

# Kapitel 3

## Experimentelles

Die magnetischen Eigenschaften der Metalle wurden mit Hilfe eines ESR-Spektrometers untersucht. Zur morphologischen Charakterisierung kamen Rasterkraftmikroskopie und Rasterelektronenmikroskopie zum Einsatz. Die Funktionsweise und die Theorie dieser Verfahren wurden ausführlich in Literatur behandelt (siehe zu ESR: [34]; zu AFM: [43]; zu SEM: [44, 45]). Daher soll an dieser Stelle lediglich eine kompakte Darstellung gegeben werden.

### 3.1 Das ESR-Spektrometer

Das vorhandene ESR-Spektrometer ist ein kommerziell erhältliches Gerät der Firma Bruker (B-ER 420). Zum experimentellen Aufbau gehören eine Mikrowellenbrücke (Bruker ECS 041 XK) und ein Lock-In-Verstärker (Bruker ER 023 M), die zur Verbesserung des Signal-zu-Rausch-Verhältnisses dienen. Ein Mikrowellenfrequenzzähler von Hewlett Packard (HP 5350B) gehört zur Ergänzungsausstattung. Weiterhin sind die Feldsteuerung sowie die Meßdatenerfassung über einen Personal Computer realisiert, um gegebenenfalls Datensätze akkumulieren zu können. Zur Erzeugung des statischen Magnetfeldes (0–12 kG) wird ein 12"-Elektromagnet verwendet. Die Steuerung des Magnetfeldes erfolgt über einen Regelkreis, in dem der Computer als Stellglied und eine Hall-Sonde, die sich zwischen den Polschuhen des Magneten befindet, als Regelglied dient.

Abbildung 3.1 zeigt den schematischen Aufbau des verwendeten ESR-Spektrometers. Im folgenden wird kurz die Funktionsweise der wichtigsten Baugruppen erläutert. Die Mikrowellenstrahlung wird in einem Reflex-Klystron erzeugt, das aus einer Vakuumröhre besteht, in der die Elektronen eines Filaments zunächst auf einem Gitter einer Resonanzstruktur beschleunigt und durch ein rf-Feld geschwindigkeitsmoduliert werden. Danach treten diese Elektronen in einen Reflexionsbereich ein und werden aufgrund einer angeleg-

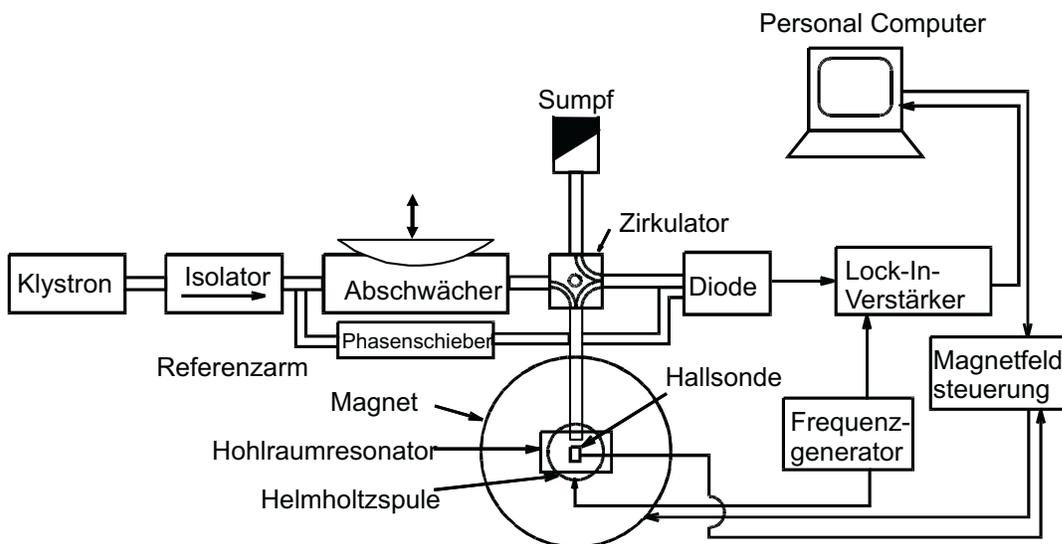


Abbildung 3.1: Schematischer Aufbau des ESR-Spektrometers [46].

