

## 3 Experimenteller Aufbau

Ein Ziel dieser Arbeit war der Aufbau eines Rastertunnelmikroskops, mit dem man die elektronische und morphologische Struktur von Oberflächen bei tiefen Temperaturen untersuchen kann. Mit dem Aufbau war die Absicht verbunden, das in der Arbeitsgruppe bereits existierende RTM zu ersetzen, mit dem man auf Untersuchungen bei Raumtemperatur beschränkt ist. Auch war es bisher mit diesem RTM nicht möglich, metallische Oberflächen atomar aufzulösen. Neben Experimenten bei tiefen Temperaturen mit hoher Auflösung sollte das neue RTM die Option besitzen, Photondetektionsexperimente durchzuführen. Da das Tieftemperatur-RTM Teil eines bestehenden UHV-Systems mit Präparationskammer werden sollte, mußte bei der Konstruktion auf Kompatibilität im Bereich des Probentransfers und der Abmessungen geachtet werden. Erst im Verlauf dieser Arbeit wurde von diesem Vorhaben Abstand genommen und es wurde eine zusätzliche Kammer aufgebaut, die der Präparation der Proben und ihrer Charakterisierung mit Hilfe der Beugung niederenergetischer Elektronen LEED<sup>1</sup> dient.

Das Raumtemperatur-RTM und das dazugehörige UHV-System, mit dem ein Teil der hier beschriebenen Ergebnisse erzielt wurde, werden umfassend in [Pri 92] beschrieben. Im Folgenden soll das neu aufgebaute Tieftemperatur-RTM vorgestellt werden. Herzstück der Anlage ist ein bereits vor Beginn dieser Arbeit kommerziell erworbener RTM-Kopf. Zur Steuerung des RTM wurde eine digitale Regelung konzipiert. Der Kopf selber wurde in eine im Verlauf dieser Arbeit konstruierte und aufgebaute UHV-Kammer mit Kryostateinsatz und Vibrationsentkopplung integriert.

### 3.1 Mikroskop und elektronische Ansteuerung

Der RTM-Kopf wurde von R. Gaisch und Mitarbeitern bei IBM-Rüschlikon entwickelt und aufgebaut [Gai 92]. In Verbindung mit einem UHV-System wurde gezeigt, dass sich mit dem RTM-Kopf atomare Auflösung auf metallischen Oberflächen bei 50 K und 5 K erzielen lässt. Der Kopf ist so konzipiert, dass er leicht in einen Kryostaten integriert werden kann. Unter dem Produktnamen *5K-STM* wurde er von der Firma Omicron vertrieben. Das von Gaisch aufgebaute System wird derzeit in der Gruppe von W.D. Schneider in Lausanne erfolgreich betrieben.

---

<sup>1</sup>LEED: engl. Low Energy Electron Diffraction

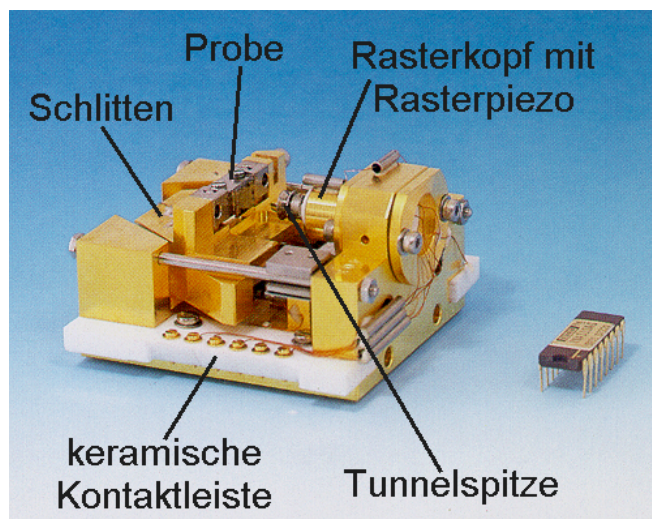


Abbildung 3.1: Fotografie des RTM-Kopfs (Foto Omicron). Der Aufbau hat die Maße  $4\text{ cm} \times 5\text{ cm} \times 3\text{ cm}$ .

Die Ansteuerung des RTM erfolgt mit Hilfe einer digitalen Elektronik. Das Konzept hierzu stammt von G. Meyer (FU Berlin). Das von ihm zur Verfügung gestellte selbstgeschriebene Programm wurde auf das RTM angepasst und immer wieder erweitert. Die Bildverarbeitung erfolgt mit einem selbstgeschriebenen IDL-Programm.

#### 3.1.1 Konzept des 5K-RTM

Abbildung 3.1 zeigt ein Foto des RTM-Kopfs. Der Aufbau besteht aus zwei Teilen: der Grundplatte mit der Halterung für den Rasterpiezo und dem sogenannten Schlitten, der der Aufnahme und der Positionierung der Probe dient. Alle Teile sind vergoldet, um die Emissivität zu verringern. Die Vergoldung hat zusätzlich vakuumtechnische Vorteile, da die Moleküle des Restgases nur eine geringe Haftwahrscheinlichkeit auf Gold besitzen. Grundplatte und Piezohalterung sind aus einem Stück Kupfer gefräst. Dies garantiert eine hohe Steifigkeit sowie einen guten Wärmekontakt. Unterstützt werden diese Eigenschaften durch einen kompakten Aufbau und eine geringe Masse. Dies resultiert in einer niedrigen Driftrate, die bei 5 K mit  $10\text{ \AA}$  pro Stunde angegeben wird [Omi 95].

Das RTM ist für Probenhalter ausgelegt, deren Design schon seit einigen Jahren erfolgreich bei IBM und anderen Instituten verwendet wird. So wird dieselbe Art von Probenhalter auch beim Zimmertemperatur-RTM verwendet, so dass die bisher in der Arbeitsgruppe verwendeten Probenhalter weiterhin genutzt werden können. Der Probenhalter, der in Kap. 3.3 genauer beschrieben wird, wird mit Hilfe einer Schraube fixiert, um einen guten ohmschen Kontakt auch bei tiefen Temperaturen zu gewährleisten. Im Experiment wird an die Probe eine Tunnelspannung angelegt, während die Probe gegenüber dem Schlitten elektrisch isoliert ist.

Der Schlitten selber ist nicht mit dem Kupferblock verbunden, sondern er liegt frei

auf drei Röhrenpiezos auf. Mit der Gruppe Schlitten-Piezos wird ein piezoelektrischer Motor realisiert, der für eine grobe Annäherung der Probe an die Spitze genutzt wird. Gleichzeitig ist eine Positionsänderung parallel zur Oberfläche möglich. Der Motor arbeitet nach dem Prinzip des Trägheitsantriebs. Für die Vorwärtsbewegung dehnt sich der Piezo beispielsweise in einem ersten Schritt langsam aus und nimmt den Schlitten mit. Im zweiten Schritt erfolgt eine schnelle Stauchung des Piezos, der der Schlitten aufgrund der Massenträgheit nicht folgen kann. Die Geschwindigkeit und Schrittweite werden von der Amplitude der Spannungsrampe (bis zu 500 V Spitze-Spitze) und der Frequenz (ca. 500-1000 Hz) bestimmt und in Abhängigkeit von der Temperatur gewählt.

Zum Abkühlen des RTM wird der Schlitten mit seinem keilförmigen Ende in eine hintere Parkposition gefahren. Durch diesen Kontakt wird eine mechanische Verbindung mit der plangedrehten Grundplatte hergestellt, die mit dem Kryostaten gekoppelt ist. Um die Temperatur während des Abkühlens und während des Experiments messen zu können, wurde das RTM um einen Temperaturfühler ergänzt, der auf dem Schlitten in der Nähe der Probe angebracht ist. Hierfür wird eine Si-Diode *DT-470* der Firma LakeShore mit einer Genauigkeit von  $\pm 0,1$  K bei 4,2 K verwendet. Auf das mit der Diode gemessene Abkühlverhalten des Kopfs wird in Kap. 3.2.4 näher eingegangen.

Eine besondere Eigenschaft des RTM-Kopfs ist seine Mobilität. Dies bietet u.a. die Möglichkeit neben der Probe auch die Spitze unter Vakuumbedingungen auswechseln zu können. Zum Einsetzen der Probe und zum Auswechseln der Spitze wird der gesamte Kopf aus dem Dewar gehoben und außerhalb abgesetzt. Hierfür wurde ein Manipulator entworfen und gebaut, der das RTM mit einer Gabel aufnimmt. Am RTM sind für diesen Vorgang zwei Löcher in der Grundplatte gebohrt. Im Dewar erfolgt die elektrische Kontaktierung durch Federkontakte, wobei das RTM in einer dafür vorgesehenen Keramikfassung abgesetzt wird. Außerhalb des Dewars besteht ebenfalls die Möglichkeit einer Kontaktierung, die aber im vorliegenden Fall nicht verwirklicht wurde.

#### 3.1.2 Rasterpiezo mit Spitzenhalterung

Die verwendete piezoelektrische Keramik ist *EBL#2* der Firma Stavely Sensors in Form einer Röhre, die radialsymmetrisch polarisiert ist. Der maximale Rasterbereich in der x-y-Ebene beträgt nach Herstellerangaben  $3600 \text{ \AA}$  bei 5 K bzw.  $1,3 \text{ \mu m}$  bei 50 K. Am Ende des Piezos ist eine Spitzenhalterung angeklebt, die gegenüber den Kontaktflächen des Piezos elektrisch isoliert ist. Das ursprüngliche Design ermöglichte den Austausch der Spitzen im UHV. Die Spitzen wurden dabei mit einer Schraube arretiert. Diese Lösung erwies sich allerdings als sehr anfällig, da beim Anziehen der Schraube der Piezo leicht brechen konnte.

Um trotzdem einen Austausch der Spitzen im Betrieb zu gewährleisten, wurde ein neuer Spitzenhaltermechanismus konzipiert, der in Abb. 3.2 schematisch dargestellt ist. Dabei werden die Spitzen durch einen Magneten gehaltert, der in eine Macorfassung eingeklebt ist. Zwischen der Macorfassung und dem Piezo befindet sich eine geerdete Metallscheibe. Sie verhindert elektrisches Übersprechen der am Piezo anliegenden Hochspannung auf

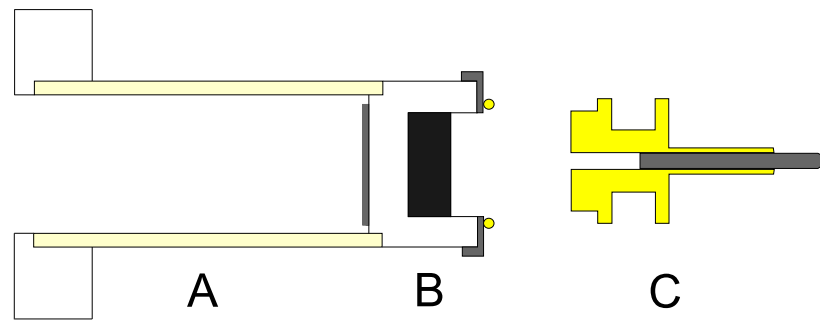


Abbildung 3.2: Der Aufbau des Rasterpiezos besteht aus dem in eine Macorfassung eingeklebten Röhrenpiezo (A) und einer Fassung (B) für die Spitzen mit Magnet, Abschirmblech und Goldkontakt. Der geätzte Wolframdraht ist in einen vergoldeten Spitzenhalter aus Eisen (C) geklemmt.

die Spitze. Der Spitzenhalter ist aus Eisen gefertigt und ist direkt anschließend vergoldet worden, um die Rostbildung an Luft zu unterbinden. Um den Temperaturkontakt zu verbessern, liegt der Spitzenhalter auf drei kleinen Goldkörnern auf. Sie sind auf einen Edelstahlring gepunktet, der die Macorfassung abschliesst.

Die niedrigste Resonanzfrequenz eines RTM wird durch die Steifheit der Baugruppe Rasterpiezo mit Spitzenhalter bestimmt. Alle anderen Bauteile besitzen höhere Resonanzen. Während Mikroskope, die bei Zimmertemperatur arbeiten, Resonanzfrequenzen um 10 kHz besitzen können [Bes 87], liegen die Resonanzfrequenzen bei einem Tieftemperatur-RTM oft deutlich darunter. Der Grund hierfür sind lange Piezos, die eingesetzt werden, um gemäß Gl. 2.3 auch bei tiefen Temperaturen einen ausreichend großen Bereich rastern zu können. Um die Eigenfrequenz der Piezos zu erhöhen werden sehr dünnwandige Piezos verwendet, im vorliegenden Fall ist die Wandstärke 0,56 mm.

Die niedrigste Resonanzfrequenz des neuen Aufbaus wurde durch das Anlegen einer sinusförmigen Modulationsspannung am Piezo während des Tunnelns bestimmt. Sie liegt bei etwa 4.8 kHz. Vom Hersteller wurde eine niedrigste mechanische Resonanz von 4.5 kHz angegeben [Omi 95]. Dies bedeutet, dass der neue Aufbau in etwa die selben Eigenschaften besitzt, wie der vom Hersteller.

