4 Experimenteller Aufbau

Im Rahmen meiner Doktorarbeit habe ich ein Ultrahochvakuum-(UHV-)System aufgebaut, das der *in situ* Untersuchung von Domänenmustern ultradünner magnetischer Filme bei variablen Schichtdicken, Temperaturen und Magnetfeldern dient. Die Kammer ist mit Mikroskopen ausgestattet, die den magnetooptischen Kerr-Effekt messen, und zwar sowohl im Fernfeld als auch im Nahfeld. Insbesondere erlaubt die Verwendung eines magnetooptischen SNOM die Abbildung von Domänen mit lateralen Ausdehnungen unterhalb der Beugungsgrenze. Dazu wird erstmals ein SNOM im UHV eingesetzt. Die Kombination des SNOM mit einem modifizierten Sagnac-Interferometer erweist sich dabei als besonders vorteilhaft: Das Interferometer ermöglicht eine SNOM-adäquate und empfindliche Messung des Kerr-Effekts, und es bietet eine rein optische Methode zur Kontrolle des Abstandes von SNOM-Spitze und Probe, die im UHV der herkömmlichen, mechanischen Scherkraftabstandskontrolle überlegen ist. In diesem Kapitel beschreibe ich im Detail den experimentellen Aufbau und zeige Ergebnisse von Testmessungen, die die Eignung des SNOM zur Abbildung von magnetischen Domänen in ultradünnen Filmen belegen.

4.1 Ultrahochvakuum-System

Das UHV ist eine methodische Vorbedingung für die experimentelle Oberflächenphysik [Zan 88]. Es verzögert die Adsorption von Restgasmolekülen auf Substratoberflächen. Dies stellt eine Voraussetzung für epitaktisches Wachstum ultradünner metallischer Filme dar. Nach dem Filmwachstum hält das UHV die magnetischen Eigenschaften über Stunden konstant: Es ist bekannt, dass Adsorbate die Oberflächenanisotropien verändern und damit z.B. die Spinreorientierung verschieben [Pet 02]. Im Prinzip könnten die Filme nach der Präparation auch mit einer Schutzschicht versehen und außerhalb des UHV weiter untersucht werden. Die Anwesenheit einer solchen Schutzschicht würde jedoch ebenfalls in die Anisotropien des Filmes eingreifen. Das ist hier nicht erwünscht, denn diese Arbeit konzentriert sich auf den Einfluss von Temperatur und Schichtdicke auf die magnetischen Eigenschaften. Auch für den Betrieb eines Kryostaten wird ein (Hoch-)Vakuum benötigt.

Die in dieser Arbeit aufgebaute UHV-Kammer für magnetooptische Mikroskopie ersetzt ein kleineres Vorgängersystem, das ausschließlich für MOKE und Kerr-Mikroskopie ausgelegt war und zur Temperatureinstellung nur über einen LN_2-Kühl-

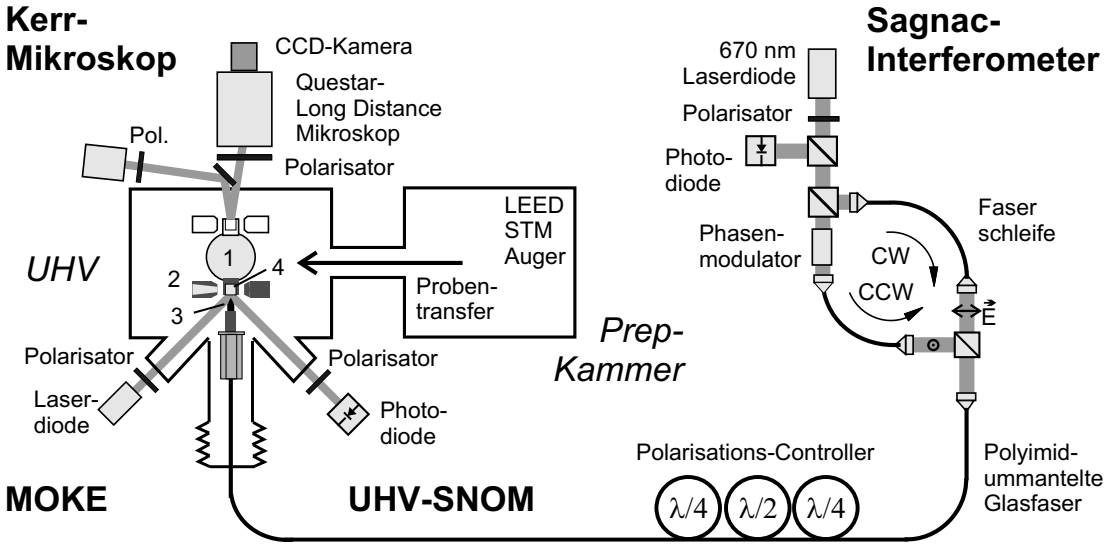

Abbildung 4.1: Überblick über das UHV-System zur Abbildung magnetischer Domänen mit MOKE, Kerr-Mikroskopie und Sagnac-SNOM. (1) He-Durchflusskryostat, (2) UHV-Elektromagnet (um zwei Achsen drehbar), (3) SNOM-Kopf mit Dithereinheit, Röhrenpiezo und Faserspitze und (4) Probenkäfig aus Cu.

finger mit integrierter Heizung verfügte [Men 97a]. Die Kammer ist mit zwei weiteren Kammern verbunden, eine dient der Präparation von Substraten und Filmen, sie ist dazu mit einer Sputterkanone, Elektronenstrahlverdampfern, Schichtdickenmesser, Probenheizung und einem LN_2-Kühlfinger für die Filmpräparation bei niedrigen Temperaturen (80 K) ausgestattet. Zur Charakterisierung von Substratoberflächen und Filmen gibt es dort zudem ein LEED [1] und ein Augerelektronen-Spektrometer. Die zweite Kammer enthält ein Rastertunnelmikroskop, das bei Zimmertemperatur betrieben wird und das Studium der Morphologie von Film und Substrat ermöglicht. Der Druck in den Kammern liegt auch bei der Filmpräparation unterhalb von 1×10^{-10} hPa.

Nach der Präparation und Charakterisierung werden die Proben für *in situ* Untersuchungen in die Magnetooptik-Kammer transferiert (Abb. 4.1). Sie werden dort in einem aus Cu gefertigten Probenkäfig abgelegt, der direkt an den Wärmetauscher eines LHe-Durchflusskryostaten (*KONTI-Kryostat* von *CryoVac*) geschraubt ist. Für den thermischen Kontakt wird der Probenhalter (ebenfalls aus Cu) mit einem Federblech an die Wand des Käfigs gedrückt. Ein Durchgangsloch mit 5 mm Durchmesser in der Wand des Käfigs gibt den Blick auf den Film frei. Der Kryostat ist mit einer Si-Diode ausgestattet, die eine präzise Temperaturkontrolle zulässt. Durch Regelung des He-Durchflusses und durch eine zusätzliche Heizung kann die Temperatur der Probe zwischen 20 K und 450 K stufenlos eingestellt werden.

[1] Low Energy Electron Diffraction (LEED)

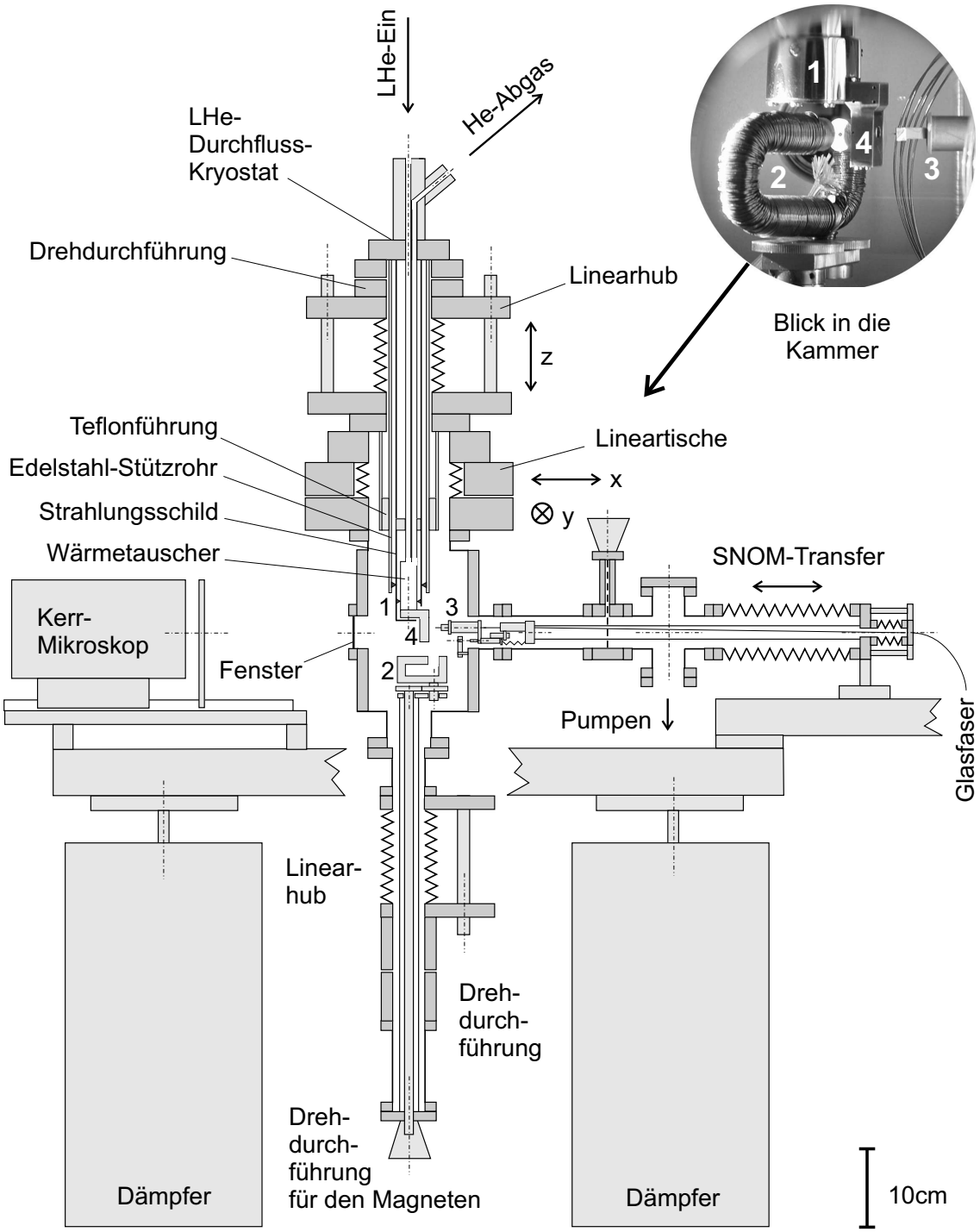

Abbildung 4.2: Skizze der UHV-Kammer zum Betrieb eines magnetooptischen SNOM für *in situ* Messungen, ausgestattet mit LHe-Durchflusskryostat und Elektromagneten. Das Foto erlaubt einen Blick in die Kammer. (1-4) Vgl. Abb. 4.1.

Die Kammer ist mit drei magnetooptischen Messmethoden ausgestattet, die sich hinsichtlich ihrer Ortsausflösung und Empfindlichkeit unterscheiden: 1.) Mit polarem und longitudinalem MOKE, die ortsintegrierend Auskunft über das Magnetisierungsverhalten der Probe geben (typischer Durchmesser des Laserspots: 1 mm). 2.) Mit einem Fernfeld-Kerr-Mikroskop, das die Aufnahme eines Überblicksbildes der Domänenstruktur mit einer Ortsauflösung von 3 μm ermöglicht. Und 3.) mit einem SNOM, dessen Ortsauflösung eine Größenordnung höher ist, so dass man in die Kerr-Mikroskopiebilder „hineinzoomen“und die Domänenstruktur im Detail studieren kann. Das Umschalten zwischen den Methoden erfordert keinen weiteren Probentransfer, für die Kerr-Mikroskopie muss der Kryostat mit dem Probenhalter lediglich um 180° gedreht werden. Die Proben können so bei konstanter Temperatur nacheinander mit allen drei Methoden untersucht werden. Zur exakten Positionierung der Probe wird der Kryostat in der x, y-Ebene mit Mikrometerschrauben und in z-Richtung mit einem Linearhub verschoben. Eine differentiell gepumpte Drehdurchführung läßt die Drehung des Kryostaten um seine Achse zu (Abb. 4.2). Für MOKE und Kerr-Mikroskopie befinden sich alle optischen Bauteile außerhalb der Kammer und das Licht wird durch UHV-Fenster zugeführt bzw. aufgesammelt. Für das SNOM wird nur eine Glasfaser in die Kammer geführt, alle weiteren optischen Komponenten befinden sich auf einem optischen Tisch neben der Kammer.