ten Spannung gebremst. Dabei holen die schnellen Elektronen die vor ihnen eingetretenen langsamen Elektronen ein. Durch die Geschwindigkeitsmodulation im rf-Feld kommt es bei geeigneter Wahl der Parameter zu einer Paketbildung der Elektronen im Reflexionsbereich und Entstehung der elektromagnetischen Strahlung [34]. Da es sich um einen Resonanzprozeß handelt, der nur für einen schmalen Frequenzbereich bei einem gegebenen Satz von Parametern erfüllt ist, ist die erzeugte Strahlung monochromatisch. Ein Nachteil dieses Aufbaus ist der relativ kleine vom Klystron überdeckte Frequenzbereich. Das führt dazu, daß in der ESR-Spektroskopie nicht die Frequenz der Mikrowellenbrücke, sondern die Stärke des Magnetfeldes variiert werden muß. Das hier verwendete Klystron erzeugt eine Mikrowellenstrahlung im Frequenzbereich zwischen 9 und 10 GHz, der in der ESR-Spektroskopie üblicherweise X-Band genannt wird. Die Wellenlänge liegt somit im Bereich von 2 bis 3 cm und ermöglicht daher eine Verwendung von Proben im Bereich einiger Millimeter. Für paramagnetische Substanzen mit einem  $g = 2.0023$  liegt die Magnetfeldstärke, bei der die Resonanzgleichung erfüllt ist, bei etwa 3300 G. Im Falle ferromagnetischer Proben kann die Resonanzposition aufgrund der großen Anisotropiefelder um einige tausend Gauß von obigem Wert abweicht.

Nach Verlassen des Klystrons durchläuft die Mikrowellenstrahlung einen sog. Isolator, der die elektromagnetischen Wellen nur in einer Richtung durchläßt. Hinter dem Isolator wird die Mikrowellenstrahlung in einen Proben- und einen Referenzarm aufgespalten. Ein Teil gelangt über einen Referenzarm mit dem Phasenschieber direkt auf die Kristalldiode.

Der größere Teil der Strahlung passiert den Abschwächer, der sich im Probenarm befindet. Im Abschwächer kann die Ausgangsleistung des Klystrons von 200 mW um bis zu 60 dB (200 nW) reduziert werden. Die Abschwächung wird so gewählt, daß die Probe mit maximaler Leistung bestrahlt wird, bei der noch keine Sättigungseffekte auftreten. Die meisten der in dieser Arbeit gezeigten Spektren wurden mit einer Abschwächung von 20 dB (2 mW) aufgenommen. Dann wird die Strahlung durch einen Zirkulator und einen Wellenleiter in den Hohlraumresonator geleitet.

Für die Durchführung eines ESR-Experiments ist die Verwendung eines Hohlraumresonators aus zwei Gründen notwendig. Zum einen ist die in einer Resonatorstruktur gespeicherte elektromagnetische Energie um ein Vielfaches größer als die Energie einer sich frei ausbreitenden Welle. Zum anderen verursacht die Geometrie des Resonators der elektromagnetischen Welle einen ganz bestimmten Feldverlauf. So ist beim Rechteckresonator am Ort der Probe (s. Abb. 3.2) die Komponente des elektrischen Feldes minimal, während die des magnetischen Feldes maximal ist. Abhängig von der Wahl des Hohlraumes (Rechteck, Zylinder) kann die Symmetrie des Feldes derjenigen der Probe angepaßt werden. Deshalb sind die hier durchgeführten Experimente mit einem Resonator rechteckiger Geometrie durchgeführt worden, da diese Struktur der Symmetrie der Probe angepaßt ist. Ein solcher Rechteckresonator des Typs  $TE_{102}$  wurde in Abb. 3.2 schematisch dargestellt. Mit dem Typ des Rechteckresonators wird die Gestalt des elektromagnetischen Feldes im Hohlraum angegeben: TE bedeutet Transversal Elektrisch, und das Zahlentripel gibt die Ausdehnung des Hohlraumes in Einheiten der halben Wellenlänge an.

Zur Vorbereitung des Experiments wird zunächst die Frequenz des Klystrons an die experimentellen Bedingungen angepaßt. Das wird außerhalb der Resonanz, d.h. ohne statisches Magnetfeld, gemacht. Die Frequenz hängt dabei von den dielektrischen Eigenschaften der Probe und der Resonatorwände sowie der geometrischen Anordnung der Probe innerhalb des Resonators ab. Anschließend wird der Resonator mittels einer Iris-Schraube so geregelt, daß die reflektierte Leistung des Resonators minimal ist. In den hier beschriebenen Experimenten wurde der Hohlraumresonator stets kritisch gekoppelt betrieben, d.h., die vom Resonator reflektierte Leistung ist unabhängig von der eingestrahlt Leistung. Die reflektierte Strahlung passiert den Hohlwellenleiter in entgegengesetzter Richtung und wird über den Zirkulator auf die Kristalldiode geleitet. Da Kristalldioden erst ab einer gewissen Strahlungsleistung ihr Empfindlichkeitsmaximum erreichen, wird die Diode über den Referenzarm vorgespannt, wobei mittels des Phasenschiebers die Proben- und die Referenzphase aufeinander abgeglichen werden müssen.

