

# Kapitel 2

## Aufbau eines Tiefemperatur-RTM

Den in der Einleitung genannten Vorteilen ein RTM bei tiefen Temperaturen zu betreiben, steht ein erheblich höherer apparativer Aufwand gegenüber. Einerseits muß das RTM zur Kühlung eine ausreichende thermische Ankopplung an den Kryostaten haben, andererseits aber für einen störungsfreien Betrieb mechanisch von der Umgebung entkoppelt werden. Zur Kühlung isoliert man das RTM weitgehend von der wärmeren Umgebung, indem man es mit heliumgekühlten Strahlungsschilden umgibt. Dies hat zusätzlich den Vorteil, daß die kalten Strahlungsschilde als sehr effektive Kryopumpen fungieren und den Restgasdruck soweit erniedrigen, daß eine Probe auch nach mehreren Wochen nicht verunreinigt ist. Zur weiteren Kühlung ist dann eine sehr viel geringere mechanische Ankopplung notwendig, die aber stets die Anfälligkeit des RTM gegenüber mechanischen Störungen erhöht. Das Arbeiten bei kryogenischen Temperaturen führt jedoch noch weitere Komplikationen mit sich. So muß der Aufbau des Scanners vergrößert werden, um bei tiefen Temperaturen noch hinreichend große Auslenkung der Piezokeramiken erzielen zu können. Dadurch erniedrigen sich die Eigenfrequenzen des Scanners, was die Anfälligkeit für störende mechanische Schwingungen ebenfalls prinzipiell erhöht.

Das erste Tiefemperatur-RTM wurde bereits 1984 zur Messung an supra-

leitendem Nb<sub>3</sub>Sn bei 15 K von Elrod et al. [2][3] eingesetzt. Dort wurde noch der ganze UHV-Rezipient durch flüssiges Helium gekühlt, dagegen arbeiteten andere Tieftemperatur-RTM in flüssigem Helium selbst [4]. Das in diesem Kapitel beschriebene aufgebaute Tieftemperatur-RTM basiert wesentlich auf den beiden bereits in der Arbeitsgruppe existierenden Tieftemperatur-RTM [5][6][7]. Durch die Optimierung und Modifizierung praktisch sämtlicher Komponenten wurde die Stabilität erhöht und das thermische Verhalten deutlich verbessert. Insbesondere wurde die tiefste erreichbare Temperatur von 15 K zu Beginn dieser Arbeit auf 4.9 K abgesenkt.

Im Folgenden sollen zunächst Prinzip und Funktionsweise eines RTM und der zugrunde liegende quantenmechanische Tunnelprozess geschildert werden. Bei der anschließenden Beschreibung der verwendeten UHV<sup>1</sup>-Anlage wird im Detail auf die Vibrationsdämpfung sowie auf die Konzeption und Optimierung des Scanners eingegangen. Schließlich wird im letzten Abschnitt das Temperaturverhalten des RTM beschrieben, auf dessen Optimierung beim Aufbau besonderer Wert gelegt wurde.

## 2.1 Grundlagen der Rastertunnelmikroskopie

Im Rastertunnelmikroskop wird eine metallische Spitze wenige Ångström über einer leitenden Probenoberfläche positioniert und zwischen Probe und Spitze eine Spannung bis maximal einiger Volt angelegt. Die Potentialbarriere zwischen Probe und Spitze ist dabei größer als die Energie der Elektronen und würde im klassischen Sinne verhindern, daß ein Strom fließt. Durch den quantenmechanischen Tunneleffekt kann diese Potentialbarriere jedoch überwunden werden und es fließt ein Strom von typischerweise  $10^{-12}$  bis  $10^{-9}$  A, der exponentiell vom Abstand zwischen Spitze und Probenoberfläche abhängt. Dieser Strom kann zur Abbildung einer Oberfläche verwendet werden. Im üblicherweise verwendeten Betriebsmodus wird die Spitze über die Oberfläche gerastert und dabei die Spitzenhöhe so variiert, daß der Tunnelstrom konstant bleibt (siehe Abbildung 2.1). Das z-Regelungssignal der

---

<sup>1</sup>UHV = Ultrahochvakuum

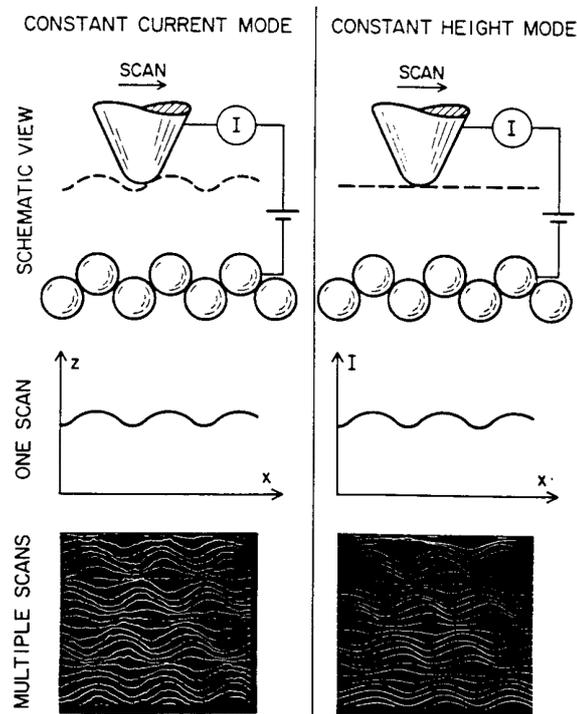


Abbildung 2.1: Ein Rastertunnelmikroskop kann in verschiedenen Betriebsmodi arbeiten. In dem üblichen Abbildungsmodus wird der Strom durch eine Regelung konstant gehalten und das Bild aus dem Regelungssignal zusammengesetzt. Bei konstanter Höhe dient der Tunnelstrom als Bildsignal (Abbildung aus [8]).

Spitze wird dann zu einem Bild zusammengesetzt und liefert praktisch das Höhenprofil der Oberfläche. Daneben findet der Betriebsmodus konstanter Höhe Verwendung. Hier wird der Abstand zwischen Spitze und Oberfläche nicht variiert und der Strom ist in diesem Fall das bildgebende Signal. Der Nachteil ist hier jedoch, daß der Strom einen großen dynamischen Bereich umfassen kann, wenn die Oberflächenkorrugation durch Adteilchen oder Stufenkanten stark moduliert ist. Im ungünstigsten Fall schleift die Spitze Adteilchen mit sich oder berührt sogar die Oberfläche. Der Vorteil dieses Modus ist eine höhere Rastergeschwindigkeit. Beide Betriebsmodi wurden in dieser Arbeit verwendet.

Aufgrund des geringen Abstandes zwischen Spitze und Probe ist ein RTM

sehr störungsanfällig gegenüber Vibrationen und Erschütterungen, der apparative Aufwand zur Störungsentkopplung ist daher hoch.

### 2.1.1 RTM-Theorie

Mikroskopiermethoden und damit auch die Rastertunnelmikroskopie ermöglichen eine direkte Abbildung im Ortsraum, dagegen liefern Beugungsmethoden Informationen über den reziproken Raum. Um RTM-Bilder jedoch qualitativ interpretieren zu können, muß der zugrunde liegende Tunnelprozeß im Detail berücksichtigt werden.

In einfachster Näherung kann man dazu die Tunnelwahrscheinlichkeit eines einzelnen Elektrons durch eine eindimensionale, rechteckige Potentialbarriere berechnen. Die zugehörige stationäre Schrödingergleichung läßt sich analytisch lösen und man erhält in der Näherung  $\kappa z \gg 1$  für den Transmissionsfaktor:

$$T \approx \frac{16k^2\kappa^2}{(k^2 + \kappa^2)^2} e^{-2\kappa z} \text{ mit } \kappa = \sqrt{\frac{2m(V_0 - E)}{\hbar^2}} \quad (2.1)$$

Dabei ist  $E$  die Energie,  $k$  der Impuls vor der Barriere und  $m$  die Masse des Elektrons. Die Barrierenhöhe ist  $V_0$  und die Barrierenbreite  $z$ . Bereits dieses einfache eindimensionale Modell gibt die exponentielle Abhängigkeit des Tunnelstroms vom Abstand zwischen Spitze und Probe wieder, wie sie sich auch aus realistischeren Modellen ergibt. Allerdings werden wesentliche Eigenschaften des Tunnelstroms nicht erfaßt, die Auskunft über die elektronischen Eigenschaften der Probenoberfläche geben.