Die Eichung des Rasterpiezos erfolgte bei Zimmertemperatur an einer atomar aufgelösten Si(111)-(7×7) Überstruktur. Bei tiefen Temperaturen konnte noch keine atomare Auflösung erzielt werden, da bei diesen Temperaturen ausschließlich dichtgepackte Oberflächen untersucht wurden, deren atomare Auflösung nicht das Ziel der Untersuchungen war. Deshalb erfolgte eine grobe Eichung durch Extrapolation der Werte bei Zimmertemperatur.

#### Spitzenpräparation

Die in dieser Arbeit verwendeten Spitzen wurden aus 0,75 mm bzw. 0,25 mm dickem Wolframdraht in 10%iger Natronlauge geätzt. Die Spitzen aus dem dickeren Draht wer-

den hauptsächlich zur Untersuchung von Strukturen mit sehr großen Höhenunterschieden von bis zu 60 Å benötigt [Oli 96], um Mehrfachspitzeneffekte besser ausschließen zu können. Allerdings ist das Ätzen einer solchen Spitze sehr aufwendig und deshalb werden meist die dünneren Spitzen eingesetzt. Im Vakuum werden die Spitzen durch Feldemission gereinigt. Hierzu wird die Probe um wenige nm von der Spitze zurückgezogen und anschließend eine positive Spannung von bis zu 1000 V für einige Minuten angelegt. Die Folge ist ein Strom von einigen  $\mu\text{A}$  zwischen Probe und Spitze, der die Spitze aufheizt. Plötzliche Änderungen im Feldemissionstrom bedeuten eine Änderung der Struktur der Spitze. Der Nachteil dieser Methode ist, dass sie lokal die Oberfläche zerstört. Eine Erfolgskontrolle und erneutes Tunneln lassen sich nur weit ab von der Stelle realisieren. Eine Methode, die in sehr viel geringerem Ausmaß die Oberfläche zerstört, ist das Anlegen von  $\pm 10$  V Spannungspulsen.

Da die Spitzen im Vakuum gewechselt werden können, ergeben sich weitere Möglichkeiten der Reinigungsprozedur. Der Spitzenwechsel erfolgt mit einem kleinen selbstgebauten Manipulator. Die Spitzen werden anschließend auf einem Halter befestigt und in die Präparationskammer transportiert. Dort können sie mit einer Elektronstoßheizung gereinigt werden. Prinzipiell ist auch ein Ionenbeschuss der Spitzen möglich, was aber in dieser Arbeit nicht ausgenutzt wurde. Neue Spitzen können über die Präparationskammer eingeschleust und in der RTM-Kammer auf einem der acht zur Verfügung stehenden Plätze der Spitzenhalterung gelagert werden.

#### 3.1.3 Elektronische Ansteuerung

Herzstück der digitalen Steuerung des RTM ist die Signalprozessorkarte *PC32* der Firma Innovative Integration, im Folgenden als DSP-Karte<sup>2</sup> bezeichnet. Ihre wesentlichen Bauteile sind vier 16 Bit Analog-Digital- und vier 16 Bit Digital-Analog-Wandler, sowie ein mit 60 MHz getakteter Prozessor der Firma Texas Instruments. Mit ihrer Hilfe lassen sich digital gewandelte Signale in beliebiger Weise analytisch behandeln. Im vorliegenden Fall dient sie vor allem der Regelung des Tunnelstroms.

Abb. 3.3 zeigt schematisch den Aufbau der Steuerung. Ein in der Sprache *Delphi* geschriebenes Programm, welches auf dem Computer läuft, dient der Eingabe der Messparameter und der Bildverarbeitung. Die Verbindung zur DSP-Karte erfolgt über den ISA-Bus, der einen schnellen Datentransfer sichert. Das Messprogramm der DSP-Karte ist in der Sprache *C* geschrieben. Es besteht im Wesentlichen aus zwei Teilen, dem *Command-Manager*, der die Übergabe von Messparametern an die D/A-Wandler "managt", und dem *Regler* für den Tunnelstrom. Weitere Komponenten sind der von der Elektronikwerkstatt gebaute Hochspannungsverstärker (HV), der die Signale für die Piezos verstärkt, und der I/V-Konverter (VV) für den Tunnelstrom der Firma Omicron, der außerhalb vom Vakuum den Tunnelstrom wahlweise mit einem Faktor  $2 \times 10^8$  bzw.  $2 \times 10^9$  vorverstärkt.

---

<sup>2</sup>DSP: engl. Digital Signal Processor

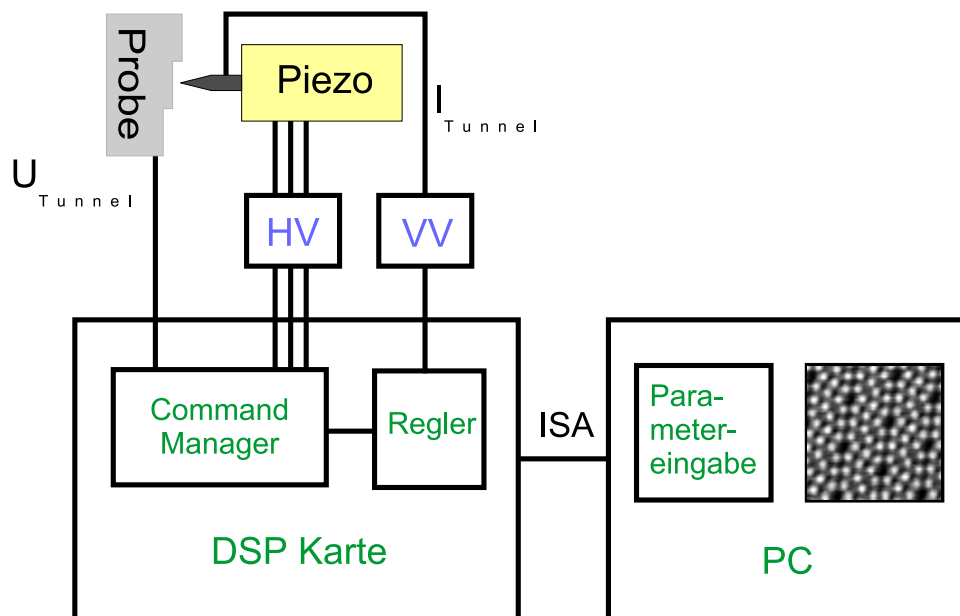


Abbildung 3.3: Elektrische Ansteuerung des RTM. Die Skizze wird im Text erklärt.

Die digitale Regelung ist in ihrem Aufbau an eine typische analoge Regelung für das Tunnelsignal angelehnt, wie sie in Abb. 2.2 dargestellt ist und auch in der Arbeitsgruppe bisher verwendet wurde. Die digitale Regelung des Tunnelstroms besitzt gegenüber der analogen Regelung verschiedene Vorteile:

- Sie ist eine kostengünstige Lösung.
- Die Elemente der Regelung können beliebig variiert werden.
- Die Karte kann zur Ansteuerung weiterer Geräte genutzt werden, im beschriebenen Fall zum Auslesen der Temperaturfühler.

Der bedeutendste Nachteil einer DSP-Karte gegenüber analogen Reglern ist, dass hier das Messsignal nicht direkt verarbeitet wird, sondern erst digitalisiert werden muss. Dies kann zu Informationsverlusten und Rundungsfehlern führen, wenn die Signale sehr klein sind. Im Fall von konstanten Strömen unterhalb von 1 nA kann dies teilweise durch eine höhere Verstärkung des Tunnelstroms am Vorverstärker kompensiert werden.

### Mikroskopiemodus

In Abb. 3.4 ist die Regelung für einen konstanten Strom in Form eines Programmauszugs des Messprogramms der DSP-Karte dargestellt. Die 17 Zeilen sind der Hauptteil einer Schleife, die mit einer einstellbaren Frequenz (maximal 80 kHz) wiederholt wird. Nachdem der Tunnelstrom digital gewandelt wurde, wird er logarithmisch verstärkt, was aus Zeitgründen mit einer beim Programmstart berechneten Tabelle erfolgt. Dem Vergleich mit dem Sollwert schließt sich ein digitaler PI-Regler an. Wie im analogen Fall

können die Zeitkonstante ( $1/f_{\text{conrc}}$ ) und der Verstärkungsfaktor ( $f_{\text{congain}}$ ) des Proportionalteils verändert werden. Ist  $f_{\text{congain}}=0$ , so ist der Regler ein reiner Integrator;  $f_{\text{conrc}}=0,5$  entspricht einer Zeitkonstante von einer Millisekunde, wenn die Schleife mit 50 kHz getaktet wird. Das Ergebnis dieses Schritts ist der neue Wert für den z-Piezo, welcher in ein analoges Signal gewandelt wird, nachdem der Wert gespeichert wurde. Nach Abzug des Proportionalteils dient dieser Wert gleichzeitig als Speicher für den Integrator.

Die beschriebene Schleife läuft während der gesamten Zeit, die das Messprogramm geöffnet ist. Eine Unterbrechung der Regelung erfolgt, indem der Sollwert für den Tunnelstrom negativ gesetzt wird. Die Spitze wird in diesem Fall maximal zurückgezogen, während die Schleife weiterhin Werte verarbeitet. Diese Funktion wird häufig während der Messung verwendet, aber auch während der groben Annäherung der Probe an die Spitze. Hierzu werden durch einen Schalter am Hochspannungsverstärker der x- und y-Kontakt vom Rasterpiezo geerdet und gleichzeitig die Piezos des Trägheitsantriebs kontaktiert. Die Annäherung wird vom Programm gesteuert. Dabei ist darauf zu achten, dass sich die Spitze langsam der Probe nähert und nicht mit ihr in mechanischen Kontakt kommt. Im vorliegenden Fall ist die Spitze zurückgezogen, wenn der Trägheitsantrieb läuft. Nachdem die Probe gegenüber der Spitze etwa die Hälfte der Entfernung zurückgelegt hat, die sich der z-Piezo ausdehnen kann, wird die Regelung wieder eingeschaltet. Wird über den gesamten Ausdehnungsbereich des z-Piezos kein Strom gemessen, so schließt sich erneut ein Schritt mit dem Trägheitsantrieb an. Die Annäherung ist abgeschlossen, sobald ein vorgegebener Tunnelstrom gemessen wird.

## Spektroskopiemodus

Während der Aufnahme eines Spektrums  $I(U)$  bzw.  $dI/dU$  wird die Abstandsregelung ebenfalls unterbrochen. Hierfür verlässt das Programm die Regel-Schleife und es wird eine neue Schleife aufgerufen, deren Taktrate einstellbar ist. Zur Aufnahme eines Spektrums wird eine Spannungsrampe durchgeföhren und der Strom gewandelt und abgespeichert. Gleichzeitig wird die differentielle Leitfähigkeit  $dI/dU$  mit einem Lock-In-Verstärker gemessen (vergl. Abb. 3.5). Hierzu wird der Spannungsrampe eine kleine modulierte Amplitude von  $U_{\text{mod}} = 0,7 - 1,3$  mV (rms) superponiert. Die Modulation wird vor der Aufnahme des Bildes manuell zugeschaltet. Ihre Frequenz ist gerade oberhalb der Abschneidefrequenz des Regelkreises gewählt, da höhere Modulationsfrequenzen den kapazitiven Widerstand des Tunnelkontakts unnötig vergrößern würden. Das kapazitive Übersprechen kann allerdings bei der Einstellung der Phase genutzt werden. Dazu wird die Spitze zurückgezogen und die Phase bei einer Modulationsamplitude von 300 mV optimiert und abschließend um  $90^\circ$  verschoben. Bei tiefen Temperaturen und geringem Drift kann die Aufnahme eines Spektrums bis zu 2 Minuten dauern. Mit einer Zeitkonstante am Lock-In von  $\tau = 30 - 100$  ms ermöglicht dies die Aufnahme von Spektren mit einer hohen Qualität.

