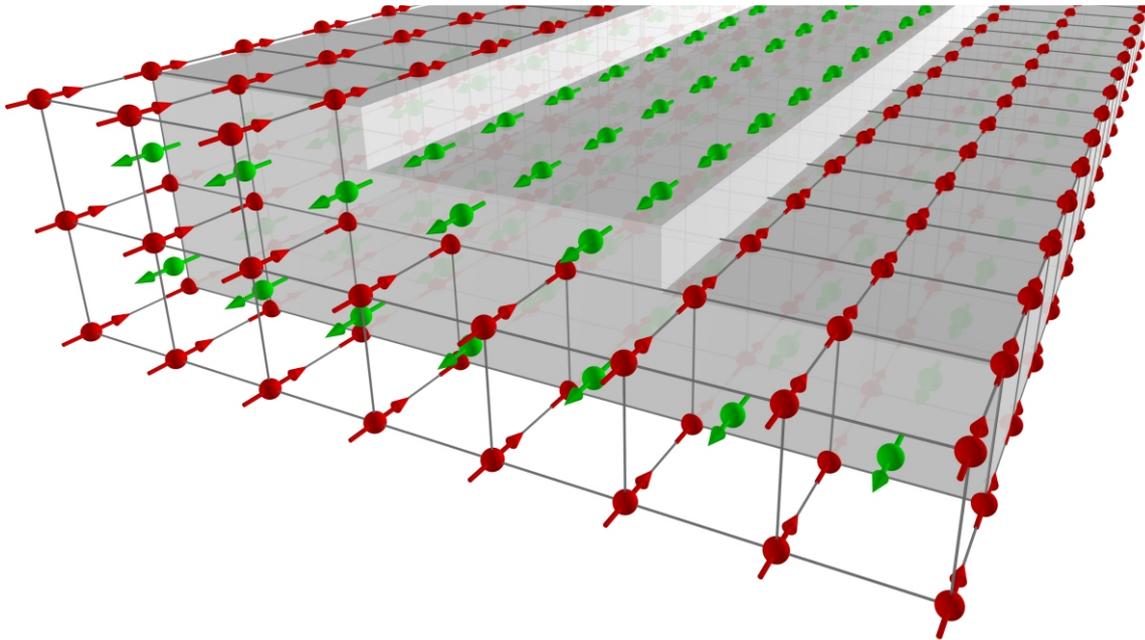


Stefan Krause

Untersuchung der temperatur-
abhängigen Magnetisierungsstruktur
an der Cr(001)-Oberfläche mittels
spinpolarisierter Rastertunnel-
spektroskopie

Diplomarbeit
Universität Hamburg



**Untersuchung der
temperaturabhängigen
Magnetisierungsstruktur
an der
Cr(001)-Oberfläche
mittels
spinpolarisierter
Rastertunnelspektroskopie**

Diplomarbeit
vorgelegt am
Institut für Angewandte Physik
der Universität Hamburg

von
Stefan Krause
aus Tespe/Elbe

Hamburg
Dezember 2003

Gutachter der Diplomarbeit:

Prof. Dr. R. Wiesendanger
Prof. Dr. R. L. Johnson

Vorsitzender des Prüfungsausschusses:

Prof. Dr. W. Hansen

Dekan des Fachbereiches:

Prof. Dr. G. Huber

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	2
2	Rastertunnelmikroskopie und -spektroskopie	4
2.1	Der Tunneleffekt	4
2.2	Rastertunnelmikroskopie	6
2.3	Rastertunnelspektroskopie	10
2.4	SP-STM und SP-STS	12
2.4.1	Spin-Ventil-Effekt	12
2.4.2	Erweiterung des Tersoff-Hamann-Modells	13
2.4.3	Konsequenzen des Spin-Ventil-Effekts	14
3	Experimenteller Aufbau	17
3.1	Präparationskammer	18
3.2	Analysekammer	23
3.3	Das Rastertunnelmikroskop	28
3.4	Rastertunnel-Spitzen	32
4	Kalibrierung und Charakterisierung des Systems	36
4.1	Testmessungen an Luft und in Vakuum	36
4.2	Kalibrierung	40
4.2.1	z-Kalibrierung	41
4.2.2	x/y-Kalibrierung	44
4.2.3	Diskussion der Kalibrierungsergebnisse	46
5	Die Chrom(001)-Oberfläche	49
5.1	Bisher bekannte Eigenschaften von Chrom	49
5.2	Präparation	56
5.3	Untersuchung der Cr(001)-Oberfläche	58
5.3.1	Verhalten von Spindichtewellen in der Nähe der Oberfläche	61
5.3.2	Versetzungen und Domänenwände	62
	Zusammenfassung	74
	Literaturverzeichnis	76

Kapitel 1

Einleitung

Am 29. Dezember 1959 hielt der spätere Physik-Nobelpreisträger Richard Feynman einen Vortrag mit dem Titel: „There’s plenty of room at the bottom“. Auch wenn er es wahrscheinlich nicht beabsichtigte: Seine Rede legte den Grundstein zur Nanotechnologie. In seinen visionären Vorstellungen sprach er von Fabrikationsverfahren mit Elektronen- oder Ionenstrahlen, Molekularstrahlepitaxie, Manipulation einzelner Atome, Quanteneffekt-Elektronik und Spinelektronik — Begriffe, die aus dem Sprachschatz der heutigen Nanotechnologie nicht mehr wegzudenken sind, da viele der Ideen inzwischen in die Tat umgesetzt wurden. Die damals nur in der Vision herrschende Aufbruchstimmung ist ein Kennzeichen der heutigen Nanotechnologieszene. Selbst die Politik hat erkannt, daß die Nanotechnologie in naher Zukunft eine wichtige Grundlage zu wirtschaftlicher Weiterentwicklung bildet, und unterstützt sie deshalb in zunehmendem Maße.

Trotz aller bisherigen Erfolge und den teilweise sehr kurzen Zeiträumen zwischen der Entdeckung eines neuartigen Effektes und seiner wirtschaftlichen Anwendung — als Beispiel sei hier die Entdeckung des GMR-Effekts genannt, der die heute gängigen Festplattenkapazitäten erst ermöglichte — steht die Nanotechnologie erst am Anfang des Weges zu Feynmans Vision, komplexe Maschinen und Schaltkreise Atom für Atom zusammensetzen. An massenhafte Fabrikation von Nanosystemen, die den heutigen Mikrochips entsprechen, ist noch nicht zu denken, denn es zeigt sich immer wieder aufs Neue, daß unser Wissen über diese Nanometer-Welt nicht unseren bisherigen Erfahrungen oder Erwartungen aus der makroskopischen Welt entspricht. In dieser Größenordnung zwischen einfachen Molekülen und makroskopischen Materialien ist die Anzahl der Atome zu groß, um sie durch die Regeln der Quantenmechanik beschreiben zu können, andererseits sind die Gesetze der klassischen Physik in diesem Bereich meist nicht anwendbar, da Quanteneffekte bereits eine wichtige Rolle spielen. Solche kollektiven Systeme können deshalb unvorhersehbare Eigenschaften aufweisen, die es zu entdecken gilt.

Dieses Wechselspiel zwischen klassischer Physik auf der einen Seite und den Quanteneffekten auf der anderen erschwert das Verständnis, denn die meisten Analyseverfahren, die man aus der makroskopischen Welt kennt, lassen sich nicht auf nanometergroße Partikel anwenden. Eine Lösung bietet sich, wenn man sich der Welt mit ihren eigenen, für sie typischen Mitteln nähert: So entwarfen Binnig und Rohrer 1982 das Rastertunnelmikroskop, für das sie 1986 mit dem Physiknobelpreis ausgezeichnet wurden. Es nutzt die für diese „Zwischenwelt“ typische Mischung aus klassischer Physik (Messung eines Widerstandes an einem Kontakt) und

Quantenmechanik (Tunnelkontakt einer idealerweise atomar spitzen Elektrode zu einer Probenoberfläche) in einer Weise aus, die uns einen Einblick in den Nanokosmos verschafft, wie er uns bis dahin verwehrt war. Dieses Analyseinstrument und viele seiner inzwischen entstandenen Abwandlungen wie z.B. das Rasterkraft-, Magnetkraft-, oder Rasterkapazitätsmikroskop verschafft uns seither durch die Abbildung von Festkörperoberflächen immer tiefere Erkenntnis über eine Welt, die der uns bis dahin bekannten oft nicht vergleichbar ist. Gleichzeitig ermöglichen neue Effekte und auf diese maßgeschneiderte nanostrukturierte Materialien Anwendungen, die ohne die Nanotechnologie heute nicht denkbar wären, seien es nun beschlagfreie Spiegel, schmutzabweisende Keramiken oder medizinische Gefäßprothesen mit stark verbessertem Einwachsverhalten.

Doch die Eigenschaften von Nanostrukturen haben auch eine Kehrseite: Durch allgegenwärtige und zufällige thermische Schwingungen wird ein Grundrauschen erzeugt, dessen Ausmaß oftmals in der gleichen Größenordnung liegt wie das des zu untersuchenden bzw. auszunutzenden Effekts. Durch vergleichsweise großen apparativen Aufwand, wie z.B. die Isolierung von äußeren Einflüssen und das Kühlen auf tiefe Temperaturen, ist dieses Problem beherrschbar, jedoch wird eine Anwendung unter Umgebungsbedingungen unmöglich. Eine weitere Herausforderung der Nanotechnologie ist also auch das Adaptieren des Nanokosmos an die makroskopische Welt, um die gewonnenen Erkenntnisse auch unter vertretbarem Aufwand in neuartigen Anwendungen nutzen zu können.

Die Untersuchungen im Nanokosmos sind essentiell wichtig für unser Verständnis vom Aufbau der Materie. Ein Kristall ist weit mehr als die Gesamtheit seiner Atome in Gitteranordnung, eine glatte Oberfläche ist niemals perfekt glatt, und äußerlich als Antiferromagnete zu beschreibende Materialien wie Chrom entpuppen sich bei genauerem „Hinsehen“ als ein Wechselspiel ferromagnetischer Schichten. Gerade diese Fülle an Überraschungen ist es, die der Nanotechnologie ihre Dynamik verleiht und sie gleichzeitig mit unermeßlichem Anwendungspotenzial füllt. In kaum einem Zweig der Grundlagenforschung ist der Weg von der neuen Erkenntnis bis zur industriellen Anwendung so kurz wie in der Wissenschaft der Nanowelt. Diese Diplomarbeit soll (nicht nur mir) einen kleinen Beitrag zum wachsenden Verständnis unserer Welt leisten.

Kapitel 2

Rastertunnelmikroskopie und -spektroskopie

Im folgenden sollen die wichtigsten theoretischen Konzepte der Rastertunnelmikroskopie und -spektroskopie vorgestellt werden.

2.1 Der Tunneleffekt

Ein klassisches (d.h. makroskopisches) Teilchen der Energie E , das gegen eine Potenzialbarriere der Höhe V läuft, wird diese nur überwinden können, wenn seine Energie höher ist als die Höhe der Barriere. Ist dies nicht der Fall, wird es mit Sicherheit reflektiert und läuft entgegen der Einfallsrichtung zurück. So kennen wir es im alltäglichen Leben: Wirft man einen Ball gegen eine Wand, so prallt er an ihr ab und kommt zurück. Die andere Seite der Wand wird er nie ohne Schaden für ihn bzw. für die Wand erreichen.

Im mikroskopischen Bereich dagegen kommen die Gesetze der Quantenmechanik zum Tragen, was für ganz andere Verhältnisse sorgt als im klassischen Fall: Für ein mikroskopisches Teilchen gibt es auch dann eine nicht verschwindende Wahrscheinlichkeit, eine Potenzialbarriere zu überwinden, wenn seine Energie E kleiner ist als die Barrierenhöhe V . Dieses als *Tunneleffekt* bekannte Phänomen läßt sich klassisch nicht verstehen, da dieser auf dem in der klassischen Physik unbekanntem Welle-Teilchen-Dualismus beruht.

Als einfachster Fall sei im folgenden das eindimensionale Potenzialbarrieren-Problem betrachtet (Abb. 2.1): Dabei wird ein von links einlaufendes Elektron der Energie E durch eine Wellenfunktion $\Psi(z)$ beschrieben, die die zeitunabhängige Schrödinger-Gleichung löst:

$$\left(-\frac{\hbar^2}{2m} \frac{d^2}{dz^2}\right)\Psi(z) = E\Psi(z) \quad (2.1)$$

Dabei sind drei Bereiche zu unterscheiden: links der Barriere (I), $z < 0$, der Bereich der Barriere (II), $0 < z < a$, und rechts der Barriere (III), $z > a$.

In den Bereichen I und III außerhalb der Barriere ist das Potenzial $V(z) = 0$. Dies führt

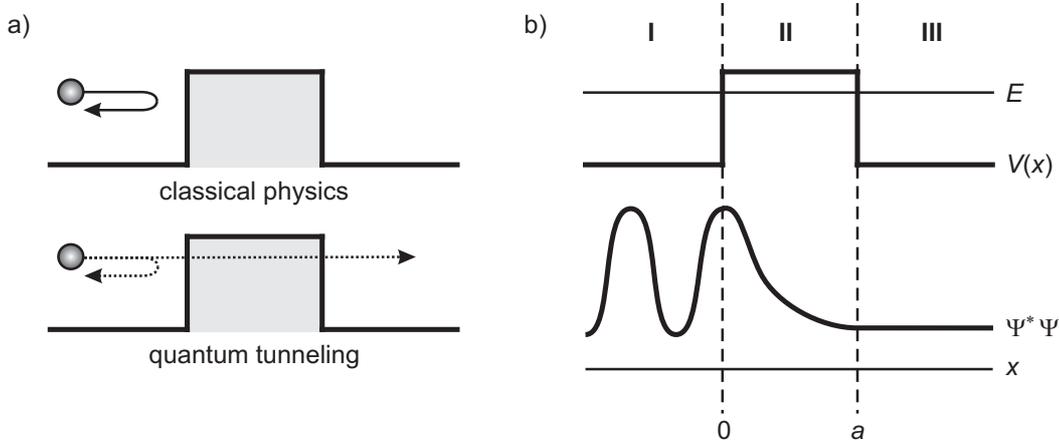


Abbildung 2.1: Zum Tunneleffekt. **a)** Ein von links einfallendes Teilchen wird im Rahmen der klassischen Physik an der Potenzialbarriere reflektiert (oben). In der Welt der Quantenphysik besteht für ein Teilchen dagegen eine gewisse Wahrscheinlichkeit, die Barriere zu überwinden (unten). **b)** Quantenmechanisch wird so ein Teilchen durch eine Wellenfunktion beschrieben. Die entsprechende Wahrscheinlichkeit $\Psi^*\Psi$, die Barriere zu durchdringen, ist dabei größer als Null [1].

zum Ansatz

$$\Psi(z) = Ae^{ikz} + Be^{-ikz} \quad z < 0 \quad (2.2)$$

$$\Psi(z) = Ce^{ikz} + De^{-ikz} \quad z > a \quad (2.3)$$

$$k = \frac{\sqrt{2mE}}{\hbar} \quad (2.4)$$

Dabei bezeichnet m die Masse des Elektrons, E seine Energie, und \hbar ist das Planck'sche Wirkungsquantum, geteilt durch 2π . Die Koeffizienten A, B, C und D seien zunächst beliebige Konstanten. Im Bereich I liegt eine von links einlaufende Welle vor, die einer bei $z = 0$ reflektierten, nach links auslaufenden Welle überlagert ist. Im Bereich III läuft die Welle nach rechts aus. Ihr ist keine reflektierte Welle überlagert: $D = 0$. Für den Bereich III lautet der entsprechende Ansatz

$$\Psi(z) = Fe^{ik'z} + Ge^{-ik'z} \quad 0 < z < a \quad (2.5)$$

$$k' = \frac{\sqrt{2m(E - V_0)}}{\hbar} \quad (2.6)$$

V_0 ist die Barrierenhöhe. Da die kinetische Energie $E - V_0$ in dieser Region (Bereich II) negativ ist, wird k' komplex und der Exponent reell:

$$\kappa^2 = -k'^2 = \frac{2m(V_0 - E)}{\hbar^2} \quad \kappa \in \mathbb{R}^+ \quad (2.7)$$

In diesem Bereich wird das Elektron also durch eine bei $z = 0$ auslaufende, exponentiell gedämpfte Welle beschrieben, der eine bei $z = a$ reflektierte Welle überlagert ist. κ wird auch als *inverse Abklinglänge* bezeichnet, da bei $z = \frac{1}{\kappa}$ der Wert der Wellenfunktion $\Psi(z_\kappa)$ auf $\frac{1}{e} \cdot \Psi(z = 0)$ gesunken ist.

Aus der Forderung nach Stetigkeit der Gesamt-Wellenfunktion $\Psi(z)$ und ihrer ersten Ableitung $\frac{d}{dz}\Psi(z)$ an den Sprungstellen des Potentials $z = 0$ und $z = a$ ergeben sich die Konstanten B, C, F und G in Abhängigkeit von A . A selbst erhält man schließlich aus der Normierung der Wellenfunktion:

$$\int_{z=0}^{\infty} dz |\Psi^2(z)| \equiv 1 \quad (2.8)$$

Der Transmissionskoeffizient als Quotient aus dem nach rechts auslaufenden Wahrscheinlichkeitsstrom j_T und dem von links einlaufenden Wahrscheinlichkeitsstrom j_0 mit $j = \frac{\hbar}{2im}(\Psi^*(\nabla\Psi) - \Psi(\nabla\Psi^*))$ gibt an, welcher Bruchteil der auf die Barriere zulaufenden Elektronen auf der anderen Seite der Barriere zu finden sein werden. Er läßt sich mit den oben genannten Beziehungen berechnen:

$$T = \frac{j_T}{j_0} = \frac{1}{1 + \frac{(k^2 + \kappa^2)^2}{4k^2\kappa^2 \sinh^2(\kappa a)}} \quad (2.9)$$

Diese transmittierten Elektronen bilden den Tunnelstrom, den das Tunnelmikroskop nutzt.

2.2 Rastertunnelmikroskopie

Die prinzipielle instrumentelle Realisierung eines Rastertunnelmikroskops (im folgenden mit STM (engl. *Scanning Tunneling Microscope*) abgekürzt) ist gemessen an seinem Auflösungsvermögen und seiner Vielseitigkeit recht einfach:

In einem STM wird an die zu untersuchende (leitfähige) Oberfläche eine Spannung U von einigen zehntel Volt angelegt und eine metallische Spitze so weit angenähert, bis kurz vor dem mechanischen Kontakt ein quantenmechanischer Tunnelstrom I von wenigen pA bis einigen nA zu fließen beginnt. Durch die Befestigung der Spitze an einem piezoelektrischen Stellelement ist eine Bewegung der Sonde in alle drei Raumrichtungen über die Probenoberfläche möglich. So wird die Probe Zeile für Zeile abgerastert, wobei fortwährend der zwischen Spitze und Probe fließende Tunnelstrom gemessen wird.

Also ist ein STM ein Beispiel für die Anwendung des Metall-Vakuum-Metall-Tunnels, wobei das Vakuum die Potenzialbarriere bildet. Der oberste von den Elektronen im Metall eingenommene Energiezustand ist das Fermi-Niveau E_F (zur Vereinfachung wird eine Temperatur von 0 K angenommen).

Um nun ein Elektron aus dem Metall herauszulösen, ist mindestens die Austrittsarbeit Φ zu verrichten. Φ entspricht der Potenzialdifferenz zwischen dem Fermi- und dem Vakuum-Niveau. Als weitere Vereinfachung wird angenommen, daß Spitze und Probe aus dem gleichen Material bestehen. Dann haben sie die gleiche Austrittsarbeit, und ihr jeweiliges Fermi-Niveau liegt auf gleicher Höhe. Da der Tunnelprozeß sowohl von der Spitze zur Probe als auch umgekehrt stattfinden kann, ist netto kein Strom vorhanden. Durch Anlegen einer kleinen Spannung U_{bias} zwischen Spitze und Probe verschieben sich die Fermi-Niveaus von Spitze und Probe um den Betrag $e \cdot U_{\text{bias}}$ (e : Ladung eines Elektrons), so daß ein Tunnelstrom von den besetzten Zuständen der einen Seite in die unbesetzten Zustände der anderen Seite fließen kann, wobei die Polarität von U_{bias} die Stromrichtung bestimmt.

Der Strom setzt sich aus Elektronen zusammen, die aus allen Zuständen ψ_n stammen, deren Energien E_n im Intervall $E_F > E_n > E_F - e \cdot U_{\text{bias}}$ liegen. Angenommenermaßen ist $e \cdot U_{\text{bias}} \ll \phi$. Mit dem Vakuumniveau als Referenzpunkt gilt für die Energien E_n , die alle sehr nahe am Fermi-Niveau liegen: $E_n \simeq -\phi$. Daraus ergibt sich für die Wahrscheinlichkeit, ein Elektron aus dem Probenzustand $\psi_n(0)$ an der Spitzenoberfläche bei $z = a$ zu finden:

$$w \propto |\psi_n(0)|^2 e^{-2\kappa a} \quad \text{mit} \quad \kappa = \frac{\sqrt{2m\phi}}{\hbar} \quad (2.10)$$

κ ist dabei die Abklingkonstante des Zustands $\psi_n(0)$ im Bereich der Barriere.

Der gesamte Tunnelstrom ergibt sich dann aus den tunnelnden Elektronen aller beteiligter Zustände $\psi_n(0)$ aus dem angegebenen Energie-Intervall:

$$I \propto \sum_{E_n=E_F-e \cdot U_{\text{bias}}}^{E_F} |\psi_n(0)|^2 \cdot e^{-2\kappa a} \quad (2.11)$$

Die Intensität des Stroms ist also proportional zur Anzahl der beteiligten Zustände ψ_n , welche aber abhängig ist von der lokalen elektronischen Struktur der Probenoberfläche unter der Spitze. Bei hinreichend kleiner Spannung U_{bias} läßt sich die Summe in Gl. 2.11 als die lokale Zustandsdichte der Probenoberfläche am Ort der Spitze bei $z = a$ interpretieren. Die LDOS (engl. *Local Density Of States*) ist definiert als

$$\rho(z, E) \equiv \frac{1}{\epsilon} \sum_{E_n=E-\epsilon}^E |\psi_n(z)|^2 \quad (2.12)$$

für ein hinreichend kleines Energieintervall ϵ . Daraus folgt für den Tunnelstrom:

$$I \propto U_{\text{bias}} \cdot \rho_s(z, E_F) \cdot e^{-2\kappa a} \quad (2.13)$$

$$\propto U_{\text{bias}} \cdot \rho_s(z, E_F) \cdot e^{-1.025\sqrt{\phi}a} \quad (2.14)$$

ρ_s bezeichnet dabei die Zustandsdichte der Probe (engl. *sample*). Es wird deutlich, daß der Tunnelstrom exponentiell von der Barrierenbreite und damit vom Abstand zwischen Spitze und Probe abhängt. Typischerweise besitzen Metalle eine Austrittsarbeit von $\phi \approx 2 - 6 \text{ eV}$ mit einer entsprechenden Abklingkonstanten $\kappa \approx 1 \text{ \AA}^{-1}$. Der Tunnelstrom nimmt also bei einer Vergrößerung des Abstandes zwischen Spitze und Probe um 1 \AA mit dem Faktor $e^2 \approx 7.4$ ab. Dieses Verhalten unterstreicht die Sensitivität der Rastertunnelsonde für z.B. Abbildungen mit atomarer Auflösung: Kleine Änderungen des Abstandes von wenigen \AA führen zu überproportional großen Änderungen des gemessenen Stromsignals.

Die Modelle von Bardeen und Tersoff-Hamann

Es hat sich gezeigt, daß das o.a. Modell ein zu einfacher Ansatz zur richtigen Interpretation von STM-Daten ist. Vor allem kann es wichtig sein, die dreidimensionale Geometrie von Spitze und Probe zu berücksichtigen. Eine Lösung schlug **Bardeen** [2] vor: Sie basiert auf Fermis Goldener Regel (Störungstheorie 1. Ordnung) für schwach wechselwirkende Systeme.

Er versuchte nicht, die Schrödinger-Gleichung für das gekoppelte System aus Spitze, Barriere und Probe zu lösen. Stattdessen gewann er den Tunnelstrom aus dem Überlapp der ungestörten Wellenfunktionen zweier Elektroden:

$$I_{\text{tun}} = \frac{2\pi}{\hbar} e^2 \cdot U \sum_{t,s} |M_{t,s}|^2 \cdot \delta(E_s - E_F) \delta(E_t - E_F) \quad (2.15)$$

E_t und E_s sind dabei die Energieeigenwerte von Zuständen Ψ_t der Spitze und Ψ_s der Probe. E_F ist die Fermi-Energie (vereinfachend wird $T = 0\text{ K}$ angenommen), U die Biasspannung und $M_{t,s}$ beschreibt das Matrixelement des Tunnelübergangs von den ungestörten Zuständen Ψ_t und Ψ_s . Sind die Wellenfunktionen beider Elektroden *unabhängig voneinander* bekannt, so folgt nach Bardeen unter Ausnutzung des Greenschen Theorems für das Matrixelement $M_{t,s}$:

$$M_{t,s} = -\frac{\hbar^2}{2m} \int d\vec{A} (\Psi_t^* \vec{\nabla} \Psi_s - \Psi_s \vec{\nabla} \Psi_t^*) \quad (2.16)$$

Integriert wird hierbei über irgendeine Fläche in der Barriere zwischen den Elektroden. Die exakte Kenntnis des Matrixelements setzt voraus, daß die Geometrie der Spitze und damit auch ihre elektronische Struktur bekannt ist. Das erscheint aussichtslos.

Tersoff und Hamann [3, 4] entwickelten aufbauend auf Bardeen ein dreidimensionales Modell einer Spitze mit kugelsymmetrischer Geometrie, repräsentiert durch ein s -artiges Elektronenorbital ($l = 0$). So konnten die STM-Daten wie im eindimensionalen Fall als Flächen konstanter LDOS interpretiert werden, gemessen am Krümmungsmittelpunkt der sphärischen Spitze. Die an rekonstruierten Metalloberflächen gemessenen Korruptionen konnten mit realistischen Zahlenwerten für den Spitzen-Probe-Abstand und den Spitzenradius quantitativ gedeutet werden.

Ende der 80er Jahre gelang es, dichtgepackte Metalloberflächen atomar aufzulösen. Meßdaten und Rechnung konnten nur unter der Annahme von unrealistisch kleinen Spitzenradien und Vakuum-Barrieren in Einklang gebracht werden. Das Tersoff-Hamann-Modell ist also nur eingeschränkt leistungsfähig.

Allerdings ist die Annahme von sphärischen s -Orbitalen meist nicht erfüllt: Die am häufigsten eingesetzten Spitzen bestehen aus Platin-Iridium oder Wolfram, bei denen sich nahe der Fermi-Energie vorwiegend d -artige Zustände mit einer keulenförmigen Verteilung der Ladungsdichtewolke befinden [1]. Zustände, deren magnetische Quantenzahl m ungleich 0 ist, besitzen zudem ihr Maximum der LDOS torusförmig um die Spitze verteilt, während auf der Spitzenachse ein Minimum der LDOS liegt [5, 6]. Steht nun die Spitze über einem Maximum der LDOS der Probe, so zeigen die Meßdaten aufgrund des geringen Überlapps der Wellenfunktionen statt der zu erwartenden positiven eine negative Korruption. Wie sich zeigt, ist die Interpretation der STM-Daten nicht ganz einfach. Das anzuwendende Modell muß an die jeweilige Situation immer angepaßt werden.

Der große Vorteil der Rastertunnelmikroskopie gegenüber anderen Methoden der Oberflächenanalyse liegt in der Auflösung bis hin zur atomaren Skala, was strukturelle und elektronische Eigenschaften betrifft. Konventionelle Methoden, die auf Beugung von Wellen oder Materiewellen basieren, mitteln über meist große Bereiche (typischerweise einige mm^2), so daß sich hiermit z.B. nichtperiodische atomare Defekte und Strukturen wie unregelmäßiges Inselwachstum nur sehr eingeschränkt untersuchen lassen.