Zur Durchführung des Experiments wird das statische Magnetfeld variiert. Wenn die

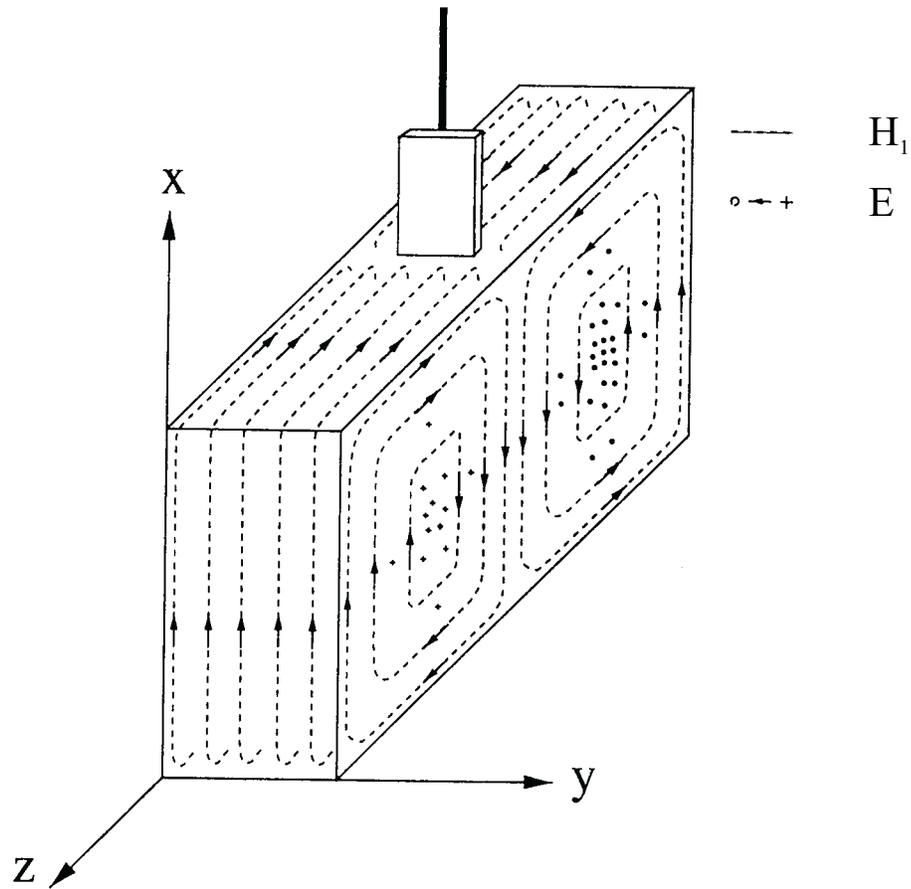


Abbildung 3.2: Schematische Abbildung eines  $TE_{102}$ -Rechteckresonators [34]. Die  $y$ -Achse ist parallel zum statischen Magnetfeld.

Resonanzbedingung erfüllt ist, kommt es im Resonator zu einer Absorption von Mikrowellenstrahlung. Diese Absorption verursacht eine Verstimmung des Resonators. Das führt zur Änderung der reflektierten Leistung und wird als Änderung des Stroms der Kristalldiode registriert, der als Meßsignal des Experiments dient. Deshalb ist das Meßsignal proportional zur Leistung, die aus dem Hohlraumresonator reflektiert wird. Da die absoluten Änderungen im Diodenstrom klein sind, wird nicht direkt der Diodenstrom als Meßsignal verwendet. Hier wird die sog. Lock-In-Technik eingesetzt, die zu einer wesentlichen Verbesserung des Signal-zu-Rausch-Verhältnisses führt. Dabei moduliert man das statische Magnetfeld mittels einer Helmholtzspule (in den hier durchgeführten Untersuchungen typischerweise eine Modulationsamplitude von 8 G und eine Modulationsamplitude von 100

kHz) und detektiert den Diodenstrom phasensensitiv mit einem Lock-In-Verstärker. Aufgrund der verwendeten Lock-In-Technik wird die erste Ableitung der absorbierten Leistung nach dem Feld gemessen und auch in dieser Form dargestellt. Die Meßparameter (Modulationsfrequenz, Modulationsamplitude, Zeitkonstante des Lock-In-Verstärkers) können die Gestalt der gemessenen Spektren beeinflussen. Der Einfluß der verschiedenen Meßparameter ist in [34] ausführlich diskutiert.