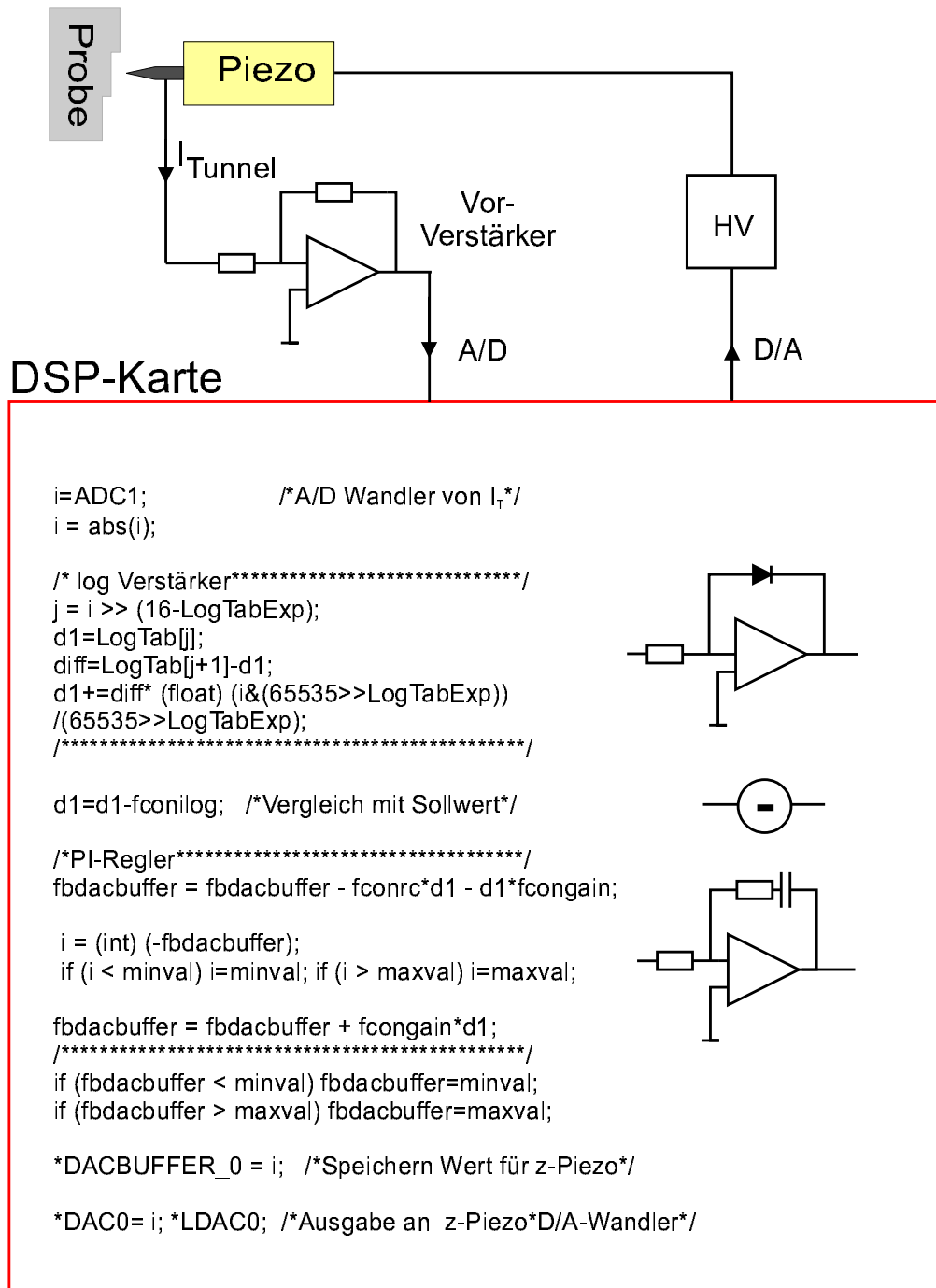


Abbildung 3.4: Programmierung einer digitalen Regelung des Tunnelstroms in der Sprache C. Die Schleife läuft üblicherweise mit einer Frequenz von 50 kHz.



Prinzipiell ist es möglich, an jedem Punkt des Bilds ein Spektrum aufzunehmen. Ein solches Verfahren wird angewendet, wenn man beispielsweise Spektren mit atomarer Auflösung gewinnen möchte. Im Rahmen dieser Arbeit wurde dies jedoch nicht beabsichtigt. Im Spektroskopiemodus werden Spektren mit bis zu 1024 Werten an 32 Punkten des Bilds aufgenommen, die zueinander äquidistante Abstände besitzen. Die Anzahl der Gitterpunkte kann erhöht werden, was allerdings zusätzlichen Speicherplatz erfordert.

Die Bilder und die Spektren werden im ASCII-Format gespeichert. Obwohl das Messprogramm einfache Funktionen der Bildverarbeitung ermöglicht, werden die Bilder in der Regel mit Hilfe eines selbst geschriebenen IDL-Programms bearbeitet. Die Spektren werden mit der kommerziellen Software Origin und Minuit ausgewertet.

#### 3.1.4 Analyse des Signal-Rauschverhältnisses

Beim Aufbau der elektronischen Steuerung wurde häufig das Kapitel "Shielding and grounding" in einem Standardwerk zur Einführung in die Elektronik studiert [Hor 84]. Der Autor Horowitz bemerkt hierzu einleitend, dass *Erdung und Abschirmung* ein bisschen mit Magie zu tun haben. Im Folgenden sind die wenigen Dinge erläutert, die sich ohne Zauberei bewerkstelligen ließen.

Wie im zweiten Kapitel beschrieben, resultieren Störsignale in vernetzten Stromkreisen aus galvanischer, induktiver und kapazitiver Kopplung des Störers mit der Signalquelle, dem Übertragungsweg oder dem Empfänger [Mön 93]. Dabei kann ein potentieller Störer entweder Teil des Systems sein oder sich auch weit entfernt von der Anlage befinden. Aus Abb. 3.3 wird deutlich, dass im Fall des Tunnelexperiments mehrere Einzelgeräte miteinander vernetzt sind. Neben den eingezeichneten Geräten werden während der Messung noch zwei Getterpumpen betrieben, die das Vakuum in den Kammern aufrechterhalten.

Das Signal wiederum ist empfindlich für Störungen im Frequenzbereich bis etwa 1000 Hz. Für Störungen durch Radiowellen o.ä. ist der Kreis nicht anfällig. Ein starker Störer in diesem Frequenzbereich sind sogenannte Brummschleifen, die durch eine Kopplung mit dem Stromversorgungsnetz bei der Verbindung der einzelnen Geräte entstehen können. Die beste Möglichkeit Brummschleifen zu verhindern ist die galvanische Entkopplung der Signalverarbeitung von den übrigen Geräten des Aufbaus. Eine galvanische Entkopplung lässt sich beispielsweise durch Optokoppler realisieren, wie es beim Zimmertemperatur-RTM gemacht wurde. Im vorliegenden Fall wird allerdings versucht, durch die Verringerung der Induktivität und des ohmschen Widerstands der gemeinsamen Rückleitung der galvanischen Entkopplung möglichst nahe zu kommen. Dies erreicht man durch die galvanische Verbindung aller beteiligten Stromkreise in nur einem Punkt, was als *Sternförmige Erdung* bezeichnet wird. Alle Geräte sind hierzu an derselben Steckdose angeschlossen. Weiterhin sind alle vorhandenen Masseleitungen verbreitert. Dies gilt vor allem für die Masseverbindung der UHV-Kammer, die durch ein 1 cm dickes Kupferkabel mit der gemeinsamen Erde verbunden ist.

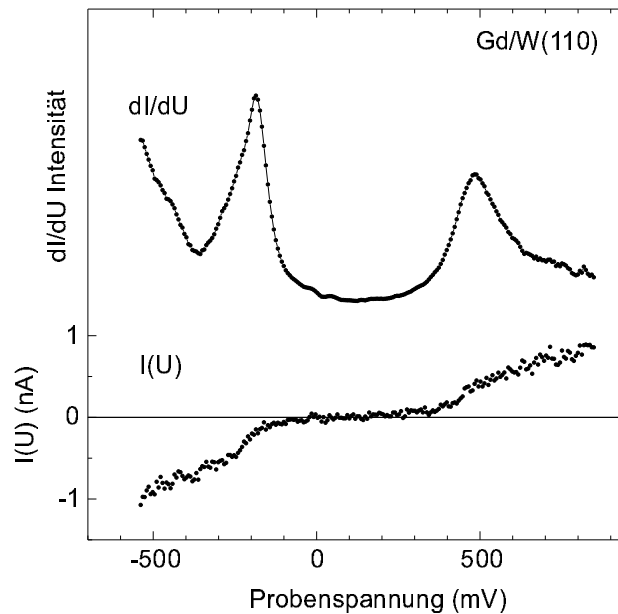


Abbildung 3.5: Im Spektroskopiemodus aufgenommene repräsentative Strom-Spannungs-Kennlinie  $I(U)$  und das korrespondierende Tunnelspektrum  $dI/dU$  von 5 ML Gd/W(110); Parameter:  $I_{\text{Tunnel}} = 1$  nA,  $U=1$  V,  $U_{\text{mod}} = 1,3$  mV (rms) bei 272 Hz und  $T=10$  K. Als deutliche Maxima sind die austauschtaufgespaltenen Komponenten des Oberflächenzustands von Gd(0001) zu erkennen, was in Kap. 5 näher erläutert wird.

Um den Rauschpegel des Tunnelstroms unabhängig vom Tunnelkontakt zu bestimmen, wurde ein fester Widerstand von  $10^8 \Omega$  zwischen Proben- und Spitzenkontakt eingesetzt. Mit der oben beschriebenen sternförmigen Erdung erkennt man in dem fourieranalysierten Signal ein 50 Hz Brummen mit einer kleinen Amplitude von etwa zwei Pikoampere. Für einen Tunnelkontakt ergeben sich allerdings zusätzliche Rauschquellen.

Als Signalleiter zwischen Tunnelkontakt und I/V-Konverter dienen UHV-taugliche Koaxialkabel der Firma Caburn. Da der Vorverstärker am oberen Ende der Kammer angebracht ist, beträgt die Länge der Kabelverbindung etwa 1,2 m. Die verwendete Kabelsorte ist eigentlich nicht für Tieftemperaturanwendungen geeignet, da der Innenleiter aus Kupfer besteht und damit sehr gut Wärme leitet. Besser geeignet sind Kabel mit einem Innenleiter aus Edelstahl. Um zu verhindern, dass sich das RTM über das Kabel aufwärmt, muss es effektiv gekühlt werden. Gleichzeitig ist das Kabel vor Vibrationen zu schützen, um Mikrofoneffekte auszuschließen. Hierzu wird es direkt hinter der Durchführung in einer Kupferlitzte über eine Strecke von 20 cm geführt, die ihrerseits mit dem Abgas des inneren Kryostaten gekühlt wird. Während die Länge des Kabels eine geringe Wärmezufuhr bedeutet, vergrößern sich auf der anderen Seite kapazitive Einstreuungen nach Gl. 2.2. Abhilfe bietet in diesem Fall nur eine kürzere Leitung. Hierzu müsste ein I/V-Konverter ins Vakuum eingebaut werden, um so nah wie möglich zum Tunnelkontakt lokalisiert zu sein [Weh98]. Auf diese Möglichkeit wurde verzichtet, da der hierzu notwendige Operationsverstärker sehr empfindlich ist und der Austausch

des Verstärkers einen Bruch des Vakuums bedeuten würde. Ein Einbau für empfindliche Messungen ist aber jederzeit möglich.

Als ein weiterer Störer im Aufbau wurde der Hochspannungsverstärker identifiziert. Bei einem Verstärkungsfaktor von 22,5 kann am Ausgang ein 5 mV starkes Brummen gemessen werden. Dies ist zwar im Verhältnis zur Verstärkung ein sehr geringer Wert, trotzdem bedeutet dies bei Zimmertemperatur eine Abstandsänderung von 0,2 Å zwischen Spitze und Probe für den verwendeten Piezo. Durch eine verbesserte Abschirmung und die Spannungsversorgung des Verstärkers über einen Trenntrafo konnte das Brummen auf unter 1 mV am Ausgang gesenkt werden.

Im Tunnelstrom macht sich ein 1/f Rauschen bemerkbar, welches in zahlreichen Publikationen erwähnt wird [Sto 87]. Für die Ursache der 1/f Fluktuationen gibt es unterschiedliche Erklärungen. Nach Gleichung 2.1 können einerseits Änderungen in der Barrierenhöhe  $\Phi$ , andererseits Änderungen im Abstand verantwortlich für die Variationen im Tunnelwiderstand sein. Eine neuere Veröffentlichung, die diese Frage untersucht, kommt allerdings zu keiner abschließenden Antwort [Sug 96].

Die größte Empfindlichkeit besitzt der Tunnelkontakt jedoch gegenüber mechanischen Schwingungen. Während die besprochenen Effekte in der Größenordnung von einigen Prozent liegen, können Vibrationen aufgrund der exponentiellen Abhängigkeit vom Abstand drastische Änderungen im Tunnelstrom bewirken. Der Aufbau einer wirksamen Isolierung des neuen RTM gegenüber äußeren Vibrationen wird im folgenden Abschnitt beschrieben.

## 3.2 Kryogenetischer Aufbau und Vibrationsentkopplung

Der RTM-Kopf besitzt eine hohe Resonanzfrequenz. Er ist deshalb vor allem gegenüber hohen Frequenzen zu isolieren. Die Theorie verlangt in diesem Fall eine Dämpfungsstufe mit einer sehr niedrigen Eigenfrequenz. Natürlich sollte hinter dieser Dämpfungsstufe keine weitere Quelle für Vibrationen folgen. Aber gerade dieser Situation steht man gegenüber, wenn man eine Kühlung des RTM mit tiefkalten Flüssigkeiten beabsichtigt. Jede siedende Flüssigkeit, beispielsweise kochendes Wasser, ist aufgrund von aufsteigenden Gasen sehr unruhig. Diese mehr oder minder stark vibrierende Flüssigkeit befindet sich gleichzeitig in unmittelbarer Nähe zu dem schwingungsempfindlichen RTM, da sich eine effektive Kühlung am besten über kurze Wärmeleitstrecken realisieren lässt. Beim Entwurf eines Tieftemperatur-RTM sind somit zwei sehr gegensätzliche Anforderungen zu befriedigen: mechanische Entkopplung versus thermische Ankopplung. Im Jahr 1990 konnten Eigler et al. die ersten Tunnelexperimente bei Temperaturen von flüssigem Helium vorstellen [Eig 90]. Ihnen folgten verschiedene andere Gruppen mit unterschiedlichen Lösungen.