Für Messungen des Magnetisierungsverhaltens der Proben können äußere Magnetfelder bis zu 1500 Oe [2] angelegt werden, und zwar in der Filmebene genauso wie senkrecht zum Film. Dazu ist in der UHV-Kammer ein Elektromagnet installiert, der um zwei Achsen gedreht werden kann und beinahe jede Messposition erreicht (Abb 4.2). Der Probenkäfig kann zwischen die Polschuhe des Magneten gefahren werden. Für MOKE-Messungen in polarer Geometrie wird das Licht dann durch ein konisches Loch geführt, das in einem der beiden Polschuhe angebracht ist.

Ähnlich wie ein STM muss auch ein SNOM gegen Vibrationsanregungen geschützt werden. Spitze und Probe sind zwar um ein bis zwei Größenordnungen weiter voneinander entfernt als beim STM, wegen der starken Abstandsabhängigkeit der Intensität ist beim SNOM aber ein Übersprechen von Vibrationen auf das optische Messsignal zu erwarten. Zudem bergen Schwingungen das Risiko eines *Tip-Crashes*. Die beiden wichtigsten Quellen für Schwingungsanregungen sind Gebäudeschwingungen (wenige Hz) und akustisch angeregte Luftschwingungen (einige hundert Hz). Durch Hintereinanderschalten von schwingungsfähigen Systemen mit stark unterschiedlichen Eigenfrequenzen kann eine Übertragung auf das System Spitze-Probe unterdrückt werden [Kuk 89]. Die Magnetooptik-Kammer lagert daher auf pneumatischen Dämpfern von *Newport*, deren Eigenfrequenz niedrig, bei 2 Hz, liegt (Abb. 4.2). Der zweite Dämpfungsschritt mit hoher Eigenfrequenz wird beim STM normalerweise durch einen starren Aufbau erreicht. Beim UHV-SNOM sollen Spitze und Probe aber unabhängig voneinander transferiert werden können. Dies ist nur in einem weniger kompakten Aufbau möglich. Als Kompromiss wurden die schwin-

[2] 1Oersted(Oe)=80 A/m.

gungsfähigen Bauteile kurz gehalten, denn die Verkürzung der Länge l eines Pendels erhöht die Eigenfrequenz $f \propto \sqrt{g/l}$: Der SNOM-Kopf wird vom langen Transferarm auf einem Halter direkt an der Innenwand der Kammer abgesetzt und der lange Kryostat wird durch Stützrohre aus Edelstahl und eine Teflonführung tief in der Kammer stabilisiert (Abb. 4.2). Der Transfer von akustischen Anregungen auf den SNOM-Aufbau kann damit jedoch nicht vollständig unterdrückt werden. Daher müssen bei SNOM-Messungen die Klimaanlage und die mechanischen Vakuumpumpen abgeschaltet werden. Das Ultrahochvakuum ($P < 2 \times 10^{-10}$ hPa) in der Magnetooptik-Kammer kann über mehrere Stunden von einer Ionengetterpumpe und einer Ti-Sublimationspumpe mit LN_2-Kaltwand aufrecht erhalten werden. Das Vorvakuum zweier differentiell gepumpter Drehdurchführungen wird dann vorübergehend aus einem Hochvakuumreservoir (50 l-Bierfass) gespeist.

4.2 Präparation von Substraten und Filmen

Diese Arbeit beschäftigt sich mit ultradünnen Filmen von Fe (und Ni), die durch epitaktisches Wachstum auf (100)-Oberflächen von Cu-Einkristallen präpariert werden. Die Kristalle werden von *MatecK, Jülich* mit einer polierten Oberfläche (Rauhtiefe $< 0,03\,\mu$m) und einer Missorientierung kleiner als 0,25° geliefert. Nach Transport und Lagerung an Luft muss die Politur aufgefrischt werden. Dazu wird der Kristall zunächst unter Verwendung von Al_2O_3-Pulver mechanisch poliert, wobei die Körnung des Pulvers bei jedem Schritt weiter abnimmt (erst $3\,\mu$m, dann $1\,\mu$m und am Ende $0,3\,\mu$m). Daran schließt sich eine Elektropolitur an, die in einer Lösung von 40 ml H_3PO_4 (70%), 9 ml H_2O und 5 ml H_2SO_3 bei einer Spannung von $+1,85$ V durchgeführt wird [Wei 96]. Dieses Vorgehen erzeugt extrem glatte Oberflächen mit einigen wenigen Ätzlöchern, die beim Elektropolieren an Dislokationen der Kristalloberfläche entstehen. Nach dem Transfer in die UHV-Kammer werden die Kristalle zur Reinigung in drei bis fünf Zyklen mit Ar^+-Ionen beschossen (*Sputtering*) und durch Aufheizen ausgeheilt (*Annealing*), bis scharfe LEED-Muster beobachtet werden und die Terrassen im STM breit und frei von Verunreinigungen sind [Rit 96]. Mit Sputter-Anneal-Zyklen werden auch aufgedampfte Filme wieder entfernt.

Die Fe-Filme werden durch Elektronenstrahlverdampfung auf die (100)-Oberfläche aufgebracht. Dazu wird ein Eisenstab mit 99,999%-iger Reinheit verwendet. Die Dampfrate beträgt typischerweise 1Å/min. Sie wird mit einer Genauigkeit von 20% mit einem Schwingquartz gemessen, vor dem Aufdampfen stabilisiert und nach dem Aufdampfen erneut gemessen. Die Dampfrate während des Aufdampfens wird aus beiden Messwerten extrapoliert. Der Druck in der Kammer steigt beim Verdampfen nicht über 1×10^{-10} hPa an. Die Epitaxie der Filme kann nach dem Aufwachsen mit LEED kontrolliert werden, die Morphologie mit STM.

4.3 MOKE-Aufbau

Der MOKE-Aufbau setzt das in Abb. 3.5 skizzierte Konzept um. Er hat zwei Teile, die aus optischen Komponenten des *Mikrobank*-Systems von *Linos* zusammengesetzt sind. Der eine Teil (Polarisatorbank) dient zur Erzeugung von linear polarisiertem Licht, der andere (Analysatorbank) zur Analyse des Kerr-Effektes im reflektierten Licht. Beide Teile sind direkt vor CF35-UHV-Fenster geschraubt, die unter einem Winkel von $\pm 30°$ relativ zur Senkrechten an der Außenwand der Kammer angebracht sind (vgl. Abb. 4.1). Dazu wurden Adapter entworfen und gebaut, die das *Mikrobank*system aufnehmen können und eine Justage der lateralen Position und der Winkel vor dem Fenster ermöglichen. Als Lichtquelle wird eine Laserdiode mit der Wellenlänge $\lambda = 635\,\mathrm{nm}$ und einer Ausgangsleistung von 12 mW verwendet, deren Intensität modulierbar ist. Die Polarisatorbank nimmt zudem einen Dünnschichtpolarisator und eine Irisblende auf. Auf der Analysatorbank dient zunächst ein $\lambda/4$-Plättchen zur Kompensation von Elliptizitäten, die bei Kerr-Effekt und auch bei der Transmission durch die UHV-Fenster auftreten. Ein weiterer Dünnschichtpolarisator wird in nahezu gekreuzter Stellung zur Polarisation des eingestrahlten Lichts als Analysator verwendet. Eine Linse fokussiert das transmittierte Licht schließlich auf eine Photodiode. Dabei dient ein Interferenzfilter zur Unterdrückung von Streulicht.

Die Intensität des Lasers wird mit einer Frequenz von etwa 1 kHz moduliert und das Signal der Photodiode wird phasensensitiv mit einem Lock-In-Verstärker (*EGG Instruments 5210*) bei dieser Frequenz gemessen. Zur Aufnahme von Magnetisierungskurven wird das Ausgangssignal des Lock-In-Verstärkers mit einem *LabView*-Programm am PC gegen den Strom im Elektromagneten aufgetragen. Das Magnetfeld ist proportional zu diesem Strom - die Eichung wird mit einer Hallsonde vorgenommen. Das auf das niedriger liegende Sättigungsniveau normierte MOKE-Signal ist in guter Näherung proportional zur Magnetisierung der Probe (vgl. Kapitel 3.2.1). Für Polar-MOKE Messungen wird das äußere Magnetfeld senkrecht zur Ebene angelegt, die Probe wird entweder direkt in das Gap des Elektromagneten geschoben und durch das in das Joch eingelassene Loch beleuchtet, oder der Magnet steht neben der Probe an einer definierten Position.

4.4 Kerr-Mikroskop

Das Kerr-Mikroskop steht außerhalb des UHV mit auf dem Gestell, das die Kammer hält und auf den Vibrationsdämpfern aufliegt (siehe Abb. 4.2). Durch ein CF35-UHV-Fenster wird das Licht eingestrahlt und aufgesammelt. Die Messposition liegt direkt hinter dem Fenster, so dass das magnetische Domänenmuster mit einem *Long-Distance*-Mikroskop mit 10 cm Arbeitsabstand abgebildet werden kann. Da unter diesen Bedingungen keine hohe numerische Apertur zu erwarten ist, entspricht der Aufbau dem in Abb. 3.10 links gezeigten und auf magnetischen Kontrast optimierten Konzept.

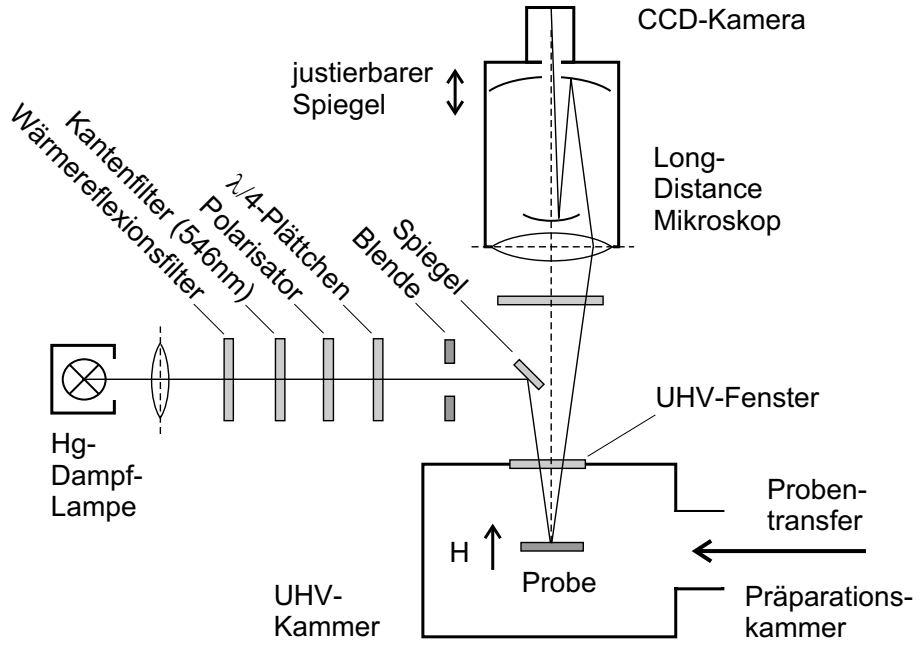

Abbildung 4.3: Der Strahlengang des UHV-Kerr-Mikroskops.

Abb. 4.3 zeigt den Strahlengang des hier verwendeten Aufbaus: Als Lichtquelle wird eine Hg-Dampflampe mit einer Lichtstärke von 220000 cd/cm^2 verwendet (*OSRAM HBO 100W/2*). Das Licht wird mit einem Dünnschichtpolarisator linear polarisiert und mit Hilfe einer Linse auf die Probenoberfläche fokussiert. Ein Wärmereflexionsfilter verhindert dabei das Aufheizen der optischen Komponenten und der Probe. Mit einem Kantenfilter (546 nm) wird das Spektrum des eingestrahlten Lichtes eingeschränkt. Dies erhöht den magnetooptischen Kontrast gegenüber einer Nutzung des gesamten Spektrums, weil der Kerr-Effekt von der Wellenlänge abhängig ist (vgl. Abb. 3.4). Genauso wie beim MOKE-Aufbau wird zur Kompensation von Elliptizitäten ein $\lambda/4$-Plättchen verwendet. Der einfallende Strahl tritt zudem durch eine Blende und wird mit einem kleinen justierbaren Spiegel (Fläche: $(10 \times 10)\,\mathrm{mm}^2$) auf die Probe gelenkt. Der Spiegel steht direkt vor dem Mikroskopobjektiv, versperrt dieses wegen der relativ geringen Ausmaße aber nur geringfügig. Man erreicht so einen Einfallswinkel von etwa 7°.