## 3.2 Das UHV-System

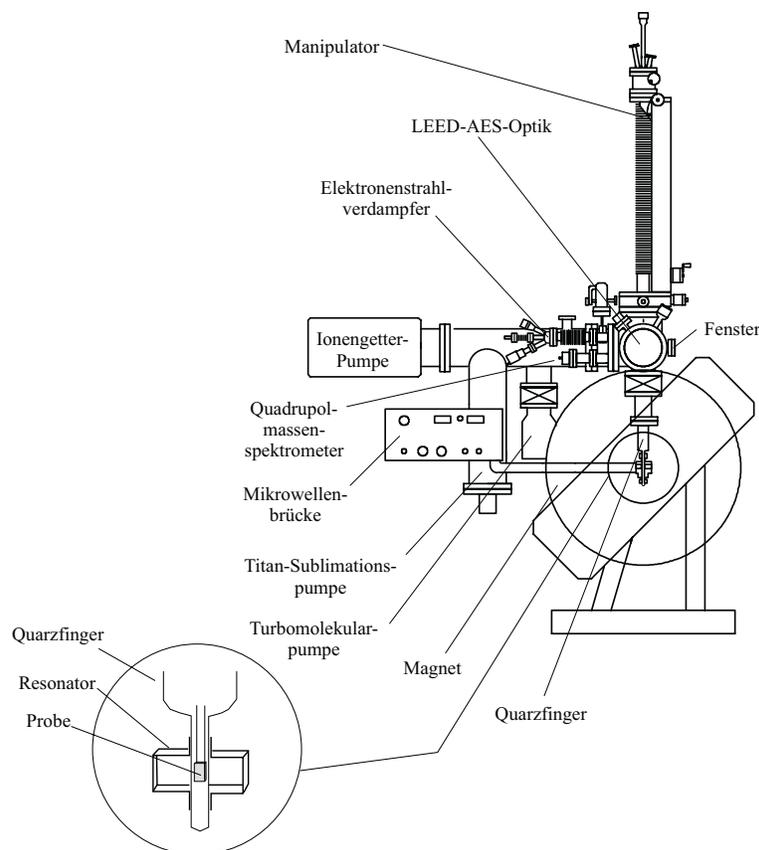


Abbildung 3.3: Skizze der verwendeten UHV-ESR-Apparatur.

Um die Substrat-Oberfläche und die deponierten kleinen Mengen der Metalle vor der Luft zu schützen, wird eine UHV-Kammer benötigt. In diesem Abschnitt soll die verwendete Apparatur erläutert werden, die in Abb. 3.3 schematisch dargestellt ist. Diese Apparatur ermöglicht die Durchführung der ESR-Experimente unter UHV-Bedingungen.

Man sieht in der Abbildung die Ausstattung, die für Standard-UHV-Experimente notwendig ist. Die Anlage wird durch eine Kombination von Ionengetter- (DVP 912-7014, Varian), Titansublimations- (ST22, Vacuum Generators) und Turbomolekularpumpe (TMU 260, Balzers-Pfeiffer) evakuiert, wobei letztere durch eine Drehschieberpumpe (RV 5, Edwards) vorgepumpt wird. Hiermit läßt sich ein Basisdruck von  $5 \times 10^{-11}$  mbar erreichen. In dieser Kammer können die LEED- und Auger-Experimente mit Hilfe einer LEED/Auger-Einheit mit Vier-Gitter-Optik von der Fima Omicron durchgeführt werden. Zur weiteren Ausstattung gehören ein Quadrupolmassenspektrometer (SX 200, Vacuum Generators) und ein Ionisationsvakuummeter (Leybold-Heraeus). Zusätzlich befinden sich im oberen Teil eine Ionenkanone (Sputtergun) sowie ein Elektronenstrahlverdampfer (EFM 3, Focus-Omicron), der mit Hilfe einer Schwingquarzwaage (BSH 501, Caburn MDC) kalibriert werden kann.

Die Ankopplung an das ESR-Experiment findet im unteren Teil der Kammer statt, der durch den Manipulator (mit 600 mm Hub in z-Richtung) erreicht werden kann. Das gesamte ESR-Equipment befindet sich unter Atmosphärenbedingungen, während die zu untersuchende Probe im UHV verbleiben und die Messung *in situ* stattfinden kann. Das wurde durch das Anbringen eines Quarzfingers aus Suprasilglas realisiert, der für Mikrowellenstrahlung durchlässig ist und praktisch keine paramagnetischen Verunreinigungen enthält. Dieses Suprasilrohr (Außendurchmesser: 11 mm) ist an einen Glas-Metall-Übergang angeblasen, der an einen CF-63-Flansch geschweißt ist.