Im folgenden Abschnitt wird nach einer kurzen Vorstellung von drei ausgesuchten Systemen, die bei Beginn dieser Arbeit als Vorbild dienten, die Konstruktionsidee des eigenen

Aufbaus beschrieben. Anschließend wird das System bezüglich seines Abkühlverhaltens und seiner Schwingungsentkopplung charakterisiert.

#### 3.2.1 Idee des Aufbaus

Der Entwurf des Kryostaten erfüllt verschiedene Anforderungen. Der gesamte Aufbau muß geeignet sein, den oben beschriebenen RTM-Kopf aufzunehmen. Dazu ist eine ebene Kontaktfläche, auf die der Kopf abgesetzt wird, auf Temperaturen von flüssigem Helium zu kühlen. Gleichzeitig muß diese Fläche gegenüber Vibrationen isoliert sein. Der Aufbau sollte Messungen bei unterschiedlichen Temperaturen gestatten, was einen variablen Wärmekontakt zum Kryostaten verlangt. Und um Messungen über einen längeren Zeitraum zu ermöglichen, sollte die Standzeit bei Heliumtemperatur mehr als zwölf Stunden betragen.

Bei der Konstruktion wurde sich an drei Tieftemperatur-RTM orientiert, die in ihren Ansätzen für die Vibrationsentkopplung bei gleichzeitiger Kühlung sehr unterschiedlich sind. Die einzige Gemeinsamkeit ist, dass alle RTM eine zweistufige Dämpfung besitzen, wobei für die erste Stufe pneumatische Dämpfer genutzt werden, auf der die UHV-Kammer gelagert ist. Abb. 3.6 verdeutlicht schematisch die Unterschiede im Aufbau. Dargestellt ist die Ankopplung an den Heliumkryostaten und die letzte Dämpfungsstufe vor dem RTM.

**Gaisch/IBM-Rüschlikon** Der Aufbau von IBM-Rüschlikon (a), in den auch der oben beschriebene Kopf integriert wurde, verzichtet auf eine mechanische Entkopplung zwischen dem Kryostaten und dem RTM [Gai 92]. Der Kryostat selber ist durch einen Faltenbalg von der Umgebung entkoppelt, insbesondere von dem nicht eingezeichneten Stickstoffkryostaten, der als Strahlungsschild fungiert. Vorteil dieser Lösung ist, dass das RTM mechanisch auch während der Messung mit dem Kältereservoir verbunden ist und somit sehr effektiv gekühlt wird. Vibrationen des Kryostaten, der als Resonator aufgefasst werden kann, gelangen dafür ungedämpft zum RTM durch.

**Meyer/FU Berlin** Der kryogenetische Aufbau von G. Meyer ähnelt dem von IBM-Rüschlikon (b) [Mey 96]. Auch hier wird der innere Heliumkryostat durch einen äußeren LN<sub>2</sub>-Kryostaten vor einfallender Wärmestrahlung geschützt. Unterschiedlich ist die Art der Dämpfung, die bei diesem RTM durch dünne Federn realisiert ist, an denen der Mikroskopkopf während der Messung hängt. Zum Abkühlen wird das Mikroskop auf eine Platte abgesetzt, die in direktem Wärmekontakt zum Kältereservoir steht. Da die dünnen Federn kaum Wärme übertragen, muss das RTM während der Messung sehr effektiv gegenüber einfallender Strahlung isoliert sein.

**Eigler/IBM-Almaden** Der Aufbau von Eigler bei IBM-Almaden (c) und ein Nachbau dieses RTMs, das im Fritz-Haber Institut Berlin betrieben wird [Bui 96], sind gegenüber den oben beschriebenen Lösungen sehr verschieden. Während bei den anderen

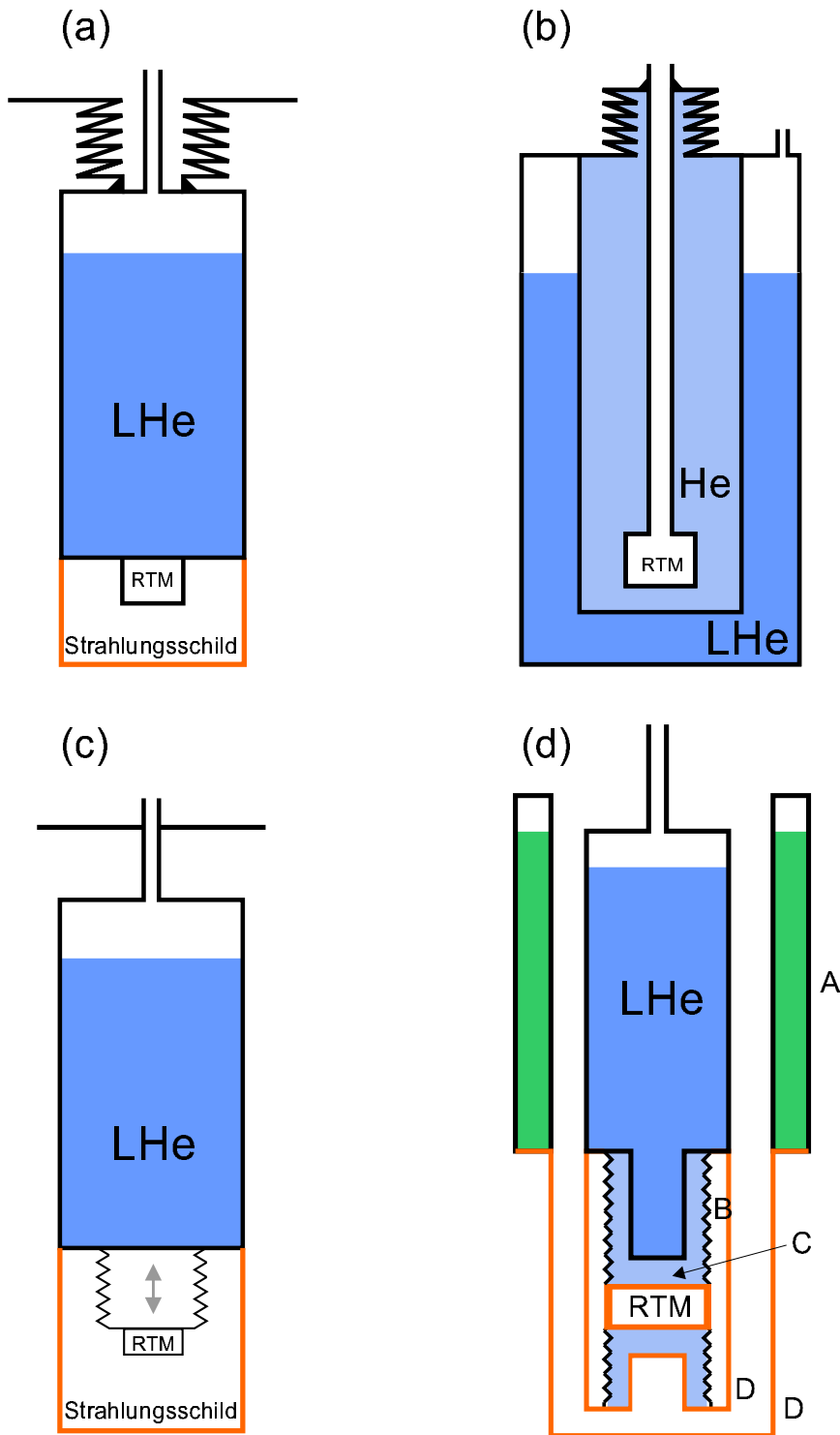


Abbildung 3.6: Unterschiedliche Tieftemperatur-RTM im Vergleich, (a) Gaisch/IBM-Rüschlikon, (b) Eigler/IBM Almaden und (c) Meyer/FU Berlin. Schematisch ist die Anbindung an den Heliumkryostaten und die letzte Dämpfungsstufe vor dem Mikroskop dargestellt. (d) Schematische Darstellung des in dieser Arbeit beschriebenen Aufbaus mit den Baugruppen: (A) Stickstoffkryostat, (B) Faltenbälge, (C) Austauschgas-Volumen und (D) Strahlungsschilde.

Mikroskopen das Vakuum der UHV-Kammer gleichzeitig als Isolierung zwischen zwei Badkryostaten genutzt wird, ist der kryogenetische Aufbau bei Eigler völlig vom Vakuumsystem getrennt. Der Mikroskopkopf, der sich am Ende eines langen abgepumpten Rohrs befindet, taucht in ein Kältereservoir ein. Austauschgas von etwa 1 mbar, welches zwischen Dewar und Rohr eingelassen wurde, ermöglicht eine sehr effektive Kühlung. Das lange Rohr selbst hängt an Faltenbälgen. Mit diesem pendelartigen Aufbau ist das RTM gegenüber mechanischen Vibrationen der Umgebung entkoppelt.

**Diese Arbeit** Die Idee des hier vorgestellten Aufbaus ist ein variabler Wärmekontakt durch den Einlass von Austauschgas zwischen RTM und Kryostaten bei gleichzeitiger mechanischer Entkopplung von RTM und Kryostat mit Hilfe von Faltenbälgen (vergl. mit (d)). Dazu wird das RTM auf eine Kontaktfläche abgesetzt, die zwischen zwei Faltenbälgen hängt. Im von Kryostat, Faltenbalg und Kontaktplatte eingeschlossenen Volumen kann durch Variation des Drucks im Austauschgas der Wärmekontakt zwischen Platte und Dewar verändert werden. Im Falle eines abgepumpten Volumens wird das RTM nur durch Wärmestrahlung des umgebenden Strahlungsschilds gekühlt, da die Faltenbälge selbst nur schlecht Wärme leiten. Die Faltenbälge besitzen eine niedrige Eigenfrequenz und isolieren somit das RTM vor Schwingungen; sie bilden die zweite und letzte Dämpfungsstufe vor dem RTM. Die erste Dämpfungsstufe sind pneumatische Dämpfer, auf denen die Vakuumkammer aufliegt. Um einen kompakten Aufbau zu gewährleisten, werden angelehnt an die Systeme von Gaisch und Meyer ebenfalls zwei in das Vakuum integrierte Badkryostaten verwendet. Am Ende von jedem Kryostaten ist jeweils ein Strahlungsschild befestigt, welches Öffnungen für den Transfer des RTM und für eine Sichtkontrolle besitzt. Zusätzlich zur thermischen Stabilität wirken die Schilde in der Nähe der Probe als Kryopumpen und sorgen somit für eine geringe Kontamination der Oberfläche über große Zeiträume.

#### 3.2.2 Beschreibung des Aufbaus

Die UHV-Kammer, deren Seitenansicht Abb. 3.7 zeigt, wird auf pneumatischen Dämpfern (A) der Firma Newport gelagert. Als Pumpe dient eine Ionengetterpumpe (B). Ihr schließt sich eine Kühlfalle (C) für flüssigen Stickstoff mit integrierter Titansublimationspumpe an. Diese Kombination ermöglicht auch für Messungen bei Zimmertemperatur einen geringen Enddruck von  $p < 1 \times 10^{-10}$  mbar. Die Hauptkammer (D), die ebenso wie die Kühlfalle von der Firma Pink gefertigt wurde, ist von der Pumpseite mit einem Plattenschieberventil abtrennbar. Verschiedene Flansche dienen u.a. dem optischen Zugang, der Druckmessung oder dem Anschluss an eine Turbomolekularpumpe, die zum Ausheizen der Kammer benötigt wird. Der obere Abschluss der Kammer ist ein CF 250 Flansch, der den Kryostateinsatz (E) aufnimmt. Mit eingesetztem Kryostaten hat der Aufbau eine Höhe von etwa 2.3 m. Damit liegt der Schwerpunkt der gesamten Kammer sehr hoch, was ein Nachteil für die Stabilität des Systems ist. Der hohe Aufbau ist bedingt durch den beabsichtigten Anschluss an das bestehende UHV-System. Der Probentransfer erfolgt im Bereich (F).