Das reflektierte Licht wird mit dem Long-Distance-Mikroskop (*Questar QM 100*) aufgesammelt. Vor der Objektivlinse ist ein Polarisator montiert, der als Analysator verwendet wird. Das Bild wird auf den Chip einer CCD-Kamera (512×512 Pixel) fokussiert, die mit einem Bildverarbeitungssystem (*Hamamatsu Argus 20*) verbunden ist. Dieses erlaubt die Digitalisierung der Bilder mit einer Sampling-Tiefe von 16 Bit und die Integration über bis zu 256 Frames. Außerdem kann während der Bildaufnahme ein Hintergrundsbild abgezogen werden. Das Auflösungsvermögen des Kerr-Mikroskops ist durch die numerische Apertur bestimmt. Sie beträgt hier

$\sin\theta = 0,185$. An Luft und im Vakuum ($n = 1$) ergibt das Rayleigh-Kriterium (Gl. 3.36) damit eine laterale Auflösung von $1,8\,\mu$m. Tatsächlich erreichen wir etwa $3\,\mu$m. Die Abweichung ist auf die Gegenwart des Fensters und des Spiegels vor dem Mikroskopobjektiv zurückzuführen.

Das hier verwendete UHV-Kerr-Mikroskop ermöglicht die *in situ* Abbildung magnetischer Domänen in ultradünnen Filmen in Anwesenheit äußerer magnetischer Felder. Das wurde in vorangegangenen Arbeiten gezeigt [Men 97a, Bau 00]. Dabei erwies sich die Verwendung des Hintergrundabzuges als unabdingbar, denn von Defekten der Kristalloberfläche hervorgerufene Intensitätseffekte sind größer als der magnetooptische Kontrast. Zur Abbildung des Ummagnetisierungsprozesses mit Hintergrundsabzug wird der Film zunächst im äußeren Magnetfeld in einen eindomänigen Zustand (Sättigung) überführt. Dann wird das Feld umgekehrt und der nukleierende Domänenzustand durch leichtes Zurückfahren der Feldstärke ‚eingefroren'. Bei Abzug des Hintergrundsbildes wird er sichtbar. Unter Berücksichtigung der Intensitätsfluktuationen der Lichtquelle und des endlichen Auslöschungsverhältnisses des Polarisators kann man mit Gl. 3.35 den mindestens erreichbaren Kontrast auf $200\,\mu$rad abschätzen [Bau 00]. Die Anwendbarkeit eines UHV-Kerr-Mikroskops zur Abbildung von magnetischen Domänen in ultradünnen Filmen ist in der Vergangenheit auch von anderen Gruppen demonstriert worden. Bei einem mit unserem Aufbau vergleichbaren Gerät wurde dabei eine Auflösung von $10\,\mu$m erreicht [Gie 96], höhere Ortsauflösungen ($1\,\mu$m) gelangen nur bei Verwendung eines mehr auf laterale Auflösung hin optimierten Aufbaus (vgl. Abb. 3.10 rechts) [Pet 03] bzw. mit einer Rastermethode [Vat 97].

4.5 Sagnac-SNOM

Die Idee, ein SNOM zur Messung des Kerr-Effektes mit einem Sagnac-Interferometer zu kombinieren, geht auf eine Publikation von Kapitulnik *et al.* zurück, die schon vor der Realisierung des ersten Kerr-SNOM erschienen war [Kap 94]. Die Autoren erwarteten, daß die Detektion des Kerr-Effektes mit SNOM Schwierigkeiten bereiten würde, wenn man sie wie beim Kerr-Mikroskop mit gekreuzten Polarisatoren vornähme: Sie rechneten mit einer Reihe von Effekten, die die Polarisation ändern, aber nicht mit der Magnetisierung der Probe zusammenhängen, z.B. Doppelbrechung, Vielfachreflexionen, Auswirkungen von Aperturform, Einstrahlrichtung und Leitfähigkeiten von Spitze und Probe. Es wurden daher für die Realisierung eines magnetooptischen SNOM in Reflexion vorbeugend zwei Maßnahmen vorgeschlagen: 1.) Die Verwendung des *Shared Aperture*-Modus[3], bei dem die Spitze sowohl zur Beleuchtung der Probe als auch zum Aufsammeln des reflektierten Lichts dient. Dadurch würden Richtungsabhängigkeiten reduziert, mit bedampften Glasfaserspitzen ist allerdings gleichzeitig mit einem immensen Intensitätsverlust ($\approx 10^{-6}$) zu rech-

[3] Alternativ werden auch die Begriffe *Internal Reflection Mode* und *Illumination-Collection Mode* verwendet.

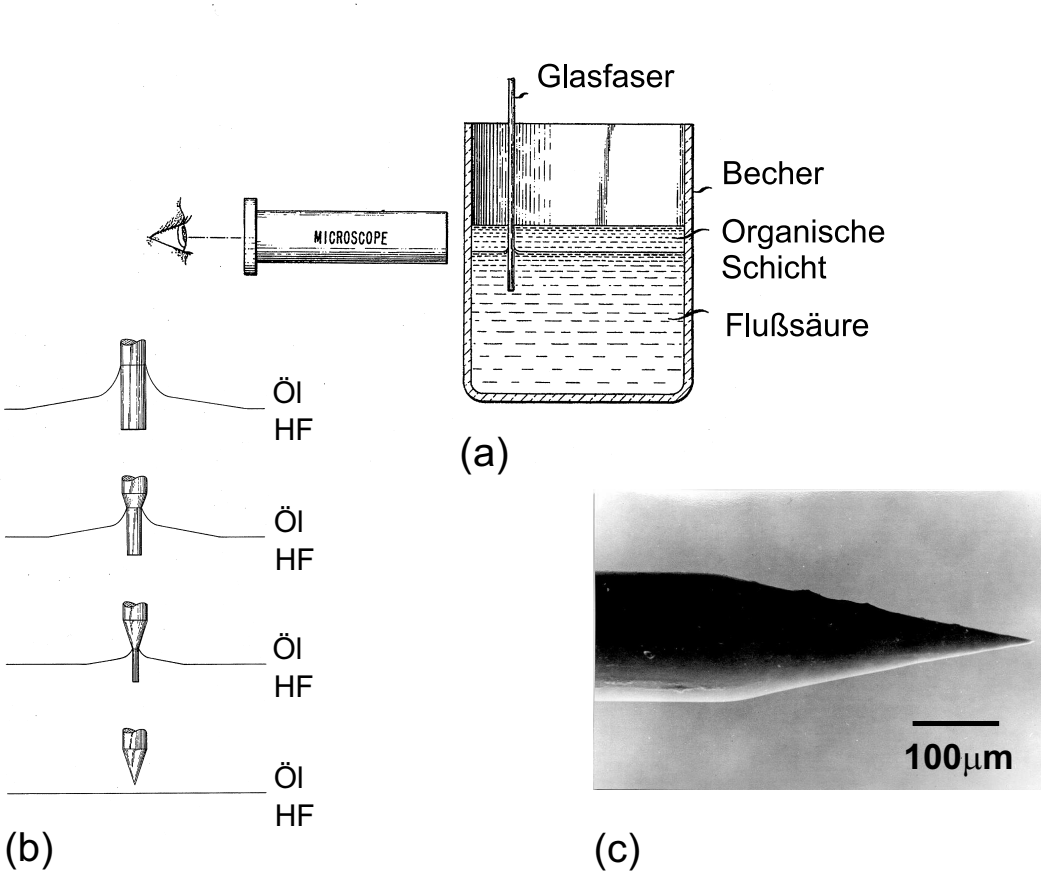

Abbildung 4.4: Ätzmethode für Glasfaserspitzen in HF mit einer Öl-Schutzschicht (*Protection Layer*-Methode) nach [Tur 84]; (a) Ätzaufbau, (b) selbstorganisierter Prozess der Spitzenformung und (c) Glasfaserspitze (aufgenommen mit einem Rasterelektronenmikroskop).

nen. Als zweite Maßnahme wurde die Verwendung eines Sagnac-Interferometers zur Messung der Kerr-Rotation angeregt, denn dieses ist ausschließlich für die nichtreziproke Wechselwirkung des Nahfeldes mit der Probenmagnetisierung empfindlich, nicht aber für reziproke Effekte wie die Fernfeld-Reflexion des Lichtes innerhalb der Faser und Doppelbrechung an Probendefekten.

Ein magnetooptisches Reflexions-SNOM, das diese beiden Maßnahmen umsetzt, wurde erstmalig (an Luft) im Rahmen meiner Diplomarbeit entwickelt, im Unterschied zu dem Konzept von Kapitulnik *et al.* werden jedoch unbedampfte Glasfaserspitzen verwendet. Die Intensitätsverluste sind dann wesentlich geringer. In dieser Doktorarbeit wurde das Sagnac-SNOM ins UHV eingebracht.

4.5.1 UHV-SNOM-Aufbau

Beim UHV-SNOM-Aufbau wird Licht mit einer Wellenlänge von 670 nm mit einer Glasfaser ins Nahfeld gebracht und dort wieder aufgesammelt. Wir verwenden hier eine mit Polyimid (*Kapton*) beschichtete Single-Mode Glasfaser mit einem *Core*-Durchmesser von $3,7\,\mu$m, einer *Cutoff*-Wellenlänge von 580 nm und einem *Cladding*-Durchmesser von $125\,\mu$m, die Ausheiztemperaturen bis zu 150°C verträgt. In das Ende der Faser wird eine Spitze geätzt. Dazu wird zunächst die Polyimid-Ummantelung (*Coating*) auf einer Länge von 5 cm entfernt [4]. Anschließend wird mit 40%iger Flusssäure (HF) in einem selbstorganisierten Prozess (*Protection-Layer-Method*, Abb. 4.4) eine Spitze in die bloße Faser geätzt [Tur 84]. Das dauert etwa 80 min. Gute Spitzen zeichnen sich durch einen konstanten Konuswinkel von $23°\pm2°$ aus und weisen bei Einkopplung von Laserlicht in die Faser ein charakteristisches kreisförmiges Strahlprofil auf. [5] In den hier geschilderten Experimenten wurden die Spitzen nicht mit einer Metallschicht bedampft, um ausreichend Intensität zu haben, Polarisationseffekte der Apertur zu vermeiden und nicht zuletzt auch, um den Prozess der Spitzenpräparation für erste UHV-SNOM-Experimente nicht unnötig kompliziert zu gestalten. Es gibt eine Kontroverse über die Frage, ob mit unbedampften Spitzen im *Shared-Aperture*-Modus überhaupt das Beugungslimit unterschritten werden kann. Solche Spitzen verlieren ihre Leitfähigkeit für die Fundamentalmode, sobald ihr Durchmesser die Lichtwellenlänge unterschreitet. Sie werden dann durch eine Kombination von Fernfeld- und Nahfeldspitze modelliert (vgl. Abb. 3.15). Bei topographisch strukturierten Proben erzeugen sie eine scheinbar sehr hohe Ortsauflösung, die aber nicht aus einem Nahfeldkontrast, sondern aus der Abstandsabhängigkeit der Lichteinkopplung im Fernfeld resultiert [San 97]. Bei topographisch flachen Proben wie der sauberen Oberfläche eines Einkristalls sind solche topographisch induzierten Effekte lediglich bei Defekten zu erwarten. Fernfeldkomponenten können hier zwar auch zum Kontrast beitragen, jedoch sollten diese die Strukturen verbreitern statt verkleinern. Die Unterschreitung des Beugungslimits wurde mit unbedampften Spitzen in unserem Luft-Sagnac-SNOM-Aufbau zuvor bereits realisiert. Bei nichtmagnetischen Proben wird damit im *Shared-Aperture-Mode* ebenfalls eine Auflösung von $\lambda/(2,6)$ erreicht [Ati 98].

