

4 Der Aufbau eines Tieftemperatur-Rastertunnelmikroskops

Ziel dieser Arbeit war es, ein STM-System aufzubauen, das es ermöglicht, gezielte Manipulationen auf atomarer Ebene durchzuführen. Um die Beweglichkeit der meisten Adsorbate einzuschränken, sollte das System bei möglichst tiefen Temperaturen arbeiten.

Um gezielte atomare Manipulationen durchführen zu können, ist ein hohes Maß an Präzision erforderlich. Der typische Abstand von Atomen und Molekülen beträgt einige Å, senkrecht zur Oberfläche ist eine Auflösung von $1/100\text{Å}$, parallel zur Oberfläche $1/10\text{Å}$ anzustreben.

Alle Tunnelparameter müssen einfach und voneinander unabhängig kontrolliert werden können. Dafür ist eine digitale Steuerung des STM notwendig.

Ein optischer Zugang zum STM bei tiefen Temperaturen ist wünschenswert, um die Spitze z.B. auf eine speziell präparierte Stelle der Probe zu positionieren oder um eventuell auch Experimente mit Photonen durchführen zu können.

Gleichzeitig sollte es möglich sein, die Proben bei tiefen Temperaturen zu präparieren und sie mit anderen Methoden zu untersuchen.

4.1 Das UHV-System

Das neu aufgebaute UHV-Tieftemperatur-STM basiert auf dem in der Arbeitsgruppe verwendeten Design von G. Meyer [Mey96]. Die neue UHV-Kammer und das STM wurden zusammen mit K. Schaeffer [Sch97] aufgebaut. Das STM arbeitet im Temperaturbereich zwischen 6 ... 300K. Ohne zusätzliche Kühlmaßnahmen (wie Litzen etc.) stabilisiert sich die Temperatur des Scanners im Inneren des heliumgekühlten Strahlungsschildes bei 9.5K. Diese Temperatur wird durch Wärmestrahlung durch die Fenster und kleinere Löcher in den Strahlungsschilden bestimmt.

Die UHV-Kammer aus VA-Stahl (siehe Abbildung 4.1) wurde nach unseren Wünschen von der Firma VAB Elmshorn gefertigt. Sie hat einen Durchmesser von 300mm, ist ca. 1m lang und kann durch einen in der Mitte eingeschweißten 100mm UHV-Schieber (VAT) in zwei Teile getrennt werden. Beide Seiten sind separat abpumpbar, die linke durch eine Titansublimationspumpe (VAB Elmshorn) und eine Ionengetterpumpe (Varian VacIon Plus300), die rechte Seite nur durch eine Ionenpumpe (Varian VacIon Plus55). Damit wird ein Basisdruck von weniger als $1 \cdot 10^{-10}$ mbar erreicht. Da das STM und die Probe von einem Strahlungsschild mit 4K, das als Kryopumpe wirkt, vollständig umgeben sind, ist der Restgasdruck hier unter der Meßbarkeitsgrenze. Dieses wird durch die Tatsache belegt, daß Proben über Wochen im heliumgekühlten STM sauber bleiben.

Die linke Hälfte der Kammer dient der Probenpräparation. Dazu ist sie mit einer Ionenkanone (Creekside Technologies), einem Massenspektrometer (Balzers QMA200) und einem 4-Gitter-LEED (Omicron SpectraLEED) ausgestattet. Die Probe ist auf einen Halter montiert, der mit einem heliumkühlbaren Manipulator (VAB Elmshorn) vor die entsprechenden Analyse- und Präparationsgeräte und ins STM transferiert werden kann.

Das gesamte System befindet auf einem Rahmen, der von vier pneumatischen Dämpfern (Newport I2000) getragen wird. Sie dienen der Entkopplung des STM von Schwingungen ab ca. 2Hz, die vom Boden übertragen werden.

In der Präparationskammer befindet sich ein schwenkbarer Arm, an dem ein Halter angebracht ist, der die Lagerung von zwei zusätzlichen Probenhaltern gestattet. Ein magnetischer Transferstab erlaubt über eine Schleuse den Austausch von Proben zwischen UHV-Kammer und Labor, ohne das Vakuum zu brechen.

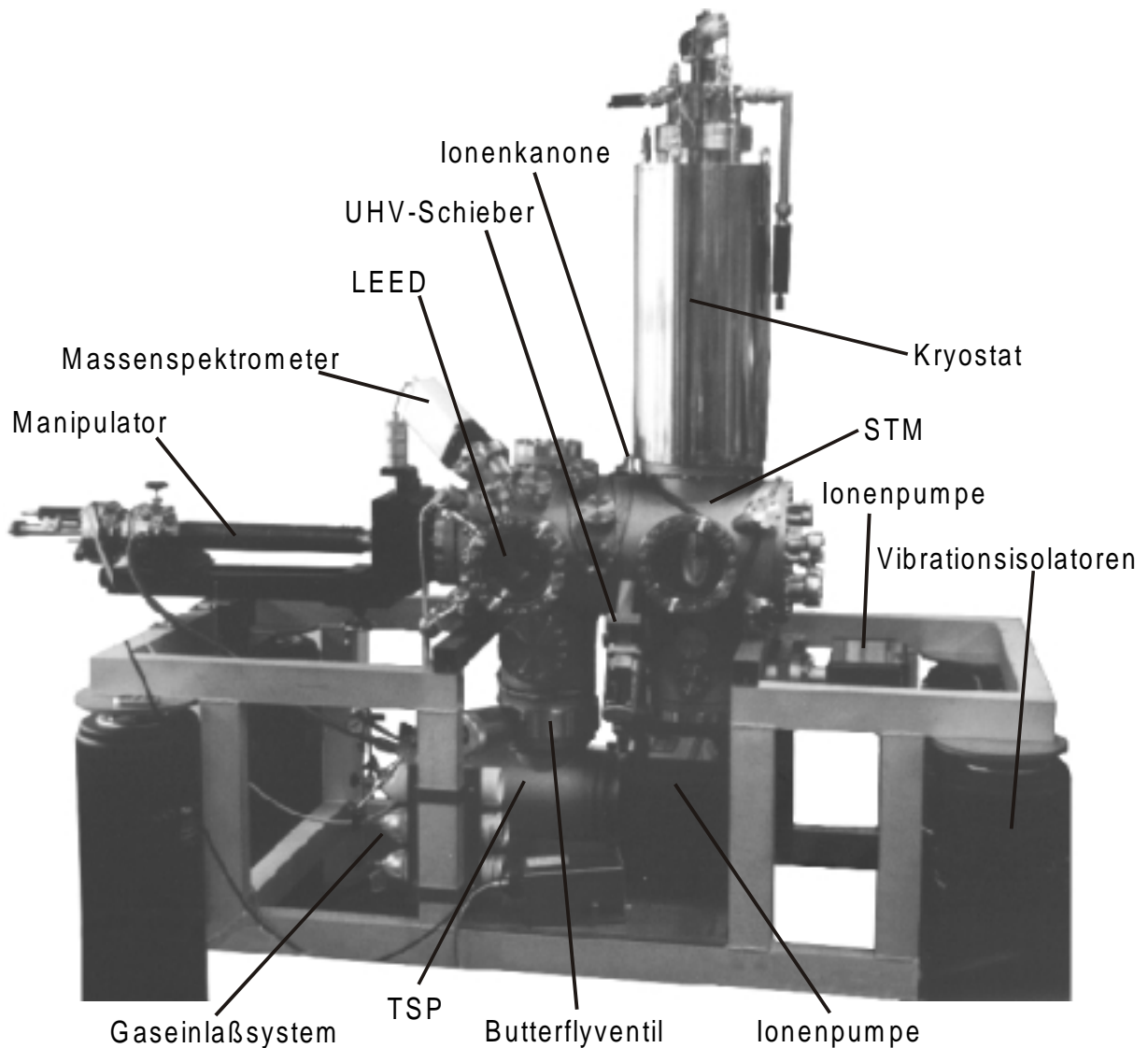


Abbildung 4.1 zeigt das UHV-System mit allen wichtigen Komponenten. Genauere Beschreibungen sind im Text nachzulesen.

4.2 Der STM-Kryostat

Um das STM bei möglichst tiefen Temperaturen betreiben zu können, wurde es an einen Badkryostaten (Oxford Instruments) montiert (siehe Abbildung 4.3). Er besteht aus zwei Teilen. Der innere Tank kann mit 4.3l flüssigem Helium, der äußere mit 13.3l Stickstoff gefüllt werden. An beiden Tanks sind konzentrische Strahlungsschilde aus Reinstaluminium montiert, die das STM umgeben. Zur besseren thermischen Isolation befindet sich zwischen beiden Tanks ein heliumabgasgekühltes Strahlungsschild. So wird eine Standzeit von maximal 49h erreicht, dem entspricht ein Verbrauch von weniger als 0.1/He/h.

Zum Einkühlen des STM kühlt man den inneren Kryostaten mit flüssigem Stickstoff vor und füllt ihn anschließend mit flüssigem Helium. Der gesamte Abkühlvorgang benötigt etwa 9l Helium und nimmt gut einen Tag in Anspruch (siehe Abbildung 4.2). Die anschließende Meßzeit kann wegen des geringen Heliumverbrauchs durchaus mehrere Wochen betragen, da die Probe auf Grund des sie umgebenden Strahlungsschildes genau so sauber bleibt, wie sie ins STM gekommen ist.