Der 1960 von Bardeen entwickelte Formalismus bietet einen realistischeren Ansatz zur Beschreibung des Tunnelprozesses zwischen zwei Elektroden [9]. Er beschreibt die Tunnelleitfähigkeit durch den Überlapp der Wellenfunktionen der Tunnelelektroden in der Potentialbarriere. Dabei entkoppelt Bardeen die beiden Tunnelelektroden und verwendet die Lösungen der stationären Schrödingergleichung der getrennten Systeme. Die Transferrate wird mittels zeitabhängiger Störungstheorie erster Ordnung berechnet. Bardeen konnte zeigen, daß das Tunnelmatrixelement  $M_{\mu\nu}$  durch den Überlapp der

Wellenfunktionen beider Untersysteme an einer vollständig in der Potentialbarriere liegenden, virtuellen Trennfläche  $S$  bestimmt wird:

$$M_{\mu\nu} = \frac{\hbar^2}{2m} \int d\vec{S} \cdot \left( \psi_\mu^* \vec{\nabla} \psi_\nu - \psi_\nu \vec{\nabla} \psi_\mu^* \right) \quad (2.2)$$

Der Tunnelstrom ergibt sich nach Tersoff und Hamann [10] in diesem Formalismus dann zu:

$$I = \frac{2\pi e}{\hbar} \sum_{\mu,\nu} f(E_\mu) [1 - f(E_\nu + eV)] |M_{\mu\nu}|^2 \delta(E_\mu - E_\nu) \quad (2.3)$$

Dabei ist  $f(E)$  die Fermifunktion,  $V$  die angelegte Tunnelspannung und  $E_\mu/\nu$  die Energie des Zustandes  $\psi_{\mu/\nu}$ . Das zentrale Problem liegt hierbei in der Auswertung der Matrixelemente  $M_{\mu\nu}$ . Eine Möglichkeit dies zu erreichen wird in der Theorie von Tersoff und Hamann [10] beschrieben: Die Tunnelspitze wird in diesem Fall als eine metallische Spitze mit dem Krümmungsradius  $R$  modelliert und durch eine Wellenfunktion mit s-Wellencharakter beschrieben. Die Auswertung von Gleichung (2.3) ergibt dann:

$$I = 32\pi^3 \hbar^{-1} e^2 V \Phi^2 D_t(E_F) R^2 \kappa^{-4} e^{2\kappa R} \sum_v |\psi_v(\vec{r}_0)|^2 \delta(E_v - E_F) \quad (2.4)$$

Hier ist  $\kappa = \hbar^{-1} (2m\Phi)^{1/2}$  mit der Austrittsarbeit  $\Phi$ ,  $D_t$  die Zustandsdichte der Spitze und die Summe ist die LDOS<sup>2</sup> der Oberflächenzustände am Ort der Spitze  $\vec{r}_0$  an der Fermienergie. Das RTM mißt also in dieser Näherung die Kontur konstanter LDOS der Probe an der Fermienergie.

Erweitert man die Formel (2.4) auf sämtliche besetzte Zustände, die in unbesetzte Zustände tunneln können, dann erhält man für  $T=0$  K als Ausdruck für den Tunnelstrom [11][12][13]:

$$I \propto \int_0^{eV} \rho_s(E, x) \rho_t(E) T(E, eV, x) dE \quad (2.5)$$

Dabei ist  $\rho_s(E, x)$  die Zustandsdichte der Probe,  $\rho_t(E)$  die Zustandsdichte

---

<sup>2</sup>LDOS = local density of states

der Spitze und  $T$  der Transmissionsfaktor [13]:

$$T(E, eV, x) = e^{\left[-z(x)\sqrt{\frac{4m}{\hbar^2}(\Phi_t + \Phi_s + eV - 2e)}\right]} \quad (2.6)$$

Mit dem RTM kann man mittels Lock-In-Technik die Ableitung des Tunnelstroms nach der Tunnelspannung direkt messen. Nach Ref.[13] erhält man:

$$\frac{dI}{dV} \propto \rho_t(0) \rho_s(eV) T(eV, e) + \int_0^{eV} \rho_s(E) \rho_t(eV - E) \frac{dT(E, eV)}{dE} dE \quad (2.7)$$

Dieser Ausdruck wird linear zur LDOS der Oberfläche, wenn man die folgende Normierung durchführt [14][15][16]:

$$\frac{dI/dV}{I/V} = \frac{\rho_t(0) \rho_s(eV) + \int_0^{eV} \frac{\rho_s(E) \rho_t(eV - E)}{T(eV, eV)} \frac{dT(E, eV)}{dE} dE}{\frac{1}{eV} \int_0^{eV} \frac{\rho_s(E) \rho_t(eV - E) T(E, eV)}{T(eV, eV)} dE} \quad (2.8)$$

Der zweite Summand im Zähler und der Term im Nenner variieren nur langsam mit der Tunnelspannung, so daß die Größe  $(dI/dV)/(I/V)$  eine gute Näherung für die LDOS der Oberfläche darstellt. In den meisten Fällen ist aber bereits schon das  $dI/dV$ -Signal des Lock-In-Verstärkers eine gute Näherung für die LDOS [17]. Dieses Signal ist experimentell direkt zugänglich, ohne daß eine Normierung mit dem Tunnelstrom durchgeführt werden muß. Da Normierungen mit sehr kleinen Strömen zu Artefakten aufgrund des (digitalen) Rauschens führen können, wurde in der vorliegenden Arbeit stets das  $dI/dV$ -Signal des Lock-In-Verstärkers als ein Maß für die LDOS benutzt.

### 2.1.2 Korrugationsverstärkung

Die mit dem RTM erreichbare atomare Auflösung von Metalloberflächen ist mit dem s-Wellen-Modell von Tersoff und Hamann nicht erklärbar. Realerweisede verwendete Tunnelspitzen lassen sich durch das s-Wellen-Modell jedoch nur unzureichend beschreiben, da sie zumeist aus Übergangsmetallen wie W, Pt oder Ir bestehen. Bei ihnen bildet sich nach Chen et al. [18][19] an der Oberfläche der Spitze eine Mischung aus s- und d-Zuständen, wobei die

$d_z$ -Zustände am Fermi-niveau maßgebend für den Tunnelstrom sind. Chen errechnete für eine Al(111)-Oberfläche, die mit einem  $d_z$ -Zustand abgebildet wird, eine Korrugationsverstärkung um eine Zehnerpotenz im Vergleich zu einer Abbildung mit einem  $s$ -Zustand. Gemessene Korrugationsamplituden lagen in manchen Fällen (0.3 Å auf Au(111) [20]) sogar ein bis zwei Größenordnungen über diesen theoretischen Werten. Auch unter Berücksichtigung von speziellen Spitzenzuständen kann dies nicht erklärt werden. Nimmt man zur Beschreibung des äußersten Spitzenatoms zum Beispiel einen  $d$ -Zustand an, so muß die Spitze sehr dicht an die Oberfläche angenähert werden, um das Gitter einer Metalloberfläche auflösen zu können. In diesem Fall ist die Wechselwirkung zwischen Spitze und Oberfläche jedoch nicht mehr vernachlässigbar, und es müssen Kräfte berücksichtigt werden, wie sie in chemischen Bindungen auftreten. Diese Wechselwirkung und die damit verbundene Deformation von Spitze und/oder Probenoberfläche führen zur Verstärkung der atomaren Korrugation des Oberflächengitters. Die Korrugationsverstärkung, wie sie im RTM erreicht wird, ist bis heute nicht vollständig verstanden. Praktisch erhält man auch bei sehr kleinen Abständen zwischen Spitze und Probe nur schwer atomare Auflösung, da nur ganz spezielle Spitzenkonfigurationen dafür geeignet sind. Man kann jedoch eine derartige Konfiguration gezielt einstellen, wenn man zwischen Spitze und Probe ein Atom oder Molekül bringt. Dabei kann dieses Adteilchen stärker an die Spitze oder an die Oberfläche gebunden sein. Im letzteren Fall bestehen die Zeilen des RTM-Bildes dann aus Regelungskurven, wie sie bei der lateralen Manipulation von Adteilchen entstehen. Wünschenswert ist jedoch eine sehr schwach gebundene Spezies, die zu keiner strukturellen Veränderung der Oberfläche durch die Abbildung führt (siehe hierzu Abschnitt 6.4.1). In jedem Fall beruht die atomare Auflösung von schwach korrigierten Metalloberflächen auf einer Kombination aus Kraftmikroskopie und Tunnelmikroskopie.

### 2.1.3 Präparation der Tunnelspitze

Neben den Stabilitätseigenschaften des RTM hängt also die erreichbare Auflösung von dem Material und entscheidend von der Form der Spitze ab. Als

Spitzenmaterial sind besonders harte Metalle geeignet, die sich bei kleinen Abständen zur Oberfläche wenig verformen. Für sämtliche in dieser Arbeit gezeigten Messungen ist eine Pt/Ir-Spitze verwendet worden. Platin wird durch den Zusatz von Iridium (Anteil 20%) härter und hat zudem den Vorteil, nicht zu oxidieren. Damit kann die Spitze problemlos an Luft hergestellt werden. Dazu wird der Pt/Ir-Draht ( $\emptyset$  0.25 mm) mit einer Schere schräg abgeschnitten und während des Schnittes in Richtung des Spitzenendes gezogen. Man beabsichtigt hierdurch, daß sich die Spitze durch das Ziehen plastisch deformiert und sich Kristallsegmente längs der Gleitebenen verschieben. Im günstigen Fall erhält man dann ein Polyeder, dessen Spitze mit einem Atom terminiert ist und durch ein d-artiges Orbital beschrieben werden kann.

Wurde die Spitze im Experiment von Luft in das Vakuumsystem eingeschleust, so konnte sie entweder in der Schleuse ausgeheizt werden oder in der UHV-Kammer geheizt und gesputtert werden. Befand sich die Spitze während des Ausheizens der gesamten UHV Anlage bereits im RTM, wurden keine weiteren Schritte unternommen um Adsorbate von der Spitzenoberfläche zu entfernen. Zur weiteren Präparation konnte die Spitze mit zwei verschiedenen Techniken formiert werden. Zum einen wurde die Spitze in direkten Kontakt mit der Oberfläche gebracht und dabei eine Spannung von 100 V angelegt. Anschließend wurde die Spitze langsam aus der Oberfläche herausgezogen und die Spannung dabei sukzessive verringert. Eine solche Präparation führte in der Regel zu einer Verlängerung der Spitze um einige 100 Å. Dabei haftet die Spitze durch Adhäsion zunächst an der Oberfläche und durch den Stromfluß ( $\sim 1$  mA) wird dieser Kontakt geheizt. Beim Herausziehen bildet sich ein Schaft, der sich dehnt und schließlich abreißt. Zur feineren Formierung wurde die Oberfläche bei 1 - 2 Volt kurz mit der Spitze berührt. Dabei wurde auf der in dieser Arbeit verwendeten Ag-Oberfläche Material sowohl von als auch zur Spitze transportiert, was sich durch die Abbildung der Oberfläche nach der Formierung verifizieren läßt. Bei dem Transport von Spitzenmaterial auf die Oberfläche entsteht dabei eine Insel, im umgekehrten Fall wird ein Loch erzeugt. Auf der ebenfalls verwendeten härteren Cr-Oberfläche dagegen wurde auf der Oberfläche stets Spitzenmaterial hinterlassen. Zum Teil wurde in Verbindung mit der Ag-Oberfläche

auch die in Abschnitt 6.4 verwendete Methode zur Spitzenformierung eingesetzt. Dabei wird durch einen kurzen 10 V-Spannungspuls ein Loch in der Oberfläche erzeugt, die Spitze also mit Ag benetzt. Die zuletzt beschriebenen Techniken zur Spitzenformierung wurden sehr häufig wiederholt, bis die Spitze zufriedenstellende Abbildungsqualitäten zeigte.