Über die Glasfaser hinaus werden in die UHV-Kammer keine weiteren optischen Bauteile eingebracht. Die Faser wird durch ein Loch in einem CF16-Flansch geführt, das mit UHV-Klebstoff (*Torrseal*) abgedichtet ist. Sie ist mit dem SNOM-Kopf

[4] Polyimid ist chemisch weitgehend inert. Es wird daher zur Ummantelung von elektrischen und optischen Leitungen verwendet, die unter Extrembedingungen verwendet werden. Man setzt es gerne im UHV ein, weil es nur sehr wenig ausgast. Die Lösung des Polyimid-Coatings gelang erst mit einstündigem Eintauchen in siedende 30%ige Natronlauge (NaOH).

[5] Die alternative und weit verbreitete *Tube Etching* Methode [Sto 99] liefert im Allgemeinen noch besser reproduzierbare Ergebnisse, kann hier aber nicht verwendet werden, weil die HF-inerte Polyimidschicht nicht gleichmäßig dicht auf der Faseroberfläche aufliegt. Die Flusssäure steigt daher durch einen Kapillareffekt ungleichmäßig stark an der Faser auf und der Ätzprozess verläuft asymmetrisch.

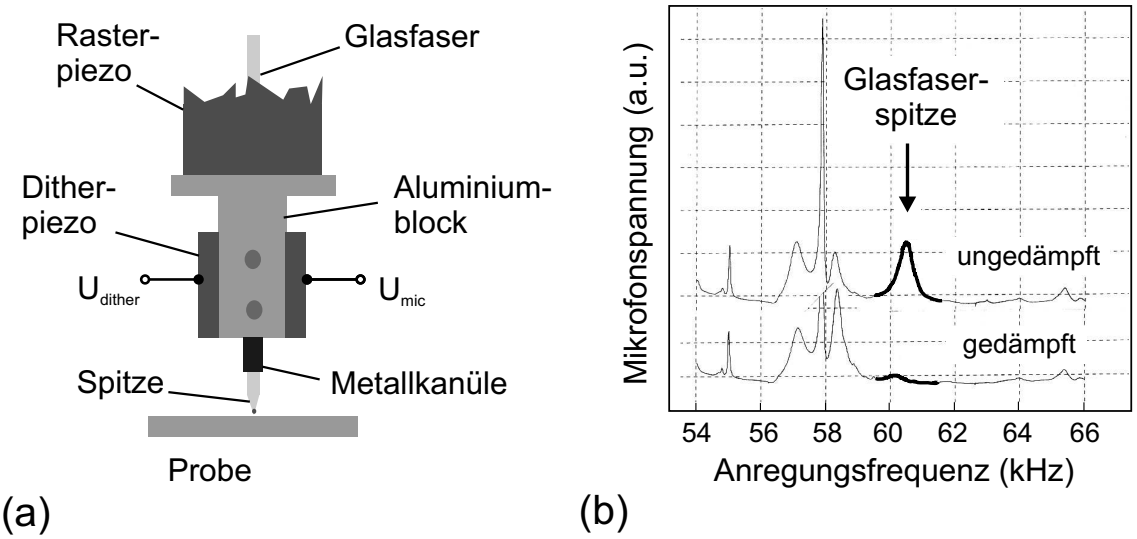

Abbildung 4.5: (a) Aufbau des UHV-SNOM-Kopfes zur Scherkraft-Abstandskontrolle und zum Rastern der Probe im Ultrahochvakuum. (b) Resonanzspektren: Der Vergleich der Spektren mit gedämpfter und ungedämpfter Oszillation der Glasfaserspitze zeigt den Resonanzpeak der Spitze.

verbunden, der in die Kammer hineintransferiert werden kann und die Spitze über die Probe führt. Der SNOM-Kopf (Abb. 4.5(a)) besteht aus zwei Teilen, (a) einem Röhrenpiezo zum Rastern der Spitze in der x, y-Ebene und zur z-Auslenkung und (b) einer darauf montierten sog. Dithereinheit, die der Detektion von Scherkräften bei der Abstandskontolle dient (vgl. Kap. 3.4.2)[Bru 97]. Daran ist eine Metallkanüle festgeschraubt, die die Glasfaser hält. Die Dithereinheit besteht aus einem Al-Block, auf den an zwei gegenüberliegenden Seiten Piezoplättchen angebracht sind. Eines der Plättchen regt den Al-Block und damit auch die Glasfaser zu Schwingungen an, während der zweite (als Mikrofon) die Schwingungen des Blocks detektiert; bei den Resonanzfrequenzen der Einzelbauteile sind diese Signale besonders stark. Die Höhe des Resonanzpeaks der Glasfaserspitze wird mit einem Lock-In-Verstärker (*Stanford Research SR 810*) gemessen. Sie zeigt die Dämpfung durch Scherkräfte an und ist daher ein Maß für den Abstand von Spitze und Probe. Die Resonanzfrequenz der Glasfaserspitze ist die Eigenfrequenz ν eines Biegebalkens der Länge L mit dem Radius R, dem Elastizitätsmodul E und der Dichte ρ. Für sie gilt [Cre 98]:

$$\nu = 0,28 \frac{R}{l^2} \sqrt{\frac{E}{\rho}}. \tag{4.1}$$

Die Resonanzfrequenz kann also über die Länge des aus der starren Metallkanüle herausstehenden Faserendes eingestellt werden, bei $l = 1,3\,\mathrm{mm}$ z.B. beträgt sie

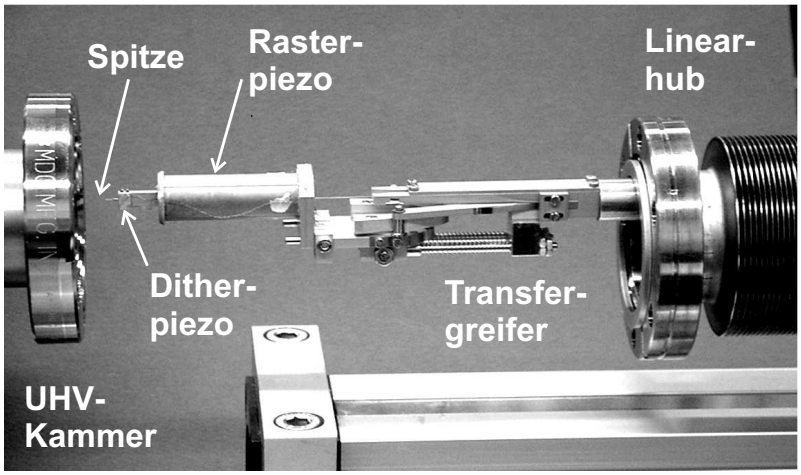

Abbildung 4.6: UHV-SNOM-Kopf mit Greifer zum Transfer in die Garage, wo z.B. ein Spitzenwechsel vorgenommen werden kann.

bei der hier verwendeten Glasfaser[6] etwa 60 kHz. Die genaue Frequenz kann durch einen Vergleich der Schwingungsspektren mit und ohne Dämpfung der Spitze gefunden werden [7] (Abb. 4.5(b)). Sie verschiebt sich beim Ausheizen des SNOM-Kopfes nur geringfügig. Das Abkühlen der Probe hat anders als bei SNOM-Aufbauten, bei denen der SNOM-Kopf im Kryostaten mit gekühlt wird [Ang 03], keinen Einfluß auf die Resonanzfrequenz. Bei den Domänenabbildungen von ultradünnen magnetischen Filmen wird eine optische Methode zur Abstandskontrolle verwendet. Die Scherkraftdetektion läuft dabei aber immer mit und zieht die Spitze zurück, wenn die optische Methode an stark absorbierenden Stellen der Probe versagt.

Der SNOM-Kopf wird mit einer Halterung direkt an der Wand der UHV-Kammer befestigt. Diese Halterung ermöglicht die elektrische Ankopplung und die mechanische Stabilisierung des Kopfes. Zum Spitzenwechsel wird der SNOM-Kopf aus der Halterung gelöst und in eine Garage gefahren, die mit einem Plattenventil von der übrigen UHV-Kammer getrennt und dann belüftet werden kann. Zum Transfer wurde eigens ein Greifer (Abb. 4.6) entwickelt, der an einer ca. 40 cm langen Stange befestigt ist. Die Stange wird mit einem Linearhub vor- bzw. zurückgeführt, dazu ist die Garage mit einem Faltenbalg ausgestattet. Zur mechanischen Entkopplung wird die Stange mit dem fest darauf geschraubten Greifer nach dem Ablegen des SNOM-Kopfes auf der Halterung wieder in die Garage zurückgezogen (Abb.4.2).

Zur Grob-Annäherung von Spitze und Probe wird im vorliegenden Aufbau der Kryostat mit der Probe bewegt. Bislang verläuft der Vorgang der Annäherung manuell: Die Grobschritte werden durch sehr vorsichtiges Drehen der Mikrometerschrau-

[6] $E = 76 \times 10^9 \mathrm{N/m^2}$, $\rho = 2,2 \times 10^3$ kg/m^3, $R = 62,5 \mu m$.

[7] Zur Dämpfung wird an Luft im Mikroskop die Kante eines Metallblechs seitlich an die Spitze herangefahren.

be eingestellt, die Kontrolle erfolgt anfangs mit einem Lichtmikroskop, mit dem die Licht streuende Spitze und ihr Spiegelbild auf der Kristalloberfläche beobachtet werden können. Wenn diese nicht mehr klar voneinander getrennt werden können, wird nach jedem Grobschritt eine Feinannäherung mit Abstandskontrolle durchgeführt. Nur wenn dabei kein Kontakt mit der Spitze auftritt, erfolgt der nächste manuelle Grobschritt.

4.5.2 Sagnac-Interferometer

Vorbild für den Aufbau des Sagnac-Interferometers (vgl. Abb. 4.7) ist das von Steven Spielman am Ginzton Lab der Stanford University entwickelte Instrument, das ebenfalls zur Messung von magnetooptischen Effekten gedacht war [Spi 92]. Genauso wie dort wird hier eine Laserdiode mit 670 nm Wellenlänge als Lichtquelle verwendet. Maximalen Kerr-Effekt würde man nach Abb. 3.4 bei Fe zwar im Infraroten erwarten, sichtbares Licht erleichtert aber die recht aufwändige Justage. Eine Laserdiode wird anderen Laserquellen vorgezogen, weil sie eine kurze Kohärenzlänge hat. So wird das Auftreten konkurrierender Interferometer unterdrückt, die z.B. durch Reflexionen an den Objektiven der Glasfaserkoppler entstehen könnten. Wir verwenden hier eine Diode von *Toshiba* mit einer Ausgangsleistung von 5 mW. Sie ist peltiergekühlt, um Modensprünge zu vermeiden. Der Lichtstrahl passiert zunächst einen Faraday-Isolator und wird in eine polarisationserhaltende Single-Mode-Glasfaser eingekoppelt. Eine Strahlformungsoptik am anderen Ende der Faser emittiert dann einen Strahl mit einer Leistung von $1,8$ mW, mit rundem Profil und 1 mm Durchmesser. Kommerziell erhältliche Sagnac-Interferometer, z.B. faseroptische Gyroskope, die als Rotationssensoren verwendet werden, basieren meist auf einem Aufbau mit integrierter Optik. Wir entschieden uns dagegen für einen Aufbau aus Bulk-Komponenten auf einem optischen Tisch, weil dies zunächst mehr Freiheiten beim Experimentieren lässt. Der 50:50-Strahlteiler (BS) und der polarisationsabhängige Strahlteiler (pol. BS) sind bulk-optische Komponenten. Beide können zur Justage um eine Achse senkrecht zur optischen Ebene gedreht und leicht gegen diese Ebene gekippt werden. Genauso wie Spielman verwenden wir eine 20 m lange Glasfaserschleife, um die relative Verzögerung der beiden gegenläufigen Teilstrahlen zu erreichen. Zur Einkopplung in die Faser werden Faserkoppler von *Newport* verwendet, bei denen sowohl das Mikroskopobjektiv (40X) als auch die Glasfaser mit Hilfe von Feingewindeschrauben sehr empfindlich in x-, y- und z-Richtung verschoben werden können. Die Koppler lassen zudem eine Verkippung der Glasfaser im Fokus des Objektivs zu. Dadurch kann die Einkopplung zusätzlich optimiert werden [8]. Das Drehen der Faserschleife um ihre Achse erzeugt aufgrund des Sagnac-Effektes ein ω-Signal (vgl. Abb. 3.7), an dem sich die Justage des Interferometers kontrollieren lässt. Ein Vorteil der langen Verzögerungsstrecke ist, dass die Frequenz ν der

[8] Diese Faserkoppler erwiesen sich als sehr langzeitstabil. Eine einmal optimierte Justage war auch nach mehreren Wochen noch unverändert.