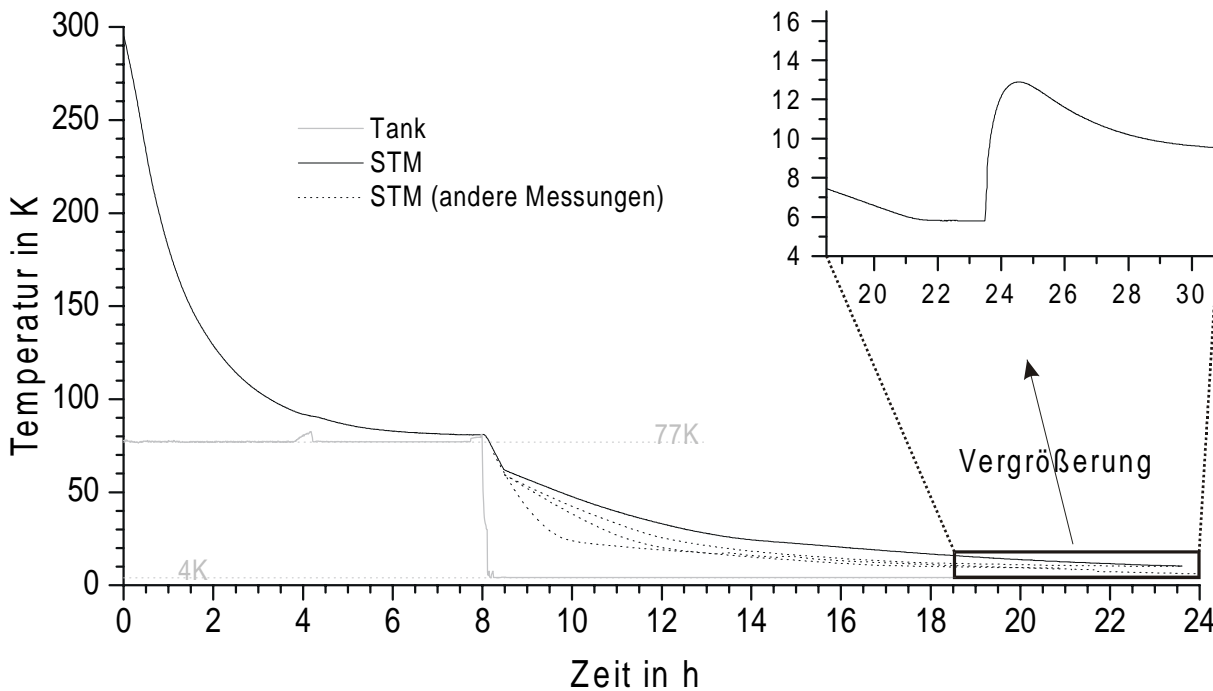


Abbildung 4.2 zeigt eine Abkühlkurve des STM. Nach 8.5h wurde der Anpreßdruck auf die Ablage verringert, um den Probenhalter in Tunnelposition zu bringen. Dadurch sinkt zwar die Abkühlrate, aber das gesamte STM ist am nächsten Morgen im thermischen Gleichgewicht und man kann sofort mit Messungen beginnen. Weitere Abkühlkurven mit anderen Anpreßdrücken sind gestrichelt eingetragen. Die Vergrößerung des letzten Teils der Abkühlkurve zeigt das Verhalten des frei hängenden STM.

In der Abkühlstellung wird das STM vom Zugmechanismus auf die Ablage gedrückt. In dieser Position kühlt das STM auf 6K ab. Wird der Zugmechanismus gelöst, so erwärmt sich das STM auf 13K, denn das kleine T-Stück, an dem das STM auf die Ablage gezogen wird, hat dieselbe Temperatur wie der Zugmechanismus (ca. 80K). Anschließend stellt sich im thermischen Gleichgewicht am frei hängenden STM eine Temperatur von 9.5K ein. Die äußere Mechanik des STM inclusive der Zugvorrichtung für den Proben transfer ist in Abbildung 4.3 dargestellt.

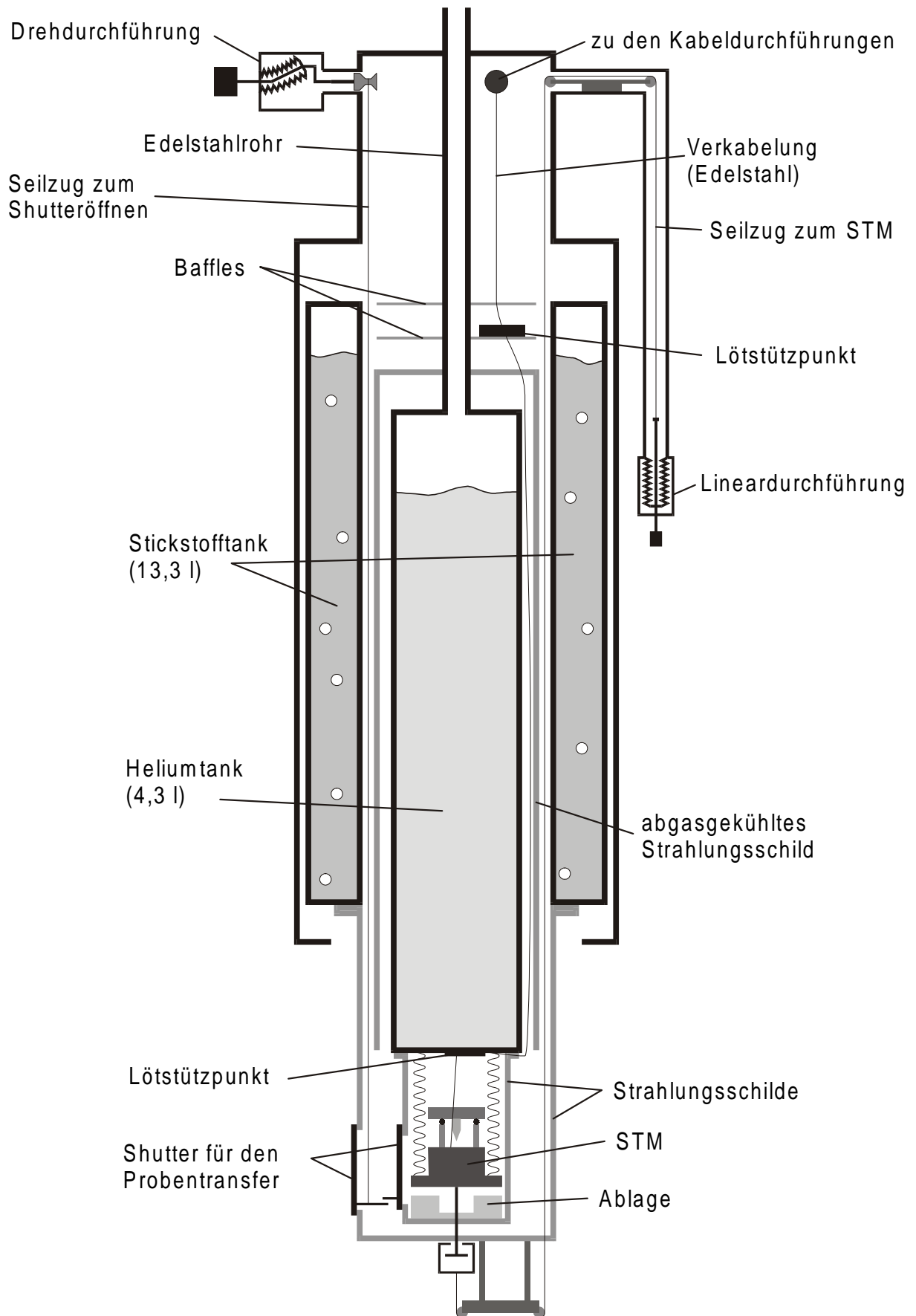


Abbildung 4.3 zeigt den Kryostaten mit seinen beiden Tanks, den Strahlungsschilden und der Mechanik für den Probentransfer. Über eine Lineardurchführung und einen Seilzug wird zuerst das STM auf die Ablage gezogen. In dieser Position kühlt das STM ab (minimal 6K). Beim

weiteren Ziehen wird der Probenhalter gelöst und der Transfer kann erfolgen. Im entspannten Zustand sind Zugvorrichtung und STM voneinander entkoppelt. Das STM hängt dann nur an den Federn.

In beiden Strahlungsschilden befinden sich Shutter für den Probentransfer. Diese sind im geschlossenen Zustand voneinander entkoppelt. Beim Öffnen des äußeren Shutters mit einem Edelstahlseil wird der innere nach 2mm Hub vom äußeren Shutter mitgenommen und so geöffnet. Ein zusätzliches Loch ($\varnothing 8\text{mm}$) in den Strahlungsschilden gestattet das kontrollierte Aufbringen von sehr geringen Adsorbatmengen direkt auf die Probe im STM. Es ist ebenfalls mit entkoppelten Shuttern verschließbar. Um einen optischen Zugang für den Probentransfer und die Grobpositionierung der Spitze zu gewähren, wurden zwei Fenster aus Duranglas in beide Strahlungsschilde eingebaut. Dieses Glas absorbiert Strahlung im Infrarot-Bereich und läßt sichtbares Licht passieren. Während der Messung werden deshalb die Fenster der UHV-Kammer abgedeckt.

4.3 Der Manipulator und das Probentransfersystem

Mit dem sich in der Präparationskammer befindenden Manipulator, wird der Probenhalter vor Präparations- und Analysegeräte sowie in das STM gebracht. Er kann präzise in alle drei Raumrichtungen bewegt werden und läßt sich außerdem mit Hilfe einer differentiell gepumpten Drehdurchführung um seine Längsachse drehen.

Zum Transfer der Probenhalter wurde ein Aufsatz am Kopf des Manipulators angepaßt (siehe Abbildung 4.4). Dieser wurde aus Kupfer gefertigt und wie die Probenhalter vergoldet, um Temperaturgradienten zu vermeiden. Das T-Stück kann mit einer Lineardurchführung bewegt werden. Mit ihm wird der Probenhalter an die Schrägen des Manipulatoraufsatzes gedrückt. Gleichzeitig werden die Kontakte zwischen den Stiften am Manipulator und der Platte am Probenhalter geschlossen. Die Kontaktstifte können mit einem Maximalstrom von jeweils 2A belastet werden. Für höhere Ströme (max. 10A) mußten jeweils zwei Stifte gegen eine federnde Kontaktplatte aus Kupfer/Beryllium ausgetauscht werden. Dadurch wird die Anzahl der Kontakte zwischen Probe und Manipulator jedoch auf vier herabgesetzt.

Der integrierte heliumkühlbare Durchflußkryostat erlaubt es dabei, den Kopf des Manipulators auf ca. 15-20K abzukühlen. Für eine Abkühlung des Probenhalters auf 80K mit flüssigem Stickstoff werden ca. 15min und für eine nachfolgende Abkühlung auf 20K mit Helium weitere 15min benötigt. Der Heliumverbrauch liegt dann bei 2-3l/h.