Darüberhinaus liefert das STM ein Bild des Realraums, während die auf Beugung beruhenden Analyseverfahren eine Abbildung des reziproken Raums erzeugen, die dann erst in den Realraum überführt werden muß.

Topographische Betriebsarten in der Rastertunnelmikroskopie

Je nachdem, ob die Stärke des Tunnelstroms oder aber die vertikale Position der Spitze bei der Abbildung der Oberflächenstruktur eines Systems konstant gehalten wird, ergeben sich zwei unterschiedliche Abbildungstechniken:

Im **Konstantstrom-Betrieb** (engl. *Constant Current Mode*, CCM) wird das bei einer festen Bias-Spannung gemessene Tunnelstromsignal über einen Vorverstärker verstärkt, einem Regelkreis zugeführt und mit einem vorgegebenen Sollwert verglichen. Über den Regelkreis wird die an dem Piezo-Stellelement anliegende Spannung und damit die vertikale Position der Spitze über der Probe so nachgeregelt, daß der Tunnelstrom konstant bleibt (Abb. 2.2 a)). Die dabei am z -Piezo anliegende Spannung liefert das Meßsignal, das aufgrund des linearen Piezo-Effekts (siehe 3.3) zum Abstand direkt proportional ist. Sie wird über eine entsprechende Kalibrierung in die vertikale Position der Spitze umgerechnet und auf einem Monitor über dem lateral gerasterten xy -Bereich in Form von Hell-Dunkel-Kontrasten dargestellt, wodurch man ein Abbild der Topografie $z(x, y)$ erhält. Aufgrund der exponentiellen Abstandsabhängigkeit des Tunnelstroms lassen sich vertikale Änderungen von bis zu 0.002 \AA auflösen. Da auch die laterale Positionierung der Spitze auf wenige Zehntel \AA erfolgt, kann man auf diese Weise atomare Strukturen auf der Probenoberfläche auflösen.

Generell werden im Konstantstrom-Modus Flächen konstanter LDOS abgebildet. Diese folgen meist der Topographie, können jedoch auch durch andere Faktoren beeinflusst werden. So kann durch Adsorbat-Atome die Austrittsarbeit variieren, oder es bilden sich auf der Oberfläche Ladungsdichtewellen aus, die nicht der Topographie entsprechen müssen. Um

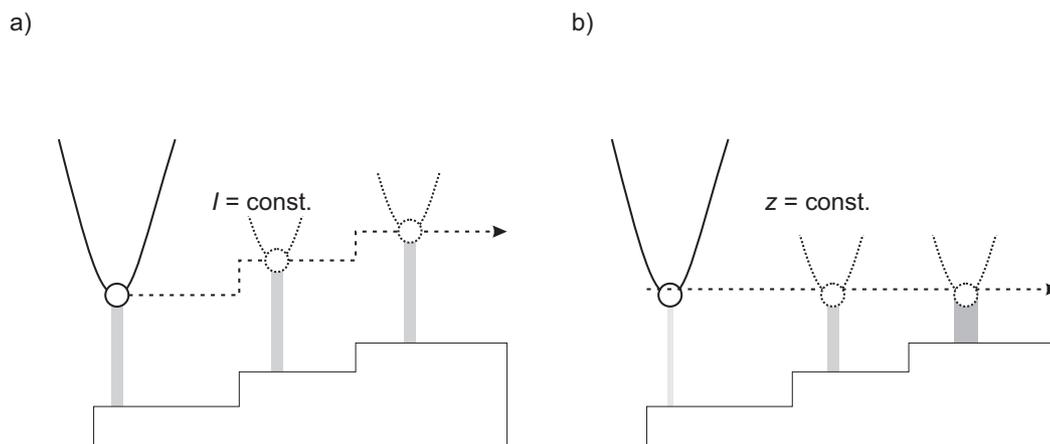


Abbildung 2.2: Beispiele für die verschiedenen Betriebsmodi eines Rastertunnelmikroskops. **a)** Im Konstantstrom-Betrieb rastert die Spitze über die Probe, wobei ihr Abstand fortwährend so geregelt wird, daß der fließende Tunnelstrom immer konstant bleibt. Die vertikale Position der Spitze bildet so die darunterliegende Oberflächenstruktur ab. **b)** Im Konstant-Höhen-Modus verbleibt die Spitze immer in derselben Höhe, während sie über die Probe rastert. Die Höheninformation ergibt sich aus dem je nach Abstand unterschiedlich starken Tunnelstromsignal zwischen Spitze und Probe.

sicherzugehen, daß die aufgenommenen Meßsignale tatsächlich die Topographie wiedergeben und nicht etwa eine davon abweichende LDOS, sind ggf. ergänzende Untersuchungsmethoden heranzuziehen.

Die zweite Betriebsart ist der **Konstant-Höhen-Betrieb** (engl. *Constant Height Mode*, CHM), bei dem die Spitze vor einer Messung über der Probenoberfläche positioniert wird. (Abb. 2.2 b)). Rastert man nun über die Probe und fixiert dabei die vertikale Position der Spitze, ändert sich je nach Abstand zwischen der Spitze zur Probenoberfläche der Tunnelstrom in Funktion ihrer lateralen Position. Die Meßgröße wird durch das Tunnelstromsignal gebildet. Im Gegensatz zum CCM ist die LDOS hier nicht konstant — sie ist jetzt also der variierte Parameter.

Dieses Verfahren hat den Nachteil, daß es zu einem Proben-Spitzen-Kontakt (engl. *Tip Crash*) kommen kann, bei dem die Spitze, die im Idealfall in ein einzelnes Atom oder einen Cluster von wenigen Atomen ausläuft, unbrauchbar werden kann und neu präpariert werden muß. Darüberhinaus kann ein solcher Kontakt zu Beschädigungen auf der Oberfläche der Probe führen. Diese Betriebsart eignet sich also nur für Untersuchungen im Bereich atomar flacher Probenoberflächen.

2.3 Rastertunnelspektroskopie

Die Rastertunnelmikroskopie gewinnt über die LDOS der Oberfläche indirekt strukturelle Informationen der Probe, während in der Rastertunnelspektroskopie die LDOS selbst das Objekt der Untersuchungen ist. Dazu wird das Verhalten des Tunnelstroms in Abhängigkeit von der angelegten Spannung untersucht, um lokale elektronische Eigenschaften der Probe zu charakterisieren.

Wie aus Gl. 2.14 ersichtlich ist, besteht im Bereich kleiner Proben-Spannungen im mV-Bereich eine lineare Abhängigkeit des Tunnelstroms von der angelegten Spannung. Rastertunnelspektroskopie-Messungen erfolgen jedoch in einem größeren Spannungsintervall (z.B. ± 1 V), was zur Folge hat, daß die Wellenfunktionen der Spitze und der Probenoberfläche gegebenenfalls leicht gestört und ihre Energie-Eigenwerte entsprechend modifiziert werden. Wie in Ref. [1] beschrieben, kann dabei folgende Vereinfachung vorgenommen werden: Unter der Annahme von anfangs ungestörten Wellenfunktionen modelliert man den Einfluß einer endlichen Spannung U dadurch, daß die Fermi-Niveaus beider Wellenfunktionen relativ zueinander um den Betrag $|e \cdot U|$ verschoben werden. Dabei bleibt die eigentliche Struktur der LDOS beider Oberflächen erhalten und wird lediglich mit dem Fermi-Niveau verschoben.

Ausgehend von einem genügend großen Abstand zwischen Spitze und Probe mit jeweils unterschiedlicher Austrittsarbeit ϕ_t und ϕ_s nähert man beide Elektroden bis zum Tunnelkontakt an, wobei so lange ein Tunnelstrom fließt, bis sich die Fermi-Niveaus angeglichen haben, wobei eine endliche Spannung zwischen Spitze und Probe dann beide Fermi-Niveaus relativ zueinander verschiebt. Im Fall einer positiven Probenspannung liegt das Fermi-Niveau der Spitze über dem der Probe, und es fließt ein Netto-Tunnelstrom von der Spitze zur Probe. Je nach Polarität der angelegten Spannung werden entweder die besetzten ($U < 0$) oder die unbesetzten ($U > 0$) Zustände der Probe detektiert. Im Rahmen der gemachten

Vereinfachungen erhält man

$$I \propto \int_0^{eU} d\epsilon \rho_s(\epsilon) \cdot \rho_t(\pm eU \mp \epsilon) \cdot T(\epsilon, eU) \quad (2.17)$$

Der Transmissionskoeffizient $T(\epsilon, eU)$ hängt dabei von der Energie und der Probenspannung ab und entspricht im Rahmen der WKB-Näherung [1]

$$T(\epsilon, eU) = \exp \left\{ -2d \sqrt{\frac{2m}{\hbar^2} \left(\frac{\phi_s + \phi_t}{2} + \frac{eU}{2} - \epsilon \right)} \right\} \quad (2.18)$$

Die LDOS der Probenoberfläche folgt aus der Ableitung von Gl. 2.17:

$$\frac{dI}{dU}(U) \propto \rho_t(0) \cdot \rho_s(eU) \cdot T(eU) + \int_0^{eU} d\epsilon \rho_s(\epsilon) \cdot \rho_t(\pm eU \mp \epsilon) \cdot \frac{dT(\epsilon, eU)}{dU} \quad (2.19)$$

Der erste Summand führt auf die gesuchte LDOS der Probenoberfläche, während der zweite die Spannungsabhängigkeit des Transmissionskoeffizienten beschreibt: Elektronen, die aus Zuständen nahe des Fermi-Niveaus der negativen Elektrode tunneln, tragen den Großteil des Gesamt-Tunnelstroms, da sie die geringste effektive Potenzialbarriere durchdringen müssen (Abb. 2.3). Mit steigender Bias-Spannung nimmt der Transmissionskoeffizient also stetig und monoton zu und ist als „Untergrund“ in den Spektren zu erkennen, auf den das eigentliche Signal der LDOS aufsetzt.

Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurde folgender Spektroskopiemodus genutzt: Nach der Messung der Topographie wird die Spitze bei einer festen Bias-Spannung und einem Soll-Tunnelstrom stabilisiert. Anschließend wird der Regelkreis abgeschaltet und der gewünschte

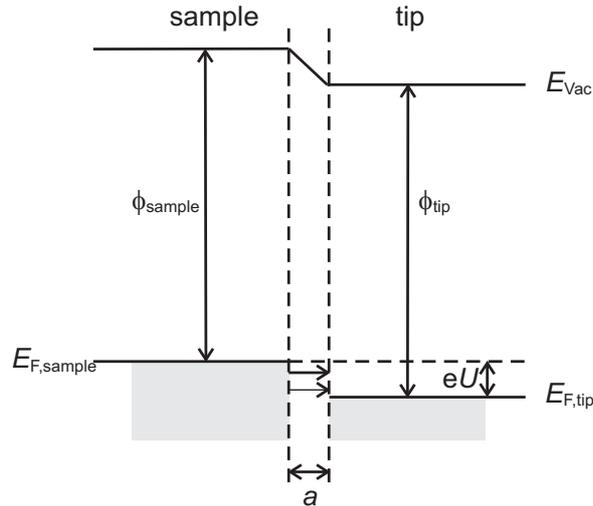


Abbildung 2.3: Tunneleffekt zwischen Spitze und Probe. Durch Anlegen einer kleinen Spannung zwischen Spitze und Probe tunneln Elektronen aus Zuständen der Probe in energetisch niedrigere Zustände der Spitze. Es entsteht so ein Tunnelstrom, dessen Größe von der angelegten Spannung und damit der beteiligten Zustände in der Probe abhängt. Elektronen aus energetisch hohen Zuständen tunneln dabei häufiger als die, bei denen die Potenzialdifferenz niedriger ist. Dies ist durch die Stärke der Pfeile, die den Stromfluß symbolisieren, angedeutet.

Spannungsbereich (z.B. $\pm 1\text{ V}$) bei gleichzeitiger Messung des Tunnelstroms durchgeföhren. Über die numerische Ableitung dieses Signals erhält man ein Maß für die LDOS der Oberfläche. Nachteilig wirkt sich das Signal-Rausch-Verhältnis bei kleinen Spannungen aus. Zu seiner Verbesserung wird die eigentliche Probenspannung mit einer hochfrequenten, sinusförmigen Modulationsspannung überlagert, deren Frequenz so gewählt werden muß, daß die Regelschleife ihr während der Messung der Topographie nicht mehr folgen kann und weiterhin nur auf den eigentlichen Tunnelwiderstand regelt. Zu den beiden genannten Kanälen (Topographie und $I(U)$) wird zusätzlich mittels Lock-In-Technik das phasen- und frequenzspezifisch verstärkte Signal des Tunnelstroms aufgezeichnet und das Rauschen, das der Modulation und der Phase nicht folgt, herausgefiltert.

Nachdem die Spannungsrampe durchgeföhren wurde, wird die Regelschleife wieder eingeschaltet und die Spitze zum nächsten Meßpunkt bewegt, an dem wieder die gleiche Prozedur durchgeföhrt wird. Auf diese Weise erhält man bei festgewählten Energien neben der Topographie auch die Karte der differentiellen Leitfähigkeit für verschiedene Energieeigenwerte.

2.4 Spinpolarisierte Rastertunnelmikroskopie und -spektroskopie

Bei Ferromagneten kommt es aufgrund der Austauschwechselwirkung zu einer Aufspaltung der Bandstruktur in Majoritäts(*Spin-Up*)- und Minoritäts(*Spin-Down*)-Bänder mit unterschiedlichen energetischen Positionen relativ zum Fermi-Niveau. Eine daraus resultierende Ungleichbesetzung dieser Zustände führt zu einer Nettomagnetisierung des Materials. Die Richtung der Magnetisierung stellt dabei eine Quantisierungsachse für den Elektronenspin dar. Schon bald fand man heraus, daß die Stärke des Tunnelstroms von der entsprechenden Relativorientierung der Quantisierungsachsen beider Elektroden (Spitze und Probe) abhängen sollte, denn der Spin ist eine den quantenmechanischen Zustand charakterisierende Größe. In einem Tunnelkontakt fließt also je nach Relativorientierung der magnetischen Momente der Elektroden ein unterschiedlicher Tunnelstrom [7].

2.4.1 Spin-Ventil-Effekt

Abb. 2.4 zeigt ein vereinfachtes Stoner-Modell eines entsprechenden Tunnelkontaktes. In dieser Darstellung ist das *Spin-Up*-Band energetisch gegenüber dem *Spin-Down*-Band verschoben, was zu einer Spinpolarisation am Fermi-Niveau führt:

$$P_{t,s}(E_F) = \frac{\rho_{t,s}^\uparrow(E_F) - \rho_{t,s}^\downarrow(E_F)}{\rho_{t,s}^\uparrow(E_F) + \rho_{t,s}^\downarrow(E_F)} \quad (2.20)$$

$\rho_{t,s}$ bezeichnen dabei die Zustandsdichten an der Spitze (ρ_t) bzw. der Probe (ρ_s). Aus der Abbildung ist anschaulich ersichtlich, daß das Tunneln von *Spin-up*- und *Spin-Down*-Elektronen jeweils als voneinander unabhängige Prozesse verstanden werden muß. Im Bereich kleiner Probenspannungen U_{bias} wird der Tunnelprozeß bestimmt durch elastische Streuung, weshalb der Spin während des Tunnelns erhalten bleiben muß — eine Mischung zwischen den beiden Spin-Bändern ist nicht möglich. *Spin-Up*-Elektronen der einen Elektrode können also immer nur in freie *Spin-Up*-Zustände der anderen Elektrode tunneln. Die Wahrscheinlichkeit für solch einen Prozeß ist dabei abhängig von der entsprechenden Zustandsdichte der

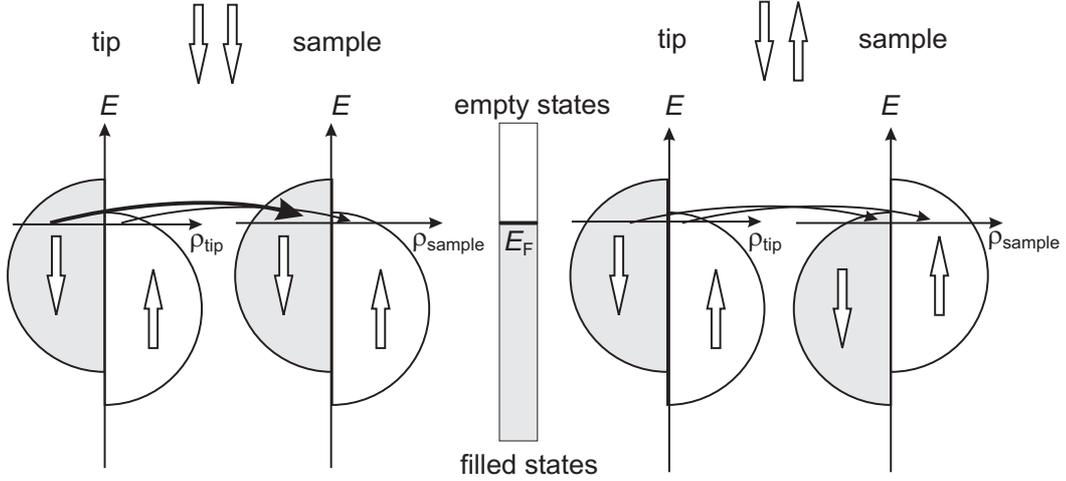


Abbildung 2.4: Prinzip des spinpolarisierten Tunnelns zwischen Elektroden mit paralleler (links) und antiparalleler (rechts) Magnetisierung. Beim elastischen Tunneln von Elektronen bleibt der Spin erhalten, weshalb Elektronen der einen Elektrode aus besetzten Zuständen nahe der Fermienergie nur in unbesetzte Zustände gleicher Spinquantenzahl der anderen Elektrode tunneln können.

Start- und der Zielelektrode. Durch die Verschiebung der Spin-Bänder ist im antiparallelen Fall die *Spin-Up*-Zustandsdichte am Fermienergie der Startelektrode zwar hoch, die der Endelektrode jedoch sehr viel niedriger, was zu einer niedrigeren Tunnelwahrscheinlichkeit führt als im Fall paralleler magnetischer Momente beider Elektroden, bei dem jedem Zustand der Startelektrode ein entsprechender freier Endzustand der Zielelektrode zugeordnet werden kann.

Durch die Spinpolarisation läßt sich die elektrische Leitfähigkeit bei $U_{\text{bias}} = 0 \text{ V}$ in zwei voneinander unabhängige Komponenten zerlegen:

$$\frac{dI}{dU} \propto \rho_t^\uparrow(E_F)\rho_s^\uparrow(E_F) + \rho_t^\downarrow(E_F)\rho_s^\downarrow(E_F) \quad (2.21)$$

Wird eine von Null verschiedene Spannung an die Elektroden angelegt, so überlagert sich dem spinpolarisierten Tunnelstrom ein unpolarisierter Anteil, der sich aus der integrierten Zustandsdichte im Energieintervall von E_F bis $E_F + eU_{\text{bias}}$ ergibt.

2.4.2 Erweiterung des Tersoff-Hamann-Modells

Ausgehend von diesen Überlegungen wurde das Tersoff-Hamann-Modell durch Heinze [8] für magnetische Elektroden weiterentwickelt. Zustandsdichte ρ_t und Magnetisierung \vec{m}_t seien konstant und werden durch die unterschiedlich besetzten Majoritäts- und Minoritätsbänder ($\rho_t^\uparrow = \text{const.}, \rho_t^\downarrow = \text{const.}, \text{ aber } \rho_t^\uparrow \neq \rho_t^\downarrow$) bestimmt:

$$\rho_t = \rho_t^\uparrow + \rho_t^\downarrow \quad , \quad m_t = \rho_t^\uparrow - \rho_t^\downarrow \quad (2.22)$$

Im Grenzfall kleiner Probenspannungen, Temperaturen von $T = 0 \text{ K}$ und Spin-Erhaltung beim Tunnelprozess ergibt sich für den Tunnelstrom am Ort der Spitze:

$$I(\vec{r}_0, U, \Theta) \propto \rho_t \cdot \tilde{\rho}_s(\vec{r}_0, E_F + e \cdot U) + \vec{m}_t \cdot \tilde{\vec{m}}_s(\vec{r}_0, E_F + e \cdot U) \quad (2.23)$$

\vec{r}_0 bezeichnet die Position der Spitze. $\tilde{\rho}_s$ und $\tilde{\vec{m}}_s$ sind dabei nicht mehr lokale, sondern über die Energie integrierte lokale Größen [8]. Die integrierte Zustandsdichte der Magnetisierung $\tilde{\vec{m}}_s$ ergibt sich aus ihrer entsprechenden lokalen Zustandsdichte \vec{m}_s :

$$\tilde{\vec{m}}_s(\vec{r}_0, U) = \int d\epsilon g_U(\epsilon) \cdot \vec{m}_s(\vec{r}_0, \epsilon), \quad (2.24)$$

$$\text{mit } \vec{m}_s(\vec{r}_0, \epsilon) = \sum_{\mu} \delta(\epsilon_{\mu} - \epsilon) \Psi_{\mu}^{s*}(\vec{r}_0) \sigma \Psi_{\mu}^s(\vec{r}_0) \quad (2.25)$$

Gleichung 2.23 macht deutlich, daß der Tunnelstrom in einen unpolarisierten und einen polarisierten Anteil zerfällt. Erstgenannter hängt von der integrierten LDOS der Probe am Ort der Spitze ab, während letzterer durch die Projektion des Vektors der integrierten lokalen Spindichte der Probe $\tilde{\vec{m}}_s$ auf die Magnetisierungsrichtung der Spitze \vec{m}_t bestimmt wird. Mit steigender Probenspannung kann $\tilde{\rho}_s$ oder der gesamte unpolarisierte Anteil am Tunnelstrom zunehmen, während $\tilde{\vec{m}}_s$ oder der polarisierte Anteil dabei gleich bleiben kann.

Um direkt auf den interessanten polarisierten Anteil des Tunnelstroms sensitiv zu sein, wird die differentielle Leitfähigkeit der Probe mittels Lock-In-Technik gemessen. Für die differentielle Leitfähigkeit ergibt sich aus Gleichung 2.23:

$$\frac{dI}{dU}(\vec{r}_0, U, \Theta) \propto \rho_t \cdot \rho_s(\vec{r}_0, E_F + e \cdot U) + \vec{m}_t \cdot \vec{m}_s(\vec{r}_0, E_F + e \cdot U) \quad (2.26)$$

Die Winkelabhängigkeit des polarisierten Anteils des Tunnelstroms wird deutlich, wenn man die Leitfähigkeit eines Ferromagnet-Isolator-Ferromagnet-Tunnelübergangs im Rahmen des Modells freier Elektronen im Grenzfall kleiner Spannungen betrachtet. Sie ergibt sich nach Slonczewski [9] zu:

$$\sigma = \sigma_{\text{fbf}}(1 + P_{\text{fbf}}^2 \cos(\Theta)) \quad (2.27)$$

P_{fbf} ist dabei die effektive Polarisierung am Ferromagnet-Barriere-Übergang, σ_{fbf} die mittlere Leitfähigkeit und Θ der Winkel zwischen den Magnetisierungen zwischen den beiden als identisch angenommenen Elektroden. Für unterschiedliche Ferromagnete verallgemeinert ergibt sich:

$$\sigma = \sigma_{\text{fbf}}'(1 + P_{\text{fb}} P_{\text{fb}}' \cos(\Theta)) \quad (2.28)$$

Einen hierzu analogen Ausdruck erhält man für die differentielle Leitfähigkeit (Gl. 2.26) unter Verwendung von Gleichungen 2.22 und 2.20:

$$\frac{dI}{dU}(\vec{r}_0, U, \Theta) \propto \rho_t \cdot \rho_s(\vec{r}_0, E_F + e \cdot U) [1 + P_t \cdot P_s(\vec{r}_0, E_F + e \cdot U) \cos(\Theta(\vec{r}_0))] \quad (2.29)$$

Der polarisierte Anteil des Tunnelstroms ist also vom Cosinus des Winkels zwischen Spitze und Probe abhängig.

2.4.3 Konsequenzen des Spin-Ventil-Effekts

Am Beispiel der Chrom-Oberfläche sollen einige Konsequenzen des Spin-Ventil-Effekts erläutert werden. Abb.2.5 a) zeigt ein dI/dU -Spektrum, wie es von Kleiber et al. mit einer

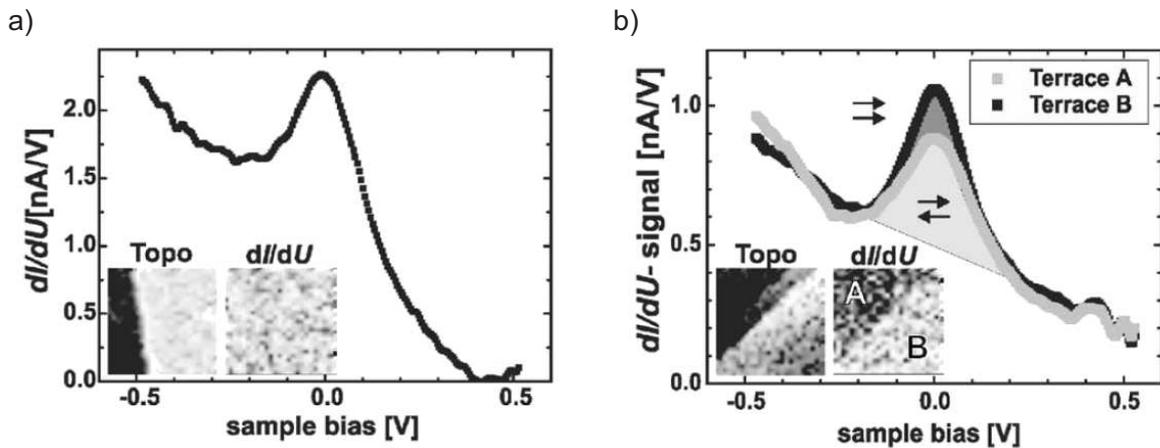


Abbildung 2.5: Tunnelspektren der Cr(001)-Oberfläche mit einer unbeschichteten (a) und einer Fe-beschichteten (b) W-Spitze. Alle Spektren zeigen einen deutlichen Oberflächenzustand bei $U = -20$ meV. Die eingebetteten Aufnahmen zeigen jeweils die Topographie (links) und die dI/dU -Karte an der Position des Oberflächenzustandes (rechts). Die Topographie zeigt in beiden Fällen zwei atomar flache, durch eine monoatomare Stufenkante getrennte Terrassen. Während die Spektren, die mit der W-Spitze aufgenommen wurden, auf beiden Terrassen identisch sind, zeigen die mit der Fe-bedampften Spitze aufgenommenen Spektren einen deutlichen Unterschied zwischen den beiden Terrassen, der mit dem Spin-Ventil-Effekt erklärt werden kann [10].

unbeschichteten W-Spitze auf der Cr(001)-Oberfläche gemessen wurde [10]. Ein deutlicher Oberflächenzustand [11], der hochgradig spinpolarisiert ist und dessen Maximum in der Nähe des Fermi-Niveaus liegt, dominiert das Spektrum. Die beiden eingebetteten Aufnahmen zeigen sowohl das gleichzeitig aufgenommene Bild im Konstantstrommodus als auch die Karte der differentiellen Leitfähigkeit an der energetischen Position des Oberflächenzustandes. Während zwei durch eine monoatomare Stufenkante getrennte Terrassen deutlich zu erkennen sind, kann in der dI/dU -Karte kein Unterschied zwischen den beiden Terrassen festgestellt werden, da beide elektronisch gleichwertig sind. Abb. 2.5 b) zeigt zwei Spektren, die mit einer Fe-bedampften W-Spitze aufgenommen wurden. In diesem Fall unterscheiden sich die Spitzenhöhen des Oberflächenzustandes auf beiden Terrassen: Das Maximum über der linken Terrasse zeigt eine deutlich kleinere Höhe als über der rechten Terrasse. Dies ist eine Konsequenz des Spin-Ventil-Effektes, da die differentielle Leitfähigkeit z.B. vom Relativwinkel der Magnetisierungsrichtungen zwischen Spitze und Probe abhängt (siehe oben) [12]. Ist das Fermi-Niveau beider Elektroden annähernd von Elektronen gleicher Spincharakteristik dominiert, so ergibt sich für ihre parallele (antiparallele) Ausrichtung der Elektroden-Magnetisierungen zueinander eine erhöhte (erniedrigte) differentielle Leitfähigkeit. Diese Situation ist als *normaler Tunnelwiderstand* bekannt. Vom *inversen Tunnelwiderstand* spricht man, wenn die Fermi-Niveaus beider Elektroden durch Elektronen unterschiedlicher Spincharakteristik bestimmt sind und sich für eine antiparallele bzw. parallele Ausrichtung der Spins eine höhere bzw. niedrigere differentielle Leitfähigkeit einstellt [13]. In beiden Fällen spricht das Modell des topologischen Antiferromagnetismus dafür, daß zwei benachbarte Terrassen eine entgegengesetzte Magnetisierungsrichtung haben sollten, woraus sich die Änderung im dI/dU -Signal beim Übergang zwischen zwei Terrassen ergibt. Die vollen Spektren werden

nur einmalig benötigt, um den Kontrastmechanismus zu verstehen und eine Bias-Spannung auszuwählen, bei der maximaler Kontrast zu erwarten ist. Die Spektren in Abb. 2.5 b) suggerieren einen hohen Kontrast bei einer Spannung, die dem Cr(001)-Oberflächenzustand entspricht.