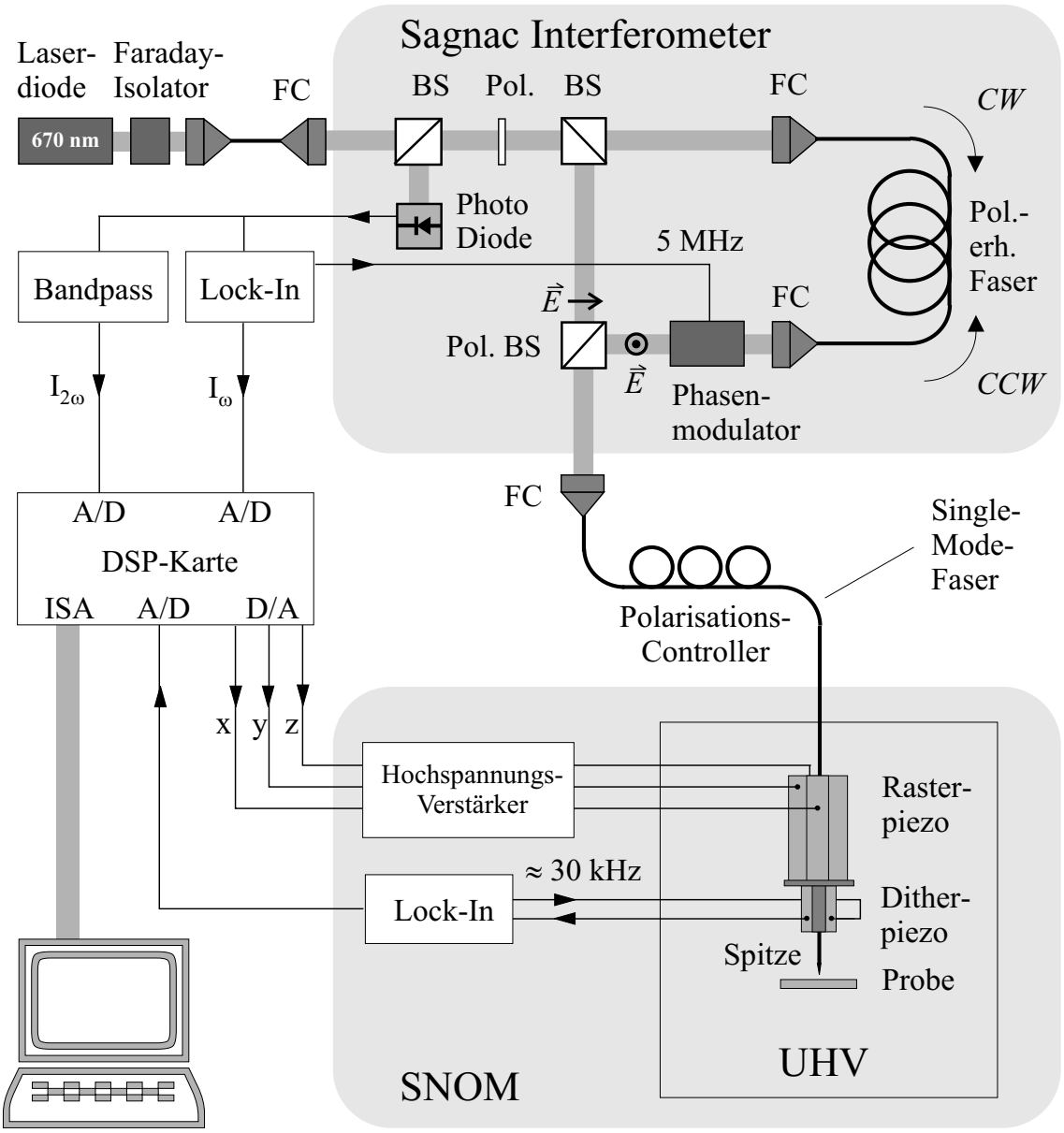

Abbildung 4.7: Optischer Aufbau des UHV-Sagnac-SNOM und elektronische Ansteuerung für Abstandskontrolle und Datenaufnahme. FC: Faserkoppler, Pol: Polarisator, BS: Strahlteiler.

Phasenmodulation klein bleibt. Für die optimale Einstellung gilt nach Kap. 3.2.2:

$$\nu = \frac{1}{2\tau} = \frac{c}{2nL}. \tag{4.2}$$

Das ergibt für eine Verzögerungsstrecke $L = 20\,\mathrm{m}$ und einen Brechungsindex von 1,48 eine Modulationsfrequenz $\nu \approx 5\,\mathrm{MHz}$. Ein *ac*-Signal mit dieser Frequenz wird von einen Frequenzgenerator (*HP 33120A*) erzeugt und an den elektrooptischen Modulator im Strahlengang (*PM 4001* von *New Focus*) gegeben. Die Amplitude bestimmt die Modulationstiefe. Ein TTL-Signal gleicher Frequenz dient als Referenz am Lock-In-Verstärker. Zur Verwandlung des in die Glasfaserspitze eingespeisten Lichtes in rechts- bzw. links-zirkular polarisiertes Licht (LCP bzw. RCP) wird ein Polarisations-*Controller* verwendet. Dieser erzeugt durch kontrollierte Verkippung einer kleinen Faserschlaufe eine Verspannung, die kontrolliert eine Doppelbrechung hervorruft. Der Polarisations-*Controller* aus drei solchen Faserschlaufen wirkt dabei wie eine Kombination von einem $\lambda/4$-, einem $\lambda/2$- und einem weiteren $\lambda/4$-Plättchen. Zur Detektion der Sagnac-Interferenz wird eine Photodiode mit einem Verstärker (Strom-Spannungswandler mit anschließendem Hochpassfilter) verwendet, der zur Vermeidung von Masseschleifen von Batterien gespeist wird. Diode und Verstärker sind gegen elektromagnetische Einstreuungen in einer Aluminiumbox verborgen. Das Ausgangssignal wird hinsichtlich der Amplituden von ω und 2ω-Signal analysiert. Das 2ω-Signal ist ein Maß für die Intensität des Lichts, das nach der Wechselwirkung mit der Probe von der Spitze wieder aufgesammelt wird. Es wird mit einem in der Elektronikwerkstatt entworfenen Bandpassfilter (10 MHz) ausgewertet. Das ω-Signal trägt die magnetooptische Information, es wird mit einem Lock-In-Verstärker (*Stanford Research SR 844*) gemessen, der auf der Modulationsfrequenz arbeitet.

4.5.3 Elektronische Ansteuerung

Die elektronische Ansteuerung des UHV-Sagnac-SNOM ist in Abb. 4.7 skizziert. Das Kernstück bildet hier eine *Digital Signal Processing* (DSP-)Karte, die über den ISA-Bus eines Personalcomputers angesteuert wird und über vier 16-Bit Analog-Digital-Wandler und vier Digital-Analog-Wandler verfügt. Über diese Wandler liest die Karte drei verschiedene Messsignale ein: 1.) Das ω-Signal des Sagnac-Interferometers vom Ausgang des Lock-In-Verstärkers *SR 844*, 2.) das 2ω-Signal, das von einem 10 MHz-Bandpass-Filter erzeugt wird und 3.) das Signal der Scherkraftabstandskontrolle, das am Ausgang des Lock-In-Verstärkers *SR 810* abgegriffen wird. Das Scherkraftsignal ist die Amplitude des Mikrofonpiezos, die bei der Annäherung der Spitze an die Probe sinkt. Von den Ausgängen der DSP-Karte aus werden über einen Hochspannungsverstärker die Segmente des x, y, z-Rasterpiezos angesprochen. Die DSP-Karte dient einerseits der Übertragung von Messwerten (z.B. ω-Signal) an den

PC, [9] andererseits läuft darauf ein Regelkreis-Algorithmus (*Feedback*-Routine), der aus dem 2ω-Signal als Regelwert (alternativ aus dem Scherkraftsignal) die z-Piezo-Spannung (Stellwert) berechnet.

Die *Feedback*-Routine ist in der Programmiersprache *C* implementiert und wird mit einer Frequenz von 50 kHz wiederholt. Sie simuliert im Wesentlichen einen Proportional-Integral (PI-)Regler, wie er in einer analogen Feedback-Elektronik [Tie 89] zum Einsatz kommt. Das Flussdiagramm Abb. 4.8 zeigt die Feedback-Routine für die optische Abstandskontrolle[10]: Sofern das Steuerprogramm auf dem PC nicht den Aufruf des *Command Managers* verlangt, z.B. um die Bildaufnahme zu unterbrechen, läuft die Regelschleife ab. Auch bei der optischen Abstandskontrolle wird zunächst das Signal der Scherkraftdetektion eingelesen. Stellt diese aufgrund zu dichter Annäherung der Spitze an die Probe eine Überschreitung des Sollwertes $soll_{scher}$ fest, so wird der Sollwert der optischen Abstandskontrolle $soll_{opt}$ auf einen Minimalwert gestellt, was dann zum Zurückfahren des z-Piezos führt. Der tatsächliche Regelkreis beginnt mit dem Einlesen des 2ω-Signals vom Sagnac-Interferometer. Die Differenz d zum Sollwert wird mit einem Faktor c_{RC}, der einer Zeitkonstante entspricht, und einem Faktor $c_{gain} \gg c_{RC}$ verstärkt, vom Speicherwert p abgezogen und ergibt i, den Stellwert der z-Piezospannung ($i > 0$ fährt den Piezo vor, $i < 0$ zieht ihn zurück). Gespeichert wird in p nur der integrale Anteil, der proportionale Teil wird daher vorher wieder abgezogen.

4.6 Performance-Tests

Der Aufbau des UHV-Sagnac-SNOM war von einer Vielzahl offener Fragen begleitet, die zunächst noch Zweifel daran ließen, ob die Methode zur Abbildung von Domänen in ultradünnen Filmen überhaupt geeignet wäre: (1.) Es war unklar, ob der Aufbau so stabil sein würde, dass die Scherkraftabstandskontrolle ohne *Tip Crashes* und ohne allzu große Intensitätsvariationen funktioniert. (2.) Es war außerdem fraglich, ob mit den unbedampften Glasfaserspitzen Strukturen unterhalb des Beugungslimits vernünftig abgebildet werden könnten und (3.) es war nicht sicher, ob sich die magnetooptische Empfindlichkeit, die im Luft-Sagnac-SNOM realisiert worden war, auch im UHV erreichen ließe und ob sie zur Abbildung von magnetischen Domänen in ultradünnen Filmen ausreichen würde. Das Instrument wurde daher zunächst einigen Performance-Tests unterzogen, die ich im Folgenden zusammenfasse.

[9] Der Datenaustausch wird über einen Dualport abgewickelt, auf den sowohl die Karte als auch der Rechner zugreifen können.

[10] Genau genommen wurden im Rahmen dieser Arbeit zwei verschiedene Versionen der Feedback-Routine verwendet, eine für die Scherkraftabstandskontrolle, die andere für die optische Abstandskontrolle.