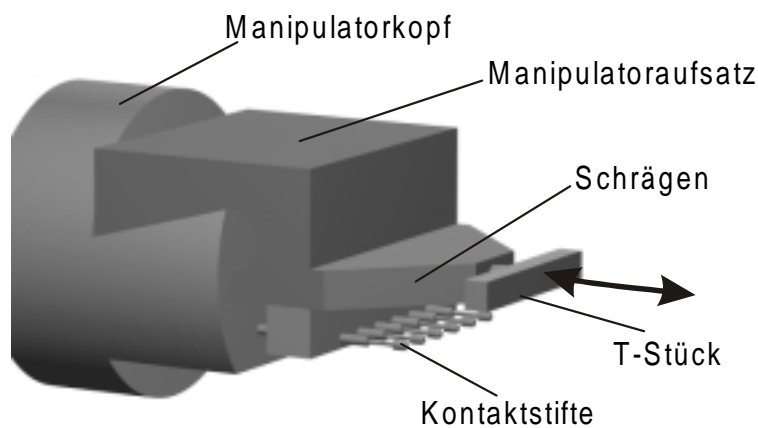


Abbildung 4.4 zeigt den kühlbaren Kopf des Manipulators mit dem Aufsatz für den Probentransfer. Der Probenhalter wird mit dem beweglichen T-Stück an die Schrägen des Manipulatoreinsatzes gedrückt. Dabei drücken die Stifte auf die Kontaktplatte des Probenhalters.

Die Temperatur wird mit Hilfe einer Siliziumdiode (Lake Shore DT-471-SD) direkt am Kopf des Manipulators gemessen. Eine Temperaturdifferenz von 5-10K zur Probe scheint durchaus realistisch. Sie kann jedoch trotz des an der Probe befestigten NiCr-Ni Thermoelements nicht direkt gemessen werden, da diese Kabel auf Grund der Transferierbarkeit der Probe mehrmals unterbrochen werden mußten. Die Übergänge: Thermoelementkabel am Manipulator – Kontaktstifte (vergoldete Silberlegierung) – Kontaktplatte (Silber) – Thermoelementkabel an der Probe liefern bei unterschiedlichen Temperaturen zusätzliche Thermospannungen, die nicht bestimmt werden konnten. Beim Heizen der Proben tritt dieses Problem nicht auf, da dann alle Übergangspunkte Raumtemperatur haben.

4.4 Die Probenhalter

Alle Probenhalter verwenden dasselbe Grunddesign. Auf der vergoldeten Basisplatte aus Kupfer stehen zwei Blöcke hervor, die an die Schrägen des Manipulators gedrückt werden. Darunter befindet sich eine Keramikplatte, die auf beiden Seiten mit Leiterbahnen versehen ist. Obwohl diese prinzipiell unabhängig voneinander kontaktiert werden können, sind die inneren und äußeren Leiterbahnen jeweils miteinander verbunden. So stehen im STM sechs Meßkontakte zur Verfügung, von denen zwei mit Ni-CrNi-Thermoelementen belegt sind. Die Proben wurden zur Vermeidung von Verunreinigungen immer über ein Stück Wolfram oder Tantal und nicht direkt kontaktiert. Zur Überprüfung der Genauigkeit der

Temperaturmessungen wurde ein IR-Pyrometer eingesetzt. Der Unterschied der Temperaturanzeigen des Meßgerätes für die Thermospannung und dem Pyrometer beträgt ab 620K etwa 40K, wobei neben dem Ablesefehler des Pyrometers von ca. 20K auch zu berücksichtigen ist, daß die Wärmestrahlung der Probe noch durch die Fenster nach außen dringen muß und dadurch im IR-Bereich abgeschwächt wird. Bis 180°C konnte die Temperatureichung zusätzlich durch die Siliziumdiode am Manipulator überprüft werden. Dazu wurde der gesamte Manipulatorkopf mit seiner eigenen Heizung erhitzt und die Temperatur an beiden Sensoren gemessen. Das Thermoelement an der Probe zeigte dabei maximal 15K Differenz an.

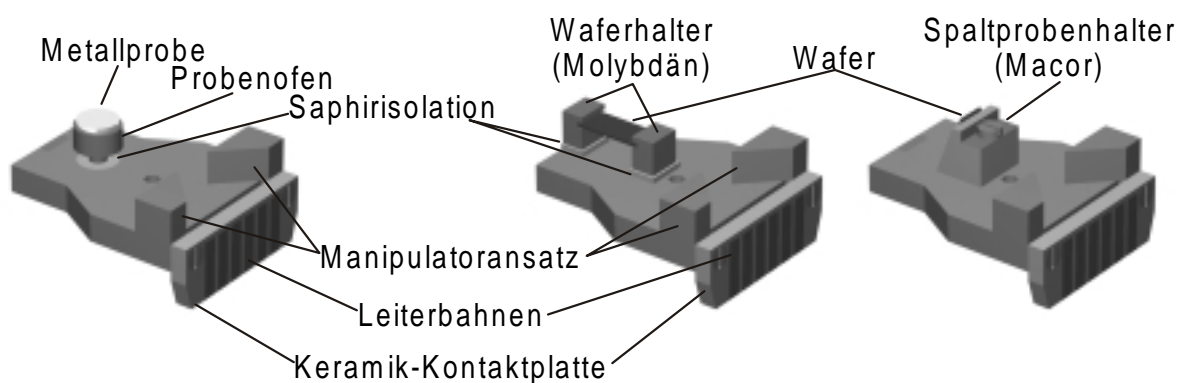


Abbildung 4.5 zeigt die verschiedenen Probenhalter für den Einsatz im STM-System. Sie haben alle den gleichen Grundkörper, die jeweiligen Aufbauten können angepaßt werden.

Alle Proben sind elektrisch isoliert auf dem Halter befestigt.

Halbleiterproben können durch direkten Stromdurchgang geheizt werden. Der limitierende Maximalstrom von 10A, mit dem die Zuleitungsdrähte belastet werden können, ist für übliche Probengrößen (8x3x0.5mm) ausreichend, um diese auf ca. 1500K zu erhitzen. Die zur Isolation der Waferhalter verwendeten Saphirplättchen gewährleisten einerseits eine schlechte Wärmeleitung bei den zur Präparation benötigten hohen Temperaturen und andererseits eine gute thermische Kopplung bei tiefen Temperaturen.

Metallproben werden mit einem Wolfram- (oder Tantal-) Blech auf einem Ofen festgeklemmt. Dieser Ofen erhitzt die Probe auf bis zu 1100K. Auch hier wird die elektrische Isolation der Probe mit gleichzeitiger thermischer Entkopplung/Kopplung bei hohen/tiefen Temperaturen durch Saphirhalbschalen zur Halterung des Ofens erreicht.

Spaltproben (i.a. Halbleiter) werden mit Hilfe von Wolfram- (oder Tantal-) blechen auf einen Macorblock mit der Neigung der Spaltebene des Kristalls befestigt. Die geringe Wärmeleitfähigkeit von Macor erlaubt es, Kristalle mit einem Widerstand von 1kOhm bis 1MOhm mit direktem Stromdurchfluß zu tempern. Nach mehrstündigem Abkühlen im STM

konnte keine Temperaturdifferenz mehr zwischen Probe und STM ausgemacht werden, so daß auch das nur schlecht wärmeleitende Macor eine Abkühlung der Probe auf die Basistemperatur des STM erlaubt.

4.5 Präparationsmöglichkeiten

Neben der schon erwähnten Sputterkanone wurden für die Probenpräparation verschiedene Aufdampfsysteme sowie ein Gaseinlaß installiert. In die Präparationskammer sind zwei widerstandsgeheizte Keramiköfchen (Abbildung 4.6) für Temperaturen bis ca. 1000K und ein Elektronenstrahlverdampfer (Abbildung 4.7) für Temperaturen bis ca. 1600K eingebaut. Hier können sehr große Schichtdicken aufgedampft werden.

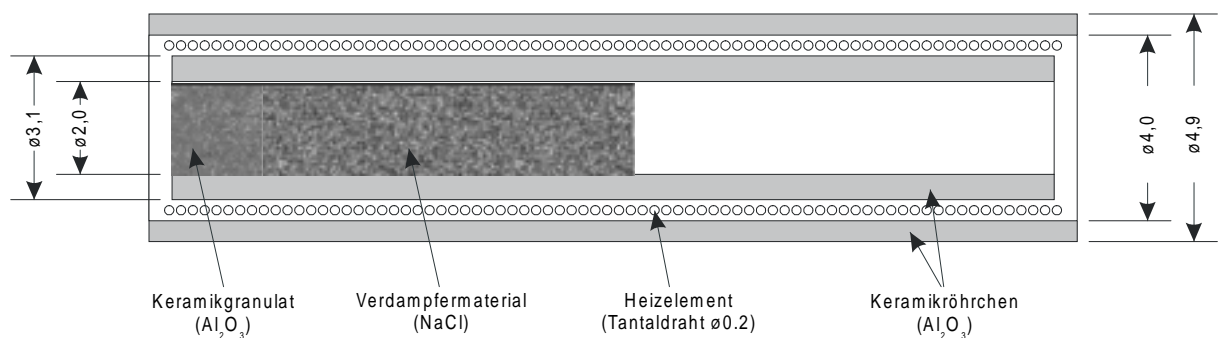


Abbildung 4.6 zeigt den Aufbau des Keramiköfchens. Das innere Röhrcchen mit dem Verdampfermaterial kann einfach gegen ein anderes ausgetauscht werden.

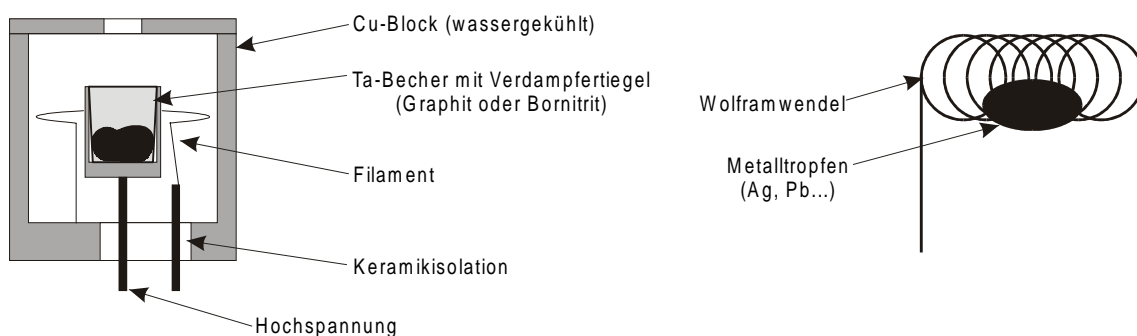


Abbildung 4.7 zeigt links den Elektronenstrahlverdampfer und rechts den einfachen Verdampfer für leicht schmelzbare Materialien in der STM-Kammer.