Es ist jedoch zu beachten, daß der Spitzen-Proben-Abstand im Konstantstrom-Modus nicht konstant ist, sondern von der lokalen differentiellen Leitfähigkeit abhängt, die bei spinpolarisierten Messungen von der Relativorientierung der Magnetisierung zwischen Spitze und Probe beeinflusst wird. Liegt die Probenspannung also in der Nähe des Oberflächenzustandes, dann wird der Spitzen-Proben-Abstand bei parallel (antiparallel) ausgerichteter Magnetisierungsrichtung von Spitze und Probe verringert (vergrößert). Diese Variation des Abstandes führt trotz der tatsächlich konstanten Stufenhöhe zu gemessenen Stufen mit alternierenden Höhen.

Wiesendanger et al. [7] wiesen auf diese Weise den topologischen Antiferromagnetismus auf der Cr(001)-Oberfläche nach: Bei spinpolarisierten Messungen im Konstantstrom-Modus wurde trotz tatsächlich konstanter Stufenhöhen der Cr(001)-Terrassen eine Stufenhöhenvariation festgestellt (Abb. 2.6).

Diese Veränderungen des Spitzen-Proben-Abstandes führen jedoch zu einer starken Reduzierung der Variation des dI/dU -Signals über entgegengesetzt magnetisierten Terrassen. Ein hoher magnetischer Kontrast im dI/dU -Signal kann daher nur erzielt werden, falls unpolarisierte elektronische Zustände den Tunnelstrom dominieren, was nur bei erhöhter Probenspannung erreicht werden kann. Die für maximalen spektroskopischen Kontrast anzulegende Probenspannung wird also deutlich über dem Oberflächenzustand liegen.

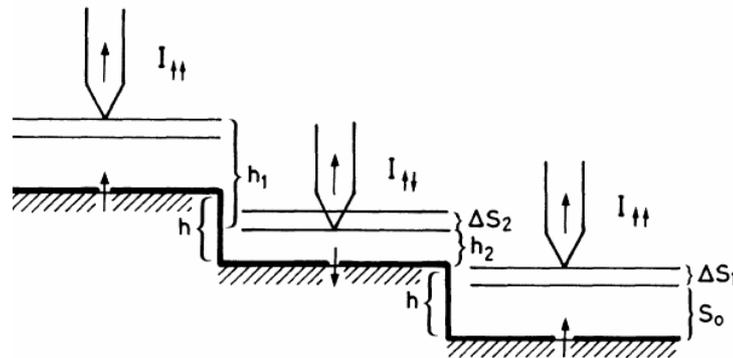


Abbildung 2.6: Stufenhöhenvariation als Konsequenz des Spin-Ventil-Effekts. Obwohl die Stufen immer gleich hoch sind, erscheinen sie bei spinpolarisierten Messungen je nach Ausrichtung der magnetischen Momente von Spitze und Probe zueinander abwechselnd höher und niedriger: $h_1 = h + \Delta s_1 + \Delta s_2$ und $h_2 = h - \Delta s_1 - \Delta s_2$ [7].

Kapitel 3

Experimenteller Aufbau

An Luft finden unkontrollierbare Wechselwirkungen der umgebenden Moleküle mit der Probenoberfläche statt. Es bilden sich (evtl. elektrisch isolierende) Oxidschichten und Wasserfilme, die die eigentlich zu untersuchende Probenoberfläche bedecken und sie auf diese Weise der Zugänglichkeit für Rastertunnelmikroskopie und -spektroskopie entziehen.

Um saubere und somit wohldefinierte Oberflächen präparieren und über lange Zeit untersuchen zu können, isoliert man die Probe von den gewöhnlichen Umgebungsbedingungen durch Ultrahochvakuum (UHV). Als Ultrahochvakuum werden Drücke bezeichnet, die im Bereich von $< 1 \times 10^{-10}$ mbar liegen. Die Notwendigkeit solch niedriger Drücke erklärt sich aus folgender gaskinetischen Abschätzung [14]:

Bei einem Druck von 1×10^{-6} mbar sind in einem Volumen von 1 m^3 noch 2.5×10^{16} Moleküle eines Restgases vorhanden. Bei Raumtemperatur treffen pro Sekunde auf eine Fläche von 1 cm^2 2.9×10^{14} Moleküle auf. Unter der Annahme, daß die Moleküle einen Durchmesser von 3 \AA haben, würden etwa 10^{15} Gasmoleküle ausreichen, um eine frisch präparierte Probenoberfläche von 1 cm^2 vollständig mit einer atomaren Monolage zu bedecken. Bei einem angenommenen Haftkoeffizienten von 1 würde dies etwa eine Zeit von 3 Sekunden dauern. Bei einer angemessenen noch tolerablen Kontamination der Probenoberfläche von 10% verblieben ganze 0.3 Sekunden von der Präparation bis zum Abschluß der Messungen. Dies ist natürlich viel zu kurz, wenn man beachtet, daß die vollständige Charakterisierung einer Probe mehrere Stunden in Anspruch nimmt. Zwar ist der Haftkoeffizient von 1 unrealistisch, doch wird deutlich, daß die Anzahl der Restgas-Teilchen um Größenordnungen zu verringern ist.

Aufbau

Die in dieser Arbeit beschriebenen Experimente wurden deshalb in einem kommerziell erhältlichen UHV-System der Firma Omicron [15] durchgeführt, das den Anforderungen entsprechend angepaßt wurde. Es besteht aus zwei Haupteinheiten, einer Präparationskammer mit einer Schleuse und einer Analyse- und Messkammer. Alle Kammern können durch Ventile voneinander getrennt werden. Dabei verfügt die Schleuse über ein eigenes Evakuierungssystem, wodurch es möglich ist, Spitzen oder Proben einzuschleusen, ohne das gesamte Kammer-System zu fluten. Im Hauptsystem werden durch eine Turbo- und eine vorgeschaltete Drehschieberpumpe Drücke von $< 1 \times 10^{-6}$ mbar erreicht, die sich nach dem Ausheizen des gesamten Systems für ca. 24 Stunden bei 125°C mit Titansublimationspumpen und Ionengetterpumpen an beiden

Hauptkammern noch weiter auf Enddrücke von $< 1 \times 10^{-10}$ mbar in der Präparationskammer und $< 1 \times 10^{-11}$ mbar in der Analysekammer reduzieren lassen. Analog zu der oben durchgeführten gaskinetischen Abschätzung ergibt sich so für die Analysekammer eine Zeit von ca. dreieinhalb Tagen, die es bedarf, um die Probe mit einer Monolage der Restgas-Moleküle zu bedecken. Bei einer noch tolerablen Kontamination von 10% ergibt sich so eine Zeit von achteinhalb Stunden von der Präparation bis zum Abschluß der Messungen.

3.1 Präparationskammer

Proben und/oder Spitzen werden über die Schleuse in das UHV-System eingeführt und gelangen dann über einen Drehschiebe-Manipulator in die Präparationskammer (Abb.3.1). In ihr befindet sich ein Probenmanipulator mit einer eingebauten **Widerstandsheizung**, mit der durch das indirekte Heizen Probertemperaturen von bis zu 900°C erreicht werden können (Abb. 3.2).

Die Probertemperatur wird über ein am Probenhalter befestigtes Chromel/Alumel-Thermoelement bestimmt. Der jeweiligen Spannung U , die an ihm gemessen werden kann, wird über eine $T(U)$ -Tabelle die entsprechende Temperatur T zugeordnet. Da das Thermoelement nicht direkt an der Probe montiert werden kann, wird im allgemeinen die gemessene Temperatur von der tatsächlichen Probertemperatur abweichen. Besonders bei hohen Temperaturen ist diese Abweichung nicht mehr zu vernachlässigen. Zur direkten Bestimmung der Probertemperatur wird deshalb ein Infrarotspektrometer genutzt, welches jedoch nur für Temperaturen $T \geq 600^\circ\text{C}$ geeignet ist.

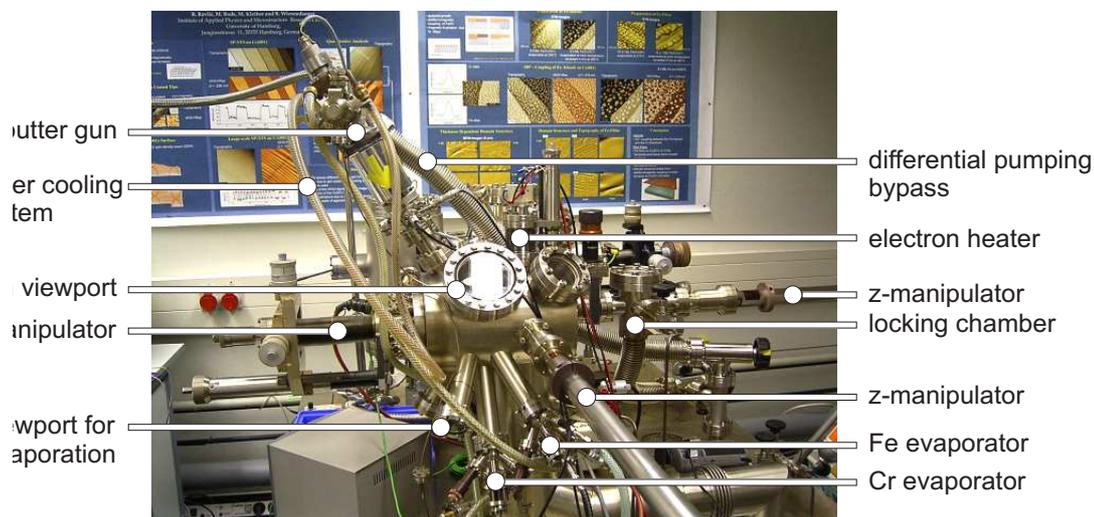


Abbildung 3.1: Ansicht der Präparationskammer. Die Komponenten im Uhrzeigersinn: 1) Bypass für das differentielle Pumpen während des Sputterns, 2) Elektronenstoßheizung, 3) Drehschiebemanipulator zur Schleuse, 4) Schleuse, 5) Drehschiebemanipulator zwischen Präparations- und Analysekammer, 6) Eisenverdampfer, 7) Chromverdampfer, 8) Sichtfenster für die korrekte Positionierung beim Aufdampfen, 9) x/y/z-Manipulator zur Positionierung von Proben oder Spitzen vor den Präparationsanlagen, 10) Hauptsichtfenster, 11) Wasserkühlsystem für Sputtergun und Verdampfer, 12) Sputtergun.

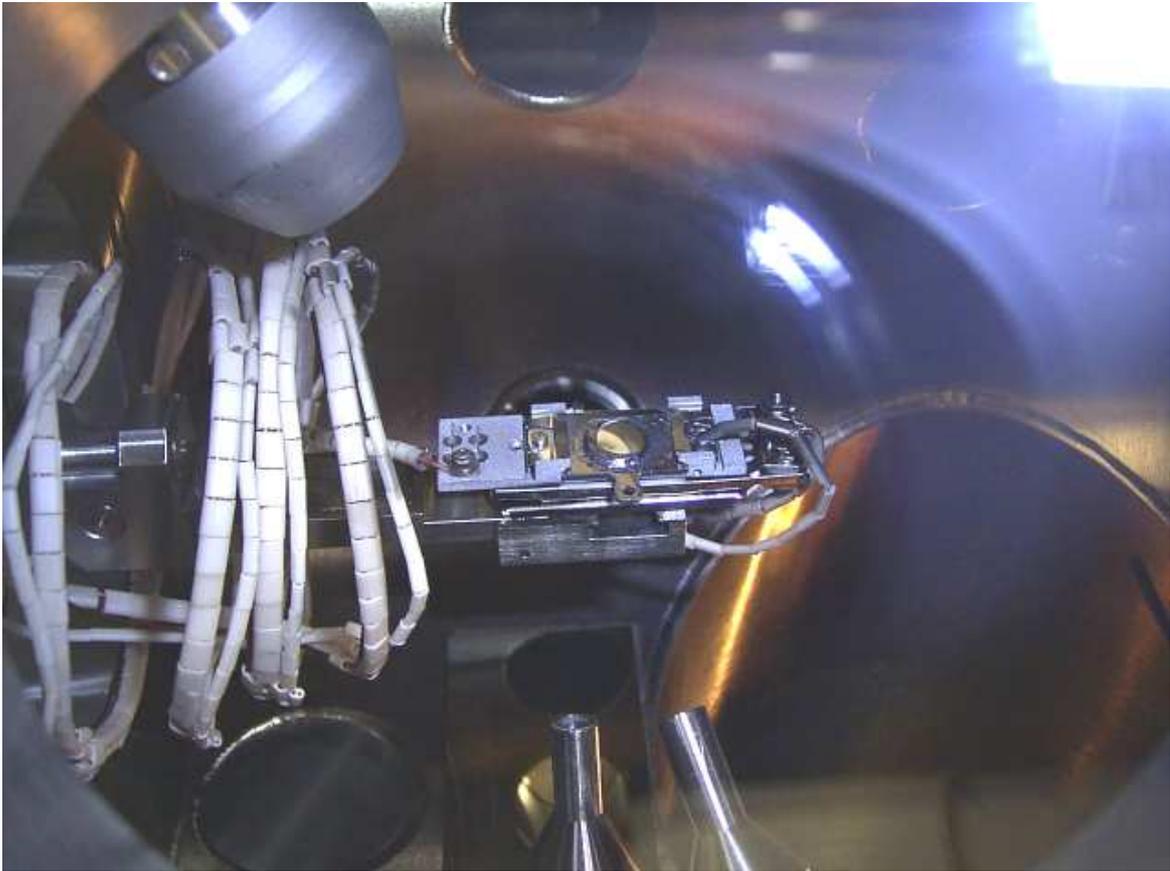


Abbildung 3.2: Ansicht des Probenmanipulators mit integrierter Widerstandsheizung. In ihr befindet sich gerade ein Probenhalter mit einem Chrom-Kristall. Oben links ist das vordere Ende der Sputtergun zu erkennen, während unten die beiden Elektronenstrahlverdampfer in das Bild ragen. Je nach gewünschter Präparation kann die Probe in die entsprechende Position vor die Sputtergun bzw. die Elektronenstrahlverdampfer bewegt und ausgerichtet werden.

Eine weitere Funktion des Manipulators ist das Positionieren der Proben bzw. Spitzen bei Reinigung und Beschichtung. Die Reinigung erfolgt durch eine kommerziell erhältliche **Ionenkanone** (engl. *Sputter-Gun*) der Firma Specs [16] (Abb.3.3). In ihr werden aus einem Iridium-Filament freie Elektronen thermisch erzeugt, die dann durch eine Hochspannung zur Anode hin beschleunigt werden. Dabei ionisieren sie das in das Gehäuse strömende Argon-Gas und bilden ein Elektron-Ion-Plasma. Eine Extraktor-Elektrode beschleunigt die Ionen aus dem Plasmabereich heraus und erzeugt auf diese Weise den Ionenstrahl, der über elektrische Linsen auf die Probe fokussiert wird. Ein Wien-Filter ist dem Gerät nachgeschaltet, um den Ionenstrahl von unerwünschten Fremdanteilen zu reinigen. Durch ein elektrisches Feld, erzeugt durch eine Ablenkungseinheit am vorderen Ende der Ionenkanone, wird der Strahl dann rasternd über die Probe geführt.

Elektronen, die nicht an Ionisierungsprozessen beteiligt waren, werden durch das elektrische Feld immer wieder zur Anode hin beschleunigt, um dort zur Ionisation des Argon-Gases beizutragen. Argon-Atome, die nicht in dem Gehäuse ionisiert wurden, werden durch eine di-

rekt vorgeschaltete Turbomolekularpumpverbindung (als Bypass von der Schleusenkammer) der Brennkammer entzogen, was die Kontamination der Präparationskammer mit Argon-Gas verhindert. Diese Methode wird als *differenzielles Pumpen* bezeichnet.

Ein Maß für die Abtragrate ist der von der Probe zur Masse fließende Strom, der während des Sputterns nicht variiert werden sollte. Zur Kalibrierung wird zunächst der Chrom-Kristall 4 min lang bei Raumtemperatur dem Ionen-Beschuß ausgesetzt und danach für weitere 4 min bei 250°C ausgeheilt. Schließlich wird die Topografie mit den erzeugten Löchern mittels STM-Messungen abgebildet und daraus die Abtragrate bestimmt (Abb. 3.4 a)).

Zum Präparieren dünner Filme stehen zwei **Elektronenstrahlverdampfer** für Chrom

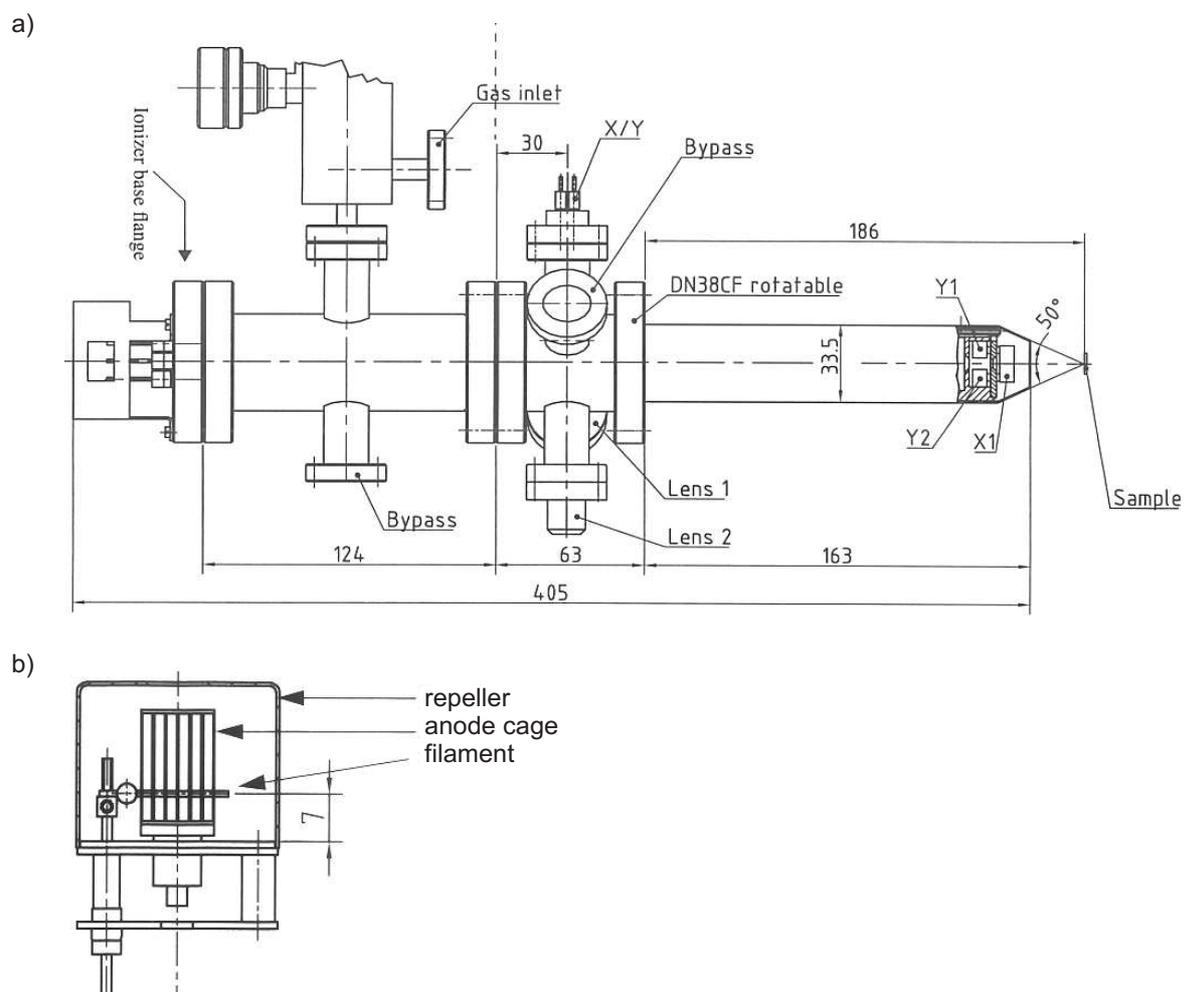


Abbildung 3.3: a) Schematischer Aufbau einer Ionenkanone. Die Ionisierungskammer befindet sich am linken Ende in Höhe des Argon-Gaseinlasses (*Gas inlet*). Ein elektrisches Linsensystem (*Lens 1*, *Lens 2*) fokussiert den entstandenen Ionenstrahl. Die Ablenkungseinheit (*X1, Y1, Y2*) läßt mit Hilfe eines elektrischen Feldes den Ionenstrahl über die Probe (*Sample*) rastern. b) Ionisierungskammer der Sputtergun. Aus dem Filament austretende Elektronen werden zum Anodenkäfig hin beschleunigt und ionisieren dabei das in die Kammer einströmende Argon-Gas und bilden dort das Elektron-Ion-Plasma, aus dem durch eine Extraktor-Elektrode der Ionenstrahl gebildet wird. [16]

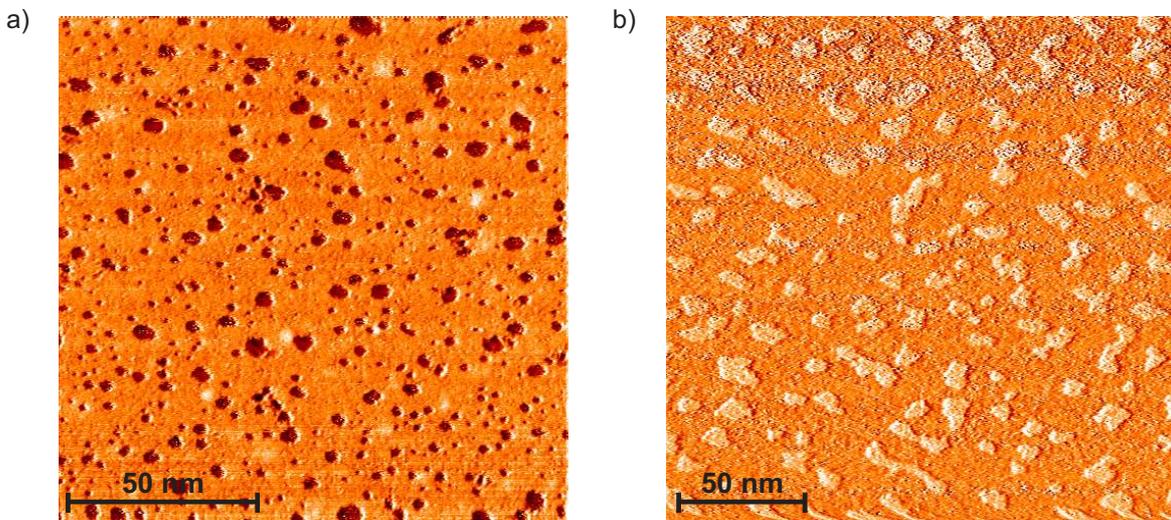


Abbildung 3.4: a) Zur Bestimmung der Abtragungsrate der Ionenkanone wurde der Chrom-Kristall 4 min dem Ionenbombardement bei Raumtemperatur ausgesetzt und die entstandenen Löcher anschließend für 4 min bei 250°C ausgeheilt. Über die abgebildete STM-Aufnahme wurde die Abtragungsrate zu 2.25 ML/h bestimmt. b) Entsprechend wurde verfahren, um die Aufdampfrate des Eisenverdampfers zu bestimmen. Nach einer Bedampfungszeit von 20 sec bei Raumtemperatur heilen die Fe-Inseln auf dem Cr-Kristall bei 300°C für 4 min aus. Über ein STM-Bild konnte die Bedeckung zu 32% und damit die Aufdampfrate zu 0.96 ML/min bestimmt werden. Um die Löcher bzw. die Inseln deutlicher hervorzuheben, wurden beide Bilder leicht differenziert.

und Eisen zur Verfügung, deren Funktionsprinzip das folgende ist:

Aus einem Filament werden thermisch Elektronen emittiert, die durch Anlegen einer Hochspannung von ca. 800 V auf den Eisenstab bzw. zum Chromtiegel hin beschleunigt werden und dort ihre Energie in Form von Wärme abgeben. Die Elektronen werden entlang der Feldlinien vorzugsweise auf das Drahtende hin beschleunigt, wodurch sich dieses stark aufheizt und aufgrund des hohen Dampfdrucks Material emittiert. Ein durch Wasser gekühltes Kupferschild verhindert, daß sich das übrige Material zu sehr aufheizt und unerwünschte Fremdemissionen entstehen. Mittels einer Verschiebeeinrichtung kann der auf einen Molybdänstab geschweißte Draht nachgeführt werden. Über einen Bowdenzug kann die Austrittsöffnung des Verdampfers mit einem sogenannten *Shutter* geöffnet und geschlossen werden, was eine definierte Verdampfungszeit ermöglicht. Ein in den Verdampfer integriertes dünnes Blech mit einem Loch dient einerseits als Blende und andererseits als Flußmonitor: Durch den Elektronenbeschuß wird ein Teil des verdampften Materials ionisiert und durch die Blende wieder eingefangen. Unter der Annahme, daß der Anteil der Ionen im Teilchenstrom bei unterschiedlichen Verdampferleistungen konstant bleibt, ergibt sich aus diesem Ionenfluß ein Maß für den Teilchenstrom. Um Aufdampfpraten sehr genau einstellen zu können, ist eine Kalibrierung des Monitors notwendig. Dazu wird nach einer 20 Sekunden andauernden Bedampfung des Cr-Kristalls mit Eisen bei Raumtemperatur und anschließend vierminütigem Ausheilen bei 300°C, was einem Drittel der Eisen-Schmelztemperatur entspricht, die Topographie der entstandenen Inseln mittels STM-Messungen abgebildet. Die Aufdampfprate ergibt sich dann aus dem Quotienten der Inselfläche und der Aufdampfzeit (Abb. 3.4 b)).