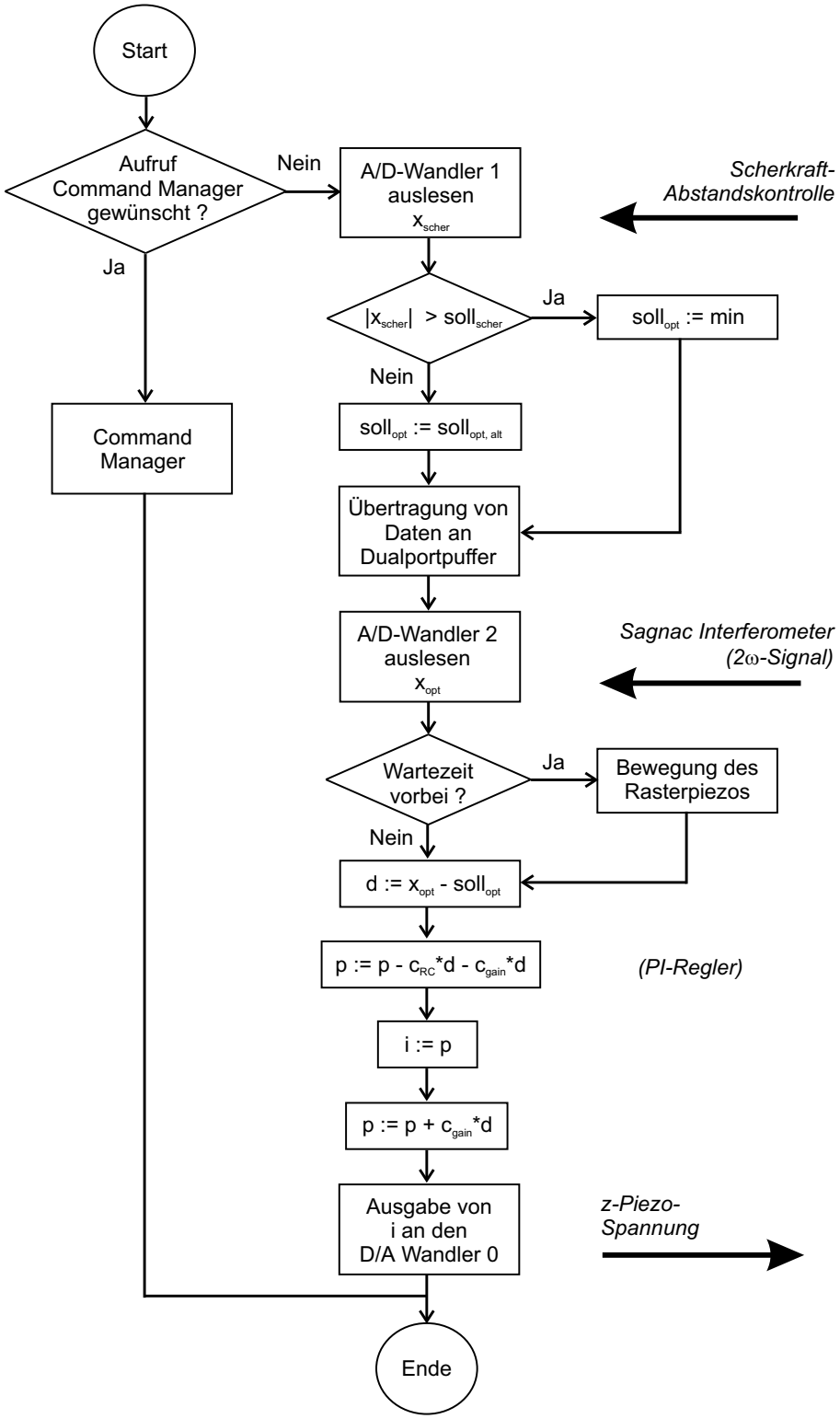

Abbildung 4.8: Flussdiagramm der *Feedback*-Routine zur optischen Abstandskontrolle, die einen PI-Regler simuliert und zur Sicherheit auch das Scherkraftsignal mit aufnimmt.

4.6.1 Scherkraft-Abstandskontrolle im UHV

Es war anfangs beabsichtigt worden, ausschließlich mit der Scherkraftabstandskontrolle zu arbeiten. Die optische Methode unter Verwendung des 2ω-Signals der Sagnac-Interferenz ist erst während der Messungen an ultradünnen Filmen entwickelt worden, und auch dabei läuft die Scherkraftabstandskontrolle zur Sicherheit mit (vgl. Abb. 4.8). Daher beziehen sich die Performancetests zunächst hierauf. Zur Kontrolle der Scherkraftdetektion werden während des Experiments stets die Mikrofonspannung (Ausgangssignal des Lock-In) und die z-Piezospannung auf einem Oszilloskop angezeigt. Dabei zeigt sich, dass Spitze und Probe leicht zueinander in Schwingungen geraten, deren Frequenzen typischerweise im unteren Bereich ($(20-100)$ Hz) liegen und deren Amplituden häufig kurze Berührungen von Spitze und Probe hervorrufen. Wählt man den Sollwert der Mikrofonspannung ($soll_{scher}$ in Abb. 4.8) und die Zeitkonstante der Feedback-Routine niedrig (d.h. c_{RC} hoch), dann lassen sich solche Berührungen offenbar knapp vermeiden. Dieses Verhalten unterscheidet sich deutlich von der mit SNOM-Aufbauten an Luft gemachten Erfahrung, dass sich die Mikrofonspannung leicht zwischen den Signalniveaus von Berührung und Nichtberührung stabilisieren läßt. Wir schließen daraus, dass bei Abwesenheit von Adsorbaten auf der Probe die Dämpfung der Ditherschwingung hauptsächlich durch leichte Stöße der Spitze gegen die Probe zustande kommt.

Typische Amplituden, mit denen die z-Piezospannung die Schwingungen der Mikrosfonspannung ausregelt, betragen $\pm 0,5$ V. Das entspricht bei dem hier verwendeten Röhrenpiezo einer Auslenkung von ± 10 nm [Cre 98]. Da dies deutlich unterhalb der Lichtwellenlänge liegt, sollte zwar die Beobachtung von Nahfeldeffekten möglich sein, es ist aber wegen der starken Abstandsabhängigkeit der Nahfeldintensität mit einem Übersprechen der Abstandskontrolle auf den optischen Kanal zu rechnen.

Zum Test der Abstandskontrolle wurde im UHV eine Kalibrierprobe untersucht: Ein Liniengitter, das mit einer Periodizität von 3 μm und einer Tiefe von 100 nm in die SiO_2-Schicht auf einem Si-Wafer geätzt ist, wobei die Vertiefungen etwas breiter sind als die Erhebungen (*TGZ2* von *NT-MDT, Moskau*) (Abb. 4.9(a)). Das mit Scherkraftabstandskontrolle aufgenommene Topographiebild (Abb. 4.9(c)) zeigt deutlich die Vertiefungen (dunkel) und die Erhebungen (hell). Aus der Kontur entlang der Linie A (Abb. 4.9(e)) liest man eine Rauschamplitude < 5 nm ab.

4.6.2 Optischer Kontrast unbedampfter Glasfaserspitzen

Die Testprobe *TGZ2* wurde auch zur Charakterisierung des optischen Kontrastes mit unbedampften Glasfaserspitzen verwendet. Dazu diente ein einfacher SNOM-Aufbau (Abb. 4.9(b)): Linear polarisiertes Licht wird in die Glasfaser eingekoppelt und das im *Shared-Aperture*-Modus aufgesammelte Licht wird mit einer Photodiode detektiert. Zur Vermeidung von Streulichtbeiträgen wird die Intensität der Laserdiode (λ=670 nm) mit einer Frequenz von etwa 50 kHz moduliert und mit Lock-In-Technik das Photodiodensignal auf dieser Frequenz gemessen.

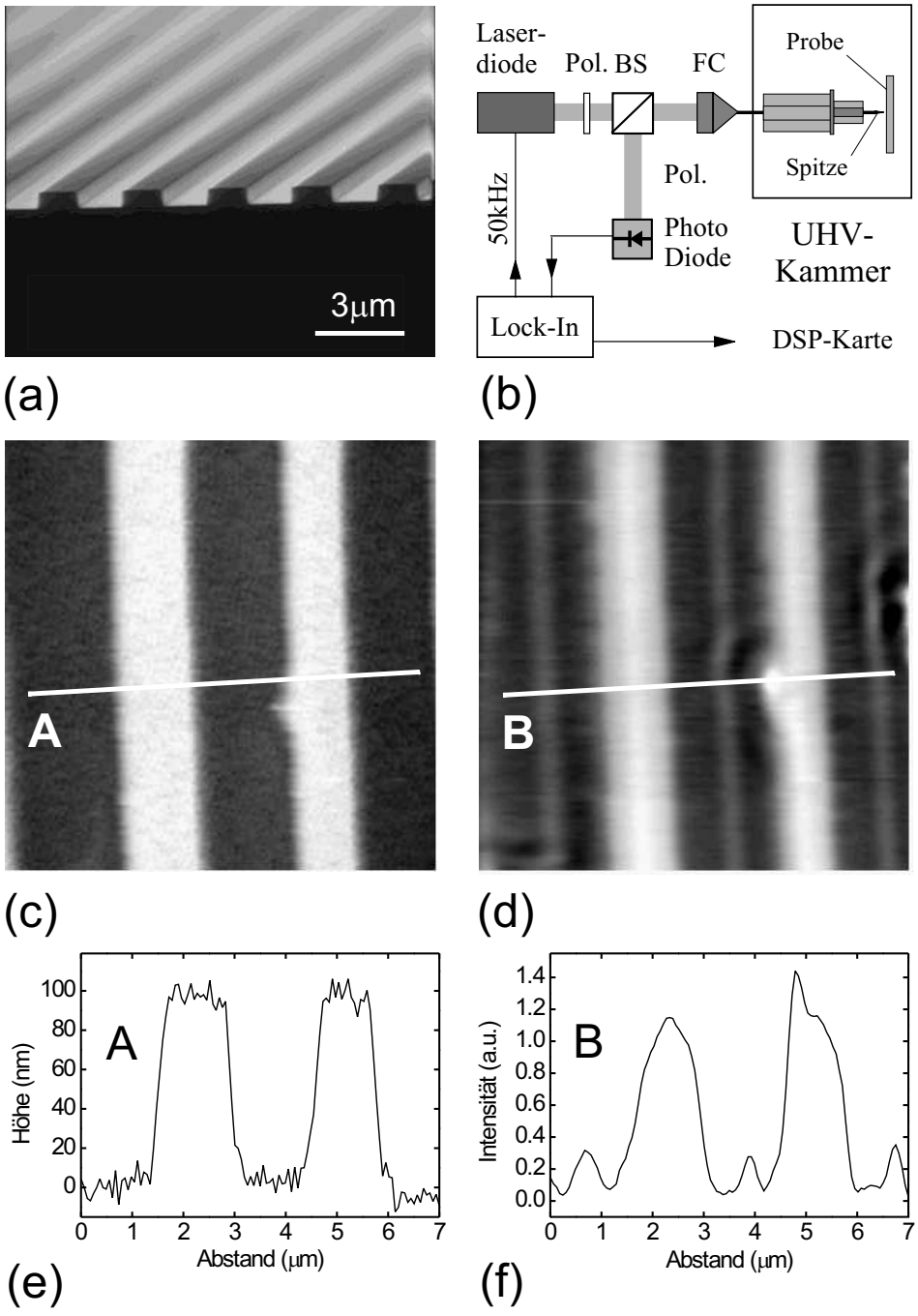

Abbildung 4.9: (a) Testgitter mit 100 nm tiefen Gräben in der SiO_2-Schicht eines Si-Wafers (aufgenommen mit einem Rasterelektronenmikroskop), (b) SNOM-Aufbau, (c,d) Topographie und optisches Signal des Testgitters, (e,f) Rasterlinien entlang A und B.

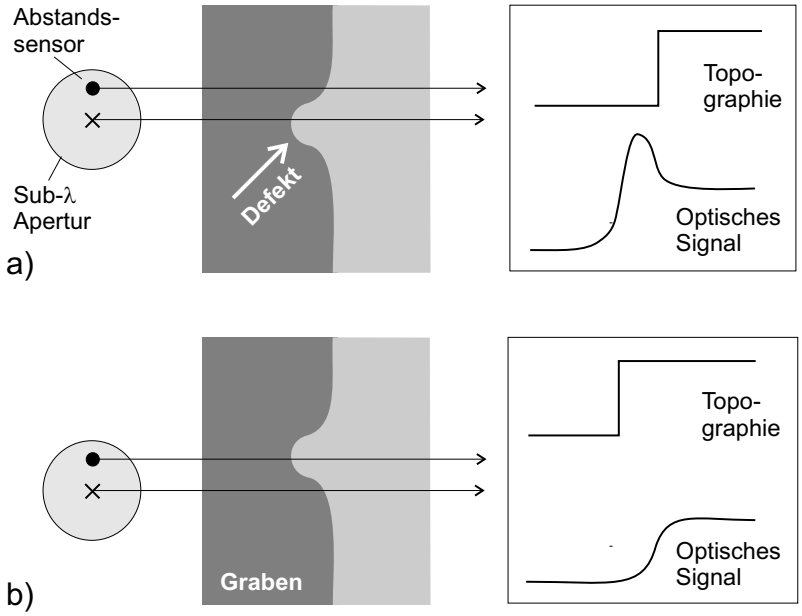

Abbildung 4.10: Ursache für die Verschiebung der Position des Defektes zwischen den Topographie und optischem Signal ist die unterschiedliche Lokalisierung von Abstandssensor und Sub-λ-Apertur an der Spitze: (a) Zunächst wird der optische Kontrast bemerkt und dann (b) ein paar Rasterlinien später der topographische.