In der Nähe des STM-Kryostaten wurden kleine Glühwendeln zum Verdampfen von geringen Mengen niedrigschmelzender Metalle (wie Ag, Fe, Pb, Cu) positioniert. Diese können durch ein mit Shutter verschließbares Loch mit einem Durchmesser von 8mm in

beiden Strahlungsschilden direkt auf die Probe im STM aufgebracht werden. So können wir sehr geringe Bedeckungen extrem sauber auf die kalte Probe bringen. Das heliumgekühlte Strahlungsschild des inneren Kryostaten macht bei der Dosierung einer bestimmten Gasmenge durch das kleine Loch direkt auf die Probe eine rund 1000 mal höhere Gasdosis in der Kammer notwendig. Um die UHV-Kammer sauber zu halten, wurden dichte Adsorbatphasen daher außerhalb des STM präpariert.

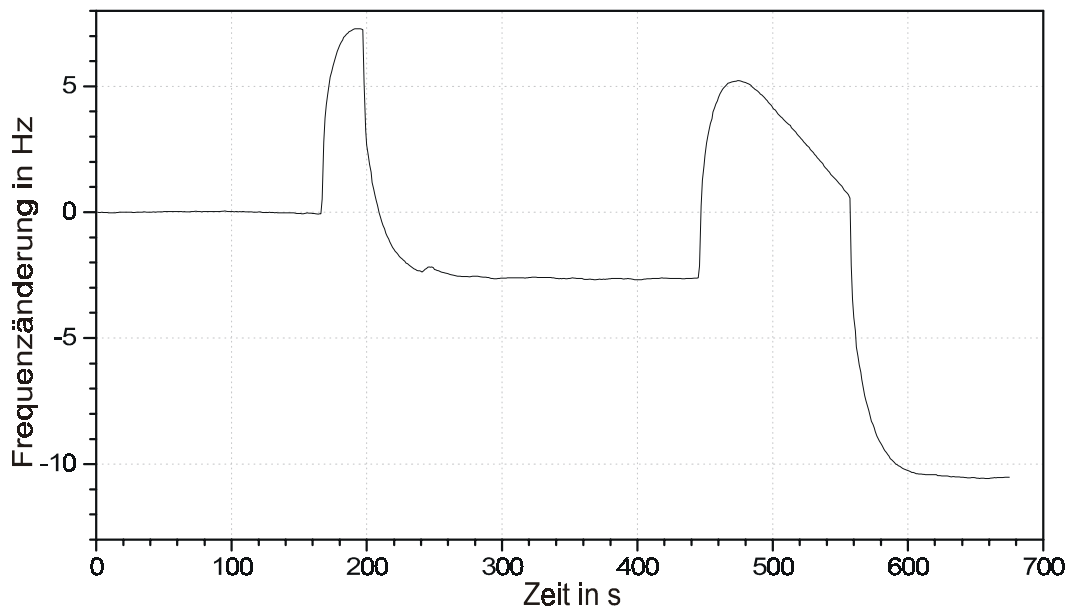


Abbildung 4.8 zeigt eine Aufdampfkurve für NaCl. Nach 170s wurde der Shutter vor dem Verdampfer für 30s geöffnet. Das verdampfende Material verursachte eine Frequenzänderung von 2.5Hz. Anschließend wird die Probe positioniert und der Shutter erneut geöffnet. So wurden hier 1.3ML NaCl auf die Probe gebracht (8Hz). Durch diese Kontrolle ist es bei vorheriger Eichung sehr einfach, Adsorbate genau zu dosieren. Die 'Überschwinger' nach dem Öffnen des Shutters kommen durch eine Erwärmung des Quarzes durch die Strahlung des Verdampfers.

Die Aufdampfraten der einzelnen Verdampfer werden mit Quarzwaagen bestimmt, die sich in einem bestimmten Abstand zur Probe befinden. Ihre Position sowie die Aufdampfposition der Probe sind für alle Experimente fest vorgegeben. Nach einer Vorwärmzeit von ca. 5min liefern die Verdampfer eine konstante Rate. Eine Zuordnung der Schwingfrequenzänderung des Quarzes zu einer mit dem STM zu bestimmenden Bedeckung liefert die Aufdampfrate eines Verdampfers. So wurde z.B. für NaCl die Schwingfrequenzänderung zu 6Hz/ML und die Aufdampfrate zu 1ML/100s bestimmt. Die Schwingfrequenzänderung des Quarzes wird für jeden Aufdampfvorgang aufgezeichnet.

Zusätzlich wurden die so bestimmten Aufdampfraten mit denen der Messungen am System NaCl/Ge(100) [Hen] verglichen, um die Eichung der Bedeckung mit dem STM zu verifizieren.

4.6 Das STM

Der wichtigste mechanische Teil der Apparatur ist der Scanner des Mikroskops, da er für die Qualität der Abbildung auf atomarer Ebene verantwortlich ist. Er ist nach dem Besocke-Beetle-Typ [Bes87, FWT89] aufgebaut und in Abbildung 4.9 dargestellt. Dieses System zeichnet sich durch sehr hohe Drift- und mechanische Stabilität aus. Darüber hinaus ist der mechanische Aufbau sehr einfach und leicht modifizierbar.

Auf die Basisplatte (Obere Platte) aus Kupfer sind drei segmentierte Piezoröhrchen aufgeklebt, die über Saphirkugeln den Laufring aus Kupfer tragen. An die einzelnen Segmente der Piezos können getrennte Spannungen angelegt werden, mit denen es möglich ist, die Enden der Röhrchen in alle Raumrichtungen zu bewegen. Lenkt man alle Piezos langsam und synchron in eine Richtung aus, so folgt der Laufring dieser Bewegung. Bei einer abrupten Änderung der Auslenkung kann der Laufring auf Grund seiner Trägheit nicht folgen. Mit einer periodischen Änderung der Piezoauslenkung kann so eine resultierende Bewegung des Laufrings erreicht werden. In den Laufring wurden ebene Rampen (3 Segmente á 120° mit 2° Neigung) gefräst, die bei einer Rotation auch zu einer vertikalen Bewegung des Laufrings und damit zu einer Distanzänderung der Spitze zur Probe führen. Die Bewegungsmöglichkeit des Laufrings in der horizontalen Ebene wird durch einen Begrenzungsring (nicht eingezeichnet) dem variablen Probendurchmesser angepaßt. Der die Spitze tragende Zentralpiezo ist in einen Haltering eingeklebt, so daß er zusammen mit diesem jederzeit einfach austauschbar ist. Anstelle der STM-Spitze kann so z.B. ein AFM²-Kopf eingebaut werden.

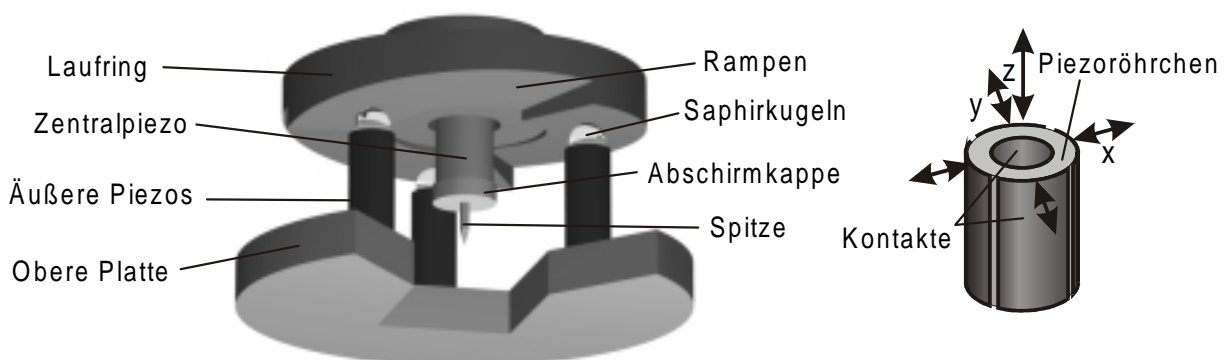


Abbildung 4.9 zeigt den prinzipiellen Aufbau des STM-Scanners und ein Piezoröhrchen.

² AFM: Atomic Force Microscope

Ein *'in situ'* Austausch der STM-Spitze war nicht vorgesehen, da hauptsächlich Metallproben bei tiefen Temperaturen untersucht werden sollten. Sie steckt in einem Edelstahlröhrchen, das in ein zur elektronischen Abschirmung silberbeschichtetes Macorplättchen auf dem Zentralpiezo eingeklebt ist.

Alle Eigenresonanzen des Systems (siehe Abbildung 4.10) sollten bei möglichst hohen Frequenzen liegen, um diese als Störungen im Tunnelbild auszuschließen. Die Eigenfrequenzen der äußeren drei Piezos liegen bei 800Hz für eine Auslenkung in der xy-Ebene (Scanebene), bei ca. 2kHz für eine Auslenkung in z-Richtung und bei ca. 650Hz bei einer Rotation des Laufrings. Die Eigenfrequenzen des Zentralpiezos liegen bei 2-2.5 mal höheren Frequenzen, da dieser einen doppelt so großen Durchmesser hat wie die äußeren Piezos. Außerdem sind die Amplituden der Eigenschwingungen bei gleicher Anregung weniger als halb so groß. Da man beim Aufnehmen von STM-Bildern viel geringere Zeilenfrequenzen (maximal 10Hz) verwendet, werden diese Eigenfrequenzen nicht angeregt.