### 3.2 Kryogenetischer Aufbau und Vibrationsentkopplung

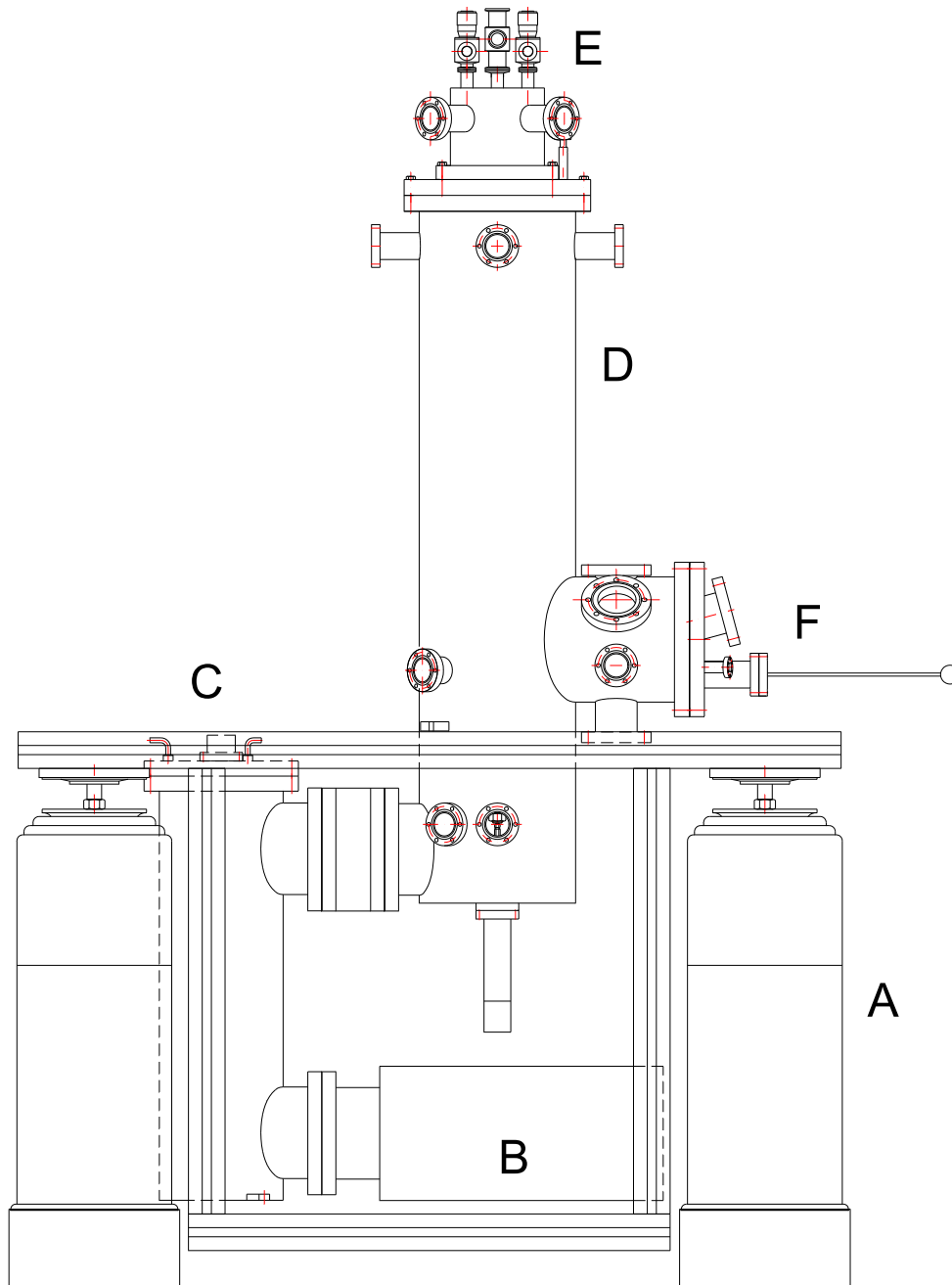


Abbildung 3.7: Die RTM-UHV-Kammer mit den im Text beschriebenen Baugruppen.

### 3 Experimenteller Aufbau

Den Probentransfer und das Innenleben der Kammer verdeutlicht Abb. 3.8. Fast alle Bauteile des Innenlebens wurden von der mechanischen Werkstatt des Instituts gebaut. Dies gilt insbesondere für die beiden Kryostaten, wobei der Heliumkryostat mit seinen Anbauten eine sehr anspruchsvolle Schweißarbeit darstellt. Der Bau von kleineren Teilen und Reparaturen wurden meist selbständig in der für Studenten vorgesehenen Werkstatt durchgeführt.

Mit einem kleinen Manipulator (A) wird das RTM zum Spitzenwechsel oder zum Wechseln der Probe aus dem Kryostaten gehoben. Zum Abkühlen findet das RTM in einer Art Käfig Platz. Dieser setzt sich aus zwei Kupferplatten zusammen, die durch einen 10 cm dicken und 6 cm hohen Kupferferring miteinander verbunden sind. Das RTM sitzt auf der plangedrehten unteren Platte des Käfigs (B). An der Platte ist eine Siliziumdiode der Firma Lake Shore als Temperaturfühler befestigt. Der Kupferkäfig hängt zwischen zwei Faltenbälgen (C). Beide Faltenbälge bilden jeweils eine Wand zu einem kleinen Gasvolumen. Im oberen Teil wird dieser Raum durch die obere Kupferplatte des Käfigs und die Wand des inneren Kryostaten (D) abgeschlossen. Im unteren Teil ist es die Bodenplatte und ein verschlossenes Edelstahlrohr. Durch zwei Füllrohre (H), die durch den inneren Dewar geleitet werden, können beide Volumina getrennt voneinander geflutet werden. Werden die beiden Zuleitungen kurzgeschlossen, so stellt sich ein Druckgleichgewicht ein und der Käfig hängt frei zwischen den Bälgen. Mittels Überdruck in einem der beiden Gasräume kann der Kupferkäfig aufgrund der flexiblen Faltenbälge entweder gegen den Kryostaten gepresst oder auf die untere Platte abgesenkt werden. Ersteres dient einem schnellen Abkühlen und letzteres dem leichteren Transfer des RTM in den Kryostaten. Der innere Kryostat kann 4,5 l Flüssigkeit aufnehmen. Er hängt an einem etwa 50 cm langen Füllrohr, an dem ein abgasgekühlter Strahlungsschild befestigt ist. Der innere Kryostat dient der Aufnahme von Helium. Er kann aber auch mit Stickstoff gefüllt werden. Durch das Füllrohr kann die Flüssigkeit abgepumpt werden und der eingefüllte Stickstoff wird in diesem Fall fest. Um die Standzeit des inneren Kryostaten zu erhöhen ist er von einem Kryostaten (E) umgeben, der 12 l Flüssigkeit fasst. Am oberen Ende dieses äußeren Dewars ist ein weiteres Strahlungsschild befestigt. Dieses Schild ist über bis zum Boden des Dewars reichende Kupferstangen thermisch kontaktiert.

Am unteren Ende der Kryostaten ist jeweils ein Kupferschild geschraubt (F). Diese sind aus einem Kupferrohr gefertigt und anschließend vergoldet worden, um die Emissivität der Schilde zu verringern. Zwei Fenster in einem Winkel von  $120^\circ$  ermöglichen einen optischen Zugang. Ihre Anordnung ist aber auch für Photondetektionsexperimente geeignet. Durch ein großes Tor gegenüber dem Manipulator (A) wird der RTM-Kopf gehoben. Alle Öffnungen lassen sich verschliessen. Hierzu dienen Kupferplatten (G), die durch Litzen gekühlt werden und zum Öffnen von einem Schieber angehoben werden. Am inneren Schild sind drei Kobalt-Samarium Hartmagnete befestigt. Sie dienen als Teil einer Wirbelstrombremse, wobei der Strom in den Wänden des gegenüberliegenden Kupferkäfigs induziert wird. Eine Charakterisierung der Dämpfeigenschaften des Systems gibt der folgende Abschnitt.



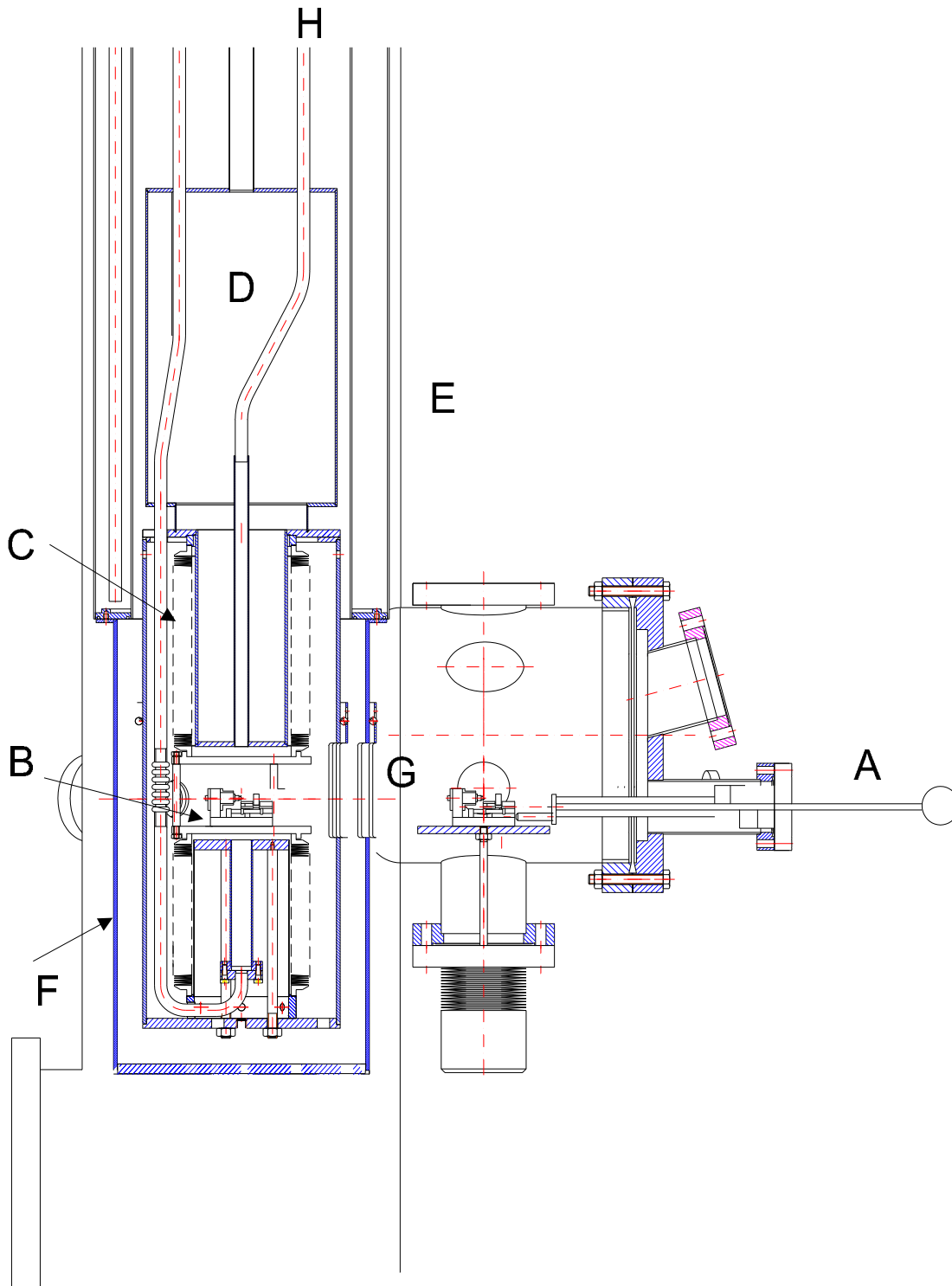


Abbildung 3.8: Skizze des inneren Aufbaus mit den im Text erklärten Elementen.

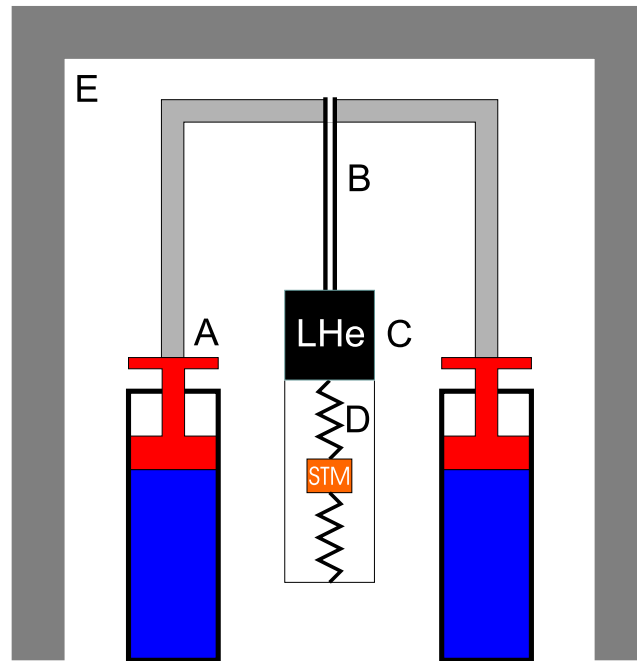


Abbildung 3.9: Die Anordnung der einzelnen schwingungsfähigen Systeme des Aufbaus. Die Diskussion erfolgt im Text.

### 3.2.3 Vibrationsentkopplung und Dämpfung

Wie in Kap. 2 erläutert, werden zur Vibrationsentkopplung mehrere schwingungsfähige Systeme mit einer möglichst niedrigen Eigenfrequenz hintereinander geschaltet. Die Vibrationsentkopplung des aufgebauten Mikroskops ist als zweistufige Aufhängung mit einem Dämpfungsglied konzipiert. Allerdings besteht der gesamte Aufbau aus verschiedenen schwingungsfähigen Systemen, die anhand von Abb. 3.9 und der Tab. 3.1 diskutiert werden.

Die pneumatischen Dämpfer (A) der Firma Newport besitzen eine Eigenfrequenz von etwa 2 Hz. Als erste Stufe der Dämpfung isolieren sie den Aufbau vor allem gegenüber Bodenschwingungen. Die Bodenschwingungen des Labors wurden mit einem piezoelektrischen Schwingungsaufnehmer gemessen. Das Maximum des Spektrums liegt bei 65 Hz und die Amplitude ist  $0.8 \mu\text{m}$ .

