel and oxygen lattice sites of NiO(001) by dynamic force spectroscopy*, Surf. Sci., to be published (2002)

B.2 Konferenzbeiträge

B.2.1 Vorträge

1. W. Allers, S. Langkat and R. Wiesendanger: *Dynamic Scanning Force Microscopy on Transition Metal Oxides*, Third International Conference on Non-Contact Atomic Force Microscopy, Hamburg, 18.07.2000
2. S. Langkat, W. Allers and R. Wiesendanger: *Nichtkontakt-Rasterkraftmikroskopie auf Übergangsmetalloxiden*, Frühjahrstagung der Deutschen Physikalischen Gesellschaft, Hamburg, 29.03.2001
3. A. Schwarz, U. D. Schwarz, S. Langkat, H. Hölscher, W. Allers and R. Wiesendanger: *Dynamic Force Microscopy and Spectroscopy at Low Temperatures*, 4th International Conference on Noncontact Atomic Force Microscopy, Kyoto, 02.09.2001

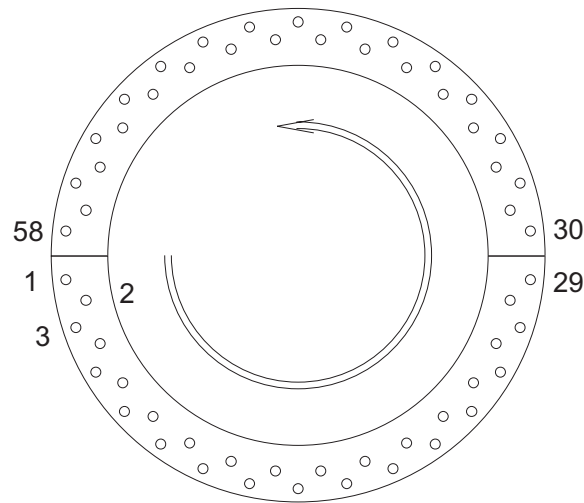
4. U. D. Schwarz, H. Hölscher, W. Allers, S. Langkat, B. Gotsmann, H. Fuchs and R. Wiesendanger: *Progress in Dynamic Force Microscopy: From High-Resolution Imaging of Insulators to the Measurement of Dissipative Interaction Forces*, AVS 48th International Symposium of the American Vacuum Society, San Francisco, 31.10.2001
5. A. Schwarz, S. Langkat, R. Wiesendanger: *Dissipative Wechselwirkungen auf atomarer Skala im dynamischen Modus der Rasterkraftmikroskopie*, Frühjahrstagung der Deutschen Physikalischen Gesellschaft, Regensburg, 15.03.2002

B.2.2 Posterbeiträge

1. S. Langkat, W. Allers, U. D. Schwarz and R. Wiesendanger: *Tiefemperatur-Rasterkraftmikroskop mit 3D-Probenpositionierung und atomarer Auflösung*, Frühjahrstagung der Deutschen Physikalischen Gesellschaft, Regensburg, 29.03.2000
2. S. Langkat, W. Allers and R. Wiesendanger: *Non-contact Scanning Force Microscopy on Transition Metal Oxides*, 11th International Conference on Scanning Tunneling Microscopy/Spectroscopy and Related Techniques, Vancouver, 17.07.2001
3. S. Langkat and R. Wiesendanger: *Experimentelle Voraussetzungen zur Abbildung magnetischer Austauschkräfte mit einem Rasterkraftmikroskop*, Frühjahrstagung der Deutschen Physikalischen Gesellschaft, Regensburg, 13.03.2002

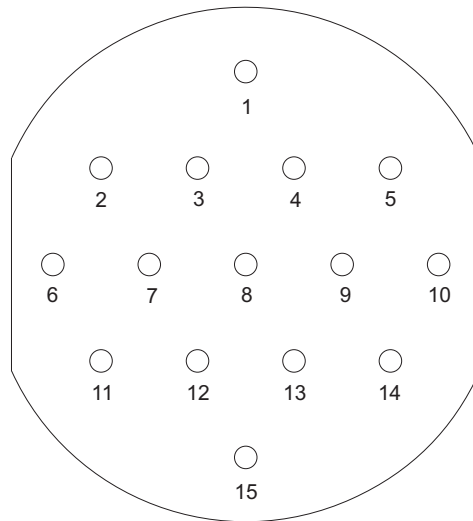
Anhang C

Technische Pläne



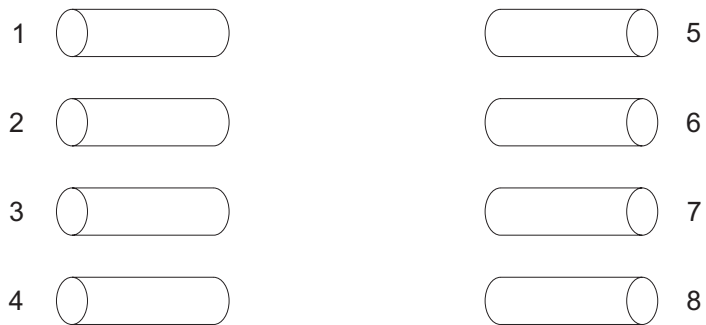
1	z-walker (1)	30	AC-mode: GND
2	z-walker (2)	31	AC-mode: signal
3	y-walker(1)	32	sample-scanner: -y
4	y-walker(2)	33	sample-scanner: +y
5	x-walker(1)	34	n.c.
6	x-walker(2)	35	temp. sample (+)
7	walker-GND	36	temp. sample (-)
8	n.c.	37	temp. sample (+)
9	n.c.	38	temp. sample (-)
10	n.c.	39	fiber-walker(3)
11	fiber-scanner: z	40	fiber-walker(4)
12	fiber-scanner: $\pm y$	41	y-walker(4)
13	n.c.	42	y-walker(5)
14	n.c.	43	x-walker(4)
15	n.c.	44	x-walker(5)
16	n.c.	45	y-walker(6)
17	fiber-scanner: +x	46	x-walker(6)
18	fiber-scanner: -x	47	sample-scanner: -x
19	n.c.	48	sample-scanner: +x
20	fiber-walker(1)	49	sample-scanner: z
21	fiber-walker(2)	50	sample-heater(1)
22	n.c.	51	sample-heater(2)
23	y-walker(3)	52	fiber-walker(5)
24	x-walker(3)	53	fiber-walker(6)
25	n.c.	54	sample (bias)
26	z-walker(3)	55	sample - shielding
27	z-walker(4)	56	tip
28	z-walker(5)	57	tip - shielding
29	z-walker(6)	58	n.c.