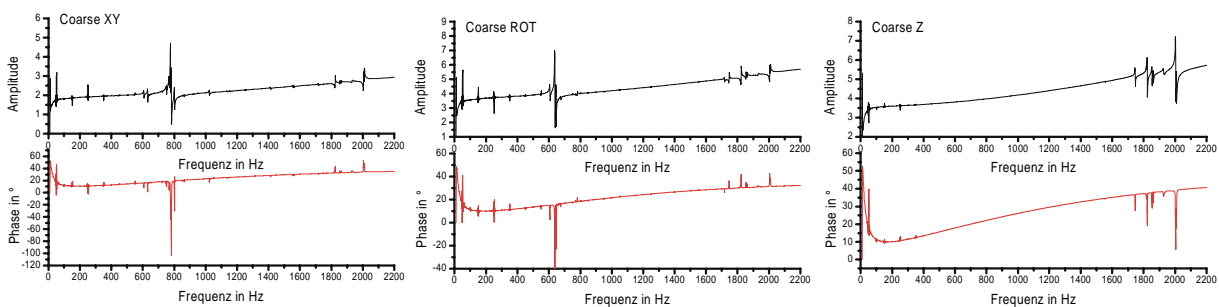


Abbildung 4.10 zeigt die Eigenschwingungen der äußeren Piezos (Coarsepiezos). Zur Messung der Eigenschwingungen wurden die Piezos immer mit 2mV an einem Segment angeregt und am gegenüberliegenden Segment die aus der Verbiegung resultierende Spannung bei derselben Frequenz mit einem Look-in-Verstärker gemessen. Die aufgetragene Amplitude ist dabei proportional zur Auslenkung der Piezos. Die Peaks bei $50 \cdot (2n+1) \text{ Hz}$ ($n \in \{0,1,2,\dots\}$) sind Artefakte des Frequenzgenerators. Obwohl alle 3 Piezos dieselben Dimensionen haben, können ihre Eigenfrequenzen auf Grund der jeweiligen Belastung durch den Laufring leicht variieren. Daher ist nicht nur eine Eigenfrequenz pro Schwingungsmodus in den Kurven zu sehen sondern mehrere dicht beieinanderliegende. Die Position des Laufrings war bei allen Messungen dieselbe. Alle Messungen erfolgten bei 12K.

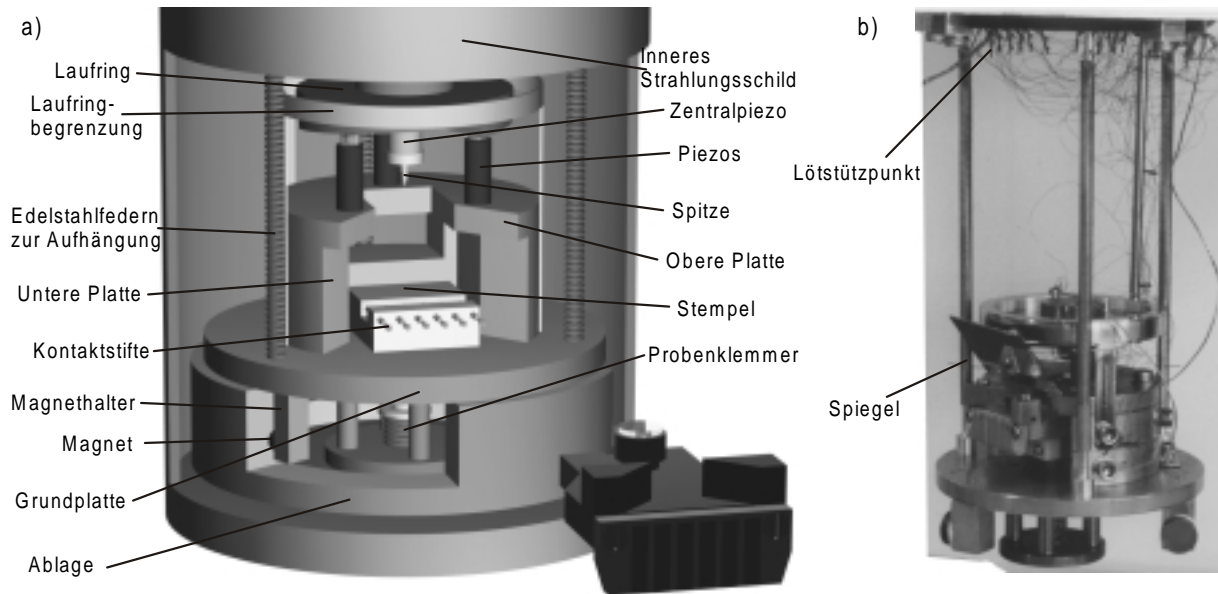


Abbildung 4.11 zeigt a) den prinzipiellen Aufbau des STM und b) ein Photo. Im Bild a) wird das STM in der Position für den Probentransfer gezeigt. Dabei wird es durch den Seilzug auf die Ablage gedrückt und der Stempel heruntergezogen. In Bild b) ist die Probe in Tunnelposition. Der Probenhalter wurde durch den Stempel von unten an die Basisplatte (Obere Platte) des Scanners gedrückt. Der Spiegel auf der Basisplatte dient der Positionierung des Manipulators beim Transfer. An der Aufhängung des STM sind die Lötstützpunkte für die Verkabelung zu sehen.

Der Probenhalter wird durch den Stempel mit einer Feder vom Klemmechanismus von unten an die Basisplatte des Scanners (Obere Platte) gedrückt. Das Lösen dieser Verbindung erfolgt über einen Seilzug (siehe Abbildung 4.3). Alle Teile des STM sind aus vergoldetem Kupfer, um eine gute Wärmeleitung zu gewährleisten.

Das gesamte STM, in Abbildung 4.11 dargestellt, ist zur Vibrationsisolation mit Edelstahlfedern am heliumkühlbaren Badkryostaten aufgehängt und wird von drei Magneten über Wirbelströme gedämpft. Dies gewährleistet zusammen mit dem äußeren System der pneumatischen Dämpfung eine wirksame Entkopplung des STM von äußeren Anregungen. So sind normale Bewegungen im Labor (keine Sprünge!) im Tunnelstrom nicht sichtbar.

Die Verdrahtung des STM erfolgte über zwei Lötstützpunkte aus Berylliumoxid. Diese haben eine sehr gute Wärmeleitfähigkeit im Bereich von 70...400K, bei tieferen Temperaturen wird diese wieder etwas schlechter. Der erste Stützpunkt wird mit dem Heliumabgas des inneren Kryostaten gekühlt und der zweite ist direkt am Heliumbadkryostaten angebracht. Nur die Spitze wurde, um Störfelder auszuschließen, mit einem durchgehenden Edelstahlkoaxialkabel verbunden. Um die Wärmeeinkopplung von außen zu minimieren, erfolgte die Verdrahtung des STM bis zum zweiten Stützpunkt mit Kapton isolierten Drähten aus Edelstahl ($\varnothing 75\mu\text{m}$). Von dort aus wird das STM mit Kupferdrähten ($\varnothing 75\mu\text{m}$) kontaktiert, die so gleichzeitig für eine (wenn auch sehr geringe) Kühlung sorgen. Um die Kühlung zu verbessern, können zusätzliche Litzen (aus Cu oder Ag) zwischen Heliumbadkryostat und

STM installiert werden. Diese würden allerdings die Schwingungsentkopplung des STM vom Rest der Anlage und die derzeitig hervorragende thermische Entkopplung des STM beeinträchtigen. Gleichzeitig würde dadurch der Heliumverbrauch im Betrieb bei höheren Temperaturen als der Basistemperatur ansteigen. Ohne zusätzliche Kühllitzen befindet sich das STM bei 9.5K (12K vor den letzten Optimierungen) im thermischen Gleichgewicht. Tiefere Temperaturen (minimal 6K) lassen sich erreichen, indem das STM mit dem Seilzug auf die Ablage gedrückt wird, ohne den Probenhalter von der Basisplatte des Scanners zu lösen. Die interne Vibrationsentkopplung des STM wird so zwar aufgehoben, stabiles Tunneln ist aber weiterhin möglich. Weitere Möglichkeiten zum Senken der Strahlungslast auf das STM (wie dickere und beschichtete Fenster und Schwärzen des gesamten Strahlungsschildes von innen analog zu [Bra20]) erschienen vorerst nicht nötig, da 9.5K für unsere Untersuchungen ausreichend waren.

Zur Temperaturmessung wurde am STM eine Siliziumdiode (Lake Shore DT-471-SD) angebracht. Eine weitere befindet sich zur Überwachung des Füllstandes direkt am Boden des Heliumtanks. Obwohl die Temperaturmessung nicht direkt an der Probe durchgeführt wird, ist doch davon auszugehen, daß die Temperatur der Probe nicht wesentlich von der gemessenen abweicht. Die Thermospannung zwischen Probe und dem Referenzpunkt am STM liegt unterhalb der Meßgrenze von etwa $10\mu\text{V}$. Der Fehler der Temperaturmessung im thermischen Gleichgewicht ist also unter 1K.

Auf Grund der zur Verdrahtung verwendeten dünnen Edelmetalldrähte ist der Strom zum Heizen einer Probe im STM sehr limitiert ($<50\text{mA}$). Trotzdem können Halbleiterproben abhängig von ihrer Dotierung direkt aufgeheizt werden. Bei Metallproben wird das gesamte STM mit einer Z-Diode (BZT 03-C200; $U_Z=160\text{V}$ bis 80K, 200V bei 300K) aufgeheizt. Mit ihr kann die Temperatur bei einer maximalen Heizleistung von einigen Watt zwischen der Basistemperatur (9.5K) und Raumtemperatur variiert werden. Diese Methode hat jedoch den Nachteil, daß bei steigender Temperatur Adsorbate vom STM desorbieren und auf die Probe gelangen können. Abhängig von der Stärke der Erwärmung kommt es zu einer Drift in den STM-Aufnahmen, so daß zunächst die Einstellung des thermischen Gleichgewichts abgewartet werden muß. Bei einer Temperaturänderung von 20K auf 50K sind es beispielsweise 3-4h. Mit einem Kontroller (Eurotherm 905D) kann die Heizleistung gesteuert werden. Die Temperatur schwankt dabei 0.5K um den Sollwert.

Um die Zeit bis zur Einstellung einer bestimmten Temperatur zu minimieren, kann die zur Erwärmung des STM nötige Energie voraus berechnet werden, so daß anschließend nur

die Einstellung des thermischen Gleichgewichts abgewartet werden muß (siehe Abbildung 4.12).