Der innere Kryostat (C) mit dem Kupferschild ist als eine Masse aufzufassen, die pendelartig am  $0.5 \text{ m}$  langen Füllrohr (B) hängt. Dieses System besitzt eine niedrige Eigenfrequenz von 1-2 Hz. Während die Dämpfer hauptsächlich Schwingungen mit Auslenkungen senkrecht zum Laborboden aufnehmen, wird das Kryostatpendel parallel zum Boden ausgelenkt. Eine Dämpfung dieser Schwingungen ist von besonderer Bedeutung, da beim RTM der Spitze-Probe Kontakt ebenfalls horizontal angeordnet und damit sehr empfindlich auf Anregungen in dieser Ebene ist.

Die Dämpfungseigenschaften des Pendels hängen kritisch von der Länge  $l$  des Pendel-

Bauteil	Resonanz (Hz)
Dämpfer	2
Pendel	1-2
LN2-Kryostat	830
He-Kryostat	1260
Faltenbälge	10
RTM-Kopf	4800

Tabelle 3.1: Resonanzfrequenzen der verschiedenen Bauteile.

stabs ab, welche die Eigenfrequenz zu

$$f = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{g}{l}}$$

bestimmt. Aus einer Rechnung ergibt sich, dass sich die Eigenfrequenz des Pendels für den beschriebenen Fall von 1.3 Hz auf 2.4 Hz erhöht, wenn die Länge des Füllrohres um etwa die Hälfte verringert wird [Hak 99]. Dies bedeutet eine Verbesserung der Dämpfung um einen Faktor 3.4 abseits der Resonanz  $\omega_0$ , wenn man für die Übertragungsfunktion  $\gamma = \frac{\omega_0^2}{\omega^2}$  nach [Kuk 89] ansetzt.

Im Experiment konnte eine radikale Verschlechterung des Signals beobachtet werden, solange das Rohr um diese Strecke verkürzt war. Die Verkürzung des Rohrs diente der Zentrierung des inneren Kryostaten, die aufgrund eines Fertigungsfehlers notwendig war. Die Zentrierung erfolgte mit Drähten zwischen dem Füllrohr des Heliumkryostaten und den Füllstützen des LN<sub>2</sub>-Kryostaten. Erst die Aufhebung dieser Maßnahme ermöglichte Tunnelexperimente mit einem gefüllten Stickstoff-Dewar.

Die Faltenbälge (D) stellen die Vibrationsentkopplung zwischen Heliumkryostat und Mikroskop dar. Gleichzeitig wird diese letzte Stufe mit einer Wirbelstrombremse gedämpft. Die Eigenfrequenz der Bälge beträgt derzeit etwa 10 Hz; vor dem Einbau wurde die Eigenfrequenz noch mit 5 Hz gemessen. Der Grund für diese Zunahme ist eine Veränderung der Rückschnellkraft der Bälge durch das Ausheizen der Kammer und das Abkühlen des inneren Teils auf Heliumtemperaturen. In Folge muss der obere Balg von Zeit zu Zeit nachgespannt werden, um irreversible Ausdehnungen zu kompensieren. Hierfür werden mehrere Lamellen im unteren Teil des Balgs zusammengefasst, was allerdings jedesmal die Federkonstante des Balgs geringfügig verändert.

Es hat sich gezeigt, dass die Faltenbälge nicht ausreichen, um Vibrationen von flüssigem Stickstoff im inneren Kryostaten ausreichend zu dämpfen. Das fouriertransformierte Tunnelsignal in Abb. 3.10 zeigt deutlich eine Transmission von Vibrationen im Bereich von 600 Hz und höher. Aufgrund dieser Anfälligkeit werden für Experimente bei tiefen Temperaturen entweder verfestigter Stickstoff oder Helium als Füllung des inneren Kryostaten genutzt. Ursache für die erhöhte Empfindlichkeit in diesem Bereich sind offensichtlich höhere Schwingungsmoden des Faltenbalgs. Er unterscheidet sich damit von einer idealen masselosen Feder, die nur eine Mode besitzt. Gleichzeitig liegen in diesem

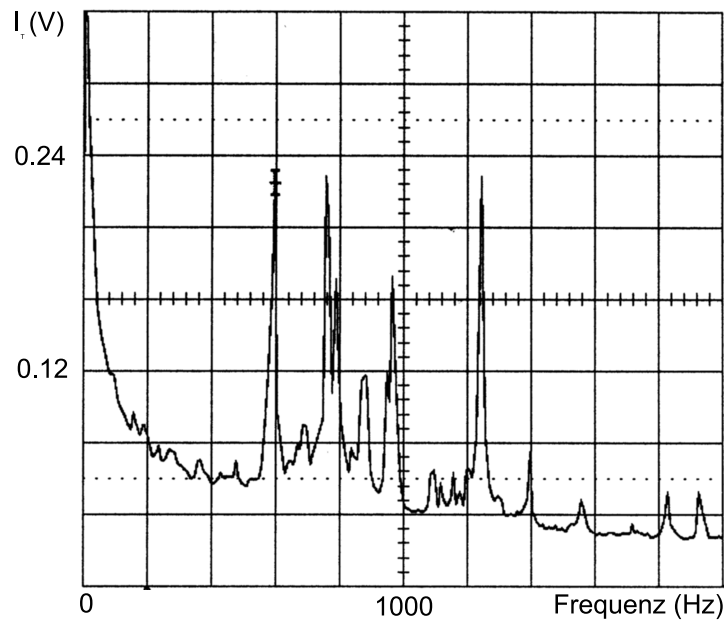


Abbildung 3.10: Fourieranalyse des Tunnelsignals auf Au mit  $I=10$  nA und  $U=0,1$  V bei einem mit  $\text{LN}_2$  gefüllten inneren Kryostaten. Das Spektrum zeigt ein  $1/f$  Verhalten. Die Maxima bei den höheren Frequenzen sind entweder als Eigenfrequenzen der Baugruppen oder als Schwingmoden der Bälge zu interpretieren.

Bereich die Eigenfrequenzen der Kryostate. Da Anregungen im Bereich von mehreren hundert Hertz nicht ausreichend gedämpft werden, zeigte sich auch eine starke Empfindlichkeit des Aufbaus gegenüber akustischen Störungen. Diese koppeln über die obere Platte, an der der innere Topf hängt, ein, wobei die gesamte Kammer wie eine Antenne wirkt. Um den Einfluss von Lüftern, Klimaanlage u.ä. zu vermindern, wurde deshalb eine schallisolierende Kammer (E) der Firma IAC um das RTM aufgebaut. Sie besteht aus 10 cm dicken Wänden, die mit Stahlwolle gefüllt sind. Das Einfügungsdämmmaß beträgt 47 dB bei 500 Hz.

Wie einleitend erwähnt, bedeutet jede mechanische Entkopplungsstufe eine schlechte thermische Ankopplung an den Kryostaten. Im folgenden Abschnitt wird beschrieben, wie der RTM-Kopf auf Temperaturen von 5 K abgekühlt und wie eine variable Temperatur an der Probe eingestellt wird.

#### 3.2.4 Abkühlverhalten

In Abb. 3.11 ist das Abkühlverhalten der Bodenplatte und des Schlittens, dessen Temperatur der der Probe entspricht, von etwa 80 K auf die jeweilige Endtemperatur aufgetragen. Wie in Abschnitt 3.3.2 erläutert wurde, wird die Probe bei einer Temperatur zwischen 80 K und 90 K in das RTM eingesetzt. Man erkennt, dass der Abkühlvorgang in erster Näherung exponentiell verläuft, allerdings unterscheiden sich die Zeitkonstanten des Abfalls zwischen Bodenplatte und Schlitten stark. Die Zeitkonstante wird durch

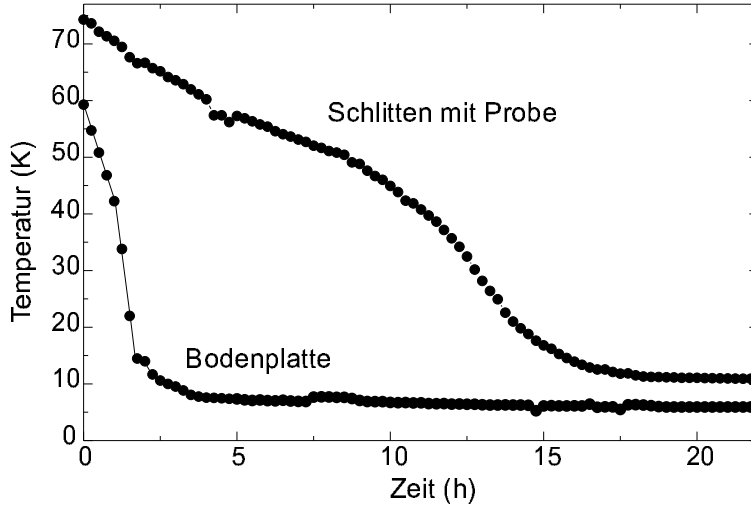


Abbildung 3.11: Abkühlverhalten der Bodenplatte des Käfigs und des Schlittens, dessen Temperatur der der Probe entspricht, bei einem Austauschgasdruck von  $p \approx 10$  mbar in Abhängigkeit von der Zeit. Vor dem Einsetzen der Probe wurde das RTM auf 60 K abgekühlt. Die Endtemperaturen von Platte und Schlitten sind  $(6,0 \pm 0,5)$  K bzw.  $(10,0 \pm 0,5)$  K.

die Wärmekopplung zwischen dem Kryostat und dem RTM bestimmt. Bevor im Folgenden die Abkühlkurven diskutiert werden, sollen zum besseren Verständnis die relevanten Arten der Wärmeübertragung vorgestellt werden.

Wärmeübertragung erfolgt durch Wärmeleitung, Strahlung oder Strömung (Konvektion), wobei letztere in dem aufgebauten System nicht genutzt wird. Die Wärme fließt dabei entlang eines Temperaturgefälles und zwar um so stärker, je steiler dieses Gefälle ist. Die drei Mechanismen lassen sich in Näherung gut beschreiben. Als Maß für den Wärmekontakt dient die Rate  $\dot{Q}$ , mit der ein Körper der Masse  $M$  und der spezifischen Wärme  $C_V$  Wärme abgibt. Sie ist gegeben mit

$$\dot{Q} = M C_V \dot{T}. \quad (3.1)$$

**Wärmeleitung in Festkörpern:** Die Wärmeübertragung zwischen zwei Festkörpern mit der Temperaturdifferenz  $T_1 - T_2$  und einer Verbindung der Länge  $l$  und dem Querschnitt  $A$  ist gegeben mit

$$\dot{Q} = \frac{A}{l} \lambda (T_1 - T_2). \quad (3.2)$$

Der Wärmeleitfähigkeitskoeffizient  $\lambda$  ist eine Stoffkonstante und hängt von der Temperatur ab. Metalle sind gute Wärmeleiter, während Gase eher schlechte Wärmeleiter sind<sup>3</sup>.

<sup>3</sup>Die mittlere Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  in W/mK von sauerstofffreiem Kupfer, Edelstahl und He bei verschiedenen Temperaturen [Whi 68]:

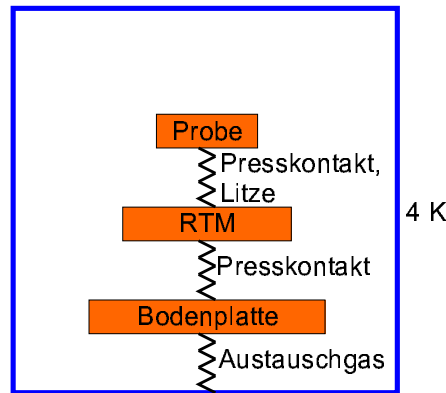


Abbildung 3.12: Die Wärmekopplung zwischen Helium-Dewar und RTM bzw. der Probe erfolgt über mehrere Stufen. Eine Abschirmung, welche an den inneren Kryostaten angeschraubt ist, verhindert eine Erwärmung des RTM durch Wärmestrahlung.

Kritische Punkte in der Wärmeleitstrecke sind immer die Verbindungspunkte wie Löt- und Schweißstellen oder Presskontakte. Die Wärmeübertragung an einem Presskontakt ist linear abhängig vom Druck und unabhängig von der Kontaktfläche. In [Whi 68] findet man das Beispiel von zwei mit einer Kraft von 500 N aneinandergespresten Kupferdrähten, deren Verbindung eine Wärmeleitfähigkeit von  $1 \times 10^{-2} \text{ W/mK}$  besitzt. Dies ist vergleichbar mit der Leitfähigkeit eines 1 m langen Kupferstabs mit einem Querschnitt von  $1 \text{ cm}^2$ , dessen Enden die Temperatur von 77 K bzw. 4 K haben.