Das optische Bild, das gleichzeitig mit der Topographie (Abb. 4.9(c)) aufgenommen wurde, ist in Abb. 4.9(d) gezeigt, die Kontur entlang der Line B ist in Abb. 4.9(f) abgebildet. Drei Eigenschaften dieses Bildes fallen ins Auge: (1.) Es gibt einen starken Kontrast von abwechselnd hellen und dunklen Streifen, die genau an den Stellen der Erhebungen bzw. der Vertiefungen der Topographie liegen. (2.) Eine sehr helle Stelle, die offenbar von einem Defekt in der Topographie herrührt, ist gegenüber der Position des Defektes im Topographiebild nach oben verschoben. (3.) Zusätzlich sind auf den dunklen und (etwas schwächer) auf den hellen Streifen schmale Linien mit leicht erhöhter Intensität zu erkennen.

Diese Effekte kommen vermutlich durch drei unterschiedliche Eigenschaften der unbedampften SNOM-Spitze zustande, (1.) durch ihre Sub-λ-Apertur, (2.) durch ihre Funktion als Topographiesensor und (3.) möglicherweise durch den Hintergrund an Licht, das schon vor Erreichen der Sub-λ-Apertur aus der Spitze austritt. Verschiebungen erklären sich damit, dass diese Funktionen an unterschiedlichen Orten auf der Spitze lokalisiert sind - eine Folge eines asymmetrischen Ätzprozesses. In der Beleuchtung durch die Sub-λ-Apertur erscheinen die Erhebungen der Probenoberfläche hell und die Vertiefungen dunkel. Der Grund dafür ist wahrscheinlich der Unterschied der Reflektivitäten von Erhebungen (SiO_2) und Vertiefungen, wo die SiO_2-Schicht beim Ätzen entfernt wurde. Die stark leuchtende Stelle ist ein Nahfeldartefakt, das typischerweise bei SNOM mit unbedampften Spitzen auftritt (Abb.

4.10): Der Abstandssensor und die Sub-λ-Apertur sind so gegeneinander verschoben, dass zuerst die Apertur über den Defekt fährt, der eine Erhebung darstellt. Die Spitze wird aber nicht zurückgezogen, da der Topographiesensor den Effekt noch nicht bemerkt hat. Also steigt die reflektierte Intensität lokal an. Der Topographiesensor erkennt den Defekt erst ein paar Rasterlinien später und zieht die Spitze zurück. Das ist im optischen Bild nicht zu sehen, weil die Apertur nun ja wieder über der Vertiefung steht, die keinen Kontrast liefert. Die schmalen, etwa in der Mitte sowohl der hellen als auch der dunklen Streifen lokalisierten Linien erhöhter Intensität (Halbwertsbreite $(300 - 400)$ nm) sind möglicherweise ein Interferenzeffekt, der durch die Beugung von Lichtwellen, die schon vor Erreichen der Sub-λ-Apertur aus der Spitze austreten, an den Kanten des Gitters entsteht. Mit entgegengesetzter Ausbreitungsrichtung senkrecht zu den Kanten aus der Spitze austretende Wellen finden bei einer Position der Spitze in der Mitte des Grabens eine symmetrische Situation vor: Die an den Kanten entstehenden Elementarwellen interferieren in der Mitte des Grabens konstruktiv - dort wo sich die Spitze befindet. Nur in dieser Position wird eine erhöhte Intensität registriert, nicht aber, wenn die Spitze die Mitte des Grabens verlässt. Der gleiche Effekte könnte auf den Erhebungen auftreten, denn diese bestehen aus SiO_2, sind also transparent.

4.6.3 Magnetooptischer Kontrast

Um die magnetooptische Empfindlichkeit des Sagnac-SNOM im UHV zu testen, wurden die magnetischen Bits einer Magnetooptischen Diskette (MOD) abgebildet. Diese Probe eignet sich besonders gut zur Charakterisierung von magnetischen Rastersondenverfahren, da sie pronouncierte topographische und magnetische Strukturen aufweist, die völlig unabhängig voneinander und lateral getrennt sind. Insbesondere kann so das Übersprechen der Topographie auf die magnetischen Abbildungen untersucht werden. Die hier verwendete Probe stammt aus der Entwicklungsabteilung von *Philips* in Eindhoven und wurde zuvor schon an der Universität Basel zur Eichung von Magnetischen Kraftmikroskopen (MFM) verwendet [Mey 92]. Es handelt sich um eine TbFeCo-Legierung, also um eine für die magnetooptische Datenspeicherung besonders geeignete Mischung von Übergangsmetallen und Seltenen Erden mit senkrechter leichter Magnetisierungsrichtung (vgl. Kap. 2.2). Die Probe wurde aus dem Produktionsprozess entnommen und mit einer nur 70 nm dicken Schutzschicht versehen. Die Kerr-Rotation für rotes Licht beträgt etwa 0,4°. Das Oberflächenprofil besteht aus 1 μm breiten Spuren (*Lands*), die durch $0,6\,\mu$m breite und 100 nm tiefe Gräben (*Grooves*) voneinander getrennt sind [Man 95]. Die magnetischen Bits sind etwa $1\,\mu$m breit und $3\,\mu$m lang und wurden mit konstanter Frequenz thermisch in die Spuren geschrieben (Abb. 4.11(a)). In diesen Bits steht die Magnetisierung entgegengesetzt zur Magnetisierung der Umgebung.

Zunächst wurde versucht, die magnetischen Bits mit einem Depolarisations-SNOM-Aufbau (wie Abb. 4.9(b), aber mit Verwendung eines zweiten Polarisators vor der Photodiode [Ade 99]) abzubilden, der ja gleichzeitig das einfachste Kerr-SNOM im

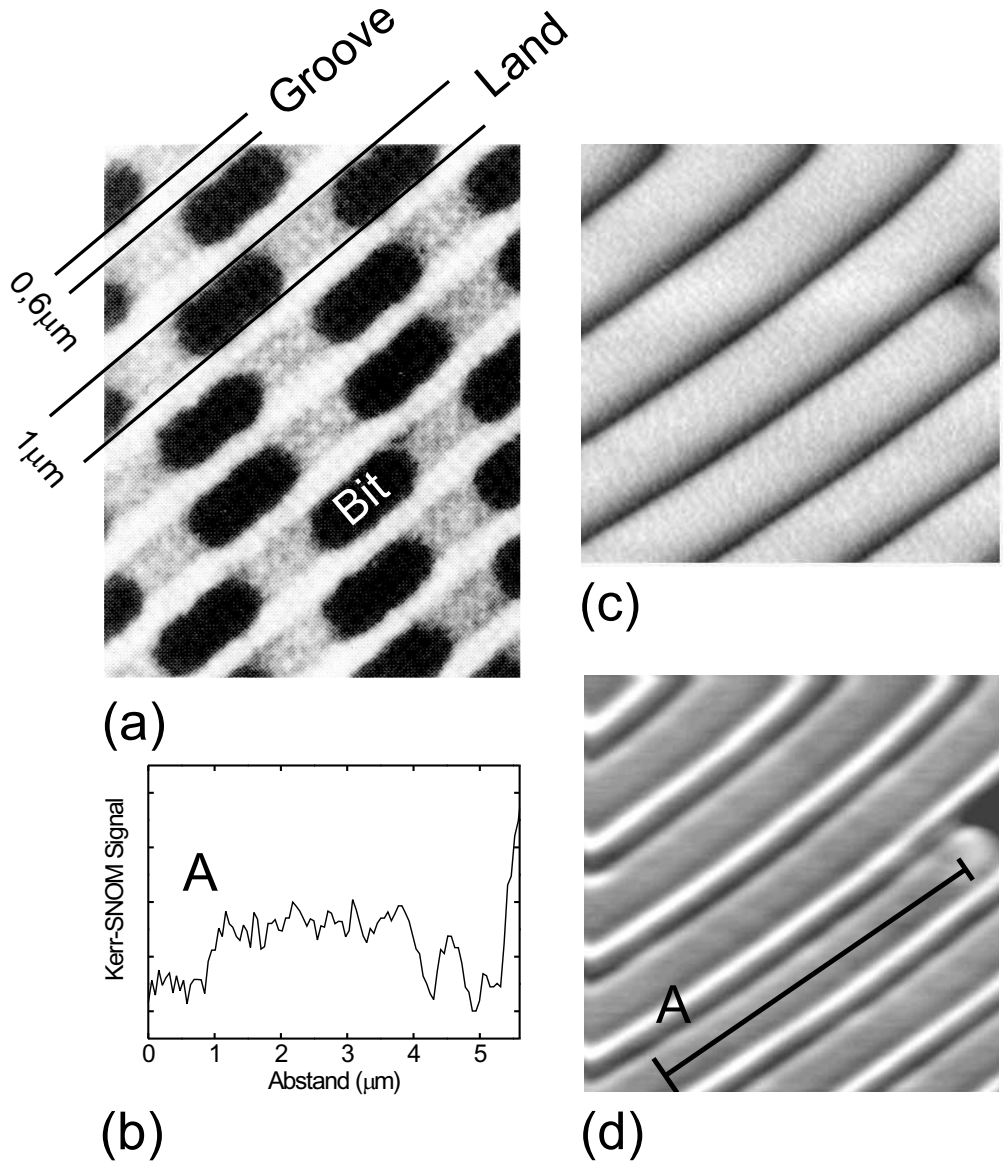

Abbildung 4.11: (a) Magnetische Bits einer magnetooptischen Diskette (MOD), sichtbar gemacht mit einem Kerr-Mikroskop [Joh 89] (c,d) $7 \times 7\mu m^2$ Rasterbilder Topographie und des optischen Signals der magnetooptischen Diskette aufgenommen mit konventionellem Kerr-SNOM (Depolarisations-SNOM) im UHV. (b) Eine Konturlinie entlang Linie A zeigt, dass die magnetischen Bits sich hinter den starken Intensitätskontrasten verbergen.

Shared-Aperture-Modus darstellt (vgl. Abb. 3.11). Abb. 4.11(b,d) zeigen jedoch, dass die Abbildung der magnetischen Bits nahezu unmöglich ist, weil starke, nichtmagnetische Polarisationsänderungen an den Konturen der Topographie und an Defekten auftreten (siehe auch die Konturlinie in Abb. 4.11(d)). Die starken Kontraste an den Gräben kommen wie bei der Kalibrierprobe durch eine Überlagerung der Kontraste von Sub-λ-Apertur und der Topographiesonde zustande.

Im nächsten Schritt wurde die Probe mit dem UHV-Sagnac-SNOM untersucht. Abb. 4.12(a,b) zeigt Topographie und optisches Signal eines $(15 \times 15)\,\mu\mathrm{m}^2$ großen Überblicksbildes, und Abb. 4.12(c,d) sind $(7 \times 7)\,\mu\mathrm{m}^2$ große Ausschnitte, die an der gleichen Position der Probe aufgenommen wurden. Spuren und Gräben sind im Topographiebild klar zu erkennen, was erneut zeigt, dass die Scherkraft-Abstandskontrolle im Ultrahochvakuum funktioniert. Die geriffelte Struktur resultiert aus den Vibrationen des Systems Spitze-Probe, die akustisch angeregt sind. Aus der Konturlinie der Topographie (Abb. 4.12(e)) entnimmt man, dass die *rms*-Rauschschwelle unterhalb von 10 nm liegt. Die Verzerrung der Bilder ist auf Piezo-*Creep* zurückzuführen, also auf den Drift, der aus der endlichen Antwortzeit der Piezoauslenkung auf eine Spannungsänderung resultiert.