## 2.2 UHV-Anlage

Bei der verwendeten UHV-Anlage, in der das aufgebaute RTM betrieben wurde, handelt es sich um ein Duplikat einer bereits existierenden Anlage, die in [6][7][21] ausführlicher beschrieben ist. Abbildung 2.2 zeigt eine Gesamtansicht der UHV-Anlage, in der die wesentlichen Komponenten bezeichnet sind. Der Rezipient läßt sich durch das in der Mitte befindliche Drehschieberventil in zwei getrennte Bereiche aufteilen. Der linke Teil dient als Präparationkammer: Hier befinden sich eine LEED-Optik<sup>3</sup>, ein Massenspektrometer, diverse Verdampfer- und Gasquellen, ein Probenregal zur Aufnahme von vier Probenhaltern, eine Sputterkanone und der Manipulator zur Probenpositionierung und zum Transfer in das RTM. Der Manipulator ist mit flüssigem N<sub>2</sub> und flüssigem He kühlbar. Die nach 20 Minuten erreichbare tiefste Temperatur beträgt etwa 30 K. Während dieser Arbeit wurde zunächst eine Sputterkanone verwendet, die bei einem stationären Gasdruck in der gesamten Präparationskammer arbeitet. Die Präparation einer Cr-Oberfläche stellt jedoch sehr hohe Anforderungen an einen möglichst geringen Restgasdruck. Für die Experimente an Cr(110) wurde daher eine Sputterkanone verwendet, die mit einem stetigen Gasfluß arbeitet. Dabei wird permanent Sputtergas (Ne oder Ar) in den Rezipienten eingelassen und mit einer Turbopumpe abgepumpt. Auf der Präparationsseite befindet sich eine Ionengetterpumpe (35 l/s) und eine einkühlbare Titansublimationspumpe, die mit der wesentlich größeren Pumpleistung als Hauptpumpe dient. Der erreichbare Enddruck im eingekühlten Zustand liegt im oberen 10<sup>-11</sup> mbar Bereich, gemessen mit einer Bayard-van-Alpert-Röhre. Abbildung 2.3 zeigt

---

<sup>3</sup>LEED = low energy electron diffraction

das Massenspektrum des Restgases bei einem Gesamtdruck von  $8 \times 10^{-11}$  mbar.

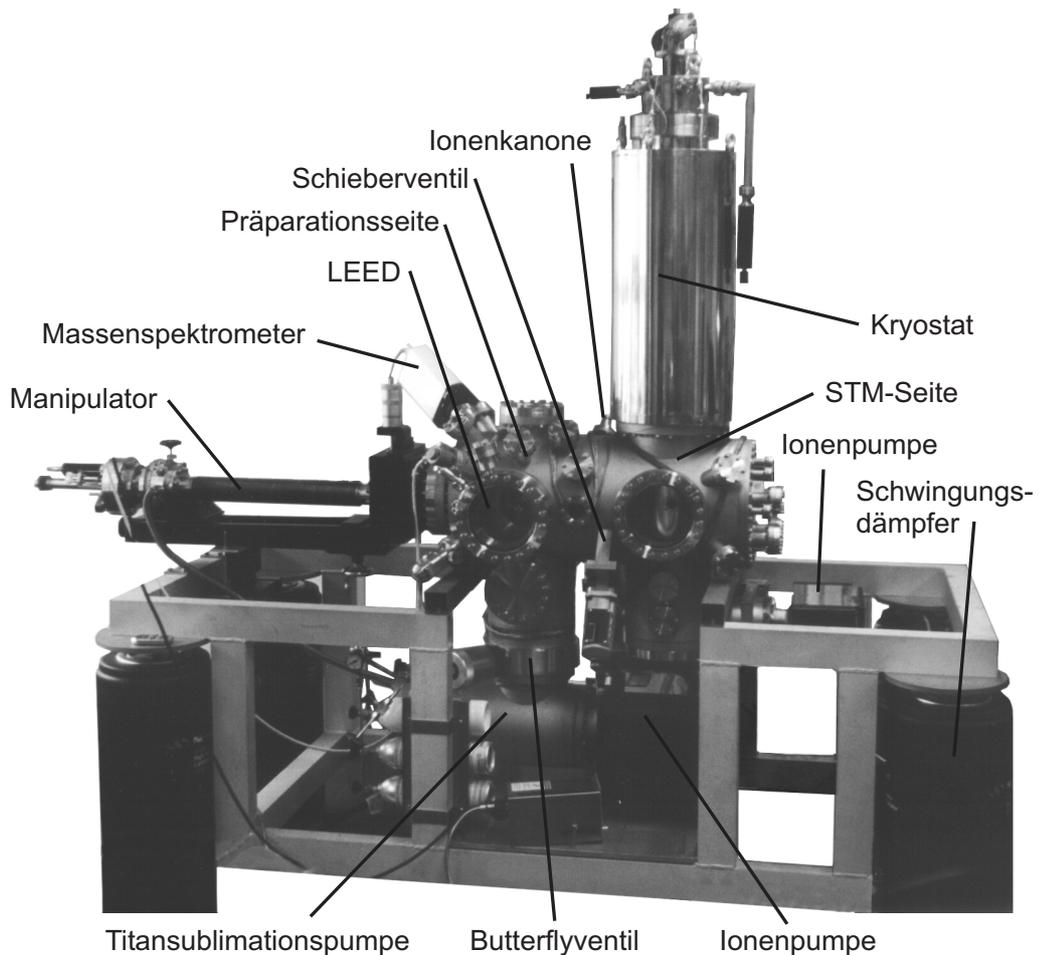


Abbildung 2.2: Gesamtansicht der verwendeten UHV-Anlage (Aufnahme aus [6]).

Über ein Schleusensystem ist ein Zugang in den Präparationsteil möglich. Er wird von einer Turbopumpe (50 l/s) gepumpt und ermöglicht es Probenhalter oder Tunnelspitzen einzuschleusen. Als Vorpumpe dient eine ölfreie Membranpumpe. Obwohl die Turbopumpe nur geringe Störungen des RTM durch Vibrationen verursacht, wurde sie zwecks optimaler Stabilität während der RTM-Messungen nicht betrieben. Die rechte Seite des Rezipienten enthält das RTM und wird von einer weiteren Ionengetterpumpe (35 l/s)

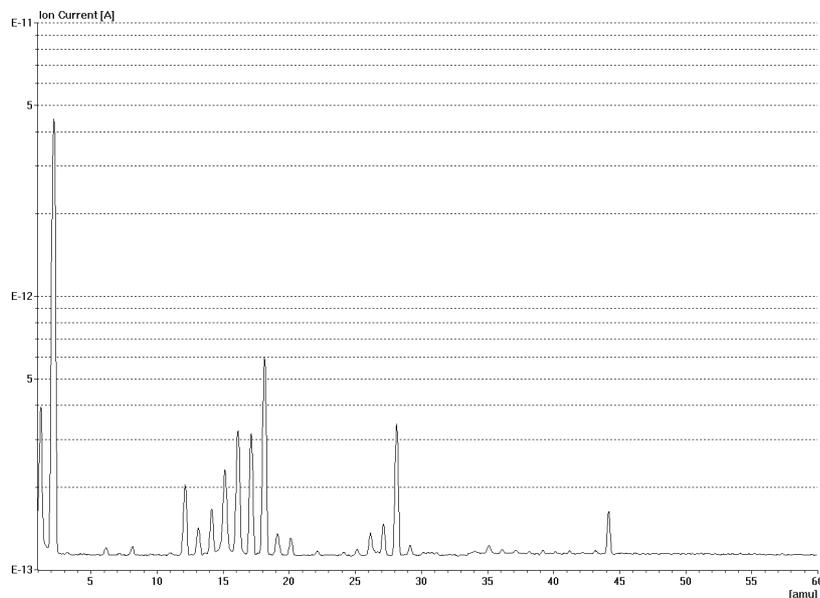


Abbildung 2.3: *Massenspektrum des Restgases im Rezipienten bei einem Gesamtdruck von  $8 \times 10^{-11}$  mbar.*

gepumpt. Im eingekühlten Zustand dienen die Oberflächen des Kryostaten zudem als sehr effektive Kryopumpen und erzeugen bei abgetrennter Präparationsseite einen Gesamtdruck im unteren  $10^{-10}$  mbar Bereich. Der Restgasdruck direkt am RTM, das vollständig von He gekühlten Strahlungsschilden umgeben ist, ist jedoch sehr viel geringer. Typischerweise zeigt sich auch nach 1 - 2 Wochen keine Kontamination der Probenoberfläche. Der Restgasdruck in diesem Teil der Anlage wurde über eine Kaltkathode gemessen um die bei einer Bayard-van-Alpert Röhre anfallende Wärmestrahlung zu vermeiden.

## 2.3 Vibrationsdämpfung

Die Stabilitätseigenschaften des RTM hängen einerseits von der Entkopplung von äußeren Störungen ab, andererseits kann der Scankopf auch thermisch und durch das Abrastern der Oberfläche selbst zu Schwingungen angeregt werden. Hier soll zunächst die Entkopplung von äußeren Störungen beschrieben werden.