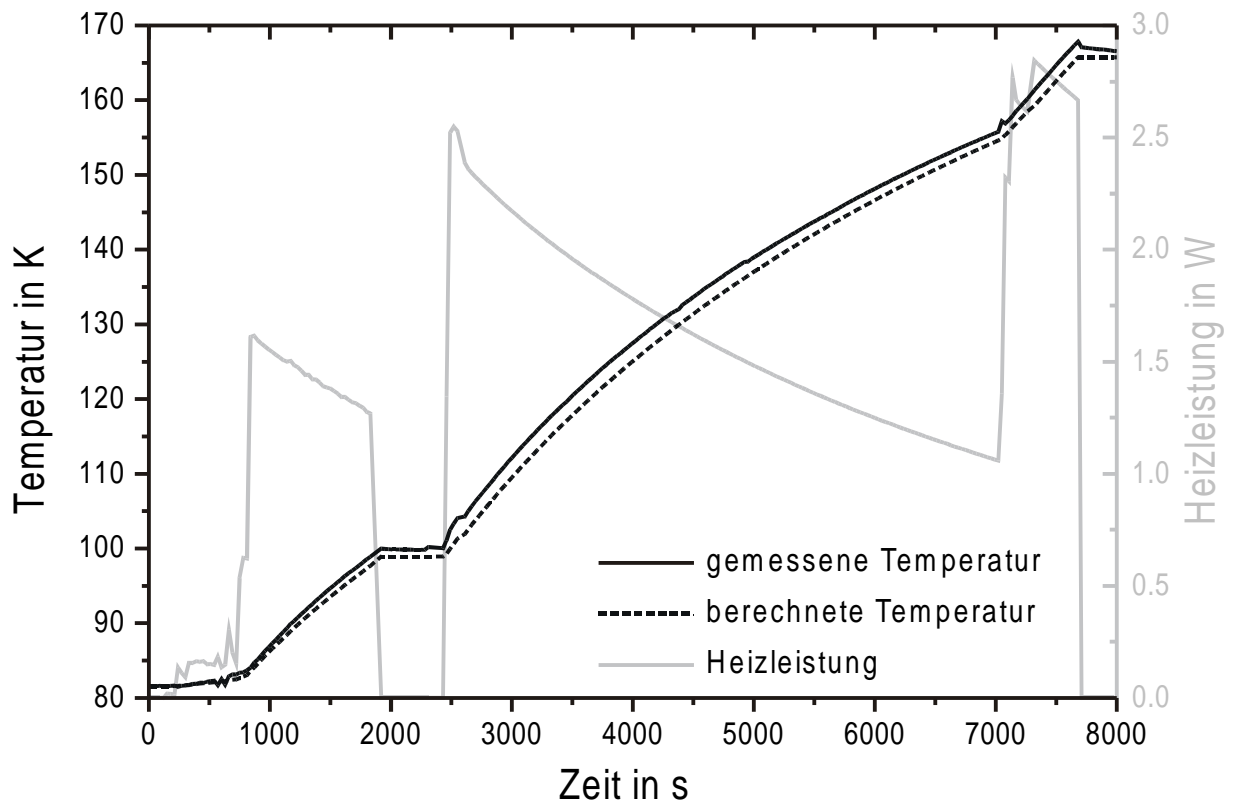


Abbildung 4.12 zeigt den Verlauf der Temperatur über die Zeit. Die Heizleistung fällt langsam ab, weil sich die Z-Diode erwärmt und die Z-Spannung von 160V (80K) auf 200V (300K) steigt. Aus Heizleistung, Masse des STM (incl. Probenhalter 450g) und Wärmekapazität [LaB31, S.1165] wurde der zu erwartende Temperaturwert berechnet. Es ist zu erkennen, daß die Temperatur sehr gut voraus berechnet werden kann, um die Temperatur des STM kurzfristig einzustellen. Nach dem Abschalten der Heizung sinkt die Temperatur nur sehr langsam wieder (1K/h bei 150K; <0.5K/h bei 40K), was für die hervorragende thermische Isolation des STM spricht.

Entsprechend der Heizleistung, die dem STM kontinuierlich zugeführt wird, steigt auch der Heliumverbrauch an. Der zusätzliche Verbrauch beträgt etwa 1/He/Wh, d.h. bei kontinuierlichem Heizen mit einer Leistung von 0.1W (daraus resultiert eine Temperatur von ca. 60K) sinkt die Standzeit der Anlage auf einen Tag.

4.7 Die Steuerelektronik

Das Prinzip der STM-Steuerung ist in Abbildung 4.13 dargestellt. Die eigentliche Regelung erfolgt digital und wird von einer Signalprozessorkarte (PC32 von Innovative Integration) übernommen. Auf ihr befinden sich neben dem Signalprozessor (TMS 320C32-

66) vier 16 Bit A/D- und vier 16 Bit D/A-Wandler. Diese Karte kann in jeden PC mit ISA-Steckplatz eingebaut werden.

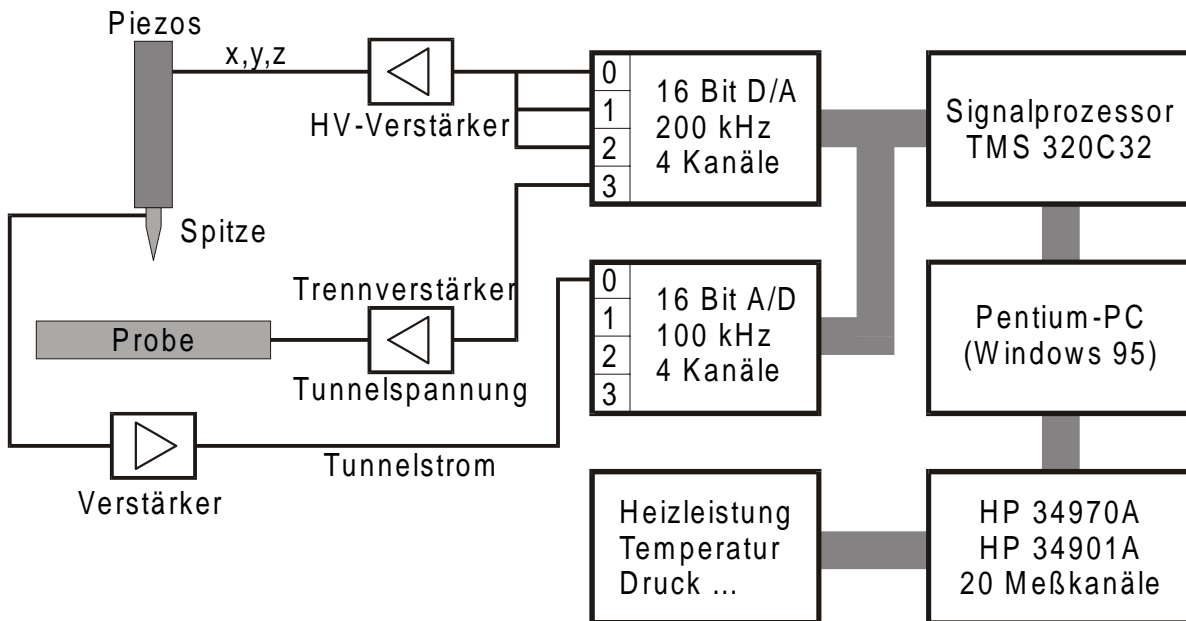


Abbildung 4.13 zeigt ein Blockschaltbild der STM-Elektronik. Der Signalprozessor übernimmt die Regelung des STM. Er steuert die Koordinaten der Spitze und wertet den Tunnelstrom aus. Diese Daten werden an den PC übergeben und zusammen mit allen anderen Parametern abgespeichert und ausgewertet.

Ein D/A-Kanal der Karte wird zur Ausgabe der Tunnelspannung verwendet. Über einen Trennverstärker werden die Masse vom Rechner und die des Tunnelstromverstärkers galvanisch voneinander getrennt. Zusätzlich kann so außerdem für den Spektroskopiemodus mit Lock-in-Technik eine Modulationsspannung zur Tunnelspannung addiert werden.

Die Spannungen der anderen drei D/A-Kanäle ($\pm 10\text{V}$) werden mit einem Hochspannungsverstärker (maximal $\pm 175\text{V}$), der über vier Verstärkungsstufen ($\times 1$, $\times 3$, $\times 10$, $\times 30$) verfügt, geschaltet und für die Piezosteuerung verwendet.

Der Tunnelstrom wird von einem modifizierten Elektrometerverstärker (Balzers EP112) mit variabler Verstärkung (10^6 , 10^8 , 10^{10} V/A) gemessen und über einen A/D-Wandler zurück an den Signalprozessor gegeben. Damit ist der Tunnelvorgang komplett digital steuerbar. Die Regelung des Signalprozessors kann beliebig programmiert werden. Das Programm für die Signalprozessorkarte wurde von K. Schaeffer im Rahmen seiner Diplomarbeit [Sch97] entwickelt. Es arbeitet unabhängig vom Meß- und Auswerteprogramm des PC's mit dem der Steueralgorithmus bestimmt wird. Das PC-Programm wurde in seiner ursprünglichen Version 1989 von G. Meyer geschrieben und ständig weiterentwickelt. Es erlaubt die Veränderung aller Parameter der Regelvorschrift des Signalprozessors. Dazu gehören neben Strom, Spannung und Scangeschwindigkeit auch verschiedene Manipulationstechniken.

Ein Multichannelmeßgerät (HP 34970A mit HP 34901A) nimmt alle Daten auf, die nicht zeitkritisch sind. Dazu zählen Temperaturen, Druck, Heizleistung etc. Zeitkritische Daten (wie z.B. dI/dU bei der Spektroskopie) können an den A/D-Wandlern 1-3 direkt vom Signalprozessor eingelesen werden.