### 3.3 Probenaufbau

Der Probenaufbau muß speziell an die Bedingungen der UHV-ESR-Apparatur angepaßt werden. Der Probenaufbau muß schmal sein. Das liegt an dem limitierten Platz, der im Glasfinger zur Verfügung steht. Der Innendurchmesser des Glasfingers, in dem sich die Probe befindet, ist 9 mm. Wenn man einen minimalen Raum zur Justage der Probe in der xy-Ebene erhalten möchte, kann der Probenaufbau eine maximale Breite von nur 7 mm haben. Zudem muß der Probenaufbau eine möglichst hohe Symmetrie besitzen, um die Feldverteilung im Resonator möglich wenig zu beeinflussen. Der Probenaufbau muß lang genug sein, so daß die Probe die Mitte des Resonators erreicht. Zusammengefaßt muß der Probenaufbau schmal, lang und symmetrisch sein. Ein weiterer wichtiger Punkt ist die Tatsache, daß die ESR-Spektroskopie als eine integrale Meßmethode alle innerhalb des Resonators vorhandenen ESR-aktiven Spezies detektiert. Deshalb dürfen im Probenaufbau keinerlei magnetische Materialien verwendet werden.

Der Probenaufbau ist in Abb. 3.4 schematisch dargestellt. Durch Verwendung eines runden Saphirblocks wurde die Probe elektrisch vom Rest der Kammer getrennt. Der Saphirblock realisiert auch die thermische Ankopplung an den Kühkopf eines Kryostaten, da Saphir bei tiefen Temperaturen eine gute Wärmeleitfähigkeit und bei hohen hingegen eine schlechte aufweist. In diesem Saphirblock befinden sich zwei 1 mm-Bohrlöcher, in denen zwei Wolfram-Steher befestigt werden. Eine 0.3 mm starke Wolframschlinge, in der sich die Probe befindet, wurde am unteren Ende der Steher angeschweißt. Die Schlinge wurde mittig in eine funkenerodierte Nut in der Stirnfläche der W-Steher eingesetzt. Dadurch wird eine exakt senkrechte Position der Probe und eine gute Symmetrie des Probenaufbaus erreicht.

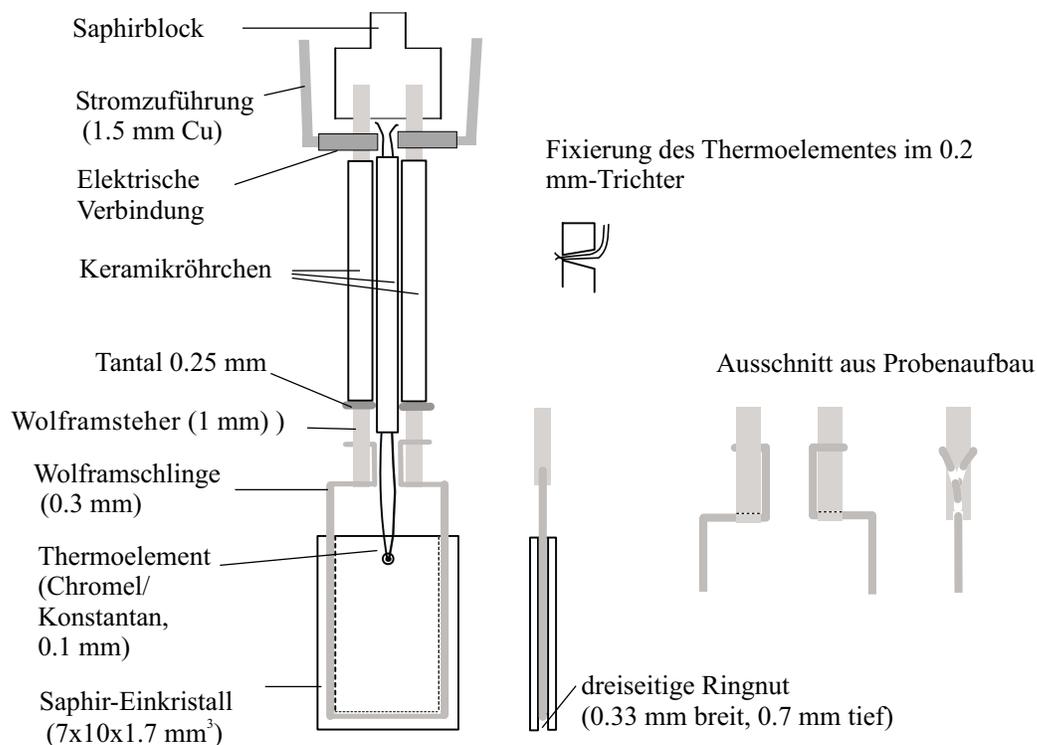


Abbildung 3.4: Schematische Darstellung des Probenaufbaus.