Eingekoppelt werden äußere Störungen über Luft und Boden aus der Umgebung der Apparatur. Zu diesen Störungen trugen im vorliegenden Fall die Gebäudevibrationen aufgrund der Klimaanlage, Luftzug wegen der Laborbelüftung, Tischtennisplatte ein Stockwerk höher, Gebäudeschwingungen (im wesentlichen bei starkem Wind), Vakuumpumpen, Geräteventilatoren und das Umherlaufen im Labor bei. Je nach Frequenzbereich wurden diese Störungen entweder über Bodenschwingungen, Luftbewegungen oder Körperschall in die Anlage eingekoppelt. Der Luftzug aufgrund der Laborbelüftung konnte nach Einbau eines Schiebeventils beseitigt werden, ließ aber die Labortemperatur in den Sommermonaten ansteigen.

Zur Entkopplung der Anlage von Bodenschwingungen befindet sich der komplette Aufbau auf Lasertischfüßen (Fa. Newport); dies ist in Abbildung 2.2 gezeigt. Die pneumatischen Isolatoren bestehen in erster Linie aus einem Druckluftreservoir. Eine automatische Höhenregulierung und eine Zusammenführung der Druckluftreservoirs der vier Füße zu einer Dreipunktauflage sorgten für die waagerechte Ausrichtung der Anlage. Von Seiten des Herstellers wird eine vertikale Resonanzfrequenz von  $< 1.1$  Hz und eine horizontale Resonanzfrequenz von  $< 1.5$  Hz bei einer Maximallast von 3.6 t angegeben. Das Gewicht der Anlage beläuft sich auf etwa 400 kg, wodurch sich die Resonanzfrequenzen erhöhen. Sämtliche über diesen Resonanzen liegenden Frequenzen werden jedoch auf Grund der kleinen Güte dieses Schwingungssystems effektiv gedämpft.

Ein weiteres Dämpfungssystem ist der Heliumkryostat selbst. Er besteht aus einem Heliumbehälter am Ende eines dünnen Edelstahlrohres, das als Einfüllstutzen dient. Der He-Kryostat ist in Abbildung 2.4 zusammen mit dem RTM schematisch dargestellt. Der Heliumbehälter ist wie ein Pendel schwingungsfähig und hat eine gemessene Eigenfrequenz von 2 Hz. Zur Verbesserung der Entkopplung von äußeren Störungen wurde als Neuerung am Boden des Heliumbehälters eine Wirbelstromdämpfung angebracht. Die Stärke der Dämpfung kann von außen über Justageschrauben des Heliumkryostaten eingestellt werden. Diese Dämpfung verringerte die Amplitude von niederfrequenten Störungen um einen Faktor 5. Die Einkopplung von äußeren akustischen Störungen, sowie Störungen, die durch das Sieden des

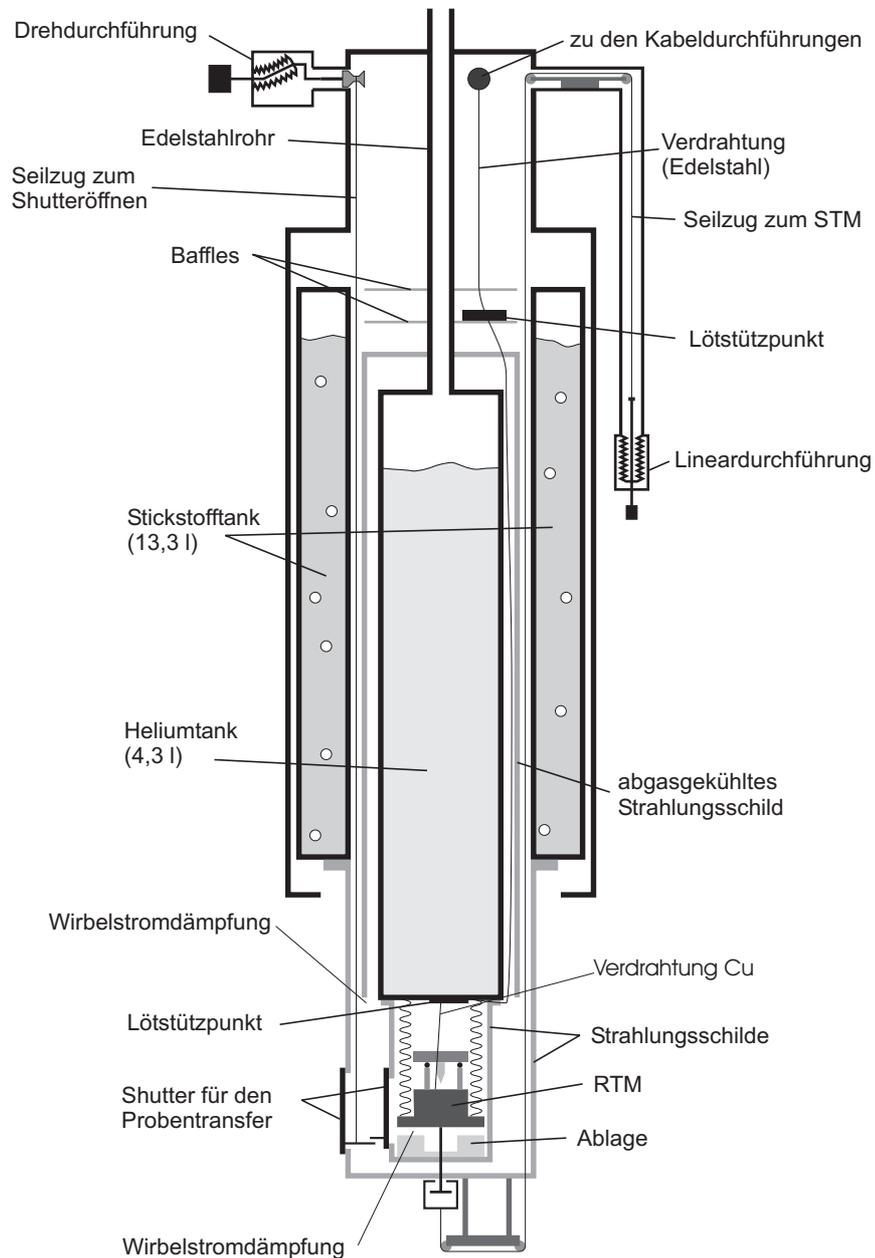


Abbildung 2.4: Das Schema zeigt den N<sub>2</sub>- und He-Kryostaten, an dessen unterem Ende sich das RTM befindet.

flüssigen N<sub>2</sub> im äußeren Kryostaten entstehen, wird durch das dünnwandige Edelstahlrohr effektiv verhindert.

Zur weiteren Dämpfung ist schließlich das RTM selbst an drei Edelstahl-

federn am Boden des Heliumbehälters aufgehängt. Damit kann es eine Pendelbewegung, eine Torsionsschwingung um die vertikale Achse und Torsionsschwingungen um horizontale Achsen ausführen. Drei unterhalb der Grundplatte angebrachte Magnete dämpfen diese Bewegungen effektiv. Die Pendelschwingung an den Edelstahlfedern hat eine Resonanzfrequenz von 2 Hz und koppelt damit problematischerweise an die Pendelbewegung des Heliumkryostaten an. In der Tat traten die niederfrequenten Störungen ( $\sim 2$  Hz) in der Form von Schwebungen auf, wie es für gekoppelte Pendel zu erwarten ist. Quelle dieser Störungen waren Gebäudeschwingungen (im wesentlichen bei starkem Wind) und Vibrationen, verursacht durch die Klimaanlage. Diese wurde nachts jedoch nicht betrieben, so daß dann die beste Qualität erzielt werden konnte.

Die elektrischen Zuleitungen des RTM, die aus Kupferdrähten mit einem Durchmesser von 0.075 mm bestehen, werden mechanisch auf der Grundplatte abgefangen. Dies erwies sich als notwendig, um eine wesentliche Reduzierung von äußeren Störungen zu Erzielen. Zur Optimierung der Kühlleistung wurde schließlich eine Kühllitze aus Ag-Drähten (Reinheit 99.99%, gegläht) zwischen RTM und He-Kryostat angebracht. Um bei konstantem Gesamtquerschnitt die Steifigkeit möglichst gering zu halten, besteht diese Litze aus nicht verflochtenen Einzeldrähten. Die Litze wurde näherungsweise in einem Halbkreis geführt, um vergleichbare Kraftkonstanten in horizontaler und vertikaler Richtung zu erhalten. [22]. Nach diesen Maßnahmen beeinträchtigte der Einsatz der Litze die Qualität der Messungen nicht, verbesserte jedoch das Kühlverhalten erheblich (siehe hierzu Abschnitt 2.5).

Insgesamt ist das aufgebaute RTM wenig empfindlich auf äußere Störungen. Damit kann ein normaler Meßbetrieb gewährleistet werden, ohne Verhaltens Einschränkungen für andere Personen im Labor. Äußere akustische Störungen des RTM sind praktisch nicht detektierbar. Verbleibende niederfrequente Störungen können effektiv durch einen speziellen Filter nachträglich aus Bilddaten entfernt werden (siehe Anhang A).

## 2.4 Das Rastertunnelmikroskop

Das Mikroskop ist im Detail in Abbildung 2.5 dargestellt. Abbildung 2.6 zeigt eine schematische Seitenansicht des Mikroskops. Zur Positionierung der Tunnelspitze ist es erforderlich, zunächst eine Grobannäherung durchführen zu können. Sie hat so lange zu erfolgen, bis ein meßbarer Tunnelstrom einsetzt. Anschließend kann der Abstand zwischen Spitze und Probe über eine Regelung konstant gehalten werden, um die Oberfläche abzurastern. Im Prinzip kann die Grobannäherung bei tiefen Temperaturen mechanisch über differentielle Federn [23] erfolgen. Üblicher sind jedoch Anordnungen, die Piezosysteme verwenden. Eines der ersten Systeme, das zugleich weit verbreitet ist, wurde von Besocke entwickelt [24][25]. Tieftemperatur-RTM vom Besocke-Typ sind u.a. in [26][5][7] beschrieben.