**Wärmeleitung durch Gase:** Für Gase gilt Glg. 3.2, wenn die mittlere freie Weglänge sehr viel kleiner ist als der Abstand zwischen den beiden Körpern; in diesem Fall ist die Wärmeübertragung unabhängig vom Druck. Im Gegensatz dazu ist die Wärmeleitfähigkeit von Gasen linear vom Druck abhängig, wenn die mittlere freie Weglänge sehr viel grösser als der Abstand der beiden Kontaktflächen ist. Zwischen dem Kryostat und der Käfigplatte ist ein Abstand von 1 cm und man erwartet bei diesem Abstand eine druckabhängige Wärmeübertragung für  $p < 1 \times 10^{-2} \text{ mbar}$  [Whi 68]. In diesem Fall bewegen sich die Gasmoleküle von der wärmeren zur kälteren Wand ohne mit anderen Partikeln zusammenzustoßen und geben hier ihre Energie während einer spezifischen Verweildauer ab. Die Wärmeleitung durch Gas bei niedrigen Drücken ist

$$\dot{Q} = \text{const.} \cdot a \cdot p_{mm} (T_1 - T_2) \text{ W cm}^{-2}, \quad (3.3)$$

wobei die Konstante den ungefähren Wert von 0,028 für He besitzt,  $a$  den Haftkoeffizienten bezeichnet und der Druck in *Torr* eingeht. Der Druck ist am Gaseinlass zu messen, wo das Gas üblicherweise Zimmertemperatur hat. Man kann davon ausgehen, dass sich

Stoff	300 K→77 K	300 K→4 K	77 K→4 K
Cu	191	171	80
V <sub>2</sub> A-Stahl	12.3	10.3	4.5
He	0.09	0.04	0.02

im gesamten System ein Gleichgewicht einstellt, wobei Druck und Temperatur über

$$p/\sqrt{T} = \textit{konstant}$$

zusammenhängen.

**Wärmestrahlung:** Die Wärmeübertragung durch Strahlung gehorcht dem Stefan-Boltzmann-Gesetz:

$$\dot{Q} = \sigma A (T_1^4 - T_2^4) \frac{\varepsilon_1 \varepsilon_2}{\varepsilon_1 + \varepsilon_2 - \varepsilon_1 \varepsilon_2}. \quad (3.4)$$

Hierbei besitzen die zwei gegenüberliegenden Flächen die Emisivität  $\varepsilon_1$  bzw.  $\varepsilon_2$ , die Fläche  $A$  bezieht sich auf den Körper mit der Temperatur  $T_2$  und die Konstante  $\sigma$  hat den Wert  $5.67 \times 10^{-8} \text{ J/m}^2 \text{ s K}^4$ . Für einen Schwarzen Körper gilt  $\varepsilon = 1$ , für die meisten verwendeten Materialien gilt jedoch  $\varepsilon < 0.1$ . Poliertes Kupfer hat beispielsweise den Wert  $\varepsilon = 0.02$  und Edelstahl den Wert  $\varepsilon = 0.06$  [Whi 68].

Weiter oben wurde erläutert, dass die Wärmekopplung zwischen Kryostat und Mikroskop mit Hilfe von Austauschgas realisiert wird. Allerdings wird nur die Bodenplatte des Käfigs durch Austauschgas gekühlt, während zwischen der Probe und dem inneren Kryostaten weitere Wärmeübergänge existieren, die das Abkühlverhalten beeinflussen. Die Wärmekopplung der Probe ist schematisch in Abb. 3.12 wiedergegeben. Ein Druck von 10 mbar He-Austauschgas reicht aus, um die Bodenplatte thermisch optimal an den Kryostaten zu koppeln. Sie lässt sich auf 5 K abkühlen.

Die Kopplung der Probe an die Bodenplatte erfolgt über zwei weitere Stufen, die als Presskontakte beschrieben werden können. Der erste Kontakt ist zwischen der Grundplatte des RTM und der Bodenplatte des Käfigs. Die Kraft, mit der beide Flächen aneinander gepresst werden, ist die Gewichtskraft. Sie beträgt ca. 2,3 N. Der zweite Kontakt ist der zwischen Schlitten und Grundplatte des RTM. Wie oben beschrieben wird der Schlitten mit Hilfe des Trägheitsantriebs beim Einkühlen in eine Parkposition gefahren. Die Kraft, mit der der Schlitten in die Parkposition gedrückt wird, ist durch die Reibungskraft gegeben, die der Piezoelektrische-Motor noch überwinden kann. Sie beträgt 0,04 N [Gai 92]. Im Vergleich zu dem anfangs zitierten Beispiel (500 N) sind die berechneten Kräfte um mehrere Größenordnungen kleiner. Der schlechte Wärmekontakt zwischen RTM und Schlitten wurde deshalb durch Kupferlitzen verbessert, die insgesamt einen Durchmesser von 1.2 mm und eine Länge von etwa 20 mm besitzen. Trotz dieser Verbesserungen ergeben sich Abkühlzeiten der Probe von 24 Stunden, die ein Risiko für die Qualität der Probe bedeuten, wie weiter unten erläutert wird. Der Wärmekontakt reicht aus, um die Probe bis auf etwa 10 K abzukühlen. Bei dieser Temperatur herrscht ein Gleichgewicht zwischen eingestrahelter und abgeführter Wärme. Als Quelle dieser Wärmestrahlung kommen nur die Fenster im inneren Strahlungsschild in Frage, die zwar durch Tore verschließbar sind, deren Wärmekopplung an das Schild allerdings noch nicht ausreichend ist.

Die Kühlung der Bodenplatte durch das Austauschgas kann auch während der Messung aufrecht erhalten werden, da das RTM über die Faltenbälge mechanisch vom Kryostaten entkoppelt ist. Mit der Veränderung des Austauschgasdrucks kann die Wärmeankopplung der Platte variiert werden. Nur in einem schmalen Bereich zwischen 1 mbar und

### 3 Experimenteller Aufbau

10 mbar reagiert die Temperatur empfindlich auf Unterschiede im Druck. Wenn sich kein Austauschgas im Volumen befindet und eine Wärmekopplung nur über die schlecht leitenden Faltenbälge existiert, stellt sich eine konstante Temperatur von etwa 20 K bei einem mit Helium gefüllten Kryostaten ein. Der Verlauf der Kurve lässt sich nicht anhand der Glg. 3.2 und Glg. 3.3 für druckabhängige und druckunabhängige Wärmeleitung beschreiben. Weitere Beiträge zur Wärmekopplung liefern die Wärmeleitung über die Bälge und die Wärmestrahlung der Schilde, die ebenfalls das Abkühlverhalten beeinflussen.

Das Ziel einer variablen Wärmekopplung ist allerdings die Möglichkeit, über einen großen Bereich die Temperatur am RTM kontrollieren zu können. Dies lässt sich in der jetzigen Konfiguration nur bedingt realisieren, da der Temperaturbereich nur etwa 20 K beträgt und die Regelung der Temperatur aufgrund der unterschiedlichen, voneinander unabhängigen Beiträge schwierig ist. Eine Alternative zum eingeschlagenen Weg ist der Einbau eines kleinen Filaments am Käfig, mit dem in Verbindung mit einer Regeleinheit die gewünschte Temperatur eingestellt wird. Eine Kontrolle über die Temperatur der Probe wird allerdings durch die große Zeitkonstante des Kühlvorgangs erschwert, die, wie oben diskutiert, im Bereich von Stunden liegt. Es ist deshalb vielversprechender, während des Abkühlens die Messungen durchzuführen. Dazu kann das Abkühlen noch verlängert werden kann, indem man den Schlitten aus der Parkposition entfernt. Die Änderungen in der Temperatur betragen in diesem Fall zwischen 1 K und 10 K pro Stunde.

Auch wenn Messungen bei variabler Temperatur auf diese Weise möglich sind, bietet das realisierte Konzept vor allem die Möglichkeit, bei drei verschiedenen Temperaturen, 10 K, 50 K und 300 K, mit höchster Stabilität zu arbeiten.

#### 3.2.5 Wärmebilanz

Beim Entwurf der beiden Kryostaten wurden die zu erwartenden Standzeiten abgeschätzt. Die Füllvolumina wurden daraufhin so dimensioniert, dass die Standzeit von Helium im inneren Tank über 12 Stunden beträgt und die von Stickstoff im äußeren Dewar über 14 Stunden. Die Zeit ist ausreichend für Experimente zwischen zwei Füllungen.

Den größten Beitrag zur Wärmebelastung des inneren Kryostaten leistet die Wärmestrahlung vom LN<sub>2</sub>-Dewar und LN<sub>2</sub>-Strahlungsschild, welche im gefüllten Zustand über die gesamte Fläche eine Temperatur von 77 K besitzen. Die eingestrahlte Wärme bei einer Fläche von ca. 4000 cm<sup>2</sup> beträgt etwa 70 mW. Neben der Temperatur der Umgebung ist die Berechnung der eingestrahlten Wärme stark von der angenommenen Emissivität abhängig. Beide Kryostaten sind aus V<sub>2</sub>A-Blech gefertigt, welches nicht weiter behandelt wurde. Das Material der Strahlungsschilde hingegen ist vergoldetes Kupfer. Für die Emissivität wurde ein mittlerer Wert von  $\varepsilon = 0,1$  angenommen, was als obere Grenze aufgefasst werden kann.

Die einstrahlende Wärme kann reduziert werden, indem die Innenseite des LN<sub>2</sub>-Tanks poliert wird um die Emissivität zu verringern. Dies wurde bei der Herstellung versäumt.



Eine Politur des He-Tanks mit anschließender Vergoldung war technisch nicht möglich. Auch diese Maßnahme würde die eingestrahlte Wärmemenge verringern. Auf ein abgasgekühltes Strahlungsschild musste aus Platzgründen verzichtet werden.

Einen weiteren Beitrag liefern die Zuleitungen für den He-Tank und die zwei Gaszuleitungen für das Austauschgas. Um eine geringe Wärmezufuhr zu erreichen, wurde die Länge der Rohre maximiert, während die Wandstärke sehr klein gewählt wurde. Die Rohre sind ebenfalls aus V<sub>2</sub>A-Stahl, ein Material mit relativ geringer Wärmeleitfähigkeit. Die Wärmemenge durch Leitung der Rohre beträgt etwa 50 mW. Hinzu kommen die Wärmeleitung durch die elektrischen Leitungen und Einstrahlung durch die Füllrohre. Die zugeführte Wärme summiert sich in dieser Abschätzung auf 0,3 W. Bei einer latenten Wärme von 2,7 J/cm<sup>3</sup> von flüssigen Helium und einer Füllung von 5 l ergibt sich eine Standzeit von 12,5 Stunden. Eine ähnliche Abschätzung wurde für den LN<sub>2</sub>-Tank gemacht und es ergibt sich eine Standzeit von 14 Stunden bei einer Füllung von etwa 12 l.

Die Werte dieser konservativen Abschätzung konnten im Experiment nach oben korrigiert werden. Der Stickstoff im äußeren Tank muss nach etwa 20 Stunden nachgefüllt werden. Der Heliumverbrauch beträgt 10 Stunden nach dem Füllen im Mittel 0,3 l/h und fällt weiter auf etwa 0,25 l/h 24 Stunden nach dem Füllen. Allerdings schwankt der Verbrauch stark mit dem Füllstand. Üblicherweise lässt man den Füllstand nicht unterhalb von einem Liter LHe absinken, so dass sich eine Standzeit von mindestens 14 Stunden ergibt. Um den Heliumverbrauch beim Einkühlen abzusenken, werden das RTM und der gesamte innere Aufbau mit LN<sub>2</sub> auf 77 K abgekühlt. Nach dem Füllen mit LN<sub>2</sub> benötigt das System etwa einen Tag, um im thermischen Gleichgewicht zu sein. Für Messungen bei 50 K wird der Stickstoff in den inneren Kryostaten mit einer kleinen Pumpe abgepumpt. Die Abkühlzeiten für das RTM sind vergleichbar mit denen für das Abkühlen mit LHe. Die Standzeit des verfestigten Stickstoff beträgt allerdings mehr als vier Tage, wenn über den gesamten Zeitraum gepumpt wird.

Abschließend zu diesem Abschnitt lässt sich feststellen, dass im Vergleich mit anderen Experimenten der Verbrauch des selbstgebauten Kryostaten im Durchschnitt liegt. Er bietet ausreichend Zeit für ungestörte Messungen und der Aufbau besitzt für das Experiment die notwendige thermische Stabilität.

### 3.3 Substrat- und Probenpräparation

Die in dieser Arbeit vorgestellten Ergebnisse wurden an dünnen magnetischen Filmen erzielt, die auf einen Wolframkristall mit einer (110)-Oberfläche aufgedampft wurden. Die Wolframoberfläche ist als Substrat für dünne Filme sehr gut geeignet. Einige Gründe hierfür sind:

- Die Oberfläche ist aufgrund der Härte des Materials sehr unempfindlich gegenüber Kratzern und Kollisionen mit der Spitze.