Die Heizung und die Kühlung der Probe erfolgen direkt mittels des mechanischen Kontaktes zwischen Wolfram-Schlinge und Probe. Dazu ist der 1.7 mm dicke Kristall an drei Seiten mit einer Nut versehen, in welche die Schlinge eingepreßt wird. Zur Kühlung der Probe wurde ein UHV-He-Durchflußkryostat der Firma CryoVac eingesetzt. Hiermit ist ein rasches Einkühlen des Kryostaten bis auf 4 K möglich. Weiterhin besitzt der Kryostat eine ausgesprochen gute Temperaturstabilität. Aufgrund des Wärmeeintrags aus der

Umgebung durch Strahlung liegt die tiefste erreichbare Temperatur am Kristall selbst bei 60 K. Der Strom zum Heizen der Probe wird durch Cu-Leitungen und zwei elektrische Verbindungen zugeführt, die an den oberen Enden der Wolframsteher angeschraubt sind. Dadurch können die Temperaturen oberhalb 1000 °C erreicht werden.

Eine interne Temperaturkalibrierung erfolgt durch ein NiCr-Konstantan-Thermoelement (Typ E), mit dem man einen breiten Temperaturbereich überdecken kann. Da dieses Thermoelement jedoch bei tiefen Temperaturen selbst ein ferromagnetisches Signal zeigt, ist es vor den eigentlichen Messungen entfernt worden. Da das aus zwei 0.1 mm Drähten bestehende Thermoelement jedoch nur in ein konisches Loch geklemmt ist, sind auch unsere Temperaturwerte nur als interne Referenzwerte zu verstehen. Für den Tieftemperaturbereich wurde die Proben temperatur (Minimal 60 K) mit der Temperatur über einen Rh-Fe-Widerstand am Kryostat-Kopf kalibriert und für die hohen Temperaturen korreliert die angelegte Heizleistung mit der Proben temperatur.

### 3.4 Die Probenpräparation

In der vorliegenden Arbeit wurden die von den Firmen Crystal GmbH bzw. CrysTec GmbH (Berlin) gelieferten und bereits polierten Saphir-Einkristalle der Orientierungen (0001) und (11 $\bar{2}$ 0) eingesetzt. Im folgenden wird zuerst die Präparation der rekonstruierten Saphir-Einkristalle der Orientierungen (0001), dann die der unrekonstruierten Saphir-Einkristalle der Orientierungen (0001) und zuletzt die der Saphir-Einkristalle der Orientierung (11 $\bar{2}$ 0) beschrieben.

a) Rekonstruierter Saphir-Einkristall der Orientierung (0001): Vor dem Einbringen des Kristalls in das UHV wurde der Kristall für 20 min in 33%ige Salpetersäure eingetaucht und anschließend mit destilliertem Wasser gespült, um die spätere Säuberung der Oberfläche im UHV zu erleichtern. Die Probe wurde im UHV 2–3 Mal für jeweils mindestens 20 min bis ungefähr 1000 °C geheizt. Dabei muß die Probe langsam und kontinuierlich aufgeheizt und auch abgekühlt werden, da eine schnelle Temperaturänderung eine Verspannung im Kristall verursacht, die zur Entstehung von Rissen im Kristall und Abbruch kleiner Ecken an den Rändern führt. In den hier verwendeten Fällen wurde der Kristall innerhalb 30 min aufgeheizt und auch abgekühlt. Das wurde durch einen Rampengenerator, der den Heizstrom steuert, realisiert. Nach diesem Heiz-Verfahren konnten mittels Auger-Spektroskopie weder Kohlenstoff noch andere Verunreinigungen mehr nachgewiesen werden. Das Heizen im UHV ist mit einem Sauerstoffverlust der Saphiroberfläche verbunden [47,48]. Bei der geeigneten Wahl des Temperaturfensters können gezielt diverse Rekonstruktionen der Ober-

fläche erzeugt werden [47, 49]. Hier wurde die ( $\sqrt{31} \times \sqrt{31}R \pm 9^\circ$ )-Rekonstruktion als eine wohldefinierte Oberfläche ausgewählt, die mit konstanter Güte erzeugt werden konnte, was anhand der LEED-Bilder überprüft wurde. Um die Metalle von der Oberfläche nach jeder Messung zu entfernen, wurde die Probe im UHV für 20 min auf ungefähr 1000 °C geheizt. Für die Entfernung dickerer Metallschichten mußte der Heizzyklus wiederholt werden.