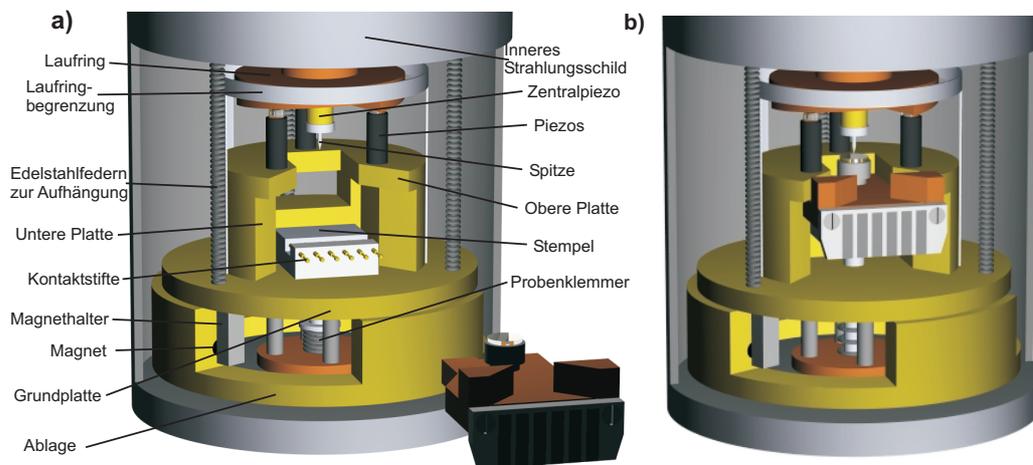


Abbildung 2.5: Darstellung des Rastertunnelmikroskops, **a)** vor dem Proben-transfer und **b)** mit der Probe in Tunnelposition (aus [6]).

Der in dieser Arbeit aufgebaute Scanner arbeitet zur Grobannäherung nach dem oben erwähnten Besocke Prinzip. Auf eine Kupferplatte (obere Platte) sind drei segmentierte Piezoröhrchen aufgeklebt, die über Saphirkugeln den Laufring tragen. An die einzelnen Segmente 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 ei-

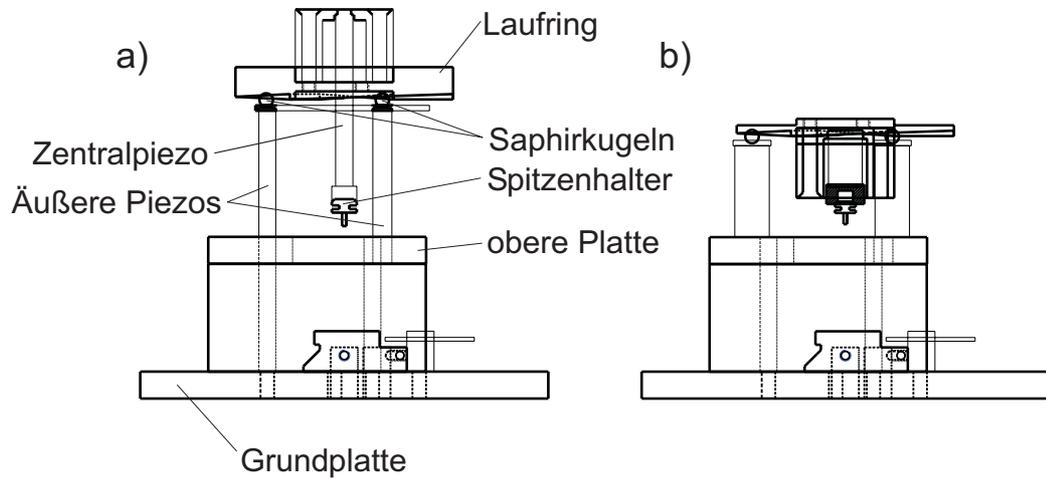


Abbildung 2.6: Seitenansicht des RTM mit den beiden aufgebauten Scannern. Die Gesamthöhe des ersten Scanners **a)** konnte in der zweiten Ausführung **b)** reduziert werden und verringerte die Anfälligkeit gegenüber äußeren Störungen. Die Optimierung des Piezosystems erhöhte die Stabilität des Scanners.

ner abrupten Änderung der Auslenkung kann der Lauf ring auf Grund seiner Trägheit nicht folgen. Wiederholt man diese Bewegungsabfolge periodisch, so resultiert daraus effektiv eine Verschiebung des Lauf rings. Die Unterseite des Lauf rings, die auf den Saphirkugeln aufliegt, weist ebene Rampen auf, die als drei  $120^\circ$ -Segmente mit einer Neigung von  $2^\circ$  ausgeführt sind. An dem Lauf ring ist der Zentralpiezo angebracht, an dessen Ende sich die Tunnel spitze befindet. Bei einer Rotation führt der Zentralpiezo und somit die Tunnel spitze eine vertikale Bewegung aus. Dies führt zu einer Änderung des Abstandes der Spitze zur Probenoberfläche und dient der Grobannäherung, der maximale Hub beträgt 0.8 mm. Der Lauf ring kann durch entsprechende Ansteuerung auch eine Translation ausführen, der maximal lateral abfahrbare Durchmesser beträgt dabei 8 mm.

Besonders kritisch ist die Ausführung der Rotationsbewegung. Hier sind die Haft- und Gleitreibung zwischen den Saphirkugeln und dem Lauf ring, die Trägheit des Lauf rings sowie das Bewegungsprofil der Piezos die relevanten Parameter. In der Ausführung des Lauf rings wurden die Segmente nach dem Fräsen poliert ( $3 \mu\text{m}$  Körnung)<sup>4</sup>. Es wurden mehrere Lauf ringe aus

<sup>4</sup>Eine Politur mit  $1 \mu\text{m}$  Körnung (optischer Hochglanz) verminderte die Haftreibung

Kupfer und Aluminium gefertigt. An beiden Materialien kommt es durch die Saphirkugeln<sup>5</sup> zu einem geringen Abrieb. Dieser Verschleiß führte aber zu keiner Beeinträchtigung des Betriebs.

Als Parameter des Bewegungsprofils kann die Frequenz und die Amplitude der periodisch ausgeführten Bewegung gewählt werden. Eine falsche Wahl führt entweder zur Bewegungslosigkeit oder zu einem unkontrollierten Rutschen des Laufrings. Das Profil der angelegten Spannungen bestimmt die Ortskurve der Piezoenden, und damit (im Fall der Mitbewegung des Laufrings) die ausgeübte Beschleunigungskraft. Ein Sägezahnprofil ist die einfachste Realisierung des Bewegungsprofils, jedoch wird die maximal übertragbare Haftkraft nur optimal von einem parabolischen Profil ausgeführt. Die Verwendung eines parabolischen Profils erbrachte gegenüber einem Sägezahnprofil eine Erhöhung der maximalen Rotiergeschwindigkeit um 30%.

### 2.4.1 Eigenschwingungen des Scanners

In dieser Arbeit wurden zwei verschiedene Scanner aufgebaut, die in Abbildung 2.6 schematisch in einer Seitenansicht zu sehen sind. Die technische Ausführung des ersten Scanners zeigt Abbildung 2.7. Die drei äußeren Piezos<sup>6</sup> in a) sind mit einem Al-Ring verbunden, um die Steifigkeit zu erhöhen. Der Ring selbst wird durch Ag-Drähte gekühlt. Die maximale laterale Auslenkung der äußeren Piezos beträgt 20  $\mu\text{m}$  bei einer Spannung von  $\pm 180$  V bei 300 K und 4  $\mu\text{m}$  bei 4 K. Der Ring verringert die Auslenkung gegenüber Herstellerangaben um 30 %. In Abbildung 2.7 b) ist der Laufring mit dem Zentralpiezo<sup>7</sup> abgebildet. Die Elektroden dieses Piezos sind für verschieden große Abbildungsbereiche im Längenverhältnis 1:2 unterteilt. Bei Zusammenschluß der Elektroden erreicht man eine maximale laterale Auslenkung von 70  $\mu\text{m}$  bei einer Spannung von  $\pm 180$  V bei 300 K und von 13  $\mu\text{m}$  bei

---

hingegen so weit, daß eine Rotation nicht mehr möglich war.

<sup>5</sup>Saphir ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) ist die fünfhärteste Substanz nach Diamant, Borazon, Borcarbid und Carborund.

<sup>6</sup>Fa. Stavely Sensors EBL#2: Länge 25.4 mm, Durchmesser 3.2 mm und Wandstärke 0.5 mm.

<sup>7</sup>Fa. Stavely Sensors EBL#2: Länge 31.8 mm, Durchmesser 3.2 mm und Wandstärke 0.25 mm.

4 K. Mit diesem für ein RTM ausgesprochen großen Scanbereich wird der Anschluß an optische Mikroskopiertechniken erreicht. Aufgrund kapazitiver

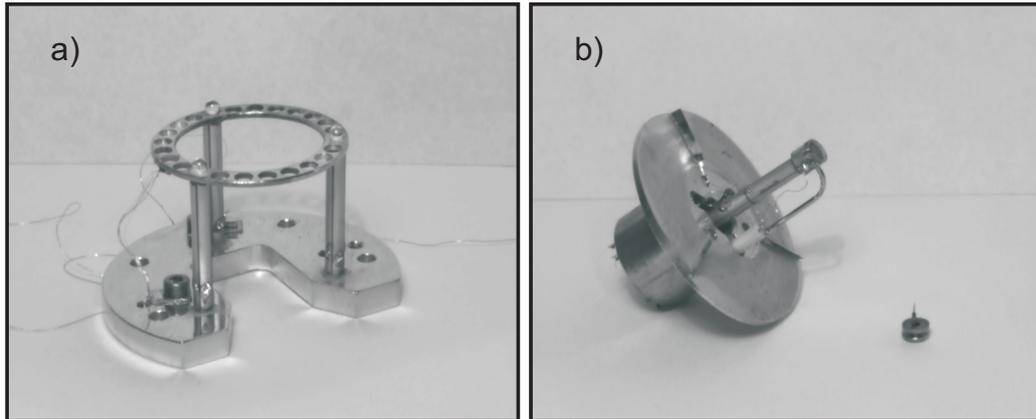


Abbildung 2.7: Abbildung der Komponenten des ersten aufgebauten Scanners. **a)** Die Grundplatte mit den drei äußeren Piezos, die mit einem Al-Ring verbunden sind und **b)** der Laufring mit dem Zentralpiezo. Die Spitze ist *in-situ* austauschbar, der Spitzenhalter wird durch einen Magneten gehalten.