### 3 Experimenteller Aufbau

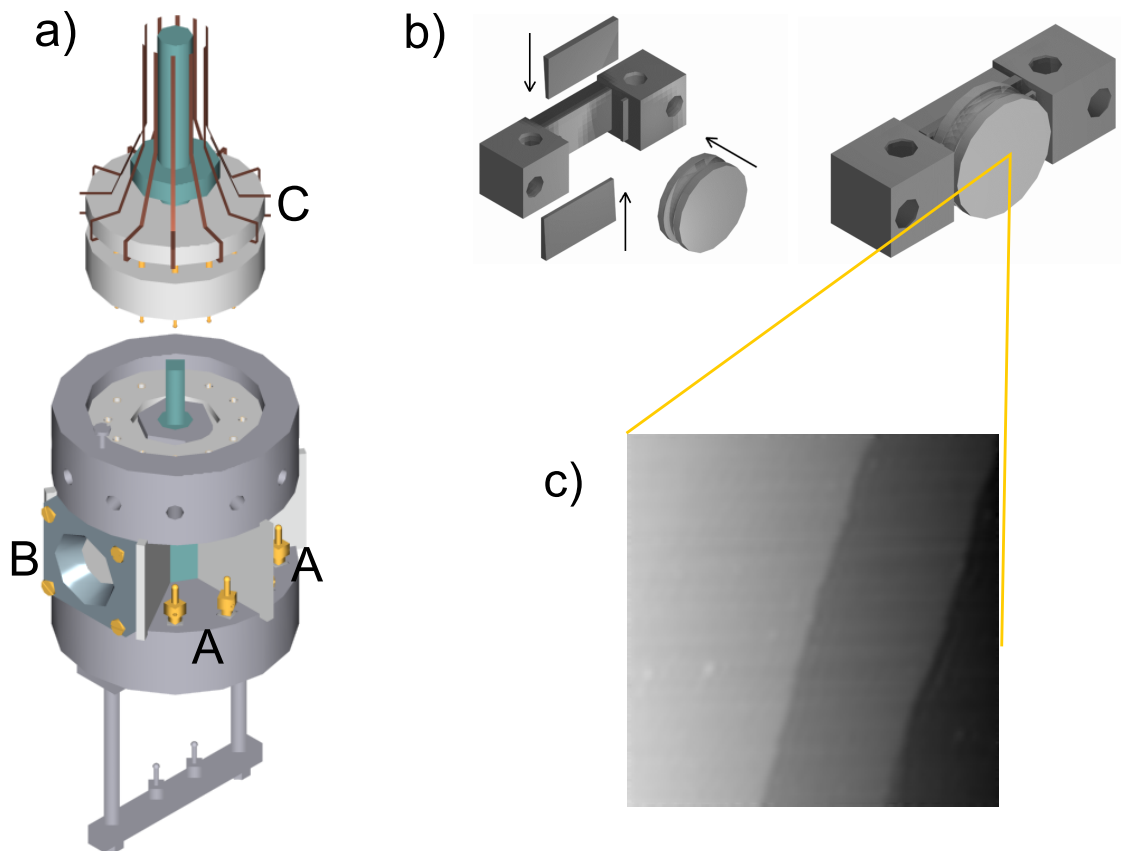


Abbildung 3.13: (a) Das Probenkarussell mit Platz für 5 Proben (A) und einem integrierten Schichtdickmesser (B). Die einzelnen Plätze sind elektrisch kontaktiert (C). (b) Der Probenhalter für den W(110) Kristall ist vollständig aus Wolfram gefertigt. Der Kristall wird mit Hilfe von zwei Keilen gegen eine Führungsfeder gepresst. (c)  $600\text{\AA} \times 600\text{\AA}$  RTM-Bild der reinen Wolframoberfläche mit drei monoatomaren Stufen.

- Es lässt sich fast jede beliebige niedrigindizierte dichtgepackte Metalloberfläche aufdampfen, die in ihrer Qualität Oberflächen von entsprechenden Einkristallen entspricht.
- Die (110)-Oberfläche ist aufgrund ihrer dichten Packung die am wenigsten reaktive W-Oberfläche. Adsorbate besitzen auf der Oberfläche eine hohe Diffusionswahrscheinlichkeit.
- Der Kristall selber lässt sich durch Heizen sehr sauber präparieren und leicht reinigen.
- Wolfram zeigt keine Durchmischung mit den hier aufgedampften Metallen.

Die Freie Oberflächenenergie von Wolfram beträgt  $\sigma_W = 2,9 \text{ J/m}^2$  und ist im Vergleich zu den hier aufgedampften Materialien groß. Nach den Kriterien von Bauer erwartet man aufgrund dieser Konstellation im Anfangsstadium des Wachstums ein lagenweises Wachstum, was möglicherweise durch anschließendes Inselwachstum abgelöst wird [Bau 58]. Dies ist vorteilhaft für die Untersuchung von magnetischen Eigenschaften dünner Filme, da sich die Eigenschaften eines homogenen Films mit einer definierten La-

genanzahl über einen großen Bereich leichter interpretieren lassen. Aus diesen Gründen findet man in der Literatur für die meisten magnetischen Materialien viele Untersuchungen, bei denen Wolfram als Substratmaterial verwendet wurde.

Für die Präparation der Wolfram-Probe wurde eine eigenständige UHV-Kammer im Rahmen der Diplomarbeit von S. Hakki konstruiert und aufgebaut, die in dieser Arbeit ausführlich beschrieben wird [Hak 99]. Hier wird die Kammer deshalb nur kurz vorgestellt, während eingehender die Substrat- und die Probenpräparation sowie der Probentransfer diskutiert werden.

#### 3.3.1 W(110)-Probenhalter

Die Wolframoberfläche wird üblicherweise durch Heizen auf über 2000 K gereinigt [Ste 64]. Erst bei diesen hohen Temperaturen sind alle adsorbierten Partikel desorbiert. Die für diesen Zweck entworfenen Probenhalter müssen mehrere Aufgaben erfüllen. Zum einen gewährleisten sie den Transfer der Probe im gesamten System. Zum anderen stellen sie sicher, dass keine Fremdstoffe während des Heizvorgangs die Kristalloberfläche kontaminieren.

Die verwendeten Probenhalter sind aus einem Quader mit den Maßen 20 mm × 5 mm × 5 mm gefertigt. Zum Transfer wird der Probenhalter aufgegabelt. Hierzu dienen die orthogonal zueinander versetzten Löcher im Halter. Sie ermöglichen einen Transfer sowohl in der Horizontalen als auch in der Vertikalen.

Für die Halterung des Kristalls wurden zwei unterschiedliche Konstruktionen verwendet. Die in Kap. 4.1 und Kap. 4.2 beschriebenen Ergebnisse wurden mit einem Probenhalter erzielt, der aus Molybdän besteht und in [Müh 96] beschrieben wird. In ihm wird der zylinderförmige Kristall mit Tantalschrauben gehalten. Aufgrund der Verwendung dieser unterschiedlichen Materialien, die zwar ebenso wie W zu den hochschmelzenden Metallen gehören, allerdings einen niedrigeren Schmelzpunkt als W besitzen, wird der Kristall in diesem Probenhalter nur bis 1800 K geheizt. Es hat sich gezeigt, dass diese Temperaturen nicht ausreichen, um den Kristall vollständig zu reinigen. Deshalb wurde der Kristall zusätzlich unter Argonionenbeschuss gereinigt [Ben 97].

Um dieser zeitaufwendigen Prozedur zu entgehen, wurde ein neuer Halter konstruiert, der hauptsächlich im Tieftemperatur-RTM eingesetzt wird und nur aus Wolfram besteht (vergl. Abb. 3.13 (b)). Dies ermöglicht den Kristall auch bei Temperaturen oberhalb von 1800 K zu heizen. Der Kristall, der mit einer Nut versehen ist, wird bei diesem Halter durch eine Feder geführt. Zwei Keile, die zwischen Halter und Kristall gegeneinander verschränkt werden, pressen den Kristall gegen die Feder. Nach dem ersten Heizen verschmelzen die Flächen lokal miteinander. Dies sorgt einerseits für eine stabile Halterung, andererseits wird dadurch ein guter thermischer Kontakt gewährleistet.

Zum Heizen mittels Elektronenstoß auf 2200 K werden Kristall und Probenhalter auf zwei etwa 12 cm lange Wolframstäbe aufgespießt, die mit einer Hochspannungsquelle kontaktiert sind. Ein Filament, welches sich oberhalb des Kristalls befindet, emittiert

die notwendigen Elektronen. Der Aufbau garantiert, dass sich nur wenige Teile durch Wärmeleitung aufwärmen. Während des Heizens bleibt deshalb der Druck kleiner als  $1 \times 10^{-8}$  mbar. Bei einer Kristalltemperatur von 1300 K ist der Druck wieder auf etwa  $2 \times 10^{-10}$  mbar gesunken. Die Temperatur des Kristalls wird mit einem Glühfadenpyrometer kontrolliert.

Die verwendeten Wolframkristalle werden aus einem in der [110]-Richtung gezogenen Einkristall mit einer Funkenerosionssäge geschnitten. Nach einer mechanischen Politur wird der Kristall ins Vakuum geschleust. Der neue Kristall weist anfänglich eine starke Kohlenstoffverunreinigung im Volumen und an der Oberfläche auf. Nach dem Heizen erkennt man im LEED deshalb eine deutliche Wolframkarbid-Überstruktur, wie sie von R.M. Stern das erste Mal nachgewiesen wurde [Ste 64]. Um die Oberfläche vom Kohlenstoff zu befreien, wird der Kristall mehrere Stunden in einer Sauerstoffatmosphäre von  $2 \times 10^{-8}$  mbar bei 1500 K geglüht. Der an die Oberfläche diffundierte Kohlenstoff oxidiert hier zu Kohlenmonoxid, welches aufgrund der hohen Temperatur desorbiert. An der Oberfläche bleiben Wolframoxide, die erst oberhalb von 2000 K desorbieren. Die beschriebene Prozedur wird solange wiederholt, bis das LEED-Bild keine Überstrukturen mehr zeigt. Die vom Kohlenstoff befreite Kristalloberfläche lässt sich durch einfaches Heizen immer wieder reinigen.

#### 3.3.2 Präparation dünner Filme

Zur Probenpräparation dient die Präparationskammer, die für eine erste Charakterisierung der Oberfläche mit einem LEED-System ausgestattet ist. Sie kann mit mehreren Verdampfern bestückt werden. Zusätzlich sind eine Ionenkanone, ein Massenspektrometer, zwei Gaseinlassventile und die oben beschriebene Wolfram-Heizung angeflanscht. Die Kammer wird mit Hilfe einer Ionengetterpumpe und einer Kühlfalle mit integrierter Titansublimationspumpe gepumpt. Bei der Sublimationspumpe wurde einer der drei Stäbe durch ein Tantalfilament ersetzt, in das ein Stück Cer-Metall geklemmt wurde. Cer ist als sehr reaktives Element bekannt und besitzt deshalb hervorragende Pumpeigenschaften. Nach dem Ausheizen erreicht man einen Basisdruck von  $p < 1 \times 10^{-10}$  mbar.

Zentrales Bauteil der Kammer ist das in Abb. 3.13 (a) gezeigte Probenkarussell. Es befindet sich am Ende eines x-y-z-Manipulators und bietet Platz für 5 Proben und einen Schwingquarz zu Messungen der Schichtdicke. Die einzelnen Plätze sind elektrisch kontaktiert, um beispielsweise Si-Wafer resistiv heizen zu können. Vor dem Transfer der Probe in die RTM-Kammer mit Hilfe einer magnetischen Dreh-Schiebevorrichtung ist ein Drehen der Probe notwendig. Hierzu dient der u-förmige Anbau am Boden des Karussells. Derzeit kann die Probe weder im Karussell noch auf dem Transferarm gekühlt werden. Deshalb sind alle hier untersuchten Proben bei Zimmertemperatur präpariert worden.

Zum Aufdampfen von Gd und Co werden selbstgebaute Elektronenstoßverdampfer verwendet. Gd wird aus einem Tiegel und Co von einem Stab verdampft. Während des

Verdampfens steigt der Druck auf  $p < 5 \times 10^{-10}$  mbar an. Mit dem im Karussell integrierten Schichtdickenmesser wird die Dampfrate gemessen und die Anordnung garantiert, dass die Rate an dem Ort gemessen wird, an dem nachher auch die Probe plaziert wird. Die Schichtdicke wird durch einen Vergleich mit den RTM-Bildern und den aus Veröffentlichungen bekannten LEED-Bildern kalibriert. Eine genaue Kalibrierung der Rate ist insbesondere für die Präparation geringer Schichtdicken von wenigen Monolagen notwendig. Der Fehler in der Schichtdicke konnte mit den beschriebenen Maßnahmen bei einer gedampften Monolage (ML) auf etwa 10% reduziert werden.

Das sich dem Aufdampfen anschließende Tempern der Probe erfolgt entweder durch Elektronenstoß oder durch ein Filament in der Nähe der Probe. Da die Probe mobil ist, kann sie während des Temperns nicht mit einem Thermoelement zur Temperaturkontrolle kontaktiert werden. Die Temperaturmessung erfolgt mit Hilfe eines Infrarotpyrometers, welches mit einem an einer Referenzprobe befestigten Thermoelement kalibriert wurde. Diese Art der Temperaturmessung besitzt einen Fehler von etwa  $\pm 50$  K, wobei die Reproduzierbarkeit deutlich besser ist.

Für Untersuchungen der Proben bei tiefen Temperaturen wird die Probe vor dem Einsetzen in das 77 K kalte RTM in einem selbstgebauten Kühlfinger, der in Ref. [Wei 96] beschrieben ist, auf etwa 85 K gekühlt. Nach der Arretierung der Probe auf dem Schlitten wird das RTM wieder auf der Bodenplatte abgesetzt. Das Vorkühlen der Probe ist notwendig, um eine eventuelle Desorption des auf dem Schlitten gebundenen Restgases zu vermeiden, die durch das Einsetzen einer "warmen" Probe stattfinden würde. Anschließend beginnt die Füllung des inneren Kryostaten mit He, was einen Druckabfall zur Folge hat. Bei geschlossenem Fenster reicht die Pumpleistung der durch He gekühlten Wände aus, um selbst sehr reaktive Seltenerd-Filme über mehrere Tage hinweg untersuchen zu können.

### 3 *Experimenteller Aufbau*