Darüberhinaus dient eine **Elektronenstoßheizung** (Abb. 3.5) dem kurzzeitigen Heizen

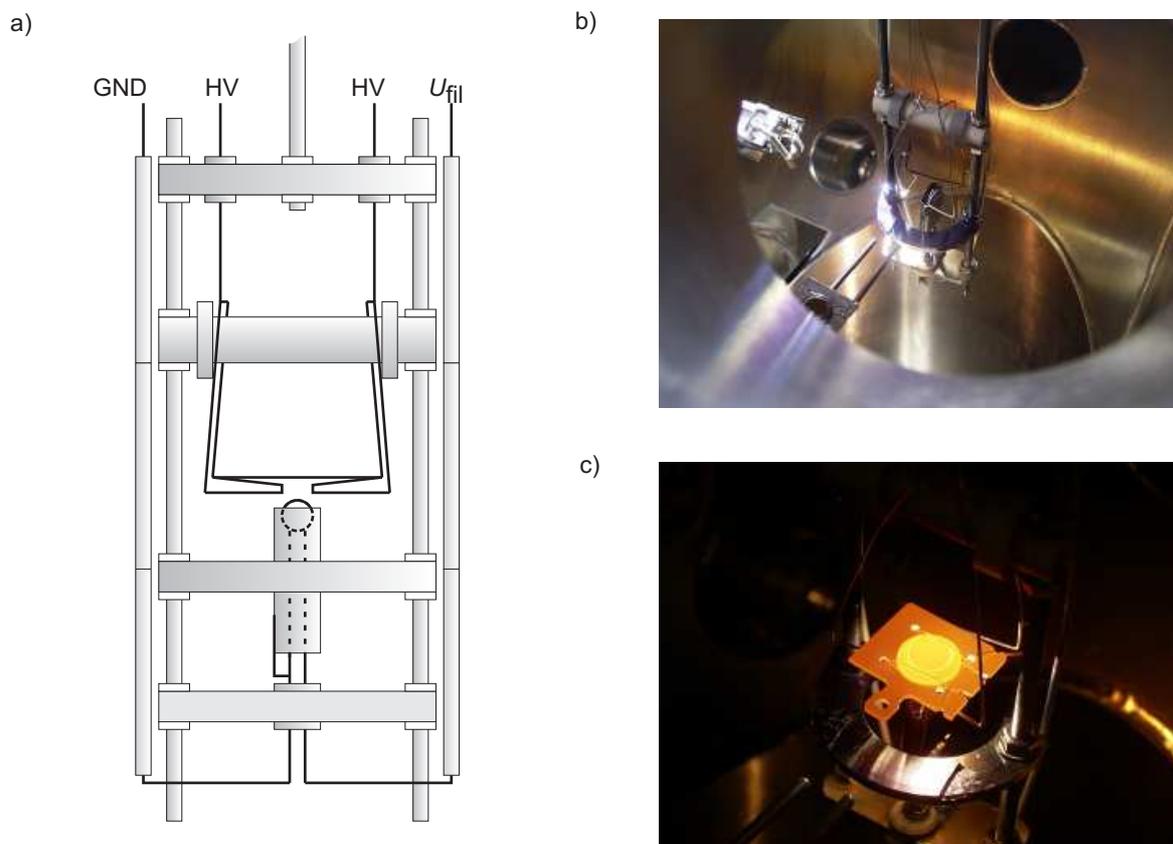


Abbildung 3.5: a) Skizze des Aufbaus der Elektronenstoßheizung. In einem Filament werden thermisch Elektronen emittiert, durch ein Tantalblech fokussiert und über eine am W-Drahtgestell angelegte Hochspannung auf die Probe, die auf dieser Halterung liegt, beschleunigt. b) Bild des Aufbaus in der Präparationskammer. Um die Zuleitungen zum Filament gegenüber der am Auflagegestell angelegten Hochspannung zu isolieren, verlaufen sie in dünnen Keramikhülsen. Ebenso ist der W-Draht gegenüber dem übrigen Aufbau durch Keramikhülsen und -ringe abgeschirmt. c) Elektronenstoßheizung im Betrieb (zur Demonstration bei geringer Leistung). Auf dem Auflagegestell befindet sich ein Probenträger mit einem W(110)-Kristall.

von Proben bzw. Spitzen auf Temperaturen von bis zu 2500°C . Sie besteht im wesentlichen aus einem Auflagegestell aus Wolframdraht und einem dicht darunter angebrachten Filament. Durch Anlegen einer Hochspannung zwischen Filament und Probe werden die thermisch aus dem Filament emittierten Elektronen zur Probe hin beschleunigt, wobei ein Tantalblech zur Fokussierung des Elektronenstrahls dient. Die Spitzenshuttle und die W(110)-Probenträger besitzen an ihrer Unterseite je ein Loch, durch das die Elektronen direkt auf die Spitze bzw. die Kristallunterseite treffen und dort ihre kinetische Energie zum größten Teil in Form von Wärme wieder abgeben. Spitze bzw. Probe werden auf diese Weise sehr effektiv geheizt, während das umgebende Trägermaterial weniger stark erwärmt wird. Dies spart Material und spart Heizzeit. Bei konventionellen Probenträgern ohne Loch wird die Probe indirekt über den Probenträger geheizt.

Die Heiztemperatur wird über die angelegte Hochspannung geregelt und mit einem optischen Pyrometer überprüft. Dabei ist der Grauwert der Oberfläche zu berücksichtigen.

Abb. 3.5 c) zeigt deutlich, daß beim Betrieb der Elektronenstoßheizung vor allem die Probe hell leuchtet. Es wird also hauptsächlich der Kristall geheizt, während der Probenträger und der sichtbare Wolframdraht nicht sehr stark erwärmt werden. Das Tantalblech fokussiert den Elektronenstrahl also sehr gut. Es sei erwähnt, daß die Abbildung der Elektronenstoßheizung nur einen Demonstrationsbetrieb bei geringer Leistung zeigt.

3.2 Analysekommer

Über einen Drehschiebe-Manipulator können Spitzen oder Proben von der Präparationskammer in die Analysekommer gelangen (Abb.3.6). Dort dient ein weiterer Manipulator entweder der Positionierung vor der LEED/Auger-Analyseeinheit oder dem weiteren Transfer zum Mikroskop.

Zur Charakterisierung der Probenoberfläche ist die Beugung niederenergetischer Elektronen (*Low Energy Electron Diffraction*, **LEED**) ein weit verbreitetes Hilfsmittel. Dabei werden Elektronen mit Energien zwischen 10 eV und 1000 eV, entsprechend den de-Broglie-Wellenlängen von 3.9 Å bis 0.39 Å, auf die Probe beschleunigt, wo sie nur wenige Atomlagen tief in die Oberfläche eindringen können. Da ihre de-Broglie-Wellenlängen von atomarer Dimension sind, werden sie an den Oberflächenatomen gebeugt. Das entstehende Beugungsmuster läßt dann Aussagen über die Struktur der Probenoberfläche zu.

Im Kristallvolumen ist die Struktur in drei Dimensionen periodisch. An der Oberfläche gibt es dagegen nur zwei periodische Richtungen, denn senkrecht zur Oberfläche ist die Symmetrie gebrochen, was dazu führt, daß die Punkte des entsprechenden reziproken Gitters unendlich dicht liegen. Das reziproke Gitter einer idealen Oberfläche besteht also aus zu ihr

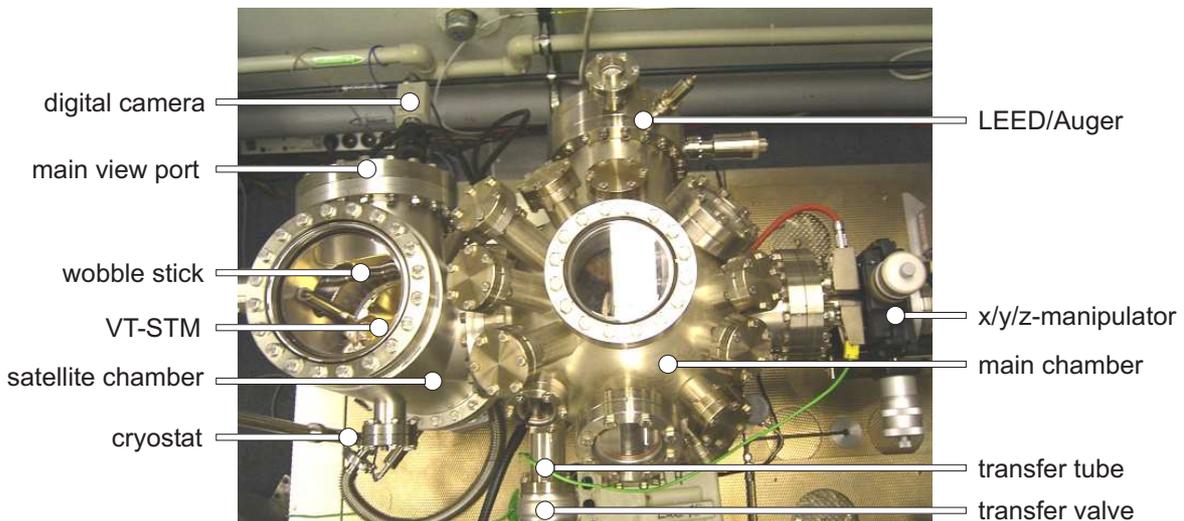


Abbildung 3.6: Ansicht der Analysekommer. Die Komponenten im Uhrzeigersinn: 1) LEED/Auger-Einheit, 2) x/y/z-Manipulator zur Positionierung vor der LEED/Auger-Einheit bzw. zur Übergabe in die Satellitenkammer, 3) Hauptkammer, 4) Transferverbindung zur Präparationskammer, 5) Transferventil, 6) Kryostat, 7) Satellitenkammer, 8) VT-STM, 9) Mechanische Hand (Wobble Stick) zum Einsetzen von Proben und Spitzen in das VT-STM, 10) Hauptsichtfenster in die Satellitenkammer, 11) Digitalkamera.

senkrecht stehenden Stangen. Dies bedeutet, daß beliebige Impulse senkrecht zur Oberfläche übertragen werden können, wodurch es zu einer Entartung in der Dimension senkrecht zur Oberfläche kommt. An der Oberfläche werden so aus den Punkten des dreidimensionalen reziproken Gitters des Volumens Stangen, die senkrecht zur Oberfläche orientiert sind.

Bei elastischer Streuung ist der Betrag des Wellenvektors vom einfallenden Elektronenstrahl gleich dem Betrag der Wellenvektoren des gestreuten Elektronenstrahls. Mit Hilfe der Ewald-Konstruktion können die Richtungen der ausfallenden Wellenvektoren bestimmt werden, die den Beugungsbedingungen genügen. Die Richtungen konstruktiver Interferenz ergeben sich durch die Schnittpunkte der Ewald-Kugel mit den Stangen des reziproken Gitters auf der Probenoberfläche. An diesen Punkten sind die zwei wichtigen Beugungsbedingungen erfüllt: Einerseits liegen sie auf der Kugel aller möglichen ausfallenden Wellenvektoren, die dem Betrag des einfallenden Wellenvektors entsprechen, andererseits erfüllen sie die durch das reziproke Gitter der Probenoberfläche vorgegebenen Beugungsbedingungen. Auf einem fluoreszierenden Leuchtschirm entstehen dann helle Punkte in den Richtungen, die der gedanklichen Verlängerung der möglichen ausfallenden Wellenvektoren konstruktiver Interferenz entsprechen (Abb. 3.7). Die Anordnung des Aufbaus ist so gewählt, daß die Krümmung der Ewald-Kugel und die des Leuchtschirmes sich gegenseitig aufheben. Auf dem Leuchtschirm entsteht so ein unverzerrtes lineares Abbild eines Schnittes durch den reziproken Raum der Oberfläche der Probe.

Zur zusätzlichen Charakterisierung der Probenoberfläche ist die LEED-Apparatur auch für **Auger-Elektronen-Spektroskopie** (AES) nutzbar, die im Gegensatz zum LEED-Verfahren der elementspezifischen Analyse einer Oberfläche dient. Dabei wird die Probe mit hochenergetischen Elektronen beschossen, wodurch Elektronen einer inneren (z.B. der K-) Schale der Probenatome herausgeschlagen werden. Dadurch befindet sich das Atom in einem

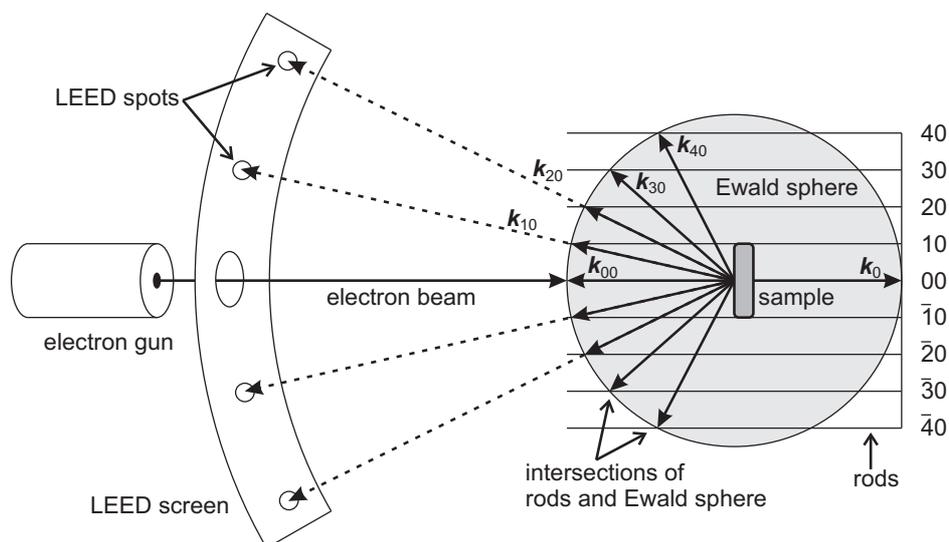


Abbildung 3.7: Prinzipieller Aufbau eines LEED-Systems. Ein durch eine Elektronenkanone erzeugter Elektronenstrahl trifft auf die Probenoberfläche. Konstruktive Interferenz entsteht an den Schnittpunkten der Ewaldkugel mit den Stangen des reziproken Gitters. Die Verlängerungen der entsprechenden Wellenvektoren führen zu den auf dem fluoreszierenden LEED-Schirm sichtbaren hellen Punkten.

angeregten Zustand, aus dem es über ein Elektron relaxiert, das aus einer höher liegenden Schale (z.B. der L-Schale) in die K-Schale übergeht. Die dabei frei werdende Energie kann entweder in Form eines Photons abgegeben oder durch das Herausschlagen eines weiteren Elektrons (z.B. aus der L-Schale) kompensiert werden. Letzterer Prozeß wird Auger-Effekt und das sekundäre Elektron, dessen Energie nur durch die Energien der beteiligten Elektronenniveaus bestimmt ist, wird Auger-Elektron genannt. Diese Energien sind elementspezifisch, und so erhält man Informationen über die Zusammensetzung einer Probenoberfläche. Die Elektronen besitzen dabei je nach Energie eine Eindringtiefe von einigen Å bis einigen nm.

Die AES-Messungen werden mit der gleichen Apparatur durchgeführt wie die LEED-Messungen. Durch eine Hochspannung von 3 kV zwischen Heizfilament und Probe werden die thermisch erzeugten freien Elektronen zur Probe hin beschleunigt, während eine an einem zwischen Filament und Probe befindlichen Gitter angelegte Gegenspannung U dafür sorgt, daß nur Elektronen auf die Probe treffen, deren kinetische Energie ausreichend groß ist, um U zu überwinden ($E_{\text{kin}} > e \cdot U$). Über die Variation dieser Gegenspannung kann der gewünschte Energiebereich abgefahren werden. Ein Lock-In-Verstärker wird genutzt, um die erste Ableitung des Stromsignals an der Probe zu messen. So erzielt man eine höhere Sensitivität und kann damit direkt aus den Peakhöhen I und bekannten elementspezifischen Sensitivitäten S den jeweiligen Anteil R eines Elements bestimmen:

$$R_i = \frac{\frac{I_i}{S_i}}{\sum_j \frac{I_j}{S_j}} \quad (3.1)$$

Verschiedene AES-Messungen können miteinander verglichen werden, wenn man alle Werte normiert (z.B. auf den Cr-Hauptpeak).

Wie oben beschrieben, dient der Manipulator nicht nur der Positionierung der Proben vor der LEED/Auger-Einheit. Er ermöglicht zusätzlich den Transfer von Spitzen und Proben in das Rastersondenmikroskop, das sich in einer Satellitenkammer befindet. Dazu wird der Manipulator so positioniert, daß die Probe oder die Spitze mit Hilfe einer mechanischen Hand übernommen werden kann, die im folgenden als **Wobblestick** bezeichnet wird. Dabei handelt es sich um einen Manipulator, dessen Achse sich um eine Aufhängung am Durchführungsflansch der Kammer in beliebige Raumwinkel drehen läßt. Zusätzlich kann er in seiner Längsrichtung vor- und zurückgezogen werden. Am vorderen Ende des Manipulators befindet sich eine senkrecht zu seiner Längsachse orientierte zangenähnliche Probenträgeraufnahme, die über einen Bowdenzug geöffnet und geschlossen werden kann. Diese Konstruktion des Wobblesticks ermöglicht es, Spitzen und Proben sehr flexibel um Hindernisse zu navigieren und sie feinfühlig in das Rastertunnelmikroskop einzusetzen.

Zur Lagerung gerade nicht benötigter Proben und Spitzen dient ein **Karussell** mit Einschüben für insgesamt 8 Probenträger. Es befindet sich an der Kammerwand in Reichweite des Wobblesticks.

Das **Rastertunnelmikroskop** wird weiter unten noch ausführlich vorgestellt, siehe dazu Abschnitt 3.3. Eines seiner Hauptmerkmale ist die Möglichkeit, Messungen nicht nur bei Raumtemperatur, sondern auch bei variablen, niedrigeren Temperaturen von bis zu 20 K durchzuführen.

Dafür ist in die Satellitenkammer ein **Kryostat** eingebaut (Abb. 3.8). Verwendung fand ein kommerziell erhältlicher Durchflußkryostat der Firma CryoVac [17] mit Versorgung über

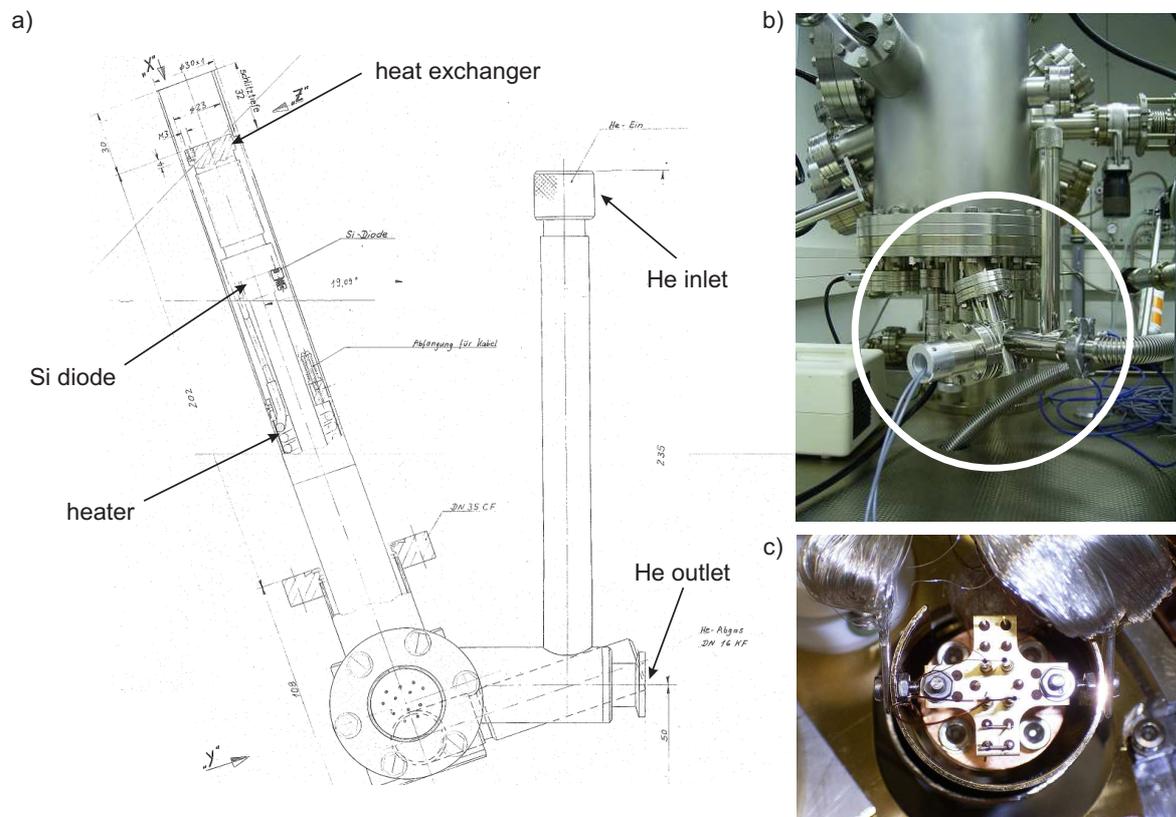


Abbildung 3.8: a) Konstruktionszeichnung des Kryostaten der Firma CryoVac [17]. Flüssiges Helium gelangt über den Einlaß bis zum Wärmetauscher und kühlt diesen, bevor es den Kryostaten über den Auslaß wieder verläßt. Mit Hilfe der Si-Diode wird die Temperatur am Wärmetauscher gemessen. Die Heizung, die über eine Kontrolleinheit geregelt wird, ermöglicht das Stabilisieren der gewünschten Zieltemperatur am Wärmetauscher. b) Außenansicht der Analysekammer. Der durch den Kreis markierte Kryostat ist nur bis zum Flansch zu sehen. c) Ansicht des Wärmetauschers in der Analysekammer. Zu sehen sind unter anderem auch die OFHC-Litzenbündel, die der Kühllankopplung des Mikroskops dienen.

eine externe Zuführung (Flüssig-Helium-Kanne). Die Wärmeankopplung des Mikroskops erfolgt über eine Wärmetauschereinheit, die das flüssige Helium vom externen Anschluß an der Unterseite der Satellitenkammer über ein Edelstahlrohr bis zu einem Wärmetauscher aus Kupfer in der Nähe des Mikroskops führt. Nach Passieren des Wärmetauschers wird das Heliumgas durch eine Drehschieberpumpe in die Helium-Rückleitung des Instituts zurückgepumpt. Ein Manometer zwischen Wärmetauscher und Pumpe ermöglicht die Kontrolle des Helium-Gasdrucks, der über ein Nadelventil eingestellt werden kann. So kann man einerseits den Helium-Verbrauch minimieren, während andererseits ein laminarer Fluß und damit eine stabile Temperatur am Wärmetauscher erreicht wird. Nicht-laminare Strömungen führen neben mechanischen Schwingungen zu Druckschwankungen und damit unregelmäßigem Wärmetransport, was sich in Form von Temperaturschwankungen am Wärmetauscher bemerkbar macht.

Über ein zusätzliches Ventil wird ein Bypass zum Nadelventil ermöglicht, um die Leitung

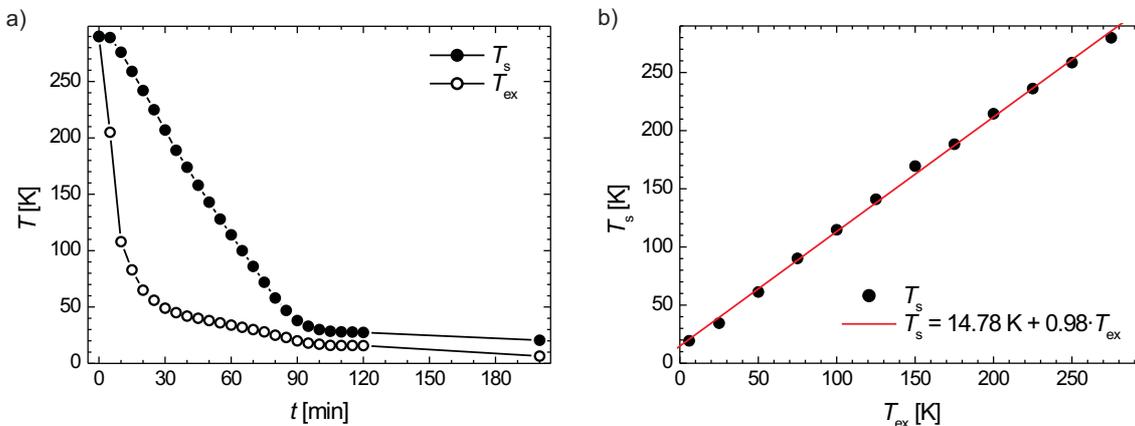


Abbildung 3.9: Kenngraphen des Kryostaten. **a)** Temperaturverlauf beim Kühlen von Raumtemperatur auf 20 K an der Probe. Gemessen wurde die Temperatur des Wärmetauschers und der Probe, jeweils in Abhängigkeit der Zeit. Die Wärmetauschertemperatur sinkt innerhalb der ersten 30 Min. relativ rasch, während die Probentemperatur nur mit einer gewissen Verzögerung folgt. Nach ca. 2 Std. stabilisieren sich sowohl die Wärmetauscher- als auch die Probentemperatur. Im weiteren Zeitverlauf sinken beide Temperaturen nur noch unwesentlich. **b)** Probentemperatur in Abhängigkeit der am Wärmetauscher stabilisierten Temperatur. Die Probentemperatur liegt im Mittel ca. 15 K über der des Wärmetauschers.

zu spülen. Dies ist nach Anschluß der Helium-Versorgung notwendig, da sich dann in der Leitung noch Moleküle aus der Laborluft befinden können, unter anderem auch Wasser. Verbleibt dieses in der Leitung, während mit Helium gekühlt wird, entstehen Eiskristalle, die den Kryostaten von innen heraus beschädigen und z.B. zu einem Vakuum-Leck führen können. Deshalb wird zunächst bei geschlossenem Heberventil die He-Leitung durch Öffnen des Bypasses gepumpt, bevor dann bei geschlossenem Manometerventil das Heberventil geöffnet und die Leitung mit Helium geflutet wird. Um den Anteil von restlicher Laborluft zu minimieren, wird diese Prozedur einige Male wiederholt.

Für die Kühllankopplung des Mikroskops sorgt die direkte Wärmeleitung vom Wärmetauscher-Kupferblock über eine vieladrige, silberbeschichtete OFHC-Kupferlitze zum Mikroskop. Die Litze ist dabei zur Maximierung der Ankopplung in den Kupferblock eingelötet und teilt sich dann in mehrere Stränge von je ca. 800 Adern auf.

Über eine Silizium-Diode wird die Temperatur am Wärmetauscher gemessen. Um stabile Temperaturen zu gewährleisten, besitzt der Kryostat eine integrierte Widerstandsheizung, die über eine Kontrolleinheit gesteuert wird. Zur Minimierung des Helium-Verbrauchs ist möglichst ein Durchfluß zu wählen, der den Wärmetauscher lediglich auf eine Temperatur etwas unter der gewünschten kühlt. Erst dann wird an der Kontrolleinheit die Zieltemperatur eingegeben und die automatische Heizung gestartet. Sie vergleicht fortwährend die aktuelle Temperatur am Wärmetauscher mit der eingegebenen Zieltemperatur und regelt entsprechend die Heizleistung. Am Wärmetauscher sind so Temperaturen bis auf wenige Hundertstel Kelvin genau einstellbar.

Die tatsächlich an der Probe erreichte Temperatur weicht im allgemeinen von der Temperatur des Wärmetauschers ab - sie wird deshalb am Probenhalter über einen zusätzlichen Temperatursensor (GaAs/GaAlAs-Diode) gemessen. Um die Probe von Raumtemperatur auf

eine Endtemperatur von 20 K zu bringen, benötigt man eine Zeit von etwa zwei Stunden. Abb. 3.9 a) macht deutlich, daß die Zieltemperatur von ca. 6 K am Wärmetauscher relativ schnell erreicht wird, während die Proben­temperatur mit einiger Verzögerung folgt. Der Temperaturunterschied zwischen Probe und Wärmetauscher beträgt dabei maximal ungefähr 200 K.

Trägt man die am Probenhalter erreichte Temperatur in Abhängigkeit von der am Wärmetauscher geregelten Temperatur auf, so erhält man einen Graphen wie in Abb. 3.9 b), über den sich für jedes Experiment die Wärmetauscher-Temperatur bestimmen läßt, auf die die Kontrolleinheit geregelt werden muß, um eine bestimmte gewünschte Temperatur an der Probe zu erreichen. Die Proben­temperatur T_s in Funktion der Wärmetauschertemperatur T_{ex} läßt sich in unserem Fall durch folgende Fitfunktion beschreiben:

$$T_s = 14.78 \text{ K} + 0.98 \cdot T_{ex} \quad (3.2)$$

Die Proben­temperatur liegt im Mittel also ca. 15 K über der Wärmetauschertemperatur.