Kopplung werden üblicherweise für die laterale Positionierung der Tunnelspitze die äußeren Piezos und für die Abstandsregelung zur Probenoberfläche der Zentralpiezo verwendet. Die Spitze ist *in-situ* austauschbar und der Spitzenhalter aus Ni wird von einem Magneten gehalten. Die hohe Permeabilität des Spitzenhalters sorgt dabei für eine Abschirmung des Magnetfeldes längs der Piezoachse. Die Möglichkeit zum Spitzenaustausch erlaubt es außerdem die Spitze zu heizen (Elektronenstoßheizung,  $T > 1200$  K), zu sputtern und zu bedampfen. Der Austausch der Spitze kann auch bei tiefen Temperaturen erfolgen und benötigt einen Zeitraum von etwa 10 Minuten.

Bei der Auslegung eines Scanners muß eine hohe Stabilität und eine möglichst große Steifigkeit erzielt werden. Ein kleiner und kompakter Besocke-Scanner besitzt zwar hohe Eigenresonanzen, die Möglichkeit zu rotieren setzt aber eine ausreichende Amplitude (experimentell bestimmter Wert  $0.85 \mu\text{m}$ ) voraus. Dadurch ist der Miniaturisierung eine Grenze gesetzt. Die laterale

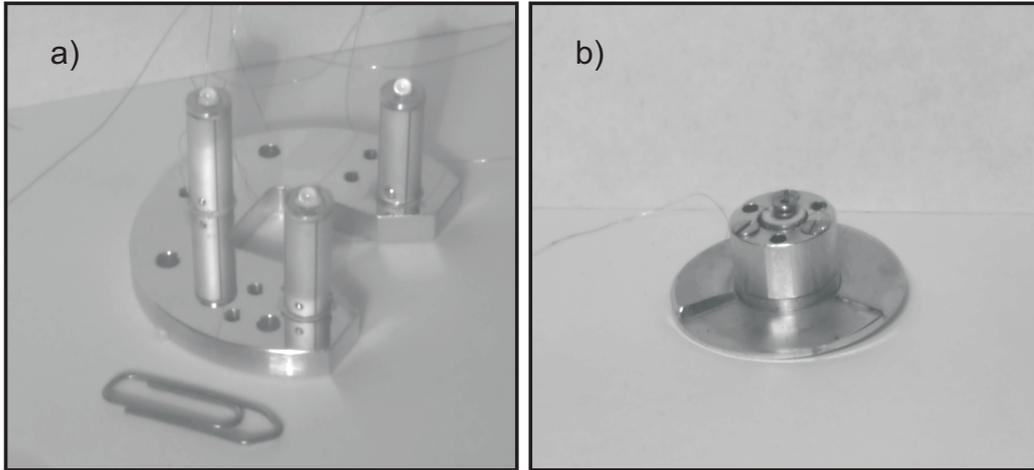


Abbildung 2.8: Der zweite der beiden aufgebauten Scanner. **a)** Die Grundplatte mit den drei äußeren Piezos, hier wurde der Durchmesser der Piezos verdoppelt und die Länge um einen Faktor  $1/\sqrt{2}$  verkürzt. **b)** Der Laufring mit dem Zentralpiezo: Die Spitze ist wieder *in-situ* austauschbar, der Piezo ist elektrisch und gegen Wärmestrahlung abgeschirmt.

Auslenkung der Piezoenden nach Herstellerangaben ist:

$$\Delta x \propto \frac{UL^2}{(D+d)(D-d)} \quad (2.9)$$

Hier ist  $U$  die angelegte Spannung,  $D$  der äußere und  $d$  der innere Durchmesser des Piezos und  $L$  die Länge des Piezos. Die Resonanzfrequenz der horizontalen Schwingungsmode eines Besocke Systems ist nach [27]:

$$f_H \propto \sqrt{\frac{D^4 - d^4}{L^3 M}} \quad (2.10)$$

Hier ist mit  $M$  die Masse des Lauftrings bezeichnet. Da die erreichte Auflösung des ersten Scanners zunächst unbefriedigend war, wurde zur Erhöhung der Eigenfrequenzen die Masse des Lauftrings von 40 g (Material: Kupfer) auf 22 g reduziert. Die Resonanzen des Scanners wurden gemessen, indem an eine Elektrode eine Wechselspannung zur Anregung angelegt und die Spannung der gegenüberliegenden Elektrode in Abhängigkeit der Frequenz aufgenommen wurde (letztere ist proportional zur Auslenkung). Durch unterschied-

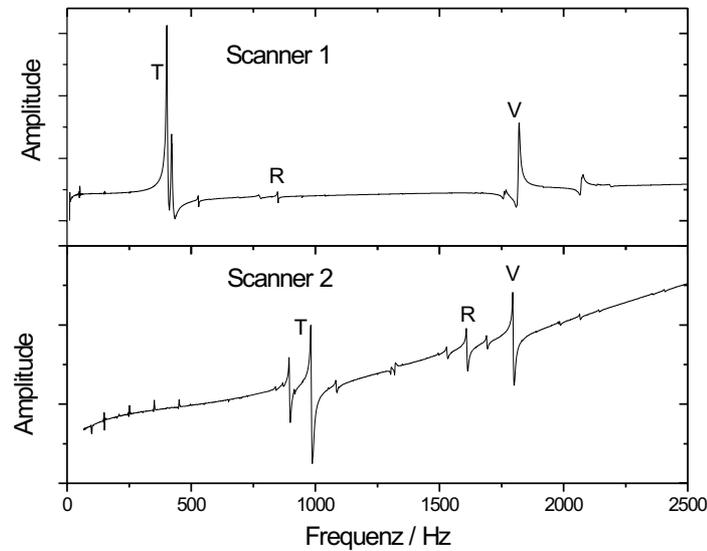


Abbildung 2.9: Die Amplitude des angeregten Scanners ist in Abhängigkeit der Frequenz der Anregung aufgetragen. Gemessen wurde hier in einer Elektrodengeometrie wie sie für eine Translation des Laufrings verwendet wird. Im Spektrum bezeichnet T eine horizontale Biegeschwingung, R eine Rotationschwingung und V eine vertikale Schwingungsmode.

liche Wahl von Anregungs- und Detektionsgeometrie können verschiedene Schwingungsmoden vermessen werden. Das Spektrum des ersten Scanners mit dem Al-Laufring ist in Abbildung 2.9 oben zu sehen. Hier wurde eine Elektrodengeometrie gewählt, die eine horizontale Biegeschwingung anregt. Sie besitzt die niedrigste Resonanzfrequenz des Scanners. Durch mechanische Kopplung regt man auf diese Weise auch stets weitere Moden an, die höhere Frequenzen besitzen und durch Variation der Meßanordnung identifiziert werden können. Die Messungen in Abbildung 2.9 wurden bei einer Temperatur von 6 K durchgeführt, die Resonanzen verändern ihre Position bei 300 K jedoch praktisch nicht. Im Gegensatz dazu verkleinern sich die Piezokonstanten um einen Faktor 5, wenn man von 300 K auf 4 K abkühlt. Mit der Randbedingung einer Mindestauslenkung der Piezos von  $\Delta x \geq 0.84 \mu\text{m}$  zum Einsatz der Rotation muß ein Scanner für tiefe Temperaturen also größer dimensioniert werden als für Raumtemperatur und hat damit tiefere

Resonanzfrequenzen.

Da mit dem ersten Scanner auch nach Verringerung der Laufringmasse keine atomare Auflösung erzielt werden konnte, wurde ein zweiter Scanner aufgebaut. Für eine Erhöhung der Resonanzfrequenzen sollten die Abmessungen der Piezos unter der Berücksichtigung einer Mindestauslenkung für die Rotation optimiert werden. Für ein konstantes Verhältnis  $L/D$  erhält man nach Gleichung 2.9 näherungsweise stets dieselbe Auslenkung. Die horizontale Resonanzfrequenz skaliert nach Gleichung 2.10 jedoch näherungsweise mit  $\sqrt{D} \cdot (D/L)^{3/2}$ , so daß eine Vergrößerung des Piezodurchmessers bei konstantem  $L/D$  günstiger ist. Unter Berücksichtigung konstruktiver Randbedingungen wurde der Durchmesser verdoppelt und die Länge um einen Faktor  $1/\sqrt{2}$  verkürzt<sup>8</sup>. Dieser zweite Scanner ist in Abbildung 2.8 zu sehen. Zusätzlich wurde die Masse des Laufrings auf 14 g reduziert (Material: Aluminium) und der Zentralpiezo<sup>9</sup> verkürzt. Die Resonanzfrequenzen sind im Spektrum in Abbildung 2.9 unten zu sehen. Die Frequenz der horizontalen Biegeschwingung hat sich auf 900 Hz erhöht. Die schwachen Resonanzen bei ganzzahlig Vielfachen von 50 Hz sind elektronischer Ursache und meßtechnisch bedingt. Ursache des linearen Anstiegs des Amplitudenverlaufs ist die um einen Faktor 2.2 erhöhte Kapazität der Piezos. Während die Resonanzen des ersten Scanners nahe theoretisch zu erwartender Werte liegen, ergibt sich beim zweiten Scanner eine Diskrepanz. Hier sollte die niedrigste Resonanz größer als 2 kHz sein. Ähnliche Abweichungen von der Theorie wurde auch an anderen Besocke-Scannern gemessen [27]. Als mögliche Ursache wurde die Anregung von Schwingungen des Laufrings gegen die Auflage auf Grund eines geringen Anpressdrucks genannt. Die Reduzierung der Laufringmasse hätte in diesem Fall also zu einer Herabsetzung der Resonanzfrequenz geführt.