b) Unrekonstruierter Saphir-Einkristall der Orientierung (0001): Eine gängige Methode zur Herstellung der unrekonstruierten Oberfläche wurde in [50] beschrieben, die wir zur Präparation dieser Probe einsetzen. Die unrekonstruierte Oberfläche ist dadurch gekennzeichnet, daß die Stöchiometrie der Oberfläche der des Volumenkristalls entspricht, während die rekonstruierte Oberfläche Al-terminiert ist. Um die Stöchiometrie der Oberfläche herzustellen, wurde der Kristall 24 Stunden an Luft bei etwa 1100 °C getempert. Um die Entstehung von Rissen im Kristall zu vermeiden, wurde der Kristall innerhalb 3–4 Stunden aufgeheizt und abgekühlt. Dann wurde der Kristall in Salpetersäure eingetaucht (siehe a). Um die Hauptverunreinigung (Kohlenstoff) von der Oberfläche im UHV zu entfernen, wurde den Kristall mehreren Heizzyklen unterzogen. In diesem Fall kann der Kristall nur bis zu 850 °C geheizt werden, da die Oberfläche oberhalb dieser Temperatur unter Verlust von Sauerstoff rekonstruiert. Es wurde nach jedem Heizzyklus die Oberfläche mittels LEED überprüft.

c) Saphir-Einkristall der Orientierung ( $11\bar{2}0$ ): Um den  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3(11\bar{2}0)$  zu reinigen, wurde das gleiche Präparierungsverfahren verwandt wie für rekonstruiertes  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3(0001)$  (siehe a). Aus der LEED-Aufnahme wird erwartungsgemäß die rechteckige Einheitszelle beobachtet. Aus diesen Aufnahmen ist keine Rekonstruktion der Oberfläche zu erkennen.

## 3.5 Die Metallverdampfung

Die Metalle wurden mittels eines Elektronenstrahlverdampfers EFM 3 der Firma Focus/Omicron auf die Saphiroberfläche aufgedampft. Die Anwendung des Elektronenstrahlverdampfers hat den Vorteil, daß man die verwendeten Verdampfungsraten (0.6–1 Å/min) reproduzierbar einstellen kann. Das wurde auch in der Arbeitsgruppe an anderen UHV-Kammern getestet [51–53]. Die Aufdampftrate wurde anhand einer Schwingquarzwaage und des dazugehörigen Flußmonitors kalibriert. Die über die Verdampfungszeit einstellbare Schichtdicke wird im weiteren zur Charakterisierung der deponierten Menge auf dem Substrat benutzt und ist dann als nominelle Schichtdicke zu verstehen, die man erhalten würde, wenn man das Depositionsgut gleichmäßig über die bedampfte Fläche verteilen würde. In dieser Arbeit werden die Schichtdicken als nominelle Schichtdicken angegeben.

Vor jedem Bedampfen sollte der Ofen für einige Minuten warmlaufen, um die notwendige Stabilität der Verdampfungsrate zu erreichen. Im Falle des Eisens wurde bei der ersten Inbetriebnahme des Ofens nach jedem Ausheizen ausgasender Stickstoff detektiert. In diesem Fall ist es notwendig, den Ofen nach jedem Ausheizen für mehrere Stunden ausgasen zu lassen.

### 3.6 Rasterkraftmikroskopie (AFM)

Um das Substrat und die kleinen Metall-Teilchen morphologisch zu charakterisieren, wurden AFM-Experimente durchgeführt, da das Kraftmikroskop die Abbildung der Morphologie der nichtleitenden Oberfläche ermöglicht.

Die AFM-Experimente wurden in einer anderen UHV-Kammer in Zusammenarbeit mit M. Reichling und C. Barth in München durchgeführt. Dabei wurde das gleiche Präparationsverfahren mit einem vergleichbaren Probenaufbau wie bei den FMR-Experimenten verwandt. Dadurch ist die Vergleichbarkeit der Meßergebnisse gewährleistet. Die Temperatur wurde in diesem Fall mittels eines Pyrometers gemessen, das gegen das verwendete Thermoelement in der FMR-Kammer geeicht wurde.