3.3 Das Rastertunnelmikroskop

Die wichtigste Analysekomponente im vorgestellten System ist das Rastertunnelmikroskop (engl. *scanning tunneling microscope*, STM) für spinpolarisierte Messungen bei *variablen Temperaturen*, im folgenden VT-STM genannt. Es wurde im Rahmen einer Doktorarbeit von Torben Hänke [18] auf der Grundlage eines kommerziell erhältlichen VT-STM-Systems der Firma Omicron [15] konstruiert und aufgebaut. Dabei kommen die Satellitenkammer mit integriertem Dämpfungssystem und Kühlkopplung im wesentlichen unverändert zum Einsatz, während anstelle des kommerziellen Rastertunnelmikroskops eine Neukonstruktion auf der Grundlage des STM-Designs von Daniel Haude Verwendung findet. Diese Neuentwicklung war notwendig, um nicht nur die Probe, sondern gleichzeitig auch die Spitze über die Ankopplung an den Kryostaten auf tiefe Temperaturen kühlen zu können. Die weiteren Hauptkriterien für die Konzeption und Materialauswahl waren mechanische Stabilität, UHV-Tauglichkeit, Tauglichkeit sowohl für Raumtemperatur als auch für tiefe Temperaturen bis zu 20 K und Magnetfeldtauglichkeit für eine eventuelle zukünftige Erweiterung, die Messungen in einem äußeren Magnetfeld ermöglicht. Abb. 3.10 zeigt eine Übersicht über die Satellitenkammer mit dem integrierten Rastertunnelmikroskop.

Das physikalische Grundprinzip des quantenmechanischen Tunnelns, auf dem das VT-STM basiert, wurde bereits in 2.2 vorgestellt. Das zwischen der Spitze und der Probenoberfläche gemessene Tunnelstromsignal wird über einen Vorverstärker an eine Workstation mit entsprechender kommerziell erhältlicher Datenerfassungssoftware der Firma Omicron [15] weitergeleitet. Über einen externen Lock-In-Verstärker kann zusätzlich zum direkten Stromsignal dessen erste Ableitung aufgezeichnet werden. Die Datenerfassungssoftware steuert gleichzeitig über eine Elektronik die Spitze rasterartig über die Probenoberfläche.

Da schon kleine Änderungen im Abstand zwischen Spitze und Probe große Änderungen im gemessenen Stromsignal zur Folge haben und mit dem STM atomare Auflösung erreicht werden soll, muß die Spitze bis auf Größenordnungen von Å genau über der Probenoberfläche positioniert werden können. Konventionelle, auf rein mechanischen Prinzipien basierende Stellsysteme können dies nicht leisten. Deshalb wurde sowohl für die Grobannäherung der Spitze an die Probe als auch für das Rastern über deren Oberfläche ein Antriebskonzept

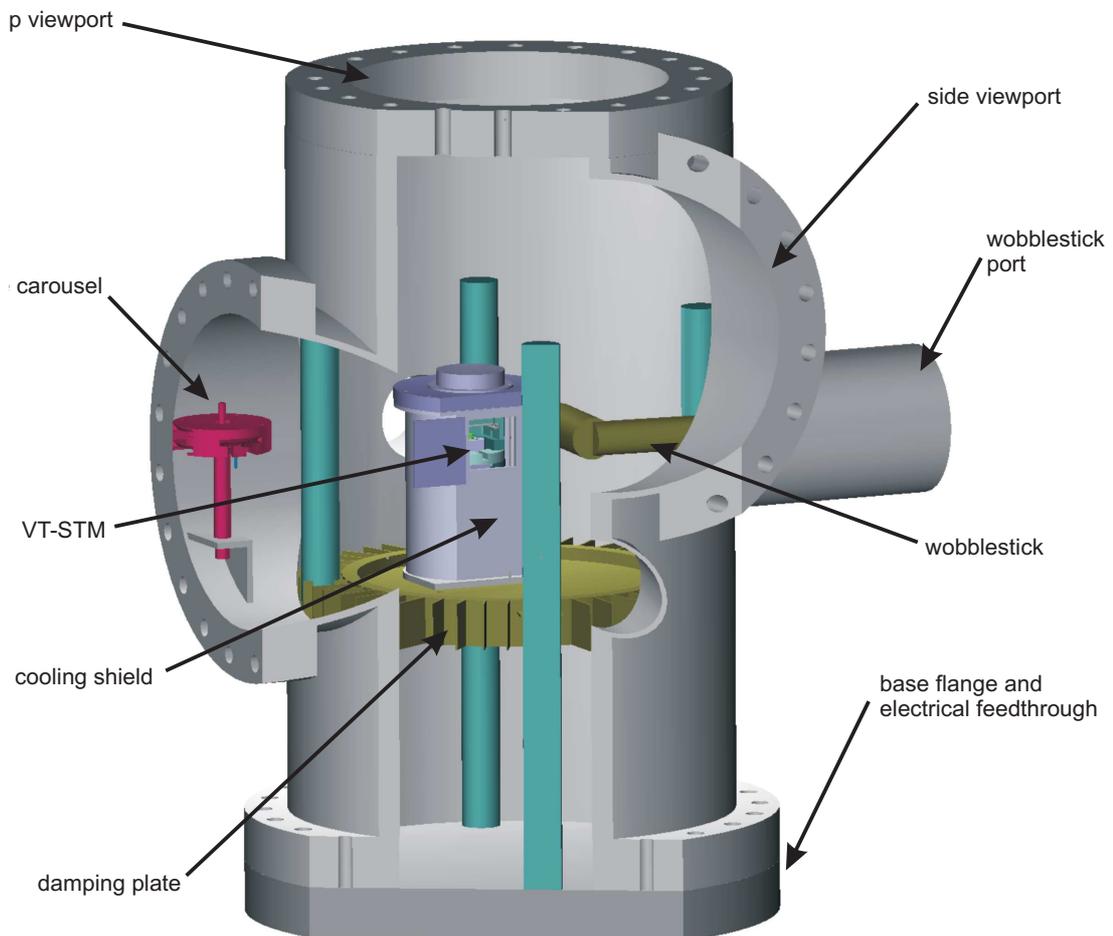


Abbildung 3.10: Konstruktionszeichnung der Satellitenkammer mit integriertem Rastertunnelmikroskop. Im Uhrzeigersinn: 1) seitliches Sichtfenster, 2) Flansch für den Wobblestick, 3) Wobblestick, 4) Basisflansch mit elektrischen Durchführungen, 5) Dämpfungsplatte, 6) Kühlschild, 7) Rastertunnelmikroskop, 8) Probenkarussell, 9) oberes Sichtfenster.

entwickelt, das den piezoelektrischen Effekt nutzt, der beim Anlegen von Hochspannungen an bestimmte Materialien auftritt.

Der Piezo-Effekt

1880 wurde von Pierre und Jacques Curie zunächst der direkte Piezoeffekt entdeckt, der zu einer Ladungsverschiebung aufgrund äußerer mechanischer Spannung an den isolierten Elektroden eines piezoelektrischen Bauteils führt. An ihnen läßt sich demnach bei Druck- bzw. Zugbelastung eine elektrische Spannung messen, weshalb der direkte Piezoeffekt vor allem bei Sensoren genutzt wird.

Durch die Umkehrung des Effekts wurden dann piezoelektrische Wandler auch als Aktoren genutzt: Dem Bauelement wird eine elektrische Spannung eingeprägt, welche zu einer Verschiebung führt. Man spricht hier sinngemäß vom inversen Piezoeffekt.

In der technischen Anwendung haben sich ferroelektrische Keramiken auf der Basis von

Bleizirkonattitanat (PZT) ($\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x}\text{O}_3)$) etabliert, die hohe piezoelektrische Koeffizienten besitzen und durch zielgerichtete Mischung von Titan und Zirkon sowie durch Beifügen weiterer Substanzen eine Optimierung ihrer Eigenschaften für bestimmte Anwendungen zulassen. Das Ausgangsmaterial ist nach der Herstellung durch Pulverisierung, Formpressung, Sinterung, feinmechanischer Bearbeitung und Beschichtung mit Elektrodenmaterial makroskopisch isotrop und besteht mikroskopisch aus einzelnen Kristalliten, deren Polarisation regellos verteilt ist. Erst durch das Anlegen eines äußeren Feldes unter ggf. erhöhter Temperatur (200°C) richten sich die elektrischen Domänen aus und bilden eine remanente Polarisierung.

Am Beispiel eines Quaders aus piezoelektrischem Material mit den Seitenlänge L_x, L_y, L_z , der in z -Richtung polarisiert ist, unterscheidet man drei piezoelektrische Koeffizienten (d_{33}, d_{31}, d_{15}), entsprechend den drei unterschiedlichen Effekten:

$$\text{Längs-Effekt : } \Delta z = d_{33} E_z L_z \quad (3.3)$$

$$\text{Quer-Effekt : } \Delta x = d_{31} E_z L_x \quad (3.4)$$

$$\Delta y = d_{31} E_z L_y \quad (3.5)$$

$$\text{Scher-Effekt : } \Delta z = d_{15} E_x L_x \quad (3.6)$$

Der Scher-Effekt beschreibt die relative Verschiebung der beiden Elektrodenseitenflächen längs der Polarisierungsachse. Scherpiezos finden in Schrittmotoren für die Grobannäherung von Spitze und Probe Verwendung.

Piezo-Effekt beim Röhrenscanner

Für die laterale Rasterung benutzen Scanner üblicherweise den Quereffekt. Aufgrund ihrer kompakten Bauweise, hohen Sensitivität und hohen Resonanzfrequenzen sind Röhrenscanner (*single tube scanner*) weit verbreitet. Sie sind radial polarisiert und innen wie außen mit Elektrodenmaterial beschichtet, wobei die Außenelektrode in Längsrichtung in vier Quadranten unterteilt ist. Das eine Ende des Piezo-Röhrchens ist fixiert, während über dem anderen zentrisch die Tunnelspitze montiert wird. Beim Anlegen einer antisymmetrischen Spannung von $\pm 140\text{V}$ an zwei gegenüberliegende Elektroden (x_+, x_-) erreicht man durch Stauchung bzw. Dehnung in Querrichtung eine Verbiegung des Röhrchens (Abb. 3.11).

Diese ist in guter Näherung unabhängig von den anderen Elektroden, so daß durch analoges Ansteuern der beiden anderen Elektroden (y_+, y_-) ein kleiner Bereich einer Oberfläche zeilenweise abgerastert werden kann. Die angelegten Spannungen gelten dabei in erster Näherung als ein direktes Maß für die Auslenkung des Scannerendes [6]:

$$\Delta x, \Delta y = \frac{2\sqrt{2}d_{31}L^2}{\pi Dh} U_{x,y} \quad (3.7)$$

D bezeichnet den Innendurchmesser, h die Wandstärke und L die Länge des Röhrchens. Berücksichtigt man das Herausragen des Spitzenendes über das Elektrodenende, so ist folgende Korrektur notwendig [19]:

$$\Delta x, \Delta y = \frac{2\sqrt{2}d_{31}}{\pi Dh} (L_e^2 + 2L_e L_s) U_{x,y} \quad (3.8)$$

Dabei ist L_e die effektive Elektrodenlänge und L_s die Länge der Spitze. Eine Längenänderung des Scanners erreicht man durch eine Spannung U_z an der Innenelektrode:

$$\Delta z = d_{31} \frac{L_e}{h} U_z \quad (3.9)$$

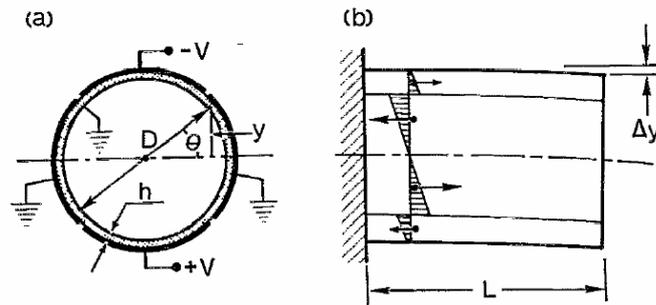


Abbildung 3.11: Auslenkung eines Piezo-Röhrchens in bipolarer Ansteuerung. a) Entgegengesetzte, vom Betrag her gleiche Spannungen werden an die y -Quadranten eines Röhrscanners angelegt, während die x -Quadranten und die innere Elektrode geerdet sind. Durch die Spannung ergibt sich eine positive Auslenkung (Druck) des oberen Quadranten und eine negative Auslenkung (Zug) des unteren. b) Im Gleichgewicht heben sich die Druck- und Zugkräfte gegenseitig auf. Am Scanner entsteht so eine Verbiegung in y -Richtung. [6]

Ein solchermaßen angesteuerter Röhrscanner ermöglicht also die gewünschte präzise Steuerung der Spitze in alle drei Raumrichtungen.

Über eine Kalibrierung kann die Position der Spitze aus den an den Elektroden anliegenden Spannungen berechnet werden. Solch eine Kalibrierung hängt jedoch von der jeweiligen Temperatur ab, bei der der Scanner betrieben wird, da der Piezo-Effekt temperaturabhängig ist. In Kap.4 wird ausführlich auf die hieraus resultierenden Konsequenzen eingegangen.

Design

Anhand von Abb.3.12 ist der prinzipielle Aufbau des Rastertunnelmikroskops zu erkennen: Zur Grobannäherung der Tunnelspitze an die Probe dient ein Linearmotor aus piezokeramischen Stapeln, die an der Innenseite einer Führungsnut im Mikroskopgrundkörper befestigt sind. Über eine Andruckfeder halten sie das Saphirprisma mit dem integrierten Scanner. Wird nun an die Piezostapel eine hochfrequenten Sägezahnspannung angelegt, so folgt das Prisma im Bereich der Spannungsrampe der Auslenkung der Piezostapel, während es beim darauf folgenden plötzlichen Spannungsabfall der Relaxierung der Piezos nicht folgen kann. So entsteht während einer Periode eine Nettobewegung in Richtung der Probe oder von der Probe weg, je nach Polung der Dreieckspannung.

Über zwei vieladrige OFHC-Litzenbündel ist der Mikroskopgrundkörper mit dem Wärmetauscher des Durchflußkryostaten verbunden. Um das zu kühlende Volumen möglichst klein zu halten und gleichzeitig das Mikroskop gegenüber direkter Strahlungswärme aus der Umgebung zu isolieren, befindet es sich in einem nur wenig größeren Kühlschild (Abb.3.13), das ebenfalls über OFHC-Litze mit dem Durchflußkryostaten verbunden ist. Eine Tür, die mit dem Wobblestick geöffnet und geschlossen werden kann, ermöglicht dabei das Einsetzen von Spitzen und Proben in das Mikroskop.

Die Einheit aus Mikroskop und Kühlschild steht auf einer Grundplatte, die federnd aufgehängt ist und so in Verbindung mit einer magnetischen Wirbelstrombremse für die nötige mechanische Schwingungsisolierung des Mikroskops vom übrigen Kammersystem sorgt (Abb.3.10). Um die direkte Schwingungsankopplung durch den Durchflußkryostaten so gering

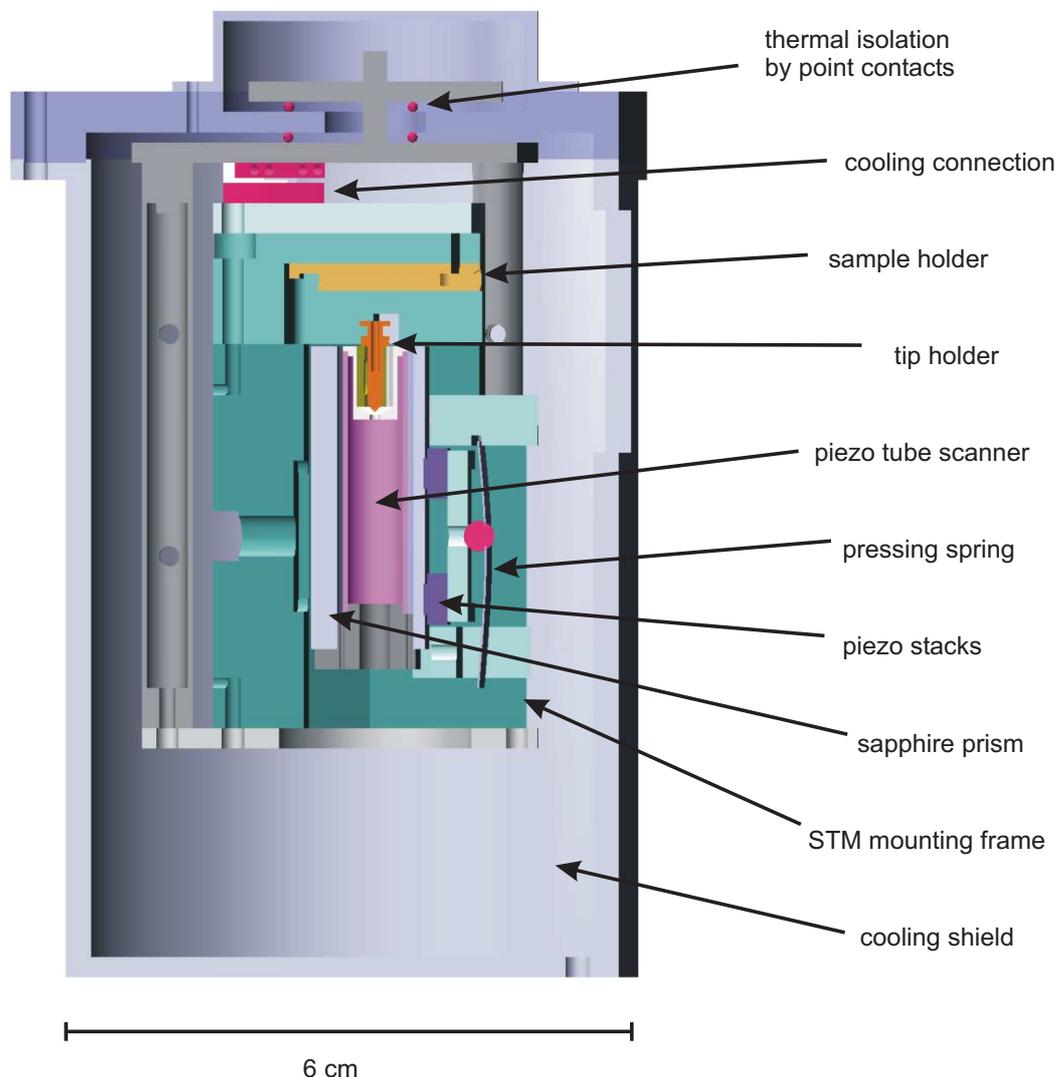


Abbildung 3.12: Übersicht über das Design des VT-STM. Von oben nach unten sind folgende Bestandteile hervorgehoben: 1) Thermische Entkopplung durch Punktkontakte, 2) Kühllinkopplung, 3) Probenhalter, 4) Spitzenhalteraufnahme, 5) Piezo-Röhrenscanner, 6) Andruckfeder, 7) Piezostapel, 8) Saphirprisma, 9) Mikroskop-Grundkörper, 10) Kühlschild.

wie möglich zu halten, besteht die für die Kühllinkopplung notwendige OFHC-Kupferlitze aus sehr feinen und damit flexiblen, 0.05 mm dünnen Einzeladern, die zwischen den Endpunkten frei schwebend positioniert sind.

3.4 Rastertunnel-Spitzen

Für spingemittelte und spinaufgelöste Rastertunnelmikroskopie und -spektroskopie wurden Spitzen aus Wolfram als Sonden genutzt. Das Ziel der Präparation ist es, Spitzen herzustellen, die idealerweise in ein einzelnes Atom auslaufen. In der Praxis ist dies jedoch nicht möglich,

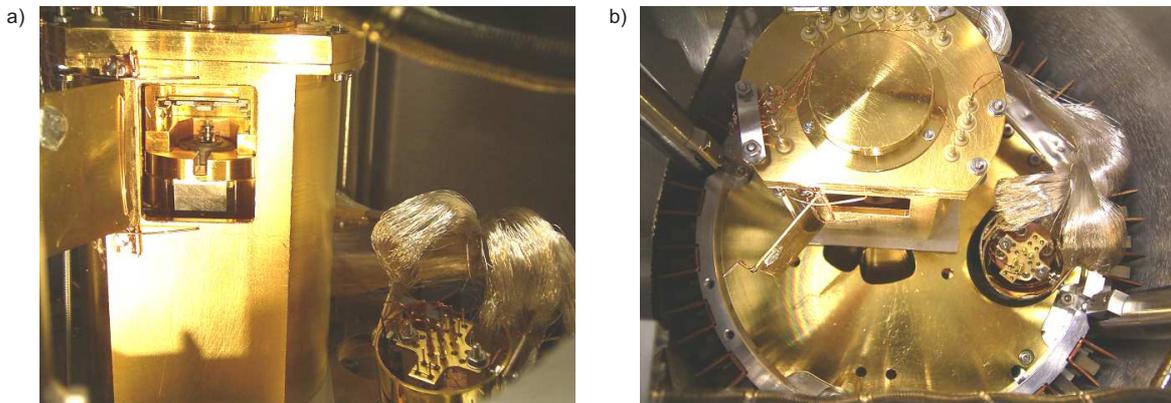


Abbildung 3.13: a) Ansicht des STM-Kühlschildes. Durch die geöffnete Tür ist das installierte Rastertunnelmikroskop zu sehen. b) Ansicht von oben. Das Kühlschild steht auf einer federnd aufgehängten Platte mit Wirbelstrombremsendämpfung. Die elektrischen Zuleitungen werden durch den Deckel des Schildes geführt. Jeweils rechts im Bild: Der Wärmetauscher des Kryostaten, von dem die OFHC-Litze zum Mikroskop geführt wird.

denn typischerweise werden Spitzenradien von ca. 50 nm erreicht. Atomar gesehen ist die Spitze also alles andere als spitz (Abb. 3.14).

Präparation

Eine gut reproduzierbare Methode der Spitzenpräparation ist das Ätzen, wie es erstmals von Bryant *et al.*[21] beschrieben wird. Dabei wird das Ende eines 0.75 mm dicken Wolframdrahtes mit einer Isolierung überzogen, deren Länge ungefähr der späteren Gesamt-Spitzenlänge entspricht. Dieses isolierte Ende taucht dann in eine gesättigte NaOH-Lösung (8 mg/100 ml), und zwar so, daß sich ein dünner Film der Flüssigkeit über der Isolierung aufspannt. Mit einem Kohlestab als Gegenelektrode wird nun an dem Draht eine Wechselspannung von ca. 5 V angelegt. Durch den hierdurch angeregten elektrolytischen Ätzprozeß verjüngt sich der Draht oberhalb der Isolierung, bis das Ende schließlich herunterfällt (Abb. 3.15). So entste-

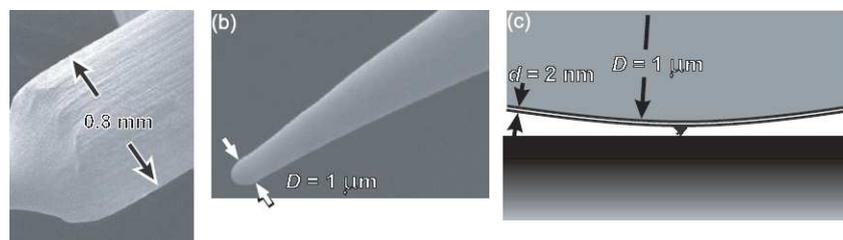


Abbildung 3.14: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen einer W-Spitze nach dem Heizen auf $T > 2200$ K. a) Auf der makroskopischen Skala erscheint die Spitze scharf. b) Die Vergrößerung des vorderen Spitzenendes zeigt jedoch, daß die Spitze dabei aufgeschmolzen wurde und einen Krümmungsradius von etwa 500 nm besitzt. c) Schematische, die Größenverhältnisse wiedergebende Darstellung des Spitzen-Apex. Die Filmdicke ist verglichen mit dem Krümmungsradius sehr gering. Ein eventuell herausstehender Cluster am Apex erklärt die hohe Auflösung des Rastertunnelmikroskops. Quelle: [20]

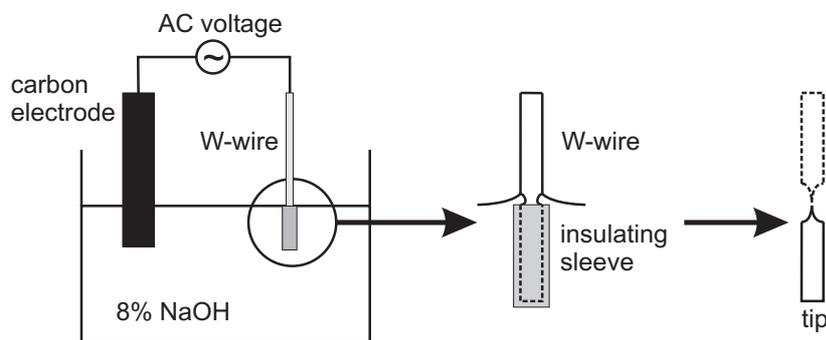


Abbildung 3.15: Schematische Darstellung der Spitzenpräparation. Wolfram-Draht der Stärke 0.75 mm wird mit einer Isolierung überzogen und in einer 8%igen NaOH-Lösung elektrolytisch geätzt. Das herunterfallende Ende bildet die fertige Rastertunnelspitze.

hen feine Mikrospitzen mit Radien von 10-30 nm [22]. Nach einer Reinigung in destilliertem Wasser kann die Spitze dann in die Spitzenhalterung eingesetzt werden. Für einen sicheren Halt ist es zweckmäßig, die Spitze vor dem Ätzen in einen sanften Bogen zu biegen, so daß in der Spitzenhalterung eine schwingungsfreie Dreipunktlagerung möglich ist.

Beim Ätzen bildet sich auf der so gewonnenen Wolfram-Spitze eine Oxidschicht. Im Vakuum kann die Spitze weiter präpariert werden: Durch Pulsen (also kurzzeitigen Betrieb des Mikroskops im Feldemissionsbereich) kann ein Materialtransfer von der Spitze auf die Probe verursacht werden, was häufig die Abbildungsqualität der Spitze erhöht. Darüberhinaus kann die Oxidschicht durch Flashen auf der Elektronenstoßheizung entfernt werden. Da der Bereich der Spitze dabei anschmilzt, verrundet diese zwar, sie kann jedoch durch Pulsen wieder geschärft werden.

Um die Wolframspitzen magnetisch sensitiv zu machen, werden sie mit Eisen bedampft. Für eine gute Haftung des Films ist die Wolframspitze zunächst durch Flashen zu reinigen, bevor 10-20 ML Fe mit dem Elektronenstrahlverdampfer auf die Spitze aufgebracht werden können. Deutlich dickere Beschichtungen sind zu vermeiden, um die magnetostatische Wechselwirkung zwischen Spitze und Probe während der Messung möglichst gering zu halten.

Spitzenwechsel und Transport

Zum Wechseln und Transportieren der Spitzen dient ein Spitzentransporter, wie er in Abb.3.16 zu sehen ist. Er beruht weitgehend auf einer Entwicklung von Andre Kubetzka und wird in Ref. [23] ausführlich vorgestellt. Zum Einsetzen der Einheit aus Spitzenhalter und Spitze wird der Röhrenscanner mit Hilfe des Linearmotors zum Spitzentransporter hin bewegt. Auf diese Weise gleitet der Spitzenhalter, der in einer Nut am Spitzentransporter hängt, in die entsprechende Aufnahme am Röhrenscanner. Wird nun der Spitzentransporter aus dem Mikroskop entfernt, bleibt die Spitze im Röhrenscanner zurück und ist nun einsatzbereit. Zum Entfernen einer Spitze aus dem Mikroskop ist in entsprechend umgekehrter Reihenfolge vorzugehen.