Bei dem zweiten Scanner wurde Wert auf eine Reduzierung der Gesamthöhe gelegt, wie in Abbildung 2.6 im Vergleich zu erkennen ist. Wird das gesamte RTM durch äußere Störungen zu einer Torsionsschwingung um eine horizontale Achse (durch den Massenschwerpunkt) angeregt, reduziert man

---

<sup>8</sup>Fa. Stavelly Sensors EBL#2: Länge 18.5 mm, Durchmesser 6.4 mm und Wandstärke 0.5 mm.

<sup>9</sup>Fa. Stavelly Sensors EBL#2: Länge 10.3 mm, Durchmesser 6.4 mm und Wandstärke 0.5 mm.

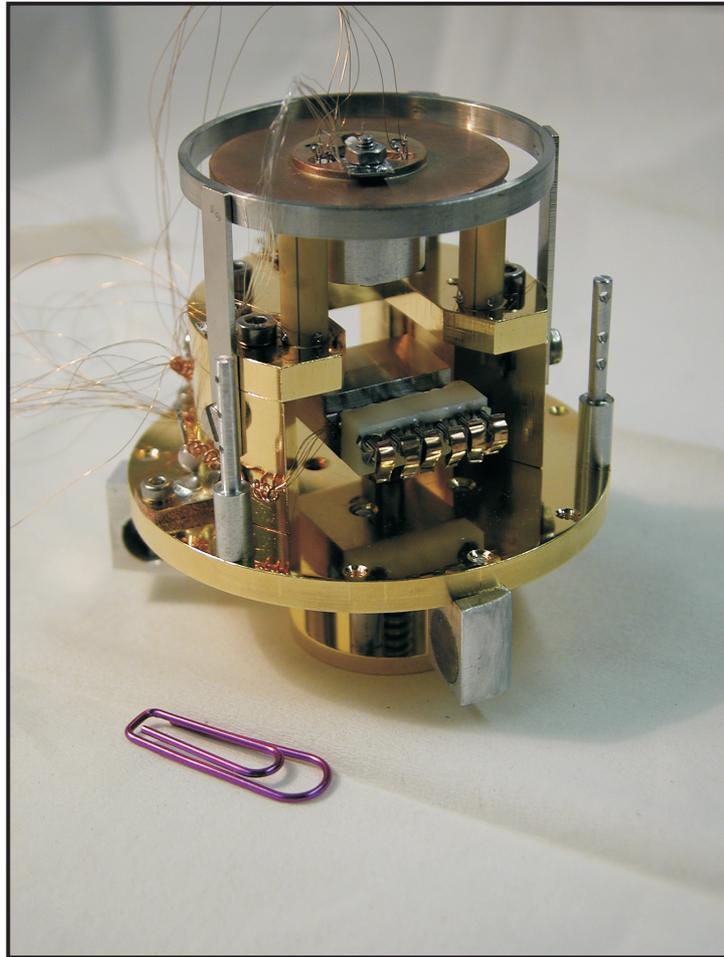


Abbildung 2.10: *Gesamtansicht des RTM mit dem zweiten Scanner.*

so die angreifenden Drehmomente auf den Laufring und verbessert die Entkopplung von niederfrequenten Störungen.

Der zweite Scanner erwies sich im Betrieb als wesentlich stabiler und weniger anfällig auf äußere mechanische Störungen, als der erste Scanner. Es wurde atomare Auflösung auf verschiedenen dichtgepackten Metalloberflächen erzielt (Abb. 5.5 und Abb. 6.9). Unter guten Bedingungen wurde eine vertikale Auflösung von  $\Delta z_{\parallel} < 0.2$  pm parallel zur Rasterrichtung und  $\Delta z_{\perp} < 1$  pm senkrecht zur Rasterrichtung bei 6 K erreicht. Eine Gesamtansicht des RTM mit dem zweiten Scanner ist in Abbildung 2.10 gezeigt.

## 2.5 Temperaturverhalten

Wesentliche Charakteristika eines Tieftemperatur-RTMs sind die möglichen Betriebstemperaturen, die Zeitkonstanten zum Erreichen dieser Temperaturen und der Kühlmittelverbrauch. Die Verbesserung dieser Eigenschaften gegenüber den bereits in der Arbeitsgruppe existierenden Tieftemperatur-RTM war eine der Zielsetzungen dieser Arbeit.

Die Kühlung des Mikroskopes erfolgt über einen Badkryostaten (Fa. Oxford Instruments), der aus zwei voneinander getrennten wärmeisolierten Behältern besteht (siehe Abb. 2.4). Der innere Kryostat kann mit 4,3 l flüssigem Helium und der äußere Kryostat mit 13,3 l flüssigem Stickstoff gefüllt werden. Am unteren Ende beider Kryostate befinden sich polierte Strahlungsschilde (Material: Aluminium, Reinheit 99%), die das Mikroskop umgeben. Zwei Fenster in den Strahlungsschilden ermöglichen den direkten optischen Zugang zur Probe. Zwischen den beiden Kryostaten ist zur Verbesserung der thermischen Isolation ein heliumabgasgekühltes Strahlungsschild angebracht. Der Heliumverbrauch beträgt 40 l/h  $\text{He}_g$ , so daß der Heliumkryostat erst nach 74 Stunden erneut gefüllt werden muß. Dagegen muß die Füllung des Stickstoffkryostaten bereits nach 48 Stunden erfolgen. Die Temperatur des Kryostaten und des Mikroskopes werden mit einer Halbleiterdiode (Fa. Lakeshore, DT471) gemessen.

Zum Abkühlen des Mikroskopes werden zunächst beide Kryostate mit flüssigem Stickstoff gefüllt. Der zeitliche Verlauf der Temperatur am inneren Kryostaten und am Mikroskop ist in Abbildung 2.11 gezeigt. Nach weniger als drei Stunden hat das Mikroskop ebenfalls die Temperatur des Kryostaten angenommen und die Kühlung des inneren Kryostaten kann mit flüssigem Helium erfolgen. Das Temperaturgleichgewicht ist dann nach weiteren zwei Stunden erreicht. Insgesamt benötigt der Abkühlvorgang also nur weniger als fünf Stunden. Im Vergleich dazu benötigte der Abkühlvorgang bei den Vorgängermodellen noch rund 24 Stunden. Die Reduzierung der Abkühlzeit wurde durch eine Optimierung der Wärmeübergänge zwischen den einzelnen Komponenten des Mikroskopes und des inneren Strahlungsschildes erzielt. Wärmeübergänge zwischen zwei Körpern zeigen eine starke Abhängigkeit

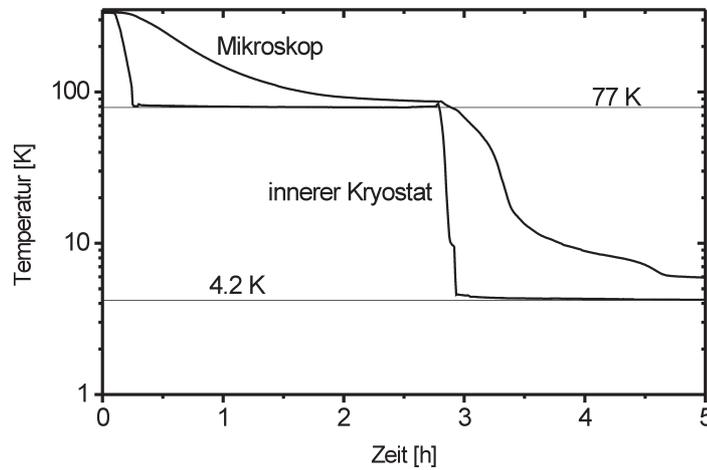


Abbildung 2.11: Temperaturverlauf am inneren Kryostaten und am Mikroskop beim Abkühlen. Nach weniger als drei Stunden nach dem Befüllen mit flüssigem Stickstoff kann die Kühlung mit flüssigem Helium erfolgen. Die Gleichgewichtstemperatur ist insgesamt bereits nach weniger als fünf Stunden erreicht.

von der Rauigkeit und der Verformbarkeit der Oberflächen. Darüberhinaus ist der Wärmewiderstand zwischen zwei Körpern bei tiefen Temperaturen proportional zur Anpresskraft [28]. Zur Verbesserung der Wärmeübergänge wurden daher einerseits die Kontaktflächen poliert und anschließend vergolddet, andererseits wurden durch die Verstärkung der Schraubverbindungen und den Einsatz steiferer Federn die Anpresskräfte vergrößert.

Während des Abkühlvorganges und für den Proben transfer wird das Mikroskop auf eine Ablage heruntergezogen (siehe Abb. 2.4) und ist in dieser Position thermisch gut angekoppelt. Für den Messbetrieb wird das RTM losgelassen und hängt dann an den Edelstahlfedern. Die Kühlung im frei hängenden Zustand erfolgt über die elektrischen Zuleitungsdrähte der Piezos. Die Zuleitungsdrähte sind zur thermischen Isolation über zwei Lötstützpunkte aus dem Kryostaten geführt (siehe Abb. 2.4). Zwischen Mikroskop und dem Lötstützpunkt am Kryostaten wurden für eine gute thermische Ankopplung Cu-Drähte ( $\varnothing 50 \mu\text{m}$ ) und zwischen Lötstützpunkt und Vakuumdurchführung für einen möglichst geringen Wärmeaustausch Edelstahldrähte ( $\varnothing 75 \mu\text{m}$ ) verwendet.