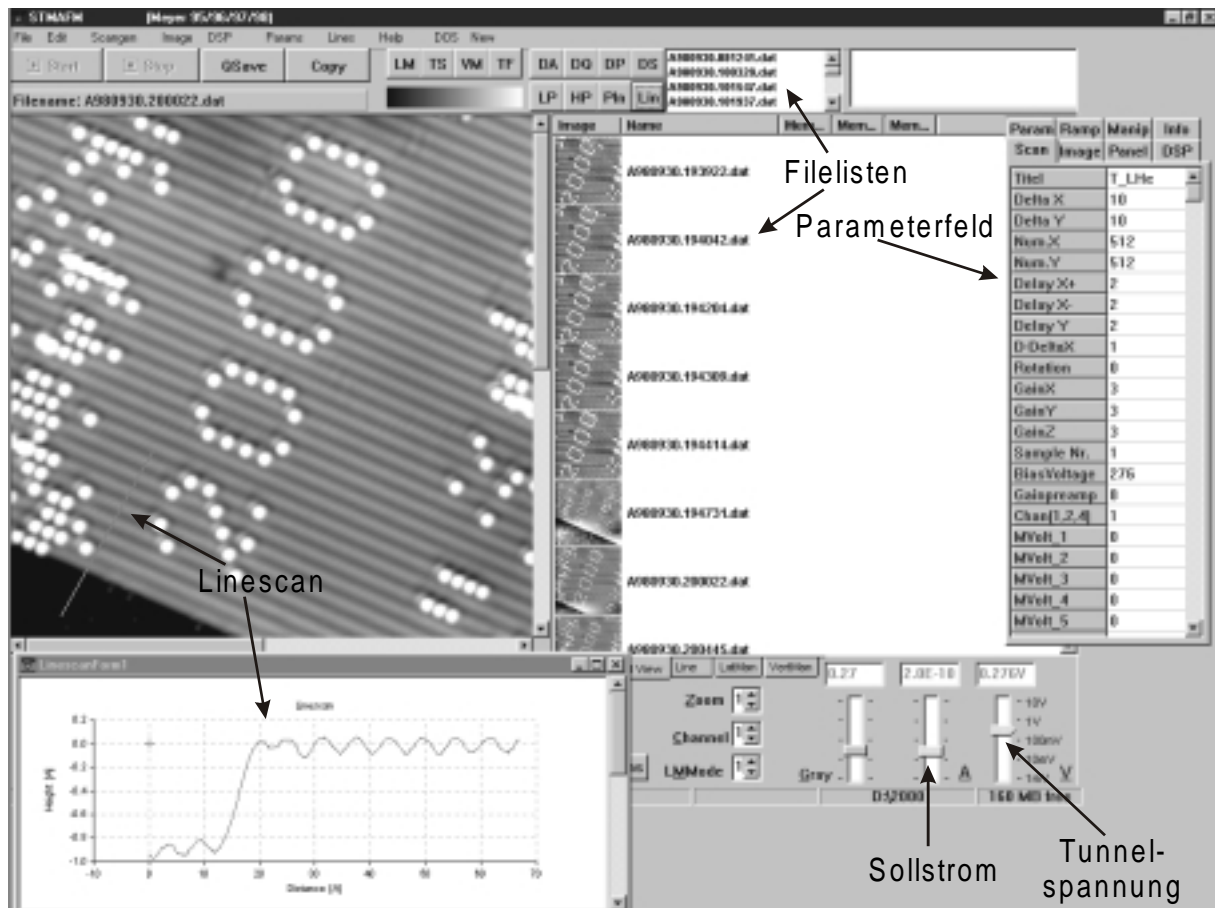


Abbildung 4.14 zeigt einen Screenshot des STM-Programms. Die Software speichert alle Parameter, die zum Bild gehören (Regelparameter, Temperatur, Verstärkerstufen der Hochspannungs- und des Tunnelstromverstärker, etc.).

Alle vorgestellten STM-Bilder wurden im *constant current mode* aufgenommen.

Mit dem vorgestellten Aufbau können der Sollstrom im Bereich von 200fA...1 μ A und die Tunnelspannung im Bereich von \pm 1mV... \pm 10V eingestellt werden.

4.8 STM-Performance

Die Auslenkung der Piezoröhrchen ist stark temperaturabhängig. So beträgt die laterale Empfindlichkeit (d.h. in xy-Richtung) bei 300K rund 100 $\text{\AA}/\text{V}$, bei 78K 66 $\text{\AA}/\text{V}$ und bei 12K

40Å/V. Daher muß prinzipiell für jede Temperatur eine neue Kalibrierung des STM vorgenommen werden. Um die geringen Distanzen, die mit dem STM abgebildet werden, exakt wiederzugeben, wird ein Atomgitter zur Eichung verwendet. Die für die Messungen verwendeten Kupferoberflächen weisen eine extrem geringe Korrugation der Elektronendichte am Fermi-niveau auf, so daß eine komplette Abbildung der Oberflächen auf atomarer Ebene nur schwer möglich ist. Um dies dennoch zu erreichen, wird der Tunnelwiderstand drastisch (unter 100kOhm) gesenkt. Trotzdem können die einzelnen Atome der dichtgepackten Kupferreihen nicht immer aufgelöst werden. Eine weitere Möglichkeit der Abbildung ergibt sich mit einer chemisch modifizierten Spitze. Eine solche erhält man in unregelmäßigen Abständen mehr oder weniger zufällig beim Neuformieren der Spitze. Da über die tatsächlich am Tunnelvorgang beteiligten Zustände in diesem Fall nichts ausgesagt werden kann, ist eine direkte Zuordnung der Atompositionen nicht möglich. Nur die Periodizität der Oberfläche wird korrekt wiedergegeben.

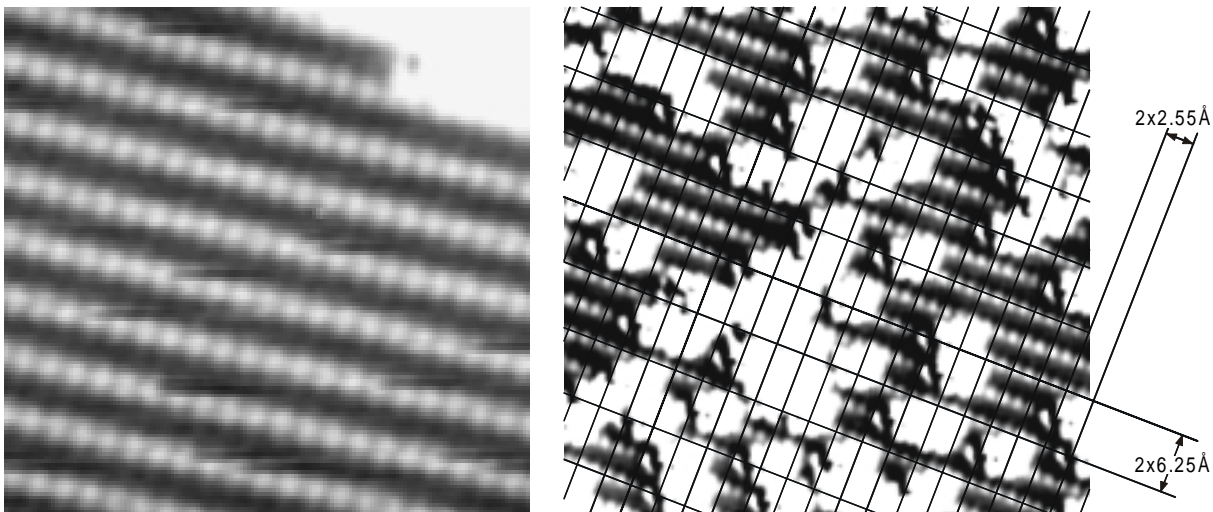


Abbildung 4.15 zeigt zwei STM-Bilder zur präzisen Eichung des Scanners. Das linke Bild der sauberen Cu(211) wurde mit einer metallischen Spitze aufgenommen und anschließend tiefpaßgefiltert. Das rechte Bild entstand mit einer chemisch modifizierten Spitze während der Abbildung von CO/Cu(211). Der Kontrast durch die modifizierte Spitze ist deutlich größer als links. Eine Nachbearbeitung des Bildes war nicht nötig.

Die in Abbildung 4.15 eingezeichneten Oberflächenvektoren haben ein festes Verhältnis zueinander, es beträgt auf der gezeigten Cu(211) $6.25\text{Å}/2.55\text{Å} = 2.45$. Anhand atomar aufgelöster Bilder messen wir jedoch ein Verhältnis von 2.20 ± 0.05 . Das hat seine Ursachen im nicht 100% symmetrischen Aufbau des Scanners und bleibt daher für alle Messungen konstant. Der gemessene Winkel zwischen beiden Oberflächenvektoren beträgt bei driftfreien Aufnahmen dieser Oberfläche $90 \pm 1^\circ$. Für Oberflächen mit einer anderen

Orientierung zur Scanrichtung muß die Eichung wiederholt oder die Stauchung entsprechend umgerechnet werden.

Eine Höheneichung der Bilder ist vergleichsweise einfach. Dazu wird bei bekannter Stufenhöhe des Substrats ein Linescan über mehrere Stufen verwendet. Da sich die Empfindlichkeiten der Piezos in allen Raumrichtungen im selben Verhältnis mit der Temperatur ändern, kann das STM so auch für Temperaturen geeicht werden, die eine atomare Auflösung der Oberfläche nicht zulassen.

Nach dem Eichen der Piezoauslenkungen können die Abstände in STM-Bildern, die bei gleicher Temperatur aufgenommen wurden, mit ca. 10% Genauigkeit angegeben werden. Genauere Angaben machen eine Eichung im entsprechenden Bild notwendig. Dafür ist die Hysterese der Piezos verantwortlich. Legt man eine Spannung an die Kontakte eines Piezos, so reagiert dieser mit einer Längenänderung, die aber nicht sofort und vollständig sondern nur asymptotisch nach langer Zeit erreicht wird. Speziell bei der Aufnahme von großen Bildern kann es daher zu Verzerrungen in den Randbereichen der Abbildung kommen.

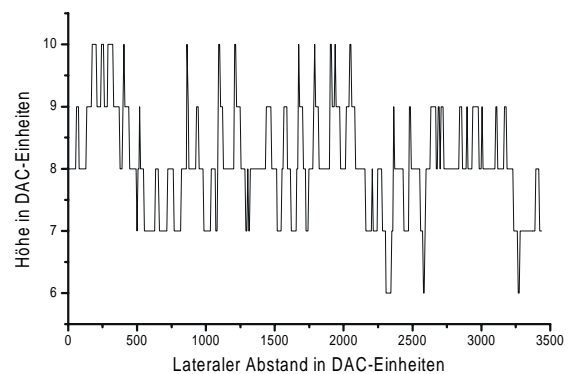
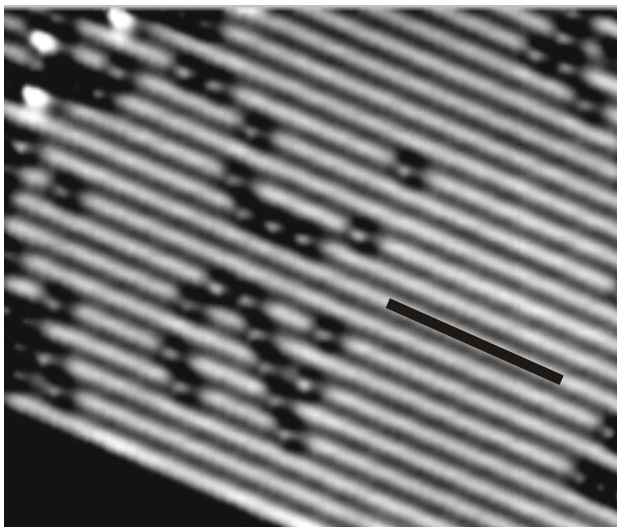


Abbildung 4.16 zeigt eine Abbildung von CO/Cu(211) bei 12K und einen Linescan in [0 1-1]-Richtung (schwarze Linie im STM-Bild). Der Linescan verläuft über mehrere Scanlinien und demonstriert mit einem Rauschen von 3 DA-Wandler-Einheiten die Stabilität des Systems.