Vor einem der Sichtfenster an der Satellitenkammer ist eine Kamera installiert, die von schräg unten auf das Mikroskop gerichtet ist. Durch sie wird das Anfahren definierter Positionen und Beurteilen der Situationen sowohl beim Spitzenwechsel als auch beim Annähern

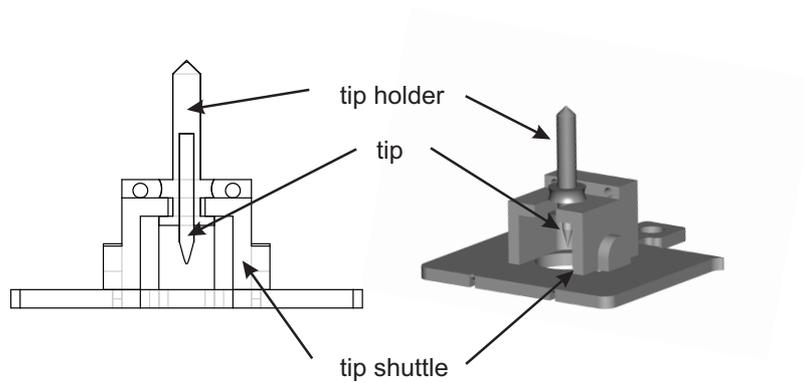


Abbildung 3.16: Aufbau eines Spitzenshuttles. Eine Spitze befindet sich im Spitzenhalter, der seinerseits in einer Nut im Shuttleaufbau sitzt. Die Federn aus Molybdändraht, die ein ungewolltes Herausrutschen des Spitzenhalters aus der Nut während des Transports verhindern, fehlen in dieser Darstellung.

der Spitze an die Probe erleichtert.

Kapitel 4

Kalibrierung und Charakterisierung des Systems

4.1 Testmessungen an Luft und in Vakuum

Verschiedene charakterisierende Tests dienen der Überprüfung der Funktionsfähigkeit des Mikroskops. Als Proben für entsprechende Messungen wurden Materialien ausgewählt, die bereits Objekt zahlreicher Untersuchungen waren und deren Eigenschaften inzwischen sehr gut bekannt sind. Insbesondere stand die Fragestellung im Mittelpunkt, ob sich mit dem Mikroskop Abbildungen mit atomarer Auflösung erzielen lassen.

Au(111)

Als erstes Testsystem diente eine auf Glimmer aufgewachsene Goldschicht. Glimmer ist ein isolierendes Schichtsystem komplexer Struktur, die zum größten Teil aus Ebenen mit SiO_4 -Tetraedern in Honigwabenanordnung gebildet wird. Die epitaktisch aufgedampfte Goldschicht wächst darauf in (111)-Richtung, wobei sich charakteristische Inselstrukturen ausbilden. Die Oberflächenrauigkeit nimmt dabei mit zunehmender Substrattemperatur wegen der erhöhten Beweglichkeit der Goldatome während des Aufdampfprozesses ab.

Gold eignet sich insbesondere auch zu Untersuchungen an Luft, da es chemisch inert ist. Als Rastersonde kam eine gerissene Pt-Ir-Spitze zum Einsatz, die im Gegensatz zu Wolfram an Luft keine Oxidschicht an ihrer Oberfläche ausbildet. Daher war es nicht notwendig, das Rastertunnelmikroskop in das UHV-Kammersystem zu integrieren. Während der ersten Messungen befand sich das Mikroskop bereits in der Satellitenkammer, die auf einem Tisch stand. Für eine ausreichende Isolierung gegenüber den Gebäudeschwingungen sorgte die federnde Aufhängung der Mikroskop-Grundplatte in Verbindung mit der Wirbelstrombremse (siehe Kap.3), während zur Abschirmung gegenüber elektrischen Einkopplungen und Vibrationen aus der Luft ein Aluminiumzylinder diente, der über das Mikroskop gestülpt und geerdet wurde.

Abb. 4.1 zeigt eine spingemittelte Rastertunnelaufnahme der Topographie der Probe bei Raumtemperatur. Sie wurde nachträglich leicht differenziert, um die Stufenkanten hervorzuheben, die sich durch Schichtungen einerseits und Inselstrukturen andererseits ausbilden. Selbst in diesem improvisierten Testbetrieb mit relativ großem Scanbereich von $6 \times 6 \mu\text{m}^2$

$T = RT$

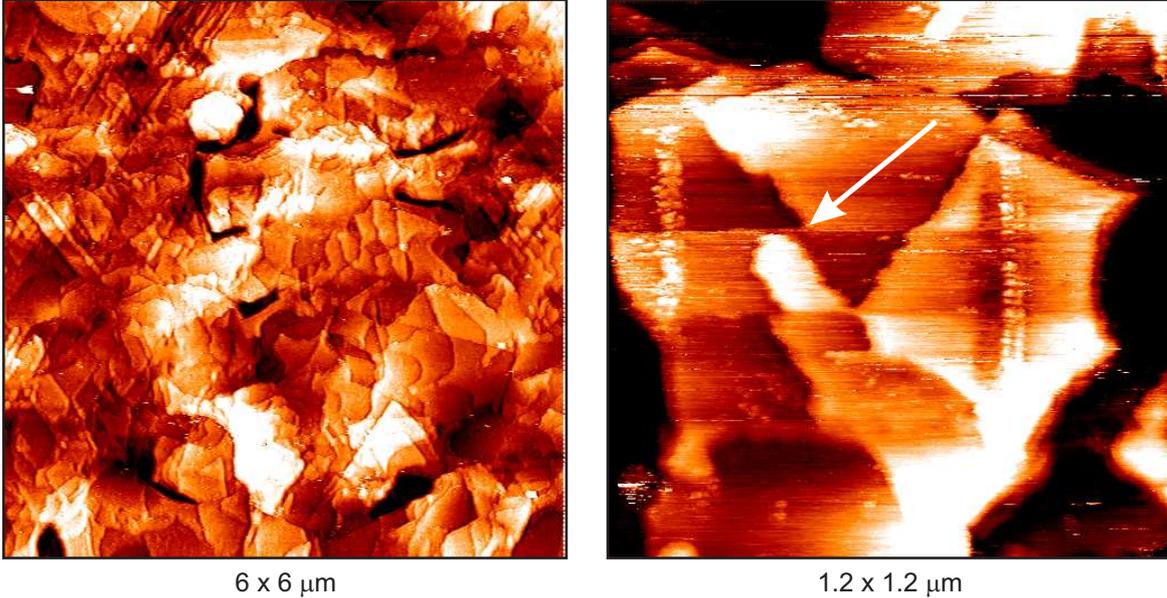


Abbildung 4.1: Rastertunnelmikroskopische Aufnahme von Au(111) auf Glimmer im Konstantstrommodus bei Raumtemperatur, jeweils bei $I = 500 \text{ pA}$, $U = -250 \text{ mV}$. Die typische Inselgröße der Goldkristalle beträgt etwa 500 nm . Die rechte Abbildung zeigt einen kleinen Ausschnitt von ca. $(1.2 \mu\text{m})^2$. Der Pfeil markiert einen Bereich, in dem sich monoatomare Stufenkanten im Winkel von 60° schneiden. Die abgebildete Oberfläche weist also eine (111)-Oberfläche auf, denn nur ein fcc-Kristall wie Gold besitzt in dieser Ebene eine sechszählige Symmetrie.

wird eine hohe Abbildungsqualität erreicht. In dem kleineren, etwa $1.2 \times 1.2 \mu\text{m}^2$ großen Ausschnitt auf der Au(111)-Probe sind deutlich monoatomare Stufenkanten zu erkennen, die sich unter einem Winkel von jeweils 60° schneiden. Dies zeigt, daß die abgebildete Oberfläche tatsächlich eine (111)-Orientierung aufweist, da ein fcc-Kristall wie Gold nur in dieser Ebene eine solche sechszählige Symmetrie besitzt.

HOPG(0001)

Graphit ist sicherlich das bisher am meisten mittels Rastersondenmethoden untersuchte Schichtsystem. Es zeichnet sich dadurch aus, daß es sich auf einfache Weise spalten läßt und dabei atomar flache Terrassen in der Größenordnung von einigen tausend \AA^2 ausbildet, die relativ inert und daher auch für Untersuchungen bei Umgebungsbedingungen geeignet sind. Eine in der Natur häufig auftretende Form von Graphit ist hexagonaler Art, wie sie in Abb. 4.2 a) gezeigt wird. Er setzt sich aus Lagen von stark kovalent gebundenen Kohlenstoffatomen in Honigwabenstruktur zusammen, während die Lagen untereinander dagegen nur durch die relativ schwachen Van-der-Waals-Kräfte gebunden sind. Die Ebenen sind entsprechend einer Stapelfolge ABAB... gegeneinander verschoben, was dazu führt, daß benachbarte Plätze der Kohlenstoffatome nicht mehr äquivalent sind: Während ein C-Atom (A) ein direkt benachbartes C-Atom in der unterliegenden Ebene besitzt, liegt ein anderes C-Atom (B) über dem freien Zentrum (engl. *hollow site*) eines sechsfachen Kohlenstoffrings. Ent-

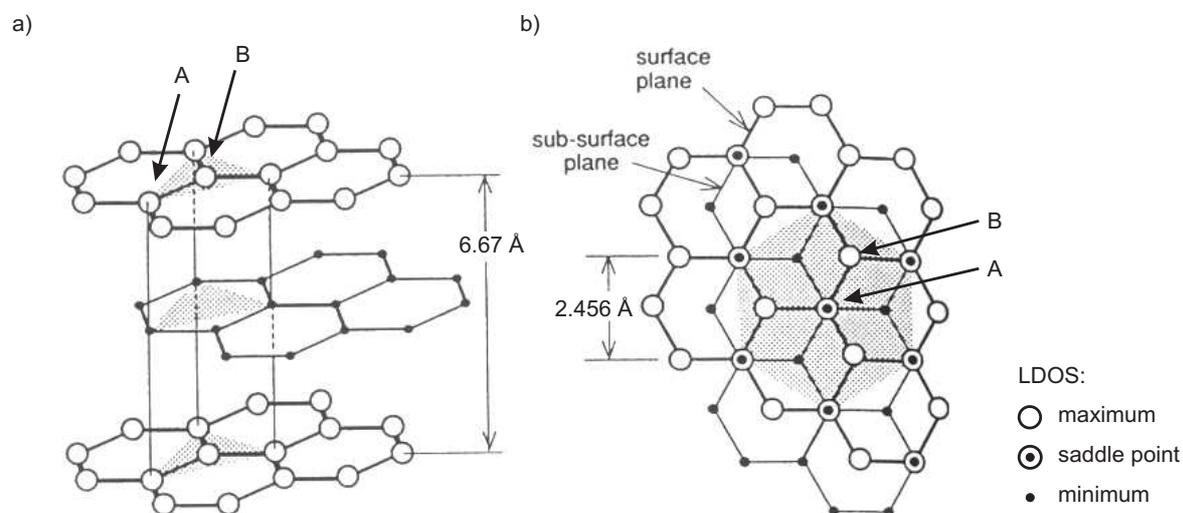


Abbildung 4.2: Kristallstruktur hexagonalen Graphits. a) Seitenansicht mit drei Ebenen. Die Gitterplätze A und B sind aufgrund der zueinander verschobenen Ebenen nicht äquivalent: A besitzt ein Nachbaratom in der darunterliegenden Schicht, während sich unter dem Platz B eine Leerstelle befindet. b) Draufsicht auf die Struktur. Die drei unterschiedlichen Symbole an den Atomplätzen kennzeichnen das Verhalten der lokalen Zustandsdichte. A-Plätze kennzeichnet ein Sattelpunkt der LDOS, B-Plätze ein Maximum, während die Leerplätze (hollow sites) ein Minimum aufweisen. Abbildung entnommen aus [1].

sprechend ist zu erwarten, daß sich auch die lokale elektronische Zustandsdichte (LDOS) der beiden Plätze unterscheidet. Aus Bandstrukturrechnungen für die LDOS von Graphit ergeben sich für die B-Plätze ein Maximum und für die A-Plätze ein Sattelpunkt der LDOS nahe der Fermi-Energie, während an den hollow sites ein Minimum liegt [1]. Statt eines Wabenmusters entsteht daher eine hexagonale Struktur, wie sie in der Tat bei STM-Aufnahmen beobachtet wird.

Für die Testmessungen kam hochorientiertes pyrolytisches Graphit zum Einsatz. Diese synthetisch hergestellte Form zeichnet sich gegenüber dem natürlich vorkommenden Graphit durch die Größe seiner Kristallite ($2 - 10 \mu\text{m}$) und eine gute c -Achsenorientierung aus. Durch die oben beschriebene Schichtung ist HOPG mittels eines Klebestreifens sehr leicht spaltbar.

Abb. 4.3 zeigt entsprechende Aufnahmen von HOPG bei einer Temperatur von 196 K. Das Mikroskop war zu dem Zeitpunkt in der Satellitenkammer montiert, die ihrerseits bereits in das UHV-Kammersystem integriert war. Schwingungs- und elektrische Isolierung entsprachen also bereits der des später üblichen Meßbetriebs. Die hexagonal angeordneten Maxima auf der (0001)-Oberfläche, die den B-Plätzen der Kohlenstoffatome entsprechen, sind deutlich zu erkennen. Sie dienten einer ersten lateralen Kalibrierung des Scanners und demonstrieren gleichzeitig die atomare Auflösung, die mit dem VT-STM erreicht werden kann.

$T = 196 \text{ K}$

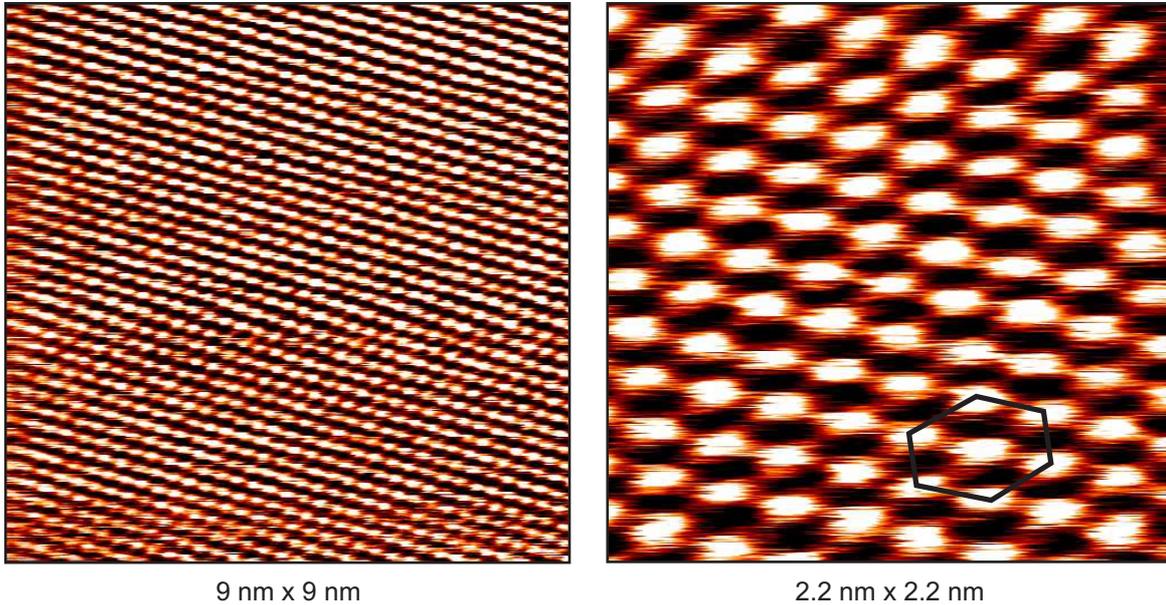


Abbildung 4.3: Rastertunnelmikroskopische Aufnahme von HOPG im Konstantstrommodus bei $T = 196 \text{ K}$. Das linke Bild zeigt eine etwa $9 \times 9 \text{ nm}^2$ große Übersichtsaufnahme, während das rechte Bild einen etwa $2.2 \times 2.2 \text{ nm}^2$ großen Ausschnitt der Topographie zeigt, auf dem die einzelnen Kohlenstoffatome der HOPG(0001)-Oberfläche in Form von hellen Erhebungen sichtbar sind. Beide Aufnahmen wurden bei $I = 500 \text{ pA}$ und $U = -42 \text{ mV}$ durchgeführt.

NbSe₂

Niobdiselenid (NbSe₂) bildet bei Temperaturen unterhalb von 33 K eine Ladungsdichtewelle aus, die sich nutzen läßt, um eine obere Grenze für die tiefste an der Probe erreichbare Temperatur zu bestimmen. Auf diese Weise läßt sich gleichzeitig die Funktionsfähigkeit der Temperaturmeßsonden an der Probe und am Wärmetauscher des Durchflußkryostaten überprüfen. Da die Temperatur nicht direkt an der Probe gemessen werden kann, sondern nur am Probenträgerhalter des Mikroskopgrundkörpers, erhält man so auch eine obere Grenze für die Abweichung der tatsächlichen von der gemessenen Probentemperatur.

Niobdiselenid gehört wie HOPG zu den Schichtmaterialien, die sich dadurch auszeichnen, daß sie in zweidimensionalen Schichten kristallisieren. Hieraus ergibt sich eine einfache Präparation *in situ* innerhalb der Schleusenkommer durch Abziehen der obersten Schichten mittels Klebestreifen. Zur Präparation wurde der NbSe₂-Kristall mit Leitsilber auf einem Omicron Wolfram-Probenträger fixiert und in die Schleusenkommer eingesetzt. Ein Klebestreifen haftete einerseits auf der Probenoberfläche und andererseits an der Kommerwand. Auf diese Weise ließ sich im Vakuum die oberste Schicht durch langsames Drehen des Probenträgers ablösen. So können einerseits Fremddadsorbate entfernt werden, während andererseits durch das gleichmäßige Abziehen eine frische (0001)-Oberfläche mit atomar flachen Terrassen entsteht.

Anschließend wurde die Probe in das Rastertunnelmikroskop gebracht und über den Kryostaten auf nominell 21 K gekühlt. Das Ergebnis der unter diesen Bedingungen vorge-

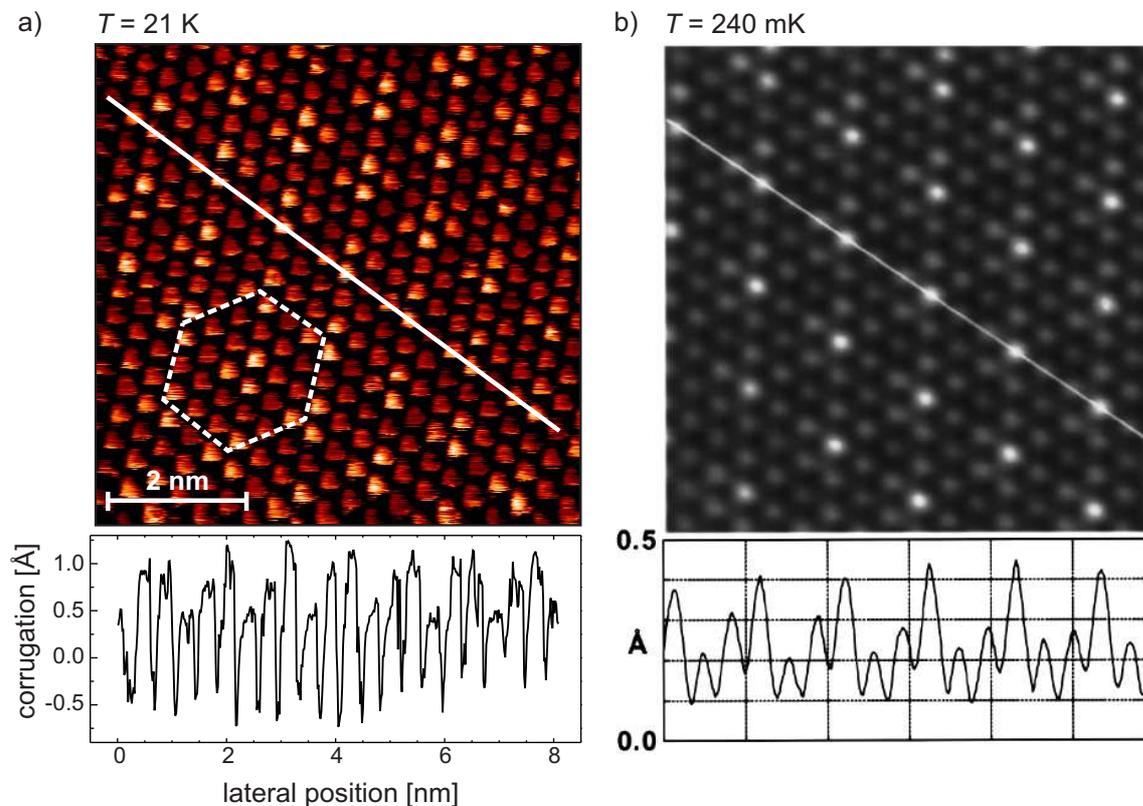


Abbildung 4.4: **a)** Konstantstrombild auf NbSe₂ bei 21 K ($I = 40$ pA, $U_{\text{bias}} = -30$ mV). Aufgrund der Ladungsdichtewelle bildet sich auf der (0001)-Oberfläche ein hexagonales Übergitter mit Kantenlänge dreifacher Atomabstände aus. Darunter ein Querschnitt durch die Korrugation entlang der im Bild gekennzeichneten Atomreihe. Deutlich ist die Modulation der gemessenen Höheninformation zu erkennen. **b)** Zum Vergleich die von Pan *et al.* detektierte Ladungsdichtewelle bei 240 mK mit entsprechender Modulation der Korrugation entlang einer Atomreihe [24].

nommenen spingemittelten Messung der Topografie mit einer W-Spitze zeigt Abb. 4.4 a). Das atomar aufgelöste Gitter der (0001)-Oberfläche ist gut zu erkennen. Darüberhinaus bildet sich eine lokale (3×3)-Überstruktur der gemessenen Höhe aus, wobei dieses hexagonale Übergitter Ausdruck der Ladungsdichtewelle ist, wie ein Vergleich mit entsprechenden Messungen von Pan *et al.* [24] zeigt, die bei 240 mK vorgenommen wurden.

Die obere Grenze der durch den Durchflußkryostaten bei dieser Messung an der Probe erreichten Temperatur liegt also bei 33 K. Da die Diodensonde an der Probe eine Temperatur von 21 K maß, ergibt sich deren Meßgenauigkeit in der vorsichtigsten Abschätzung zu ± 12 K, vermutlich ist sie aber deutlich besser.

4.2 Kalibrierung

Die Kalibrierung eines Meßsystems erfolgt generell immer dadurch, daß gemessene Größen mit den tatsächlichen verglichen und über einen entsprechenden Maßstab ineinander überführt werden können. Ziel ist es, bei zukünftigen Messungen über die vorgenommene Ka-

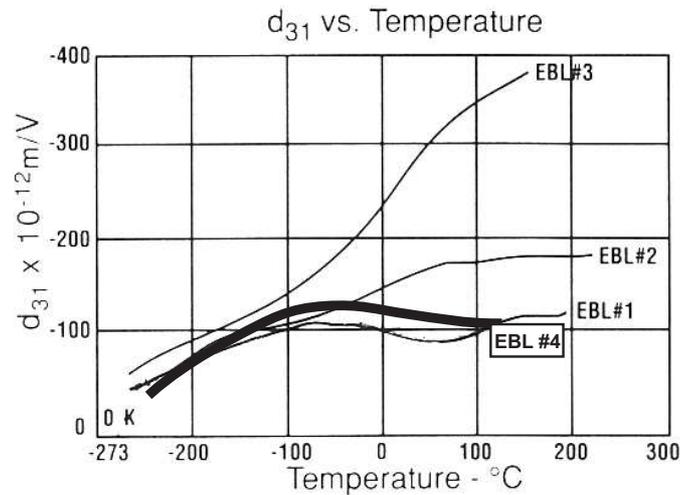


Abbildung 4.5: Temperaturabhängige Piezo-Koeffizienten d_{31} der von Staveley [25] erhältlichen Piezokeramik-Typen EBL#1 bis EBL#4. Für das im Scanner eingebaute Piezoröhrchen wurde die Keramik EBL#4 verwendet.

librierung des Systems Abstände, Größen und Höhen korrekt zu bestimmen. Dabei ist die Kalibrierung gegebenenfalls von externen Parametern wie z.B. der Temperatur abhängig.

Der Piezo-Effekt als der grundlegende Effekt zur Steuerung der Rastersonde ist temperaturabhängig (vgl. Kap. 3.3). Abb. 4.5 zeigt den d_{31} -Koeffizient des verwendeten Piezo-Materials (Staveley EBL#4 [25]) in Funktion der Temperatur. Man erkennt, daß sich der d_{31} -Koeffizient bei $T = 4.2\text{ K}$ gegenüber dem bei $T = 293\text{ K}$ in etwa halbiert. Eine Konsequenz aus dieser Temperaturabhängigkeit des Piezo-Effekts ist, daß es für jede Temperatur, bei der eine Rastersondenmessung durchgeführt wird, einer entsprechenden Kalibrierung der Datenerfassungssoftware bedarf.

4.2.1 z-Kalibrierung

Chrom besitzt eine Einheitszelle vom Typ bcc mit der Kantenlänge $a = 2.88\text{ \AA}$. Die topographische Stufenhöhe s der Terrassen auf der Cr(001)-Kristalloberfläche entspricht der halben Höhe der Einheitszelle ($s = a/2 = 1.44\text{ \AA}$). Selbst bei großen Temperaturschwankungen ändert sie sich nur im Promille-Bereich (linearer Ausdehnungskoeffizient: $6.2 \times 10^{-6}\text{ K}^{-1}$ [26]), so daß sie sich gut zur z -Kalibrierung eignet.

Deshalb wurde bei verschiedenen Temperaturen von $T = 21\text{ K}$ bis $T = 297\text{ K}$ die gemessene, scheinbare Stufenhöhe s_{app} mit der tatsächlichen s_{real} verglichen. Zur Bestimmung dieser Stufenhöhen sind STM-Aufnahmen geeignet, die möglichst viele atomar flache Terrassen ohne Schrauben- oder Stufenversetzungen zeigen, da Versetzungen zu lokalen Verzerrungen der Kristallstruktur und damit auch modifizierten Stufenhöhen führen. Für $T = 21\text{ K}$ sei beispielhaft die Kalibrierung erläutert:

Abb. 4.6 a) zeigt die durch eine Rastertunnelmessung im Konstantstrom-Modus erhaltene topographische Abbildung der Cr(001)-Kristalloberfläche mit fünf atomar flachen Terrassen. Um aus dieser Messung die Höhe einer Stufe zwischen zwei Terrassen zu bestimmen, wurde über einen Ausschnitt ein Histogramm erstellt, in dem die Häufigkeit von Meßpunkten in

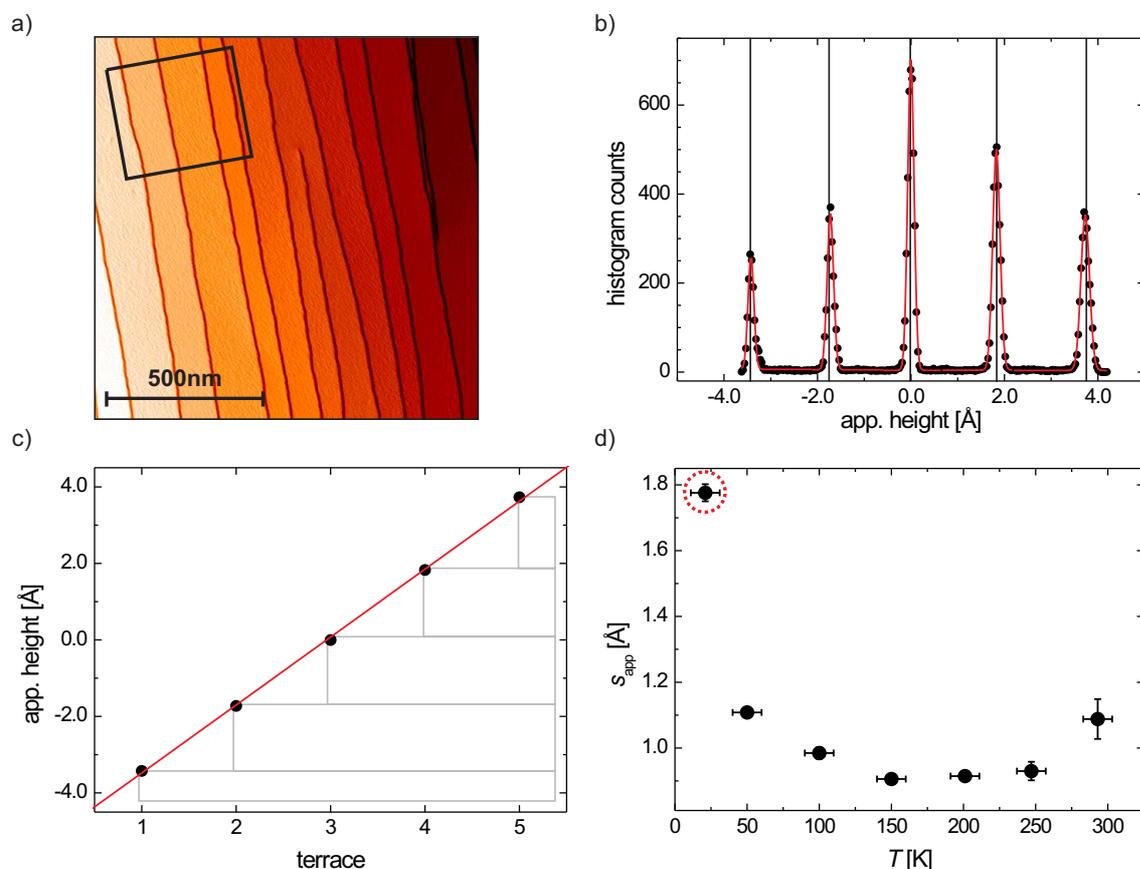


Abbildung 4.6: Vorgehensweise zur Bestimmung der gemessenen Stufenhöhe der Cr(001)-Oberfläche in Funktion der Temperatur am Beispiel von $T = 23$ K. **a)** Aus einem STM-Bild der Topographie bei $T = 21$ K (Rasterbereich: 1500×1500 nm) wird über den Bereich des gewählten Ausschnittes ein Histogramm erstellt. **b)** An die Spitzen, die jeweils der Höhe einer bestimmten Terrasse entsprechen, wurde dann jeweils eine Gaußkurve angepaßt. Ihre Positionen werden durch die Vertikalen verdeutlicht. **c)** Die aus dem Histogramm gewonnenen scheinbaren Höhen werden über die jeweilige Terrasse aufgetragen. Anschließend wird mittels linearer Regression eine Fitgerade an die Punkte angelegt. **d)** Aus der Steigung der Fitgeraden ergibt sich die scheinbare Stufenhöhe bei $T = 21$ K. Sie wird gegen die Temperatur aufgetragen (im Bild durch einen Kreis markiert). Diese Prozedur wird bei verschiedenen Temperaturen wiederholt und die scheinbare Stufenhöhe gegen die Temperatur aufgetragen.