Abbildung C.1: Pinbelegung auf dem Macoring, der direkt an dem Kupferkonus befestigt ist. Blickrichtung von oben.



- | | |
|--------------------|-----------------------|
| 1 tip | 9 sample-heater (1) |
| 2 AC-mode: GND | 10 sample-heater (2) |
| 3 AC-mode: signal | 11 sample-scanner: -y |
| 4 metal-GND | 12 sample-scanner: +y |
| 5 sample (bias) | 13 sample-scanner: -x |
| 6 temp. sample (-) | 14 sample-scanner: +x |
| 7 temp. sample (+) | 15 sample-scanner: z |
| 8 n.c. | |

Abbildung C.2: Pinbelegung an der Mikroskop-Rückseite, von außen betrachtet.



- | | |
|--------------------------|---------------------|
| 1 walker-GND | 5 fiber-walker (1) |
| 2 metal-GND | 6 fiber-walker (2) |
| 3 fiber-scanner: z | 7 fiber-scanner: -x |
| 4 fiber-scanner: $\pm y$ | 8 fiber-scanner: +x |

Abbildung C.3: Pinbelegung an der Mikroskop-Vorderseite.

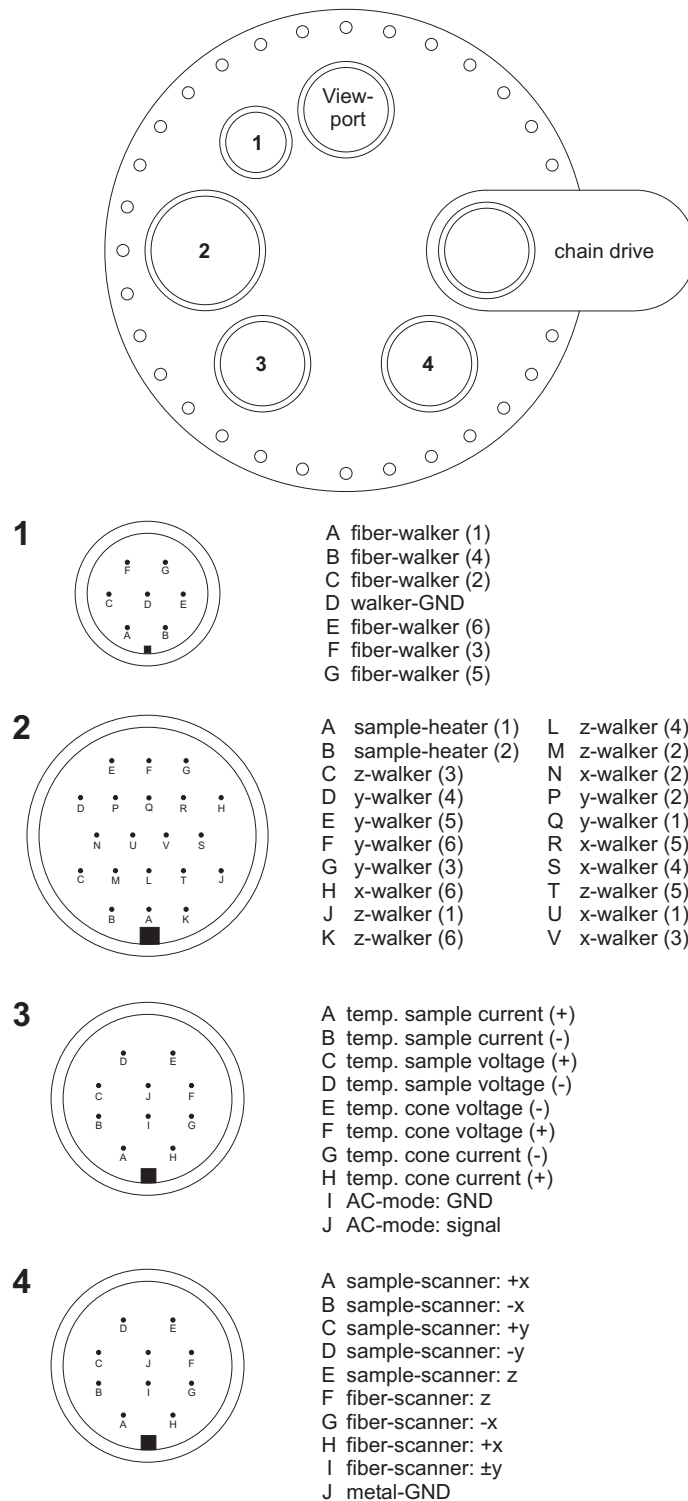


Abbildung C.4: Pinbelegung aller elektrischen Durchführungen auf dem Deckel-flansch der Hauptkammer.