Die einzelnen Bits sind in den optischen Abbildungen klar unterscheidbar. Sogar die Krümmung des Randes kann man erkennen. Aus der Konturlinie entlang einer Spur (Abb. 4.12(f)) lassen sich die laterale Auflösung und die magnetooptische Empfindlichkeit der Methode bestimmen: Die Breite der Kanten beträgt ungefähr 300 nm, damit liegt die laterale Auflösung unterhalb der halben Wellenlänge, die die theoretische Auflösungsgrenze der Fernfeld-Mikroskopie darstellt. Das Signal-zu-Rausch Verhältnis beträgt etwa 10. Das Rauschen resultiert dabei aus mechanischen Schwingungen des Aufbaus, die sich auf den optischen Kanal übertragen, weil die Intensität des reflektierten Lichtes exponentiell vom Abstand abhängt. Der Signalunterschied zwischen entgegengesetzt magnetisierten Bits ist zweimal die Kerr-Rotation des Materials, also 0,8°. Die magnetooptische Empfindlichkeit kann damit aus dem Signal-zu-Rausch Verhältnis auf $1,3$ mrad abgeschätzt werden. Das sollte zur Abbildung von magnetischen Domänen in ultradünnen Filmen von Fe/Cu(100) ab einer Schichtdicke von 2 ML bereits ausreichen [Mul 95].

Auch bei der MOD ist ein Übersprechen der Topographie auf den optischen Kanal zu erkennen. Der Vergleich von simultan aufgenommenen Signalen entlang der Linien A und B zeigt die Ursachen (Abb. 4.12(e)): Die Konturlinie A fällt an den Gräben zunächst kontinuierlich flach ab und steigt dann sehr steil wieder an. Die Spitze taucht beim Rastern also offenbar erst allmählich in den Graben ein, um dann schlagartig zurückzufahren. Dies ist in Konturlinie B zuerst mit einem Signalanstieg verbunden, auf den zwei Minima folgen, das erste stimmt mit dem Minimum in Linie A überein, das zweite ist gegenüber dem Graben nach rechts verschoben. Dieses Verhalten kann man wiederum damit erklären, dass die verschiedenen Funktionen der Spitze an unterschiedlichen Positionen wirksam sind: Die Apertur der Spitze registriert die topographische Struktur der Probe offenbar später als der Topographiesensor. Daher steigt die Intensität beim Eintauchen der Spitze in den Graben

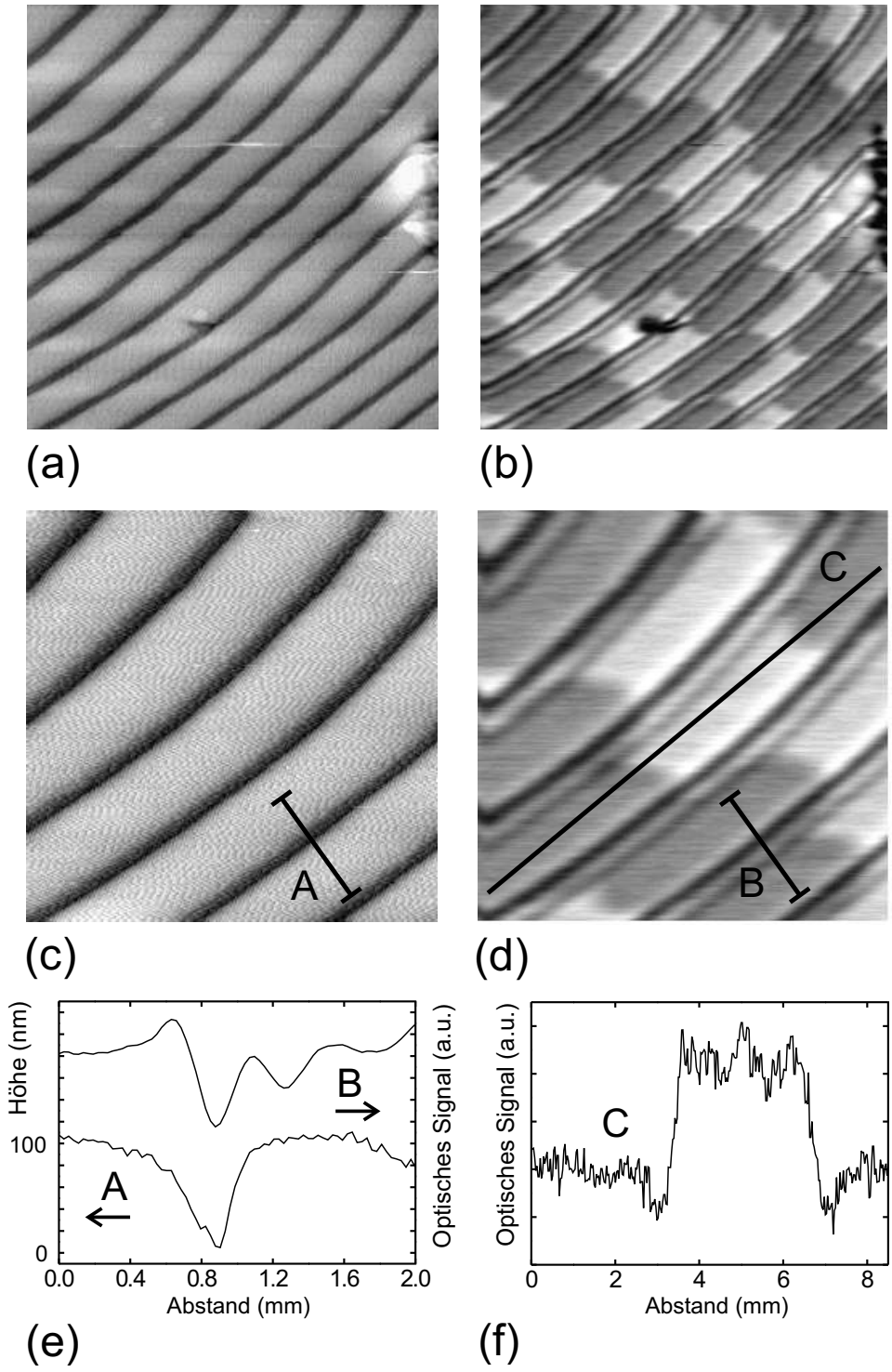

Abbildung 4.12: $(15 \times 15)\,\mu\mathrm{m}^2$ Abbildung einer Magnetooptischen Diskette, aufgenommen mit UHV-Sagnac-SNOM. (a) Topographie und (b) optisches Bild (ω-Signal). (c,d) sind $(7 \times 7)\,\mu\mathrm{m}^2$ große Ausschnitte daraus und (e,f) sind die mit A und B in den Bildern markierten Konturlinien.

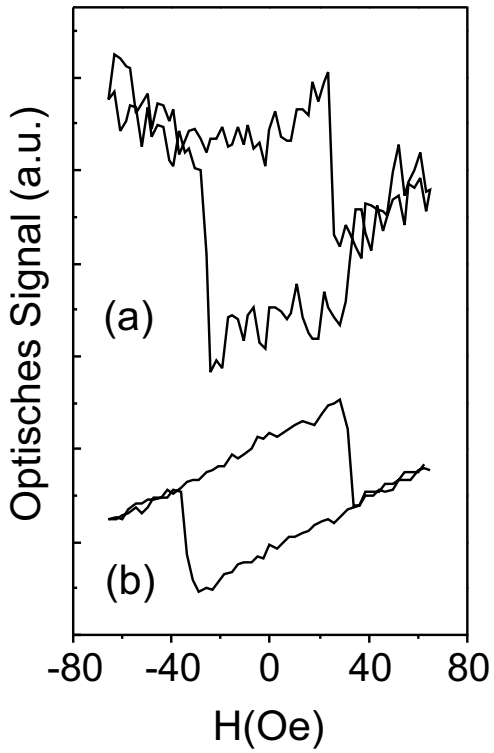

Abbildung 4.13: Lokale Magnetisierungskurven, *in situ* aufgenommen mit UHV-Sagnac-SNOM an (a) 15 ML Ni/Cu(100) (Scherkraft-Abstandskontrolle) und (b) 3,7 ML Fe/Cu(100) (Optische Abstandskontrolle).

zunächst an. Die beiden Minima sind der optische Kontrast der Kanten des Grabens, wobei die rechte Kante erst dann bemerkt wird, wenn die Spitze schon längst wieder aus dem Graben herausgezogen wurde. Möglicherweise ist die Erhöhung des optischen Signals zwischen den beiden Kanten wieder auf den schon beim Si-Gitter beobachteten Interferenzeffekt zurückzuführen. Der Eindruck, dass die magnetischen Domänen eher durch den zweiten, weniger dunklen Streifen getrennt zu sein scheinen, als durch den ersten, stützt zumindest die These einer relativen Verschiebung von Topographiesensor und optischer Detektion.

Eine noch höhere magnetooptische Empfindlichkeit lässt sich bei Verwendung der optischen Abstandskontrolle erzielen. Der Vergleich lokaler Magnetisierungskurven, die mit UHV-Sagnac-SNOM an fester Probenposition im senkrechten äußeren Magnetfeld aufgenommen wurden, zeigt dies deutlich: Abb.4.13(a) wurde mit Scherkraftabstandskontrolle an 15 ML Ni/Cu(100) aufgenommen, Abb. 4.13(b) mit optischer Abstandskontrolle an 3,7 ML Fe/Cu(100) (bei 80 K gewachsen). Beide Kurven zeigen eine rechteckige Form, denn die Filme haben eine senkrechte leichte Magnetisierungsrichtung. Berücksichtigt man, dass der Kerr-Effekt von Fe bei der verwendeten Lichtwellenlänge etwa viermal so groß ist wie der von Ni (vgl. Abb. 3.4) und zieht man in Betracht, dass bei ultradünnen Filmen mit einer Schichtdicke unterhalb der Eindringtiefe des Lichtes der Kerr-Effekt proportional zur Schichtdicke ist [Bad 91], dann sollte man für beide Proben etwa gleiches Signal erwarten. Das kleinere Signal für Fe in Abb. 4.13(b) folgt daraus, dass bei tiefen Temperaturen

gewachsene Eisenfilme in MOKE-Messungen eine sehr große Elliptizität aufweisen. Das Sagnac-Interferometer misst aber ausschließlich Kerr-Rotationen und keine Elliptizitäten. Das Signal-zu-Rausch-Verhältnis ist aber mit der optischen Abstandskontrolle trotzdem eindeutig höher als mit der Scherkraftmethode.

Offenbar liegt auf beiden Kurven ein linearer Untergrund. Dieser läßt sich mit dem Faraday-Effekt erklären: Das Streufeld des Magneten induziert in der Glasfaserspitze eine Faraday-Rotation $\Phi_F = VdH$, wobei V die Verdet'sche Konstante, d die Länge des durchlaufenen Mediums und H das Feld angeben. Die Länge, auf der die Glasfaser mit dem Feld in Wechselwirkung tritt, beträgt ca. 5 mm. Auf dieser Länge kann das Feld als konstant angenommen werden, da Spitze und Probe nahe am Gap des Eisenjochs aufgestellt sind. Berücksichtigt man noch, dass das Licht im *Shared-Aperture*-Modus den doppelten Faraday-Effekt erfährt (d=1 cm), so ergibt sich mit der Verdet'schen Konstante von Glas $V = 1,79 \cdot 10^{-5} \frac{\text{rad}}{\text{Gcm}}$ eine Faraday-Rotation $\Phi_F = 720\,\mu$rad. Für 3,7 ML Fe/Cu(100) wurde 1050 μrad Remanenz (Kerr-Effekt) nachgewiesen [Mul 95]. Da das Sagnac-Interferometer nur für die Kerr-Rotation empfindlich ist, dürfte die Remanenz der lokalen Hysterese jedoch wesentlich kleiner sein, so dass der Offset tatsächlich als Faraday-Effekt identifiziert werden kann.

Neben dem höheren Signal-zu-Rausch Verhältnis der mit optischer Abstandskontrolle aufgenommenen Magnetisierungskurve fällt ein weiterer Unterschied ins Auge: In Abb. 4.13(a) ist ein zusätzlicher V-förmiger Hintergrund zu erkennen, der mit dem Betrag des äußeren Magnetfeldes ansteigt. Dies ist vermutlich ein Intensitätseffekt, der aus der Einwirkung des magnetischen Feldes auf magnetisierbare Bauteile des SNOM-Kopfes resultiert und dort eine leichte Verschiebung des Resonanzspektrums erzeugt. Dies verändert den Abstand von Spitze und Probe. Mit der optischen Abstandskontrolle erreicht man nicht nur ein höheres Signal-zu-Rauschen Verhältnis, sondern man vermeidet auch solche zusätzlichen Störeffekte. Daher wird sie bei der *in situ* Untersuchung ultradünner Filme mit SNOM bevorzugt.