Funktion ihrer Höheninformation aufgetragen wird. Im Idealfall perfekt glatter Terrassen ergibt sich für jede Terrasse eine entsprechende Spitze in Form einer δ -Funktion. In der Realität sind die Oberflächen einzelner Terrassen jedoch nicht perfekt glatt, denn Unebenheiten ergeben sich zum einen aus dem elektronischen Rauschen der Ausleselektronik, zum anderen aber auch aus Adsorbaten an der Oberfläche. Diese Unebenheiten, die keinen Einfluß auf die tatsächliche Stufenhöhe s_{real} haben, führen zu einer Streuung der gemessenen Höhe und damit zu einer glockenförmigen Verteilung der Höheninformationen der Meßpunkte, so daß sich für jede Terrasse jeweils charakteristische Spitzen im Histogramm ergeben, wie Abb. 4.6 b) zeigt. Die Unebenheiten sind angenommenermaßen auf der Oberfläche gleichmäßig verteilt, so daß sie keinen Einfluß auf die Positionen der Maxima, wohl aber auf ihre Genau-

igkeit haben. Die Positionen, Höhen und volle Halbwertsbreiten der Spitzen wurden durch einen angepaßten Gaußfit bestimmt.

Die Positionen der Maxima konnten bis auf wenige Promille genau angegeben werden. Als ihre obere Fehlergrenze wurde jedoch nicht der (sehr kleine) Fehler der Peakpositionen, sondern die etwas größere jeweilige Hälfte der Halbwertsbreite angenommen. Trotz dieser höheren Fehlergrenze konnten die Positionen der Maxima immer noch bis auf einige Prozent Abweichung genau ermittelt werden.

Wie Abb. 4.6 c) zeigt, wurden dann die Peak-Positionen $z(n)$ und ihre Fehler als Funktion der entsprechend durchnummerierten Terrassen (1.. n) aufgetragen. Eine durch lineare Regression erhaltene Fitgerade $z(n) = z_0 + m(T) \cdot n$ an diesen Punkten gibt mit ihrer Steigung m Auskunft über die mittlere gemessene Stufenhöhe: $s_{\text{app}}(T) = m(T)$. Ihr Fehler ist, gemessen an der doch teilweise geringen Anzahl an Punkten, die der Regression zugrunde lagen, mit einer Größenordnung von wenigen Prozent recht klein. Die gemessene Stufenhöhe läßt sich also sehr genau bestimmen. Abb. 4.6 d) zeigt die so erhaltenen gemessenen, scheinbaren Stufenhöhen in Funktion der Temperatur.

Ein Korrekturfaktor $f_{\text{corr}}(T)$ überführt die gemessene Stufenhöhe in die tatsächliche:

$$f_{\text{corr}}(T) = \frac{s_{\text{real}}}{s_{\text{app}}(T)} \quad (4.1)$$

Hieraus folgt die bei der entsprechenden Temperatur gültige Sensitivität der Datenerfassungssoftware:

$$\text{sensitivity}_z(T) = d_{31\text{OMICRON}}(T) \quad (4.2)$$

$$= d_{31\text{OMICRON,old}} \cdot f_{\text{corr}}(T) \quad (4.3)$$

$d_{31\text{OMICRON,old}}$ ist die in der Datenerfassungssoftware eingetragene Sensitivität in [nm/V], mit der die Messung durchgeführt wurde, während h die Wandstärke des Piezo-Röhrchens und L_e die effektive Elektrodenlänge bezeichnet. Temperaturbedingte Längenänderungen sind dabei vernachlässigbar, so daß die Wandstärke und die effektive Elektrodenlänge als temperaturunabhängig angenommen werden können.

Die Längenänderung einer Piezokeramik bei angelegter Spannung (Gl. 3.9) läßt sich nutzen, um den temperaturabhängigen d_{31} -Piezo-Koeffizienten des Systems zu bestimmen:

$$d_{31}(T) = \frac{s_{\text{app}}(T)}{U_z(s_{\text{app}}, T)} \cdot \frac{h}{L_e} \quad (4.4)$$

$$= f_{\text{corr}}(T) \cdot d_{31\text{OMICRON,old}} \cdot \frac{h}{L_e} \quad (4.5)$$

Der maximale Meßbereich in z -Richtung ergibt sich durch Einsetzen von d_{31} in Gl. 3.9 bei maximaler angelegter Spannung ($U_{z_{\text{max}}} = \pm 140 \text{ V}$):

$$z_{\text{range}}(T) = d_{31}(T) \cdot \frac{L_e}{h} \cdot 2 \cdot |U_{z_{\text{max}}}| \quad (4.6)$$

Die Ergebnisse der z -Kalibrierung werden in Abb. 4.7 zusammengefaßt. (a) zeigt die verschiedenen gemessenen scheinbaren Höhen der Stufenkanten in Funktion der Temperatur. Zwischen $T = 50 \text{ K}$ und Raumtemperatur liegen sie im Bereich von 0.9 \AA bis 1.1 \AA und sind

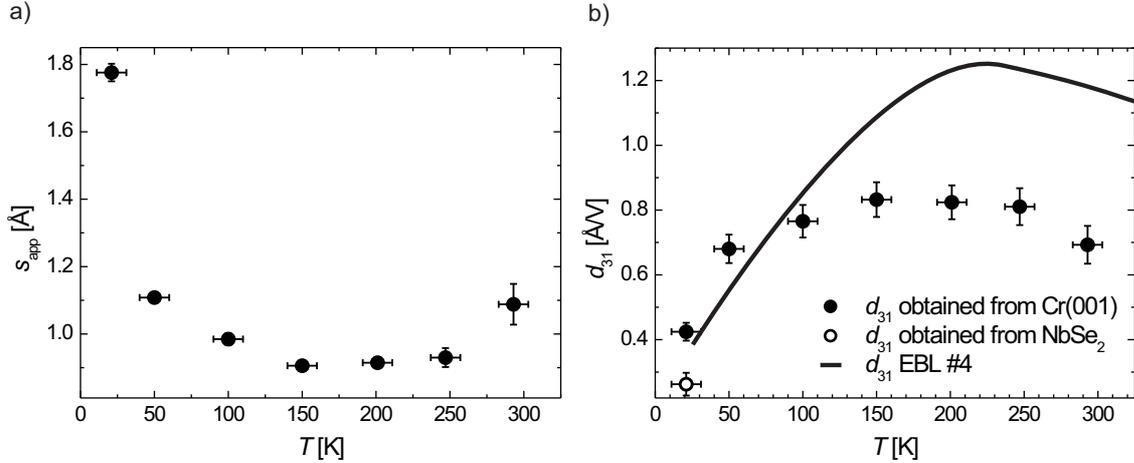


Abbildung 4.7: a) Scheinbare Höhe der Cr(001)-Stufenkanten und b) hieraus abgeleitete d_{31} -Piezo-Koeffizienten. Die zum Vergleich eingefügte entsprechende Kurve der verwendeten Keramik EBL#4 wurde aus dem Datenblatt von Staveley entnommen. Der zweite Datenpunkt bei 21 K ergibt sich aus den Messungen an Niobdiselenid (näheres hierzu in 4.2.2)

damit niedriger als die tatsächliche Stufenhöhe von 1.44 \AA . Bei $T = 21 \text{ K}$ liegt die gemessene Stufenhöhe mit 1.79 \AA dagegen über der tatsächlichen. (b) zeigt die zu jeder der Temperaturen berechneten d_{31} -Piezo-Koeffizienten. Der aus den Messungen an Niobdiselenid gewonnene Wert ist in diese Abbildung zusätzlich aufgenommen worden. Er weicht von dem entsprechenden aus den Messungen an der Cr(001)-Oberfläche bestimmten Wert deutlich ab, was mit den unterschiedlich großen Rasterausschnitten zu erklären ist (näheres hierzu in Abschnitt 4.2.2). Zum direkten Vergleich dient eine Kurve aus dem Datenblatt zur verwendeten Piezokeramik EBL#4 von Staveley. Es fällt auf, daß der Piezo-Koeffizient zwischen 21 K und 50 K generell oberhalb der theoretischen Kurve liegt, während er bei höheren Temperaturen teilweise weit unterhalb der Datenblattwerte liegt. Qualitativ wird das Verhalten der Kurve im Datenblatt (kontinuierlicher Anstieg bis ca. 220 K, danach mit steigender Temperatur nachlassender Piezo-Effekt) jedoch durch die ermittelten Datenpunkte wiedergespiegelt, innerhalb der Fehlergrenzen stimmt jedoch keiner der Datenpunkte mit den Funktionswerten der Kurve überein. Im Temperaturbereich von ca. 50 K bis 250 K bleibt $d_{31}(T)$ innerhalb der Fehlertoleranz konstant, während zu tieferen Temperaturen hin d_{31} relativ stark abfällt (von 8.3 \AA/V auf 4.2 \AA/V), wie es auch im Datenblatt von Staveley Sensors beschrieben wird.

4.2.2 x/y-Kalibrierung

Für die Kalibrierung des Mikroskops in x - bzw. y -Richtung gibt es zwei vom Prinzip her unterschiedliche Ansätze:

Direkte Kalibrierung

Die atomare Auflösung des Mikroskops, die bei der Untersuchung von NbSe₂ bei 21 K erzielt werden konnte (siehe Abschnitt 4.1), läßt sich nutzen, um die gemessene Gitterkonstante mit der tatsächlichen ($a = 3.4 \text{ \AA}$) zu vergleichen und auf diese Weise die laterale Kalibrierung

vorzunehmen. Analysiert man in einer der Aufnahmen einen Querschnitt (engl. *Line-Section*) entlang einer atomaren Reihe, lassen sich anhand der Maxima in diesem Topographieauschnitt die Atome abzählen. Daraus ergibt sich über den aus der Literatur bekannten Abstand benachbarter Atome die tatsächliche Querschnittslänge. Analog zu dem Verfahren der z -Kalibrierung erhält man so einen Korrekturfaktor $f_{\text{corr}}(T)$, der die gemessenen lateralen Abstände in die tatsächlichen überführt, woraus sich wiederum der d_{31} -Koeffizient des Piezomaterials bestimmen läßt. Er ist in Abb. 4.7 zusätzlich zu den aus der Kalibrierung in z -Richtung gewonnenen eingetragen. Er weicht jedoch von dem an der Cr(001)-Oberfläche bei 21 K bestimmten Wert deutlich ab, was durch die unterschiedlichen Zeilenrasterfrequenzen der jeweiligen Messungen erklärt werden kann (s.u.). Die an NbSe₂ mögliche Kalibrierung des Scanners wurde daher für die großflächigen Untersuchungen der Cr(001)-Oberfläche verworfen.

Indirekte Kalibrierung über Piezo-Koeffizienten

Da zur Berechnung der Auslenkung in x - bzw. y -Richtung (Gl.3.8) der gleiche Piezo-Koeffizient eingeht wie bei der Bestimmung der Längenausdehnung (Gl.3.9), kann man die Ergebnisse der bereits erfolgten z -Kalibrierung nutzen, um analog die laterale Kalibrierung durchzuführen.

Mit dem aus der z -Kalibrierung bekannten d_{31} -Piezo-Koeffizienten läßt sich zunächst der maximale Rasterbereich bestimmen. Um den Scanner z.B. in positiver x -Richtung so weit wie möglich auszulenken, wird an zwei gegenüberliegende Elektroden eine Spannung von +140 V bzw. -140 V angelegt. Insgesamt liegt dann am Piezoröhrchen eine Spannung von 280 V an. Um das Röhrchen so weit wie möglich in negativer x -Richtung auszulenken, wird entsprechend umgepolt. Die maximal an den Elektroden anliegende Spannung ist also $U_{x,y_{\text{max}}} = \pm 280 \text{ V}$. Der maximale Meßbereich in x/y -Richtung ergibt sich dann durch Einsetzen von $2 \cdot |U_{x,y_{\text{max}}}|$

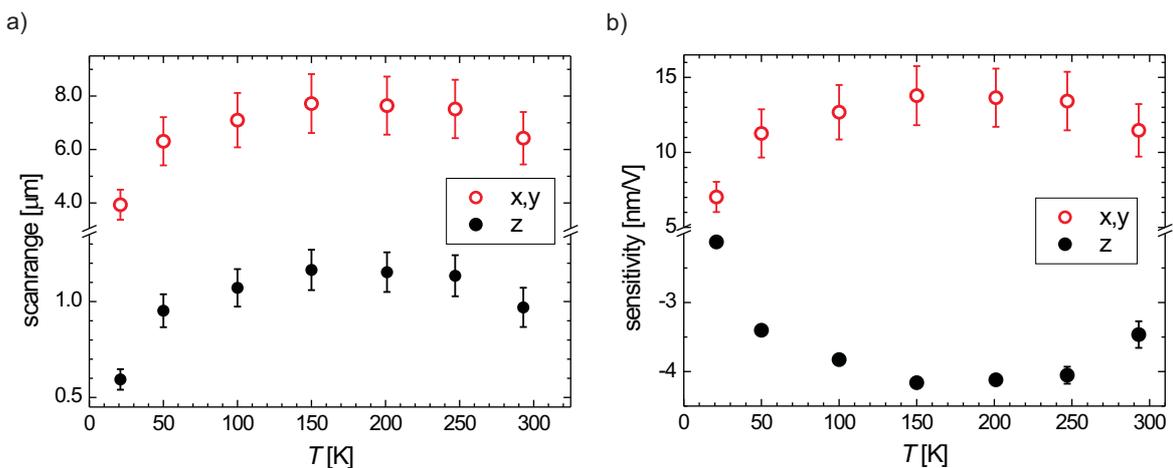


Abbildung 4.8: Kalibrierungsergebnisse: **a)** Sich bei unterschiedlichen Temperaturen ergebende maximale Rasterbereiche (x , y bzw. z). **b)** Werte der Sensitivitäten zum Betrieb der Datenerfassungssoftware in x -, y - bzw. z -Richtung.

für die angelegte Spannung U in Gl.3.8:

$$x, y_{\text{range}}(T) = \frac{2\sqrt{2}}{\pi} \cdot \frac{d_{31}(T)}{Dh} \cdot (L_e^2 + 2L_e L_s) \cdot 2 \cdot |U_{x,y_{\text{max}}}| \quad (4.7)$$

Hieraus ergeben sich die für die Datenerfassungssoftware wichtigen Sensitivitäten in x - bzw. y -Richtung:

$$\text{sensitivity}_{x,y}(T) = \frac{x, y_{\text{range}}(T)}{2 \cdot |U_{x,y_{\text{max}}}|} \quad (4.8)$$

Abb. 4.8 stellt die den einzelnen Temperaturen entsprechenden maximalen Rasterbereiche und die daraus folgenden Einstellungen der Sensitivitäten für die Datenerfassungssoftware dar. Für die Sensitivität in z -Richtung waren in der Datenerfassungssoftware negative Werte einzutragen, um beim Ausführen der *Annähern*-Funktion der Software die Spitze auch tatsächlich an die Probe heranzuführen.

4.2.3 Diskussion der Kalibrierungsergebnisse

Einfluß der Zeilenrasterfrequenz auf die Kalibrierung

Die Domänen in einem piezokeramischen Material reagieren nicht instantan auf die Variation einer von außen angelegten Spannung, so daß das Piezoröhrchen erst mit einer gewissen Verzögerung eine Auslenkung erreicht, die der eingepprägten Spannung entspricht. Bei hohen Zeilenrasterfrequenzen wird daher die tatsächliche Auslenkung von der erwarteten abweichen, wodurch sich der Rasterbereich der Spitze mit steigender Frequenz bei ansonsten unveränderten Parametern verkleinern wird. Dies bestätigen die Kalibrierungsergebnisse: Der auf NbSe₂ bestimmte Wert des Piezo-Koeffizienten d_{31} ist geringer als der, der bei gleicher Temperatur aus den Messungen an der Cr(001)-Oberfläche gewonnen wurde. Dabei betrug die Zeilenrasterfrequenz auf NbSe₂ 12.5 Hz, während über die Cr(001)-Oberfläche mit typischerweise 1 Hz gerastert wurde.

Durch diese Überlegungen wird deutlich, daß für die Kalibrierung ein Verfahren zu wählen ist, bei dem die Zeilenrasterfrequenz derjenigen entspricht, bei denen die Untersuchungen mittels Rastersondenmessungen durchgeführt werden sollen.

Nicht-linearer Piezo-Effekt

Bei den spinpolarisierten Rastertunnelspektroskopie-Messungen auf der Cr(001)-Oberfläche wurden Ausschnitte von mehreren (100 nm)² untersucht. Um eine Probenoberfläche dieser Größenordnung abzurastern, bedarf es relativ großer Auslenkungen des Piezoröhrchens, weshalb auch die angelegte Spannung sehr viel stärker als im Fall kleinflächigen Rasterns variiert. Es stellt sich die Frage, ob die Auslenkung einer Piezo-Keramik tatsächlich direkt proportional zur Potenzialdifferenz zwischen ihren Elektroden ist.

Abb. 4.9 a) zeigt die charakteristische Responsefunktion einer Piezokeramik (entnommen aus [27]). Nur im Bereich kleiner angelegter Spannungen U besteht eine direkte Proportionalität zwischen U und der Auslenkung ΔL . Zu größeren Spannungen in Richtung der Polarisation kommen Terme höherer Ordnung zum Tragen, wodurch die bisher angenommene Linearität des Piezo-Effekts in Funktion der angelegten Spannung nicht mehr gegeben ist.

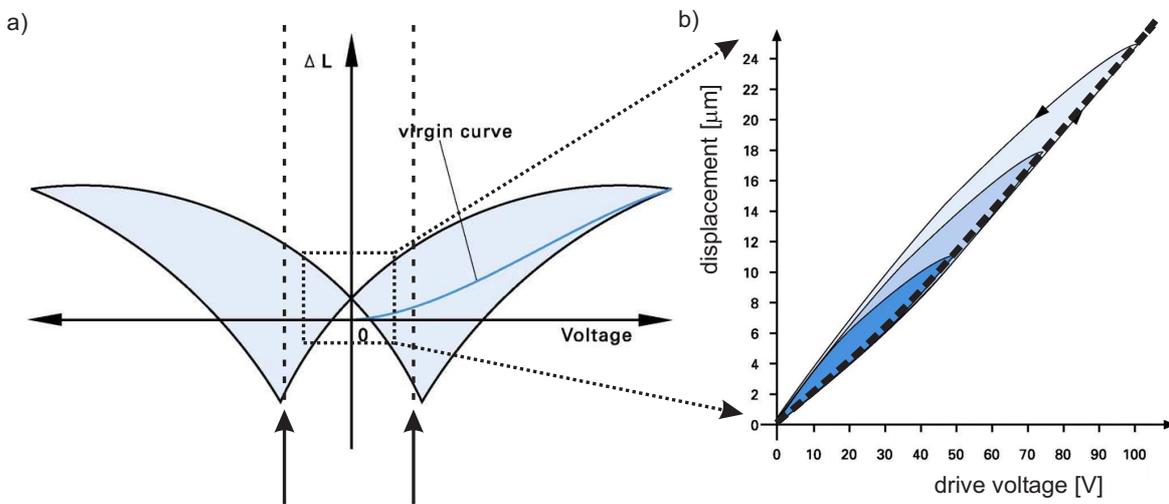


Abbildung 4.9: a) Typische Responsefunktion einer Piezokeramik. Übersteigt die Spannung in zur Polarisation entgegengesetzter Richtung einen kritischen Wert, so kommt es zu einer Umpolarisation (siehe Pfeile). Für unseren Betrieb werden jedoch Spannungen gewählt, die deutlich unterhalb der kritischen Werte liegen (gepunkteter Ausschnitt). b) Für diesen Bereich unkritischer Spannungen typische Hysteresekurven einer Piezokeramik, die sich jeweils aus den Responsefunktionen zu unterschiedlichen Zielspannungen ergeben. Die gestrichelte Linie verbindet die jeweils erreichten maximalen Auslenkungen. Ihre leichte Krümmung weist darauf hin, daß die maximale Auslenkung nicht direkt proportional zur angelegten Spannung ist. Quelle: [27]

Zu sehr hohen Spannungen (die außerhalb des von uns genutzten Betriebsfensters liegen) nähert sich die Ausdehnung des Piezo-Elements asymptotisch einem Maximalwert. Verringert man an diesem Punkt nach und nach wieder die Spannung, so folgt eine Abnahme der Auslenkung mit einer gewissen Verzögerung. Überschreitet die Spannung in zur Polarisation entgegengesetzter Richtung einen kritischen Schwellwert, so kann es zu einer Umkehrung der Polarisation kommen. Auf diese Weise entsteht dann eine Responsekurve in der Form eines Doppelflügels. Die maximale Auslenkung bei Spannungen in zur Polarisation entgegengesetzter Richtung ist dabei kleiner als im umgekehrten Fall.

Abb. 4.9 b) verdeutlicht das Verhalten einer Piezokeramik bei angelegten Spannungen, die vom Betrage her weit unterhalb der kritischen Spannung liegen. Die Responsefunktionen für drei unterschiedliche Maximalspannungen zeigen eine deutliche Hysteresis, die aus kristallinen Polarisations- und molekularen Effekten des Materials resultiert. Führt man eine Interpolation zwischen den Punkten größter Auslenkung durch, so wird deutlich, daß die größte Auslenkung der Piezokeramik mit steigender Spannung überproportional ansteigt. Eine direkte Linearität zwischen Spannung und Auslenkung ist über größere Spannungsbereiche also nicht gegeben.

Entsprechend ist auch nicht zu erwarten, daß eine anhand von atomaren Größen wie z.B. der Cr(001)-Stufenhöhe und dementsprechend kleinem Rasterbereich erhaltene Kalibrierung auch noch für großflächige Rasterbereiche gilt. Bei hohen Spannungen wird das Piezo-Röhrchen offenbar stärker ausgelenkt als man im Modell des linearen Piezo-Effekts erwarten würde. Je nach gewünschtem Rasterbereich kann es daher notwendig werden, die Sensitivität der Software entsprechend anzupassen.

Mit der Zeit veränderlicher Piezoeffekt

Wiederholt und mit zeitlicher Verzögerung durchgeführte Messungen, auf die hier nicht weiter eingegangen werden soll, zeigen, daß die einmal bestimmten Kalibrierungsdaten für zukünftige Messungen meist nicht wiederverwendet werden können: Führt man nach einiger Standzeit des Scanners (ca. einige Tage bis Wochen) die Messungen bei gleichen Parametern (z.B. Größe des gerasterten Ausschnitts, Temperatur) noch einmal durch, so sollten bei korrekter Kalibrierung die scheinbaren Stufenhöhen s_{app} auf der Cr(001)-Oberfläche den tatsächlichen entsprechen. s_{app} verändert sich jedoch, so daß eine erneute Kalibrierung vorgenommen werden muß. Ob sich der Piezo-Effekt tatsächlich in diesen Größenordnungen ändert und ob er sich dabei eher verstärkt oder nachläßt, kann noch nicht beurteilt werden, da die bisherigen Messungen bei variablen Temperaturen innerhalb relativ kurzer Zeit (einigen Wochen) vorgenommen wurden und daher noch keine Langzeiterfahrungen bestehen.

Kapitel 5

Die Chrom(001)-Oberfläche

5.1 Bisher bekannte Eigenschaften von Chrom

Chrom - ein Antiferromagnet

Seit seiner Entdeckung im Jahr 1797 durch Louis-Nicholas Vauquelin steht Chrom aufgrund seiner magnetischen Eigenschaften immer wieder im Fokus wissenschaftlicher Untersuchungen. Viele Rätsel galt und gilt es zu lösen.

Bereits 1932 wies Néel [28] nach, daß die paramagnetische Suszeptibilität einer verdünnten Lösung von Cr in Au dem Curie-Weiss-Temperaturverhalten folgt. Dies war überraschend, da Chrom im Gegensatz zu den drei ferromagnetischen Elemente Fe, Co und Ni kein äußeres magnetisches Eigenfeld besitzt. Das paramagnetische Verhalten erklärte er mit einer antiferromagnetischen Ordnung im Cr-Volumen [29]. Beweisen konnten dies aber erst Shull und Wilkinson [30], die 1959 mittels spinpolarisierter Neutronenstreuung systematisch nach Antiferromagneten suchten. Chrom (an der (100)-Position) und α -Mn waren die einzigen Kandidaten einer langen Liste untersuchter Materialien (W, Mo, Nb, V, Cr, Mn, Fe), an denen antiferromagnetische Reflexionen registriert werden konnten.

Bykov et al. [31] und Corliss et al. [32] wiesen unabhängig voneinander mittels Neutronenstreuung magnetische Satelliten an der $(0,0,1\pm\delta)$ -Position nach, was zu der Spekulation führte, daß eine Anti-Phasen-Domänen-Struktur im Cr vorliegen könnte, bei der nach 14 Einheitszellen eine Drehung der lokalen Spins um 180° erfolgt. Hastings [33] zeigte bei ähnlichen Streuexperimenten mit Neutronen, daß es sich um eine sinusförmige Modulation der Streuamplitude handelt. Zusätzlich stellte er eine Intensitätsveränderung der Peak-Paare entlang jeder Kante der Einheitszelle bei Temperaturen um ≈ 110 K fest. Er erklärte dies mit einer Umorientierung der Phasenpolarisation von einer transversal polarisierten Phase bei hohen Temperaturen (Spin \vec{S} senkrecht zum Wellenvektor \vec{Q}) zu einer longitudinal polarisierten Phase bei niedrigen Temperaturen ($\vec{S} \parallel \vec{Q}$). Shirane et al. [34] zeigten, daß es sich bei der sinusförmigen Modulation um eine statische Spindichtewelle (SDW) handelt, deren Wellenlänge sich mit der Temperatur kontinuierlich von 42 Einheitszellen bei $T = 78$ K zu 54 Einheitszellen bei $T = 311$ K vergrößert.