Positioniert man die Spitze des STM über einem sauberen Abschnitt einer metallischen Probe, so mißt man bei typischen Tunnelparametern (z.B. 1nA; 100mV) ein Rauschen von etwa 1mV am Ausgang für die Abstandsregelung. Dem entsprechen 3 DA-Wandler-Einheiten bzw. eine Auflösung von 0.01\AA (*peak to peak* Rauschen) senkrecht zur Oberfläche (siehe auch Abbildung 4.16). Bei einer Mittelung über benachbarte Bildpunkte läßt sich diese Auflösung noch auf 0.003\AA erhöhen.

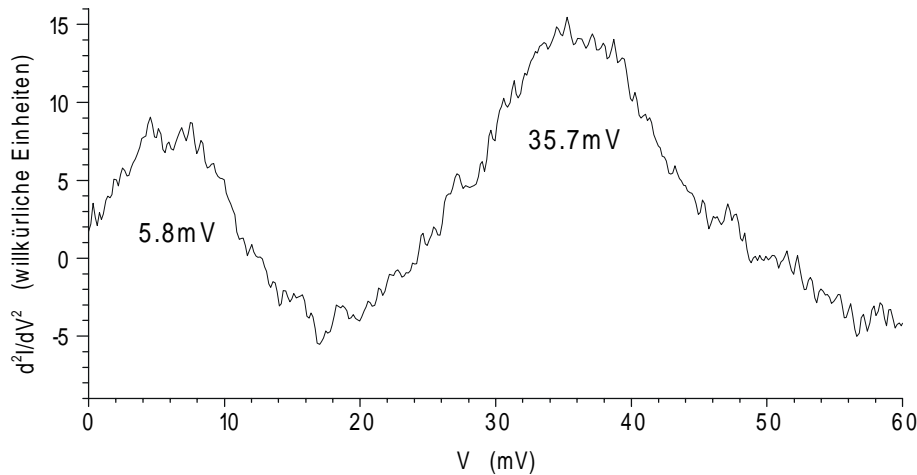


Abbildung 4.17 zeigt das mit diesem STM gemessene Vibrationspektrum aus [MMR99]. Das Spektrum wurde mit einem CO-Molekül an der Spitze an einem einzelnen CO-Molekül auf Cu(211) gewonnen. Die Energien der Frustrierten Translation bei 5.8 meV und der Streckschwingung des CO bei 35.7 meV sind deutlich zu erkennen.

Durch die Stabilität des System ist es möglich, inelastische Vibrationspektroskopie an einzelnen Atomen/Molekülen durchzuführen. Inelastisch tunnelnde Elektronen geben einen Teil ihrer Energie durch Wechselwirkungen mit dem Adsorbat ab und regen es dadurch zu Vibrationen an. Die erste Ableitung der Stromes (dI/dU) wird mit das Lock-in-Prinzip ermittelt und anschließend numerisch die zweite Ableitung bestimmt. Im so gewonnenen Spektrum lassen sich die angeregten Vibrationsenergien der Moleküle ablesen. Diese Technik erfordert eine extrem hohe mechanische Stabilität des Systems und kann deshalb nur von sehr wenigen Arbeitsgruppen durchgeführt werden. Das in Abbildung 4.17 dargestellte Spektrum wurde von Morescu et al. [MMR99] am hier aufgebauten System aufgenommen.

Der Hochspannungsverstärker liefert eine Maximalamplitude von $\pm 175\text{ V}$. Dem entspricht eine maximale Scanbreite von $3.5\mu\text{m}$ bei Raumtemperatur bzw. $1.4\mu\text{m}$ bei 12 K .

4.9 Das AFM-Modul

Ein weiteres Ziel beim Aufbau des Tieftemperatur-STM war es, dieses auch als AFM einsetzen zu können. Wie schon in Kapitel 4.6 erwähnt, kann der Zentralpiezo des STM zu diesem Zweck ausgetauscht werden. An dessen Stelle wurde ein Cantilever (Park Scientific Instruments) eingebaut, dessen Auslenkung mit Hilfe von integrierten piezoresistiven Widerständen (R) detektiert wird. Ein Laufring des STM mit der Aufnahme der AFM-Kopfs ist in Abbildung 4.18 dargestellt.

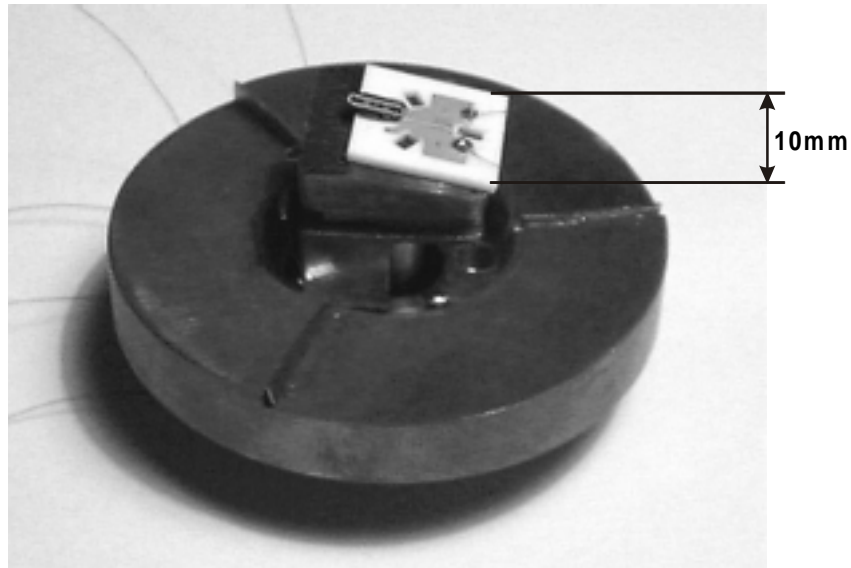


Abbildung 4.18 zeigt ein Photo des AFM-Kopfs. Anstelle des zentralen Röhrenpiezos wurde eine Piezoplatte zur Anregung des darauf gehaltenen Cantilevers angebracht.

Im Gegensatz zu den sonst verwendeten optischen Systemen ist hier keine Nachjustierung der Detektionseinheit bei tiefen Temperaturen nötig. Das Signal-Rausch-Verhältnis des Cantilevers (hier dR/R) wird bei den angestrebten tiefen Temperaturen immer besser und damit konkurrenzfähig zu denen optischer Systeme.

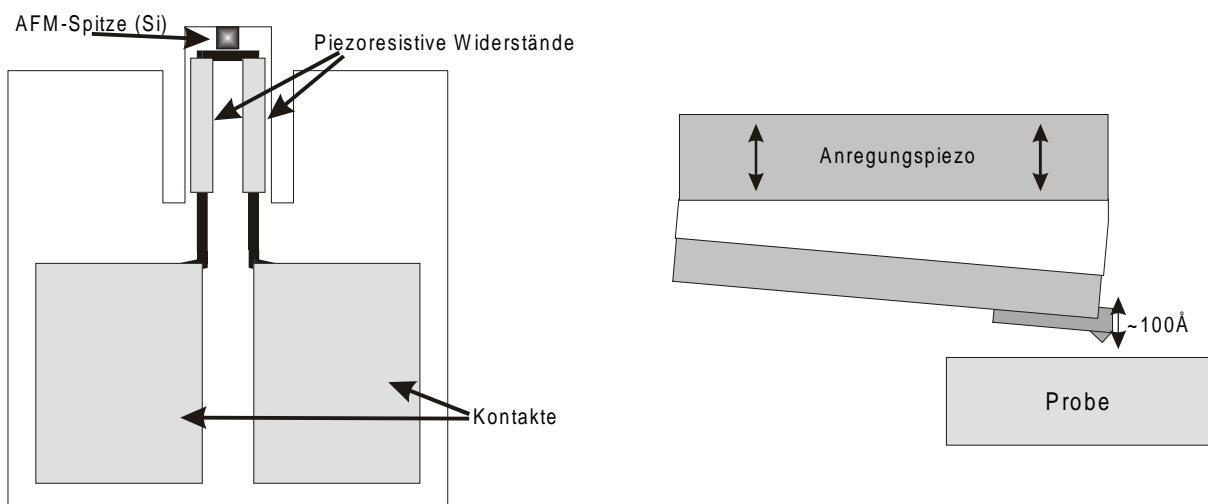


Abbildung 4.19 zeigt den AFM-Cantilever und eine Prinzipskizze des Aufbaus. An Stelle des Zentralpiezos wurde nun der AFM-Kopf am Lauftring befestigt.

Der Cantilever wurde nahe seiner Resonanzfrequenz von 115kHz im dynamischen Mode betrieben. Die Detektion der Auslenkung erfolgt nach dem Lock-in Prinzip mit einem von J. Repp zu diesem Zweck aufgebauten und optimierten Verstärker [Rep99]. Phase und Amplitude der Schwingfrequenz des Cantilevers werden analog an eine Signalprozessorkarte weitergegeben, die wiederum die Abstandsregelung übernimmt. Dieser Aufbau ist deshalb

nötig, weil später andere Cantilever bei noch höheren Frequenzen betrieben werden sollen und keine kommerziellen Lock-in-Verstärker in diesem Frequenzbereich zur Verfügung stehen. Auch eine Signalprozessorkarte wäre mit der zur Frequenzdetektion nötigen Datenmenge an der Grenze ihrer Belastbarkeit.

Erste Messungen bei Raumtemperatur zeigten die Funktionsfähigkeit der Regelung, sie lieferten jedoch noch keine befriedigenden Ergebnisse.

Auf dem vom Cantilever kommenden Signal sind hochfrequente Störungen überlagert, die mit dem jetzigen Aufbau nicht unterdrückt werden können. Dazu muß u.a. ein neues, speziell abgeschirmtes Kabel verlegt werden. Leider ist für den kompletten Umbau und eine Optimierung des AFM eine Stilllegung von möglicherweise einigen Monaten nötig. Diese läßt sich gegenwärtig nicht durchführen, da das STM z.Z. ständig benutzt wird.