Das Kraftmikroskop beruht auf der Wechselwirkung einer Spitze mit einer Probenoberfläche. Die Spitze ist dabei am anderen Ende eines mehrere hundert Nanometer langen Biegebalkens fest eingespannt. Der Biegebalken verbiegt sich, wenn die der Oberfläche am nächsten liegenden Atome der Spitze mit Oberflächenatomen wechselwirken. Diese Verbiegung des Biegebalkens wird über die Ablenkung eines von seiner Rückseite reflektierten Lichtstrahls und mit Hilfe einer Quadrantendiode gemessen. Das Kraftmikroskop besitzt im wesentlichen zwei Arbeitsmodi den *contact*- und den *non-contact*-Modus. Um eine Veränderung der Spitze oder der Oberfläche und der Deponate zu vermeiden, die im *contact*-Modus durchaus möglich ist, wurden die Experimente im *non-contact*-Modus durchgeführt. Im *non-contact*-Modus wird der Biegebalken in seiner Eigenfrequenz zur Schwingung angeregt. Nähert sich die Spitze der Oberfläche, so spürt sie eine Kraft, welche die Eigenfrequenz der Schwingung ändert. Handelt es sich um eine attraktive Kraft, so vergrößert sich die Amplitude der Schwingung und die Frequenz sinkt. Dagegen verkleinert sich bei einer repulsiven Kraft die Amplitude und gleichzeitig steigt die Frequenz. Die Frequenzverschiebung bezieht sich auf eine Änderung der Frequenz zwischen einem mit der Oberfläche wechselwirkenden Zustand und der Eigenfrequenz der Spitze im nicht wechselwirkenden Zustand. Die Frequenzverschiebung ist also ein Maß für die Wechselwirkung zwischen Spitze und Oberfläche. Die Abtastung der Probe erfolgt unter der Bedingung

gleichbleibender Frequenzverschiebung. Unter der Annahme, daß sich die Wechselwirkung nicht ändert, folgt die Spitze immer der Topographie der Oberfläche, die anhand der z-Bewegung, einer sog. Piezo, als Funktion der lateralen Position dargestellt wird. Beim AFM gibt es eine Vielzahl von Kräften, die bei der Messung zwischen Spitze und Probe auftreten. Die drei maßgeblichen Kraftbeiträge für die AFM-Messung setzen sich zusammen aus einer attraktiven van-der-Waals-Wechselwirkung, einem ebenfalls elektrostatischen Anteil und einem repulsiven Anteil, der auf dem Pauli-Prinzip basiert. Die Summe dieser Anteile bewirkt die endgültige Wechselwirkung zwischen Spitze und Probe. Bei diesen Messungen wurde festgestellt, daß die Probe aufgeladen ist. Um diese zu kompensieren, wurde eine Spannung (typischerweise im Bereich von einigen Volt) zwischen Spitze und Probe angelegt.

### 3.7 Rasterelektronenmikroskopie (SEM)

Die SEM-Experimente wurden mit einem Mikroskop der Firma Hitachi Typ: S-4000 FEG in Prof. Dr. R. Schlögl's Abteilung Anorganische Chemie des FHI durchgeführt. Der Primärelektronenstrahl wird auf der Basis einer Feldemission bei einem Druck von  $10^{-9}$  mbar erzeugt. Beim Rasterelektronenmikroskop (Scanning Electron Microscope) wird mit einem fein fokussierten Elektronenstrahl die zu untersuchende Probe abgerastert. Synchron wird die Helligkeit eines Fernsehschirms mit einem vom Elektronenstrahl abgeleiteten Signal gesteuert. Die Auflösung ist durch den Fokus, etwa 1 bis 10 nm, und die Oberflächenempfindlichkeit durch die Art des ausgewerteten Signals gegeben. Die in allen Richtungen emittierten Sekundärelektronen werden durch einen seitlich aufgestellten Kollektor eingesammelt und zur Bilderzeugung benutzt. So wird die Bildhelligkeit durch die obersten Schichten bestimmt. Geänderte Zusammensetzung oder Anordnung der obersten Schicht bewirkt eine veränderte Austrittsarbeit und damit einen veränderten Kontrast. Die Unebenheiten des gleichen Materials wie z.B. Pyramiden oder Bruchflächen sind auch gut zu erkennen, da der Neigungswinkel der Fläche zum Sekundärelektronenkollektor, der eine seitliche Stellung hat, die Sekundärelektronenemission beeinflusst. Bei der Messung wird die Objektkammer auf mindestens  $10^{-3}$  mbar evakuiert, um eine hinreichende freie Weglänge der Elektronen zu gewährleisten. Bei eigenen Messungen wurde typischerweise eine Spannung von 3 kV zwischen der Elektronenkanone und der Probe angelegt.