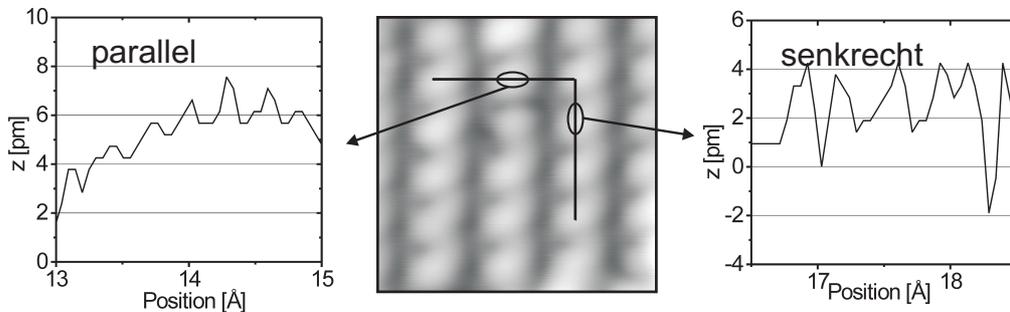


Abbildung 2.12: Ausschnitt einer rekonstruierten Facette auf der  $Cr(110)$ -Oberfläche ( $50 \text{ \AA} \times 50 \text{ \AA}$ ,  $I = 1 \text{ nA}$ ,  $U = +375 \text{ mV}$ ,  $T = 145 \text{ K}$ ). Linienscans parallel und senkrecht zur Rasterichtung demonstrieren in den Ausschnittsvergrößerungen das Auflösungsvermögen bei diesen Temperaturen.

Zu Beginn dieser Arbeit betrug die tiefste erreichbare Temperatur der bereits existierenden Tieftemperatur-RTM  $15 \text{ K}$ . Diese Temperatur stellt sich durch das Gleichgewicht zwischen eintreffender Wärmestrahlung und die durch die Zuleitungsdrähte abfließende Wärmemenge ein. Um die Strahlungslast zu verringern, wurde die Kühlung der Shutter verbessert und die Durchführung des Zugmechanismus optimiert. Damit konnte eine Gleichgewichtstemperatur von  $9 \text{ K}$  erreicht werden. Eine weitere Absenkung der Temperatur auf  $6.5 \text{ K}$  wurde durch die Schwärzung der Innenseite des Heliumkryostaten mit Graphit erreicht. Das Mikroskop ist hochpoliert und vergoldet und kann so eintreffende Wärmestrahlung reflektieren. Die Reflektierte Strahlung trifft dann auf die geschwärzte Innenseite des kälteren Kryostaten und wird dort absorbiert. Zwar erhöht sich durch die Schwärzung mit Graphit auch die Emission des Kryostaten, da dieser jedoch kälter ist als das Mikroskop, verringert man insgesamt die Strahlungslast. Eine Verdopplung der Glasdicke auf  $4 \text{ mm}$  (Material: Duran<sup>10</sup>) zur Erhöhung der IR-Absorption hatte dann nur noch eine geringe Erniedrigung der Temperatur zur Folge, genauso wie die Bedampfung der Fenster mit Metall zur Verbesserung der Reflektion im IR. Um die Temperatur weiter abzusenken wurde eine Litze zwischen Heliumkryostat und Mikroskop angebracht. Die zu überbrückende

<sup>10</sup>Duran ist gewöhnliches Fensterglas und besteht aus amorphem  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ , es ist im IR nicht transparent.

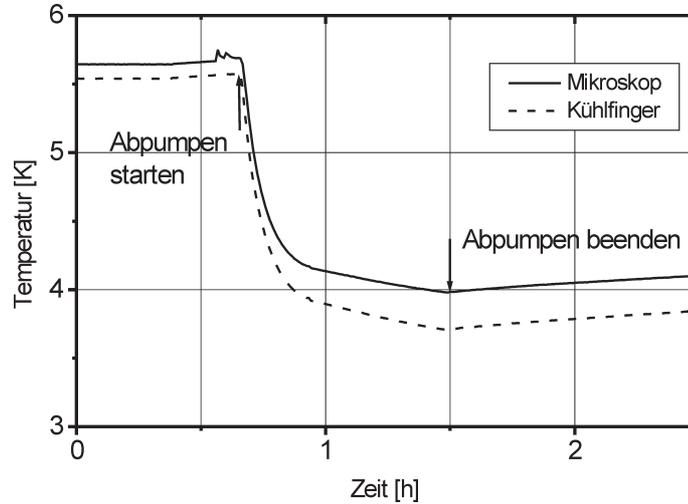


Abbildung 2.13: Durch Abpumpen des Heliumkryostaten kann die Temperatur weiter abgesenkt werden.

Die Distanz zwischen Kryostat und Mikroskop wurde verringert, indem ein Kühlfinger aus hochreinem Kupfer am unteren Ende des Kryostaten angebracht wurde. Der von der Litze zu überbrückende Abstand zwischen Kühlfinger und Mikroskop beträgt damit  $\sim 20$  mm und die Länge der Litze nur 40 mm (50 Ag-Drähte mit  $\varnothing 50 \mu\text{m}$ , Reinheit 99.99%, gegläht). Die Basistemperatur des Mikroskops bei Kühlung mit flüssigem Helium konnte so auf 5.6 K abgesenkt werden. Der Einsatz der Litze hat aber noch einen weiteren Vorteil. Während das Erreichen des Temperaturgleichgewichts nach einem Proben-transfer ohne Litze noch mehrere Stunden dauerte, kann mit Litze praktisch sofort nach dem Proben-transfer mit den Messungen begonnen werden.

Das Mikroskop ist über eine Zener-Diode heizbar und somit kann die Betriebstemperatur bis 300 K variabel eingestellt werden. Abbildung 2.12 demonstriert die hohe Stabilität selbst bei einer Temperatur von 145 K. Während der gezeigten Messung wurde der innere Kryostat mit Helium gekühlt, dessen Verbrauch sich durch die Heizung (ohne Litze) auf 120 l/h  $\text{He}_g$  erhöhte. Das senkrechte Auflösungsvermögen beträgt selbst bei diesen Temperaturen parallel zur Rasterrichtung noch  $\Delta z_{\parallel} \approx 1$  pm und senkrecht dazu etwa  $\Delta z_{\perp} \approx 2$  pm (zum Vergleich bei  $T = 6$  K:  $\Delta z_{\parallel} < 0.2$  pm und  $\Delta z_{\perp} < 1$  pm).

Durch Abpumpen des Heliumkryostaten kann die Basistemperatur noch

weiter abgesenkt werden. Abbildung 2.13 zeigt den zeitlichen Verlauf der Temperatur bei der Verwendung einer Vorvakuumpumpe ( $16 \text{ m}^3/\text{h}$ ). Nach 1.5 Stunden Pumpzeit ist die Temperatur des Mikroskops um 1.6 K abgesunken, dabei wurden etwa 2 Liter flüssiges Helium verbraucht. Für die Messungen mit dem RTM wurde die Pumpe ausgeschaltet. Das erzeugte Vakuum wird durch einen 50 l Behälter gepuffert und bewirkt, daß die Temperatur lediglich um 0.1 K pro Stunde ansteigt.

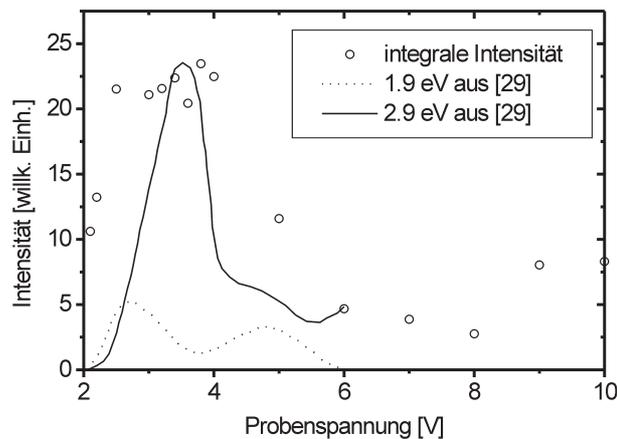


Abbildung 2.14: Die integrale Lichtintensität des spitzeninduzierten Oberflächenplasmons ist hier in Abhängigkeit der Tunnelspannung auf der Ag(111)-Oberfläche bei  $T=8 \text{ K}$  gemessen worden [29].

Zusammenfassend wurde also ein hochstabiles RTM aufgebaut, dessen Betriebstemperatur zwischen 4 K und 300 K variiert werden kann. An dieser Stelle sei betont, daß im gesamten Temperaturintervall der direkte optische Zugang zur Probenoberfläche während der Messungen möglich ist. Dieser optische Zugang führt zwar zu einer kleinen Temperaturdifferenz zwischen Probe und Mikroskop (siehe Kapitel 3), ermöglicht aber vor allem die Kombination des Tieftemperatur-RTM mit optischen Methoden. Diese Option wurde zur Detektion der Lichtemission des spitzeninduzierten Oberflächenplasmons auf der Ag(111)-Oberfläche ausgenutzt. Abbildung 2.14 zeigt die aufgenommene integrale Lichtintensität in Abhängigkeit der Tunnelspannung. Die durchgezogenen Linien sind Messungen bei 300 K auf einem polykristallinen Ag-Film bei zwei verschiedenen Photonenergien aus [29]. Für eine Diskus-

sion dieses Effektes sei auf Ref. [29] verwiesen. Die Möglichkeit das aufgebaute Tieftemperatur-RTM mit optischen Methoden zu kombinieren konnte hier demonstriert werden und bietet eine Vielzahl an Möglichkeiten für zukünftige Experimente. So ist die Kombination des Tieftemperatur-RTM mit Synchrotronstrahlung oder Femtosekundenlaserspektroskopie durch diesen optischen Zugang möglich und für die Zukunft geplant [30].