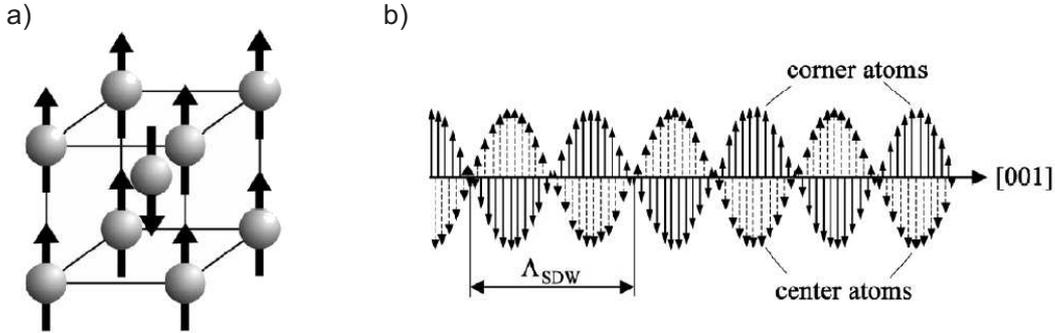


Abbildung 5.1: Kommensurable und inkommensurable Spindichtwellenstruktur (SDW) in Chrom. a) Die Antiferromagnetische Ausrichtung der magnetischen Momente der Eckatome gegenüber dem zentrierten Atom in der bcc-Einheitszelle führt zu einer kommensurablen SDW. b) Tatsächlich kommt es jedoch zur Ausbildung einer inkommensurablen Spindichtwelle. Skizziert ist eine transversale SDW, deren Wellenvektor in der [001]-Richtung liegt. [35]

Magnetische Eigenschaften des Chrom-Volumens: Spindichtwellen

Chrom besitzt eine kubisch-raumzentrierte Einheitszelle (engl. *body-centered-cubic* (bcc)) mit einer Gitterkonstanten $a = 2.88 \text{ \AA}$ im paramagnetischen Zustand. Es ist ein itineranter Antiferromagnet mit einer Néel-Temperatur von $T_N = 311 \text{ K}$, dessen magnetische Struktur maßgeblich durch die $3d$ -Elektronen bestimmt wird. Dabei sind die magnetischen Momente der Eckatome antiparallel zu dem des raumzentrierten Atoms ausgerichtet, womit diese Struktur in (001)-Richtung durch eine Spindichtwelle (SDW) mit endlicher Periode (nämlich a) beschreibbar wäre, die als ein eingefrorenes Phonon angesehen werden kann (siehe Abb. 5.1 a)). Dieses Modell gibt die tatsächliche Situation jedoch nicht richtig wieder.

Overhauser [36] zeigte, daß der Hartree-Fock-Grundzustand eines Fermigas unter Austausch- und Coulombwechselwirkung nicht dem paramagnetischen oder ferromagnetischen Zustand, sondern vielmehr einer statischen Spindichtwelle entspricht. Das einfachste von ihm vorgestellte Modell ist das eines eindimensionalen Elektronengas, in dem dreidimensionale Spins miteinander über ein abstoßendes Potenzial $V_{ij} = \gamma\delta(z_i - z_j)$ wechselwirken. Das für diese Situation selbstkonsistente Hartree-Fock-Potenzial $U(z)$ hat dann die Form:

$$U(z) = 2gE_F(\sigma_x \cos(Qz) + \sigma_y \sin(Qz)) \quad (5.1)$$

Dabei muß die z -Richtung nicht notwendigerweise senkrecht zur x - y -Ebene stehen. E_F kennzeichnet die Fermienergie, während σ_x und σ_y die Paulimatrizen sind. Der Koeffizient g ist ein Parameter, der vom Wellenvektor \vec{Q} der SDW abhängt. Ein Potenzial dieser Form hat die Eigenschaft, daß seine Matrixelemente nur zwischen den Zuständen $(k, \text{Spin-Up})$ und $(k + Q, \text{Spin-Down})$ von Null verschieden sind, so daß sich in der Dispersionsrelation $E(k)$ je nach Spinorientierung des Teilchens Energie-Lücken ausbilden, die nur auf einer Seite von $k = 0$ liegen, wie Abb. 5.2 zeigt. In der hieraus entstehenden Bandstruktur sind im Grundzustand der SDW nur die Zustände um die Minima des unteren Bandes besetzt. Thermische Anregungen führen zu einer Besetzung der Zustände im oberen Band und damit zu einer Verringerung der SDW-Amplitude. Diese Überlegungen machen deutlich, wie *Spin-Up*-Teilchen und *Spin-Down*-Teilchen, die sich in einem Abstand Q im reziproken Raum befinden, miteinander wechselwirken und so zur Ausbildung einer Spindichtwelle führen.

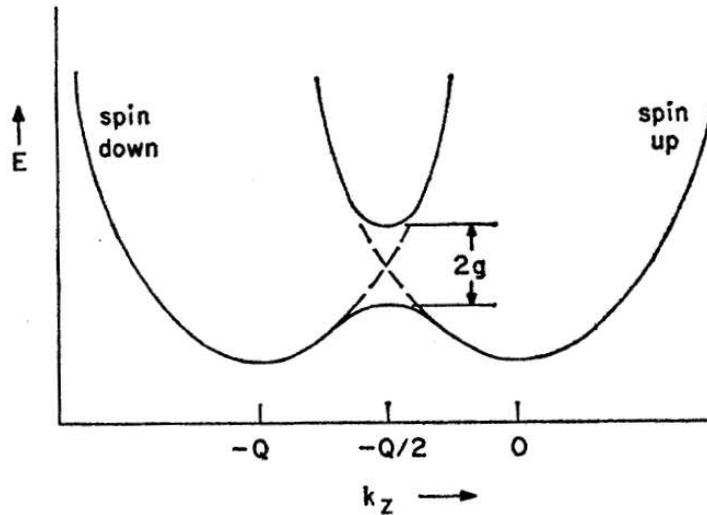


Abbildung 5.2: Energie-Dispersionsrelation zweier Teilchen mit *Spin-Down* (links) bzw. *Spin-Up* (rechts), die miteinander über Coulomb- und Austauschkräfte wechselwirken. Deutlich ist die Bandlücke zu erkennen, die sich bei $k_z = -Q/2$ ausbildet. Entnommen aus [36].

Betrachtet man nun die Brillouin-Zone eines Cr-Atoms, so wird anhand von Bandstrukturechnungen [37] deutlich, daß die Fermioberflächen der Elektronen um den Γ -Punkt und der Löcher um den H-Punkt jeweils die ungefähr gleiche Oktaeder-Form besitzen (Abb. 5.3). Elektronen- und Lochzustände an ihren Fermioberflächen können daher über einen Vektor konstanten Betrages entlang der Γ -H-Richtung im reziproken Raum miteinander verbunden werden. Da sich ein Lochzustand auch im Vorzeichen der Spinquantenzahl von seinem entsprechenden Elektronenzustand unterscheidet, wechselwirken Elektronen und Löcher auf die gleiche Weise miteinander, wie eben im eindimensionalen Fall beschrieben wurde. Der entsprechende Wellenvektor $\vec{Q} \simeq 2\vec{k}_F$ (\vec{k}_F : Fermi-Wellenvektor) wird dabei auch als Nesting Vektor bezeichnet. Durch diese Kopplung von Blochzuständen des Elektronbandes mit denen des Lochbandes bildet sich eine Spindichtewelle entlang der Γ -H- bzw. (001)-Richtung aus, deren Wellenvektor jedoch inkommensurabel ist, da die Fermioberflächen nicht exakt gleich sind (die der Löcher ist etwas größer als die der Elektronen), wie Abb.5.1b) darstellt [35].

Mit der Spindichtewelle ist gleichzeitig eine Ladungsdichtewelle (engl. *charge density wave*, CDW) sowie eine entsprechende Spannungswelle (engl. *strain wave*, SW) verbunden, die jeweils die halbe Periode der SDW besitzen. Die Kristallsymmetrie verdeutlicht den Zusammenhang zwischen SDW und SW: Während Cr in der paramagnetischen Phase kubisch ist, besitzt es in der AF_1 -Phase eine orthorhombische Kristallstruktur, deren längste Achse von T_N zu T_{SF} kontinuierlich kürzer wird, so daß Cr in der AF_2 -Phase eine tetragonale Struktur besitzt. Der Übergang erster Ordnung bei $T_{SF} = 123$ K ist einerseits durch eine Änderung der Kristallsymmetrie von orthorhombisch zu tetragonal gekennzeichnet, während gleichzeitig eine Umorganisation der magnetischen Momente der SDW stattfindet: Bei Raumtemperatur ist die SDW transversal orientiert (T-SDW), wohingegen sie unterhalb von T_{SF} eine

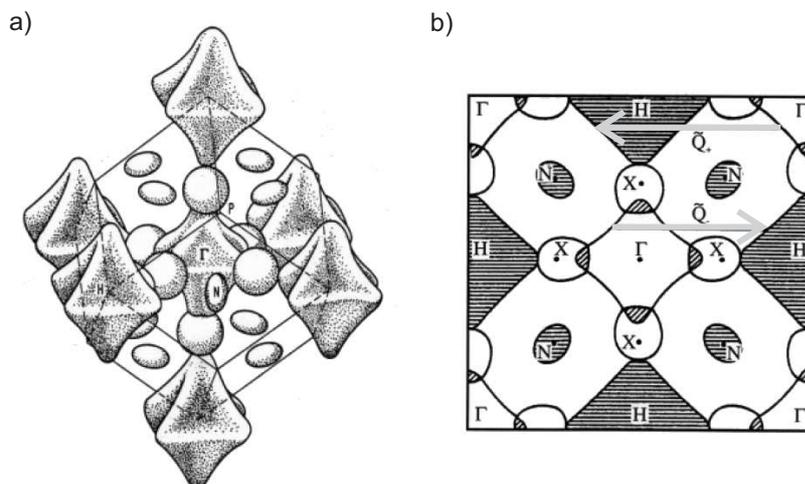


Abbildung 5.3: Fermioberflächen, wie sie den Bandstrukturrechnungen durch Laurent *et al.* [37] entsprechen. a) Dreidimensionale Skizzierung der Fermioberfläche; b) Projektion in die (001)-Ebene. Die Fermioberfläche besitzt ihr Zentrum am Ursprung der Brillouinzone (Γ -Punkt), während die Fermioberfläche der Lochzustände sich um die H-Punkte des reziproken Gitters konzentriert. Die durch die Pfeile angedeuteten Vektoren Q_+ und Q_- veranschaulichen beispielhaft den Nestingvektor zwischen Elektron- und Lochzuständen der entsprechenden Fermioberfläche. Quelle: [35]

longitudinale Polarisation besitzt (L-SDW). Die Ausbreitungsrichtung sowohl der T-SDW als auch der L-SDW verläuft dabei entlang einer beliebigen (001)-Achse, was zu drei verschiedenen Domänenarten im Volumen führt.

Magnetische Eigenschaften der Cr-Oberfläche

Analog zum Volumen war auch die magnetische Struktur der Chrom-Oberfläche lange unklar. Theoretische Berechnungen ([38],[39]) legten es nahe, daß die perfekte, also stufen- und versetzungsfreie Chrom-Oberfläche ferromagnetisch geordnet sein sollte, mit einem gegenüber dem Volumen erhöhten Oberflächenmoment von bis zu $3\mu_B$. Fu und Freeman [38] zeigten durch *ab initio* full-potential linearized augmented plane wave (FLAPW) Rechnungen, daß das erhöhte magnetische Moment mit einem scharfen, spinaufgespaltenen Oberflächenzustand nahe der Fermi-Energie verbunden ist. Meier *et al.* [40] fanden mittels spinpolarisierter, winkelaufgelöster Photoelektronen-Spektroskopie (engl. *angular-resolved photoelectron spectroscopy* (ARPES)) keine Hinweise auf eine entsprechende ferromagnetische Ordnung der Cr(001)-Oberfläche, während Klebanoff *et al.* ([41],[42]) die theoretischen Vorhersagen bestätigten.

Blügel *et al.* [43] hatten schließlich einen Lösungsvorschlag, der diese beiden sich auf den ersten Blick ausschließenden Ergebnisse zusammenführte. Als Grundlage für ihre Berechnungen diente ein modifiziertes Modell der Cr(001)-Oberfläche, die nicht mehr perfekt atomar flach war, sondern aus Terrassen bestand, die durch monoatomare Stufen getrennt sind. Diese Beschreibung entspricht sehr viel eher der tatsächlichen Situation, da selbst bei geringem Fehlschnitt und sorgfältigster Präparation Terrassen von einigen hundert Nanometer Breite entstehen. Ein Modell dieser Oberfläche zeigt Abb. 5.4.

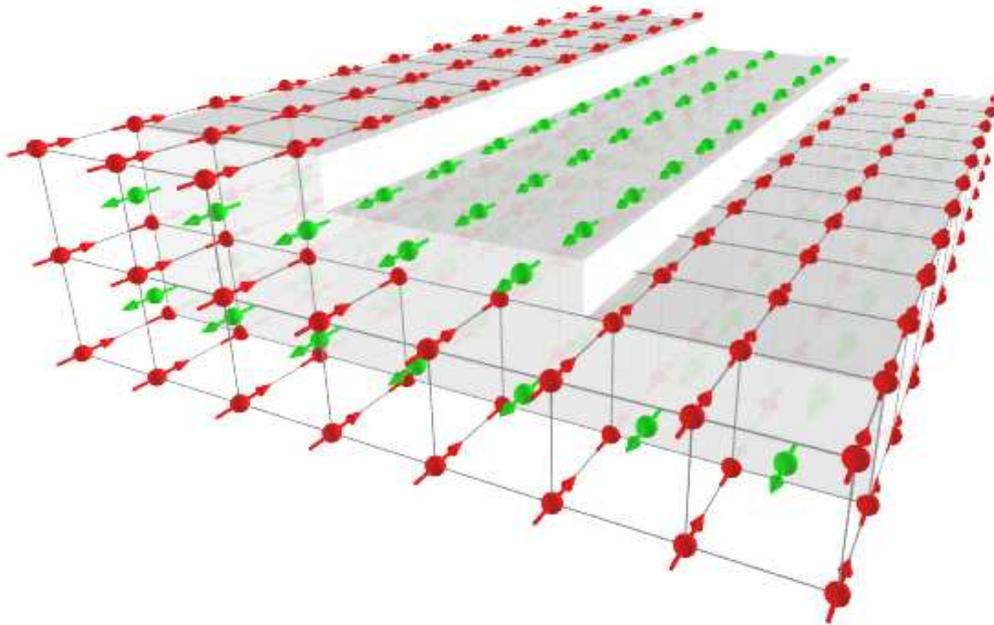


Abbildung 5.4: Magnetische Struktur der gestuften Cr(001)-Oberfläche. Auf jeder (001)-Terrasse sind die Spins ferromagnetisch angeordnet, während benachbarte Terrassen antiferromagnetisch koppeln. Die dunkel bzw. hell markierten Atome kennzeichnen mit ihren Pfeilen die zwei unterschiedlichen Spinorientierungen in der Oberfläche. Wegen der direkten Verbindung zwischen der Topographie und der magnetischen Struktur wird diese Art des Magnetismus auch „topologischer Antiferromagnetismus“ genannt.

Auf jeder Terrasse sind die magnetischen Momente ferromagnetisch angeordnet. Benachbarte, durch eine monoatomare Stufe getrennte Terrassen sind jedoch untereinander antiferromagnetisch gekoppelt. Diese direkte Verbindung zwischen strukturellen und magnetischen Eigenschaften wird *topologischer Antiferromagnetismus* genannt. So läßt sich auch erklären, warum mittels spinaufgelöster Photoemission keine Nettomagnetisierung nachgewiesen werden konnte, obwohl ferromagnetische Ordnung vorliegt: Einerseits übersteigt die Größe des Meßfleckes bei weitem die einzelner Terrassen, während andererseits die Eindringtiefe der Photonen und die mittlere freie Weglänge der Elektronen je nach Energie der Photonen im Bereich mehrerer Atomlagen liegt. Daher wurde bei den Photoemissionsmessungen von Meier *et al.* immer über mehrere Terrassen bzw. Ebenen gemittelt, so daß keine Nettomagnetisierung detektiert werden konnte, während die Untersuchungen von Klebanoff *et al.* sehr oberflächensensitiv waren.

Erstmals experimentell nachgewiesen wurde die Eigenschaft des topologischen Antifer-

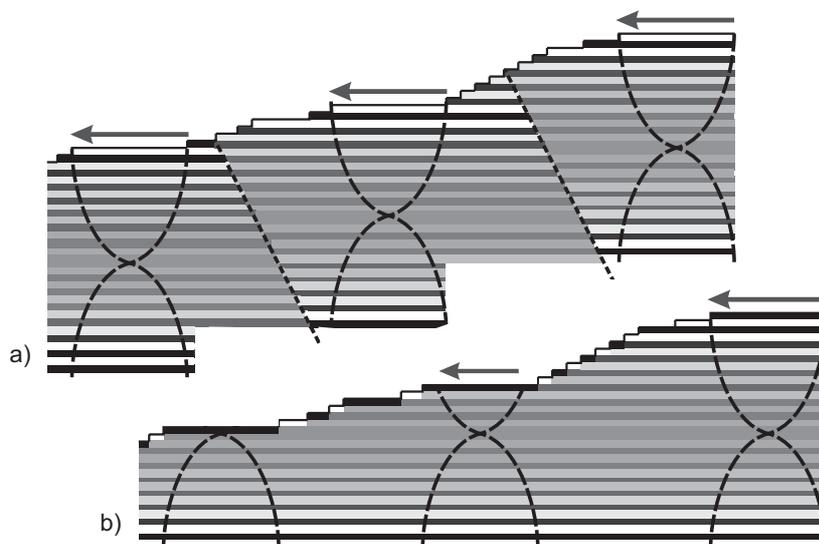


Abbildung 5.5: Zwei mögliche Modelle der SDW an der Cr(001)-Oberfläche. Die SDW weist an der Oberfläche ein maximales magnetisches Moment auf. a) Wird die SDW nicht modifiziert, verändert sich ihre Position jeweils so, daß ihr maximales magnetisches Moment in der Oberflächenebene liegt. b) Wird die Lage der SDW durch die Oberfläche nicht beeinflusst, so variiert die Kopplung zwischen der obersten und der darunter liegenden Ebene derart, daß das magnetische Moment an jeder Terrasse maximiert wird. Entnommen aus [10].

romagnetismus bei Chrom durch Wiesendanger *et al.* [7]. Bei den spinaufgelösten STM-Messungen wurden CrO₂-Spitzen verwendet, welche eine Variation der Stufenhöhe feststellten. Dieses Phänomen ist eine Konsequenz des Spin-Ventil-Effekt (siehe Kap. 2.4.1) auf untereinander antiferromagnetisch gekoppelten Terrassen.

Es ist zu erwarten, daß die sich im Volumen ausbreitenden Spindichtewellen Auswirkungen auf die Magnetisierung der Oberfläche haben. Diese Überlegungen führten zu intensiven Untersuchungen der Cr(001)-Oberfläche durch Kleiber *et al.* [10] und Ravlic *et al.* [44]. Mittels spinpolarisierter Rastertunnelspektroskopie bei Raumtemperatur stellten sie fest, daß sich an der Oberfläche stets ein maximales magnetisches Moment ausbildet, das parallel zur Oberfläche ausgerichtet ist. Die SDW ist bei Raumtemperatur transversal polarisiert und muß sich daher senkrecht zur Oberfläche ausbreiten. Ein mögliches Modell zur Beschreibung dieser Situation geht von einer nicht modifizierten SDW mit maximalem magnetischen Moment an jeder (001)-Terrasse aus, womit implizit Domänenwände verbunden wären, die sich senkrecht zum Oberflächenfehlschnitt ausbilden, wie Abb. 5.5a) zeigt. Ein zweites Modell geht von SDW aus, deren Lage im Volumen durch die Oberfläche nicht verändert wird, während die Kopplung zwischen der obersten und der darunter liegenden Ebene derart variiert, daß das magnetische Moment an jeder Terrasse maximiert wird. Diese Situation wird in Abb. 5.5b) dargestellt.

Versetzungen

Jede noch so gründlich präparierte Cr(001)-Oberfläche weist strukturelle Defekte auf, die immer auf Stufen- oder Schraubenversetzungen zurückgeführt werden können. Beide Defekte

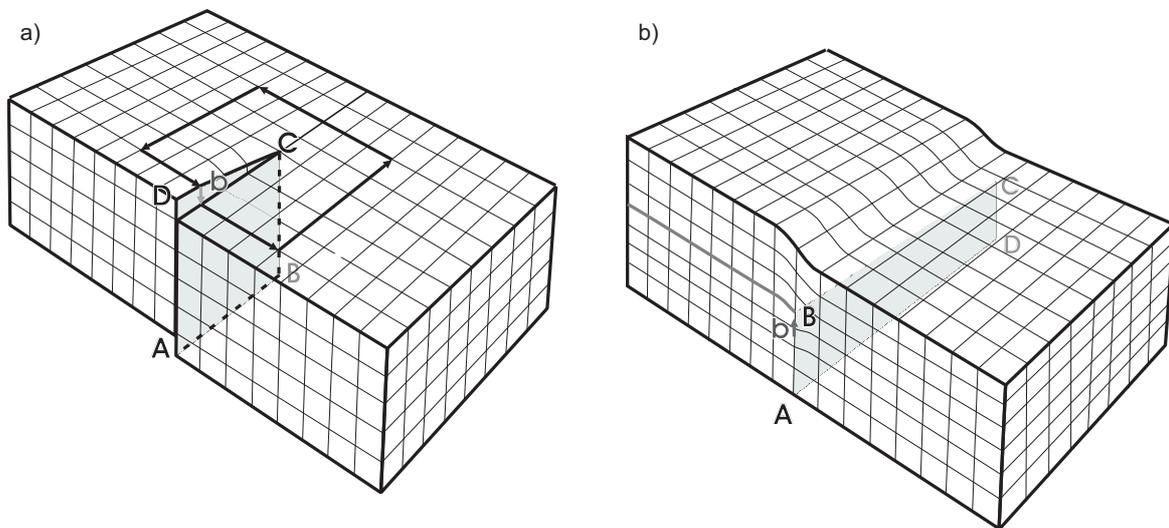


Abbildung 5.6: Skizzierte Darstellung einer a) Schraubenversetzung und einer b) Stufenversetzung.

werden durch den sogenannten Burgersvektor \vec{b} definiert, der die Linie beschreibt, entlang derer ein Teilbereich des Kristalls verschoben wird.

Um eine **Schraubenversetzung** zu erzeugen, werden alle Gitterpunkte auf der linken Seite einer endlichen Schnittebene um den Wert einer halben Gitterkonstante aus der ursprünglichen Oberfläche herausgeschoben, während die andere Seite fixiert bleibt. Der Burgersvektor \vec{b} ist somit parallel zur entstehenden Versetzungslinie orientiert. Wird nun die Oberfläche untersucht, so erscheint eine zusätzliche, halb-unendliche Stufenkante auf der Oberfläche am Durchstoßpunkt der Versetzungslinie, wie Abb. 5.6a) zeigt.

Bei einer **Stufenversetzung** ist der untere Teil des Kristalls vertikal verschoben, während der obere Teil fixiert bleibt. Effektiv wird somit eine zusätzliche halbunendliche Ebene in den Kristall eingefügt. Befindet sich die Versetzungslinie hinreichend nahe an der flachen Oberfläche, so kann der entstehende mechanische Streß nicht relaxieren, und folglich verzieht sich die Oberfläche um den Wert einer halben Gitterkonstanten, wie in Abb. 5.6b) deutlich wird.

Schrauben- und Stufenversetzungen haben direkte Konsequenzen für die magnetische Struktur der Cr(001)-Oberfläche. Durch sie werden ansonsten klar getrennte, in sich ferromagnetisch und untereinander antiferromagnetisch geordnete Ebenen miteinander verbunden. Die Verbindung zweier ferromagnetischer Ebenen mit antiparalleler Orientierung der magnetischen Momente führt zwangsläufig zur Ausbildung von 180° -Domänenwänden. In ihnen findet eine chirale Umorientierung der Atomspins in Form von Néel- oder Blochwänden statt. Zwei Prozesse konkurrieren dabei: Die Austauschwechselwirkung sorgt dafür, daß die Relativverkipfung zweier benachbarter Spins möglichst gering ist, was im Grenzfall unendlich kleiner Verkipfungswinkel eine unendlich ausgedehnte Domänenwand zur Folge hätte. Dem wirkt die Kristallanisotropie entgegen. Sie bildet im Kristall eine Vorzugsrichtung (sogenannte leichte Richtung) der Orientierung der magnetischen Momente aus und führt dazu, daß möglichst wenige Spins in die magnetische harte Richtung zeigen und die Domänenwand entsprechend möglichst schmal ist. Die letztendlich entstehende Breite der Domänenwand wird bestimmt durch das Minimum ihrer Gesamtenergie, die sich neben der Austauschwech-

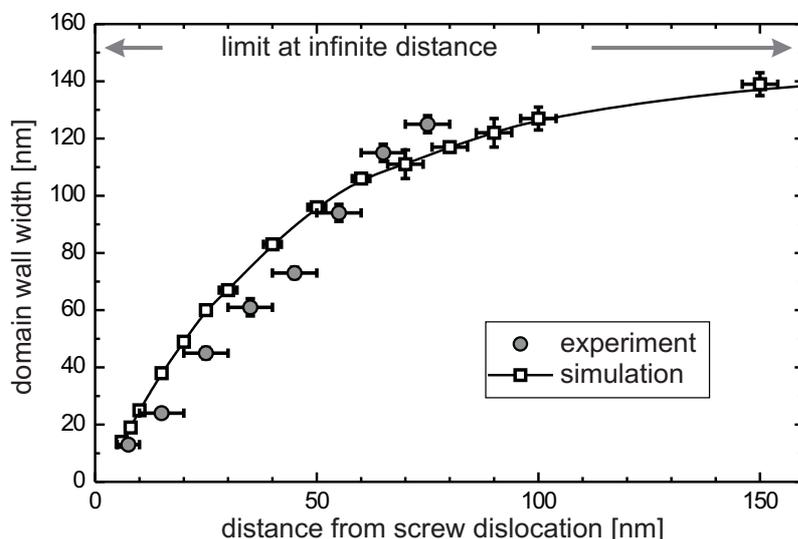


Abbildung 5.7: Experimentell bestimmte und mikromagnetisch simulierte Domänenwandbreiten in Funktion der Entfernung von einer Schraubenversetzung. Entnommen aus [44].

selwirkungsenergie und der Anisotropieenergie auch aus anderen, z.B. temperaturabhängigen Anteilen zusammensetzt.

Die Auswirkungen von Versetzungen auf die magnetische Struktur an der Cr(001)-Oberfläche wurden durch Ravlic *et al.* [44] mittels spinpolarisierter Rastertunnelspektroskopie bei Raumtemperatur untersucht. Es zeigte sich, daß zwischen zwei Schraubenversetzungen Domänenwände vom Néel-Typ entstehen, deren Breite in einer Entfernung von 6 nm von der Schraubenversetzung etwa 14 nm beträgt. Mit wachsender Entfernung von den Schraubenversetzungen nähert sich die Breite asymptotisch einem Maximalwert von ca. 150 nm an (siehe Abb.5.7).

5.2 Präparation

Alle Untersuchungen wurden bei variablen Temperaturen an einem bereits vorhandenen Chromkristall mit der Oberfläche in (001)-Orientierung durchgeführt. Er besitzt eine zylindrische Form mit einem Durchmesser von 10 mm und ist durch ein Tantal-Blech auf einem Omicron Wolfram-Proben­träger fixiert.

Zur Präparation wurde der Chrom-Kristall wiederholt bei unterschiedlichen Temperaturen gesputtert. Dies ist notwendig, da Chrom stets Verunreinigungen (C, N, O) im Volumen aufweist, die durch Segregation an die für sie energetisch günstigere Oberfläche streben [45] (Abb. 5.8). Durch Heizen auf 750 K, 950 K und 1100 K und gleichzeitigem Argon-Sputtern von bis zu mehreren Stunden Dauer bei einem Druck von ca. 7.5×10^{-7} mbar werden nacheinander C, N und O verstärkt an die Oberfläche getrieben, wo sie durch Ionen-Beschuß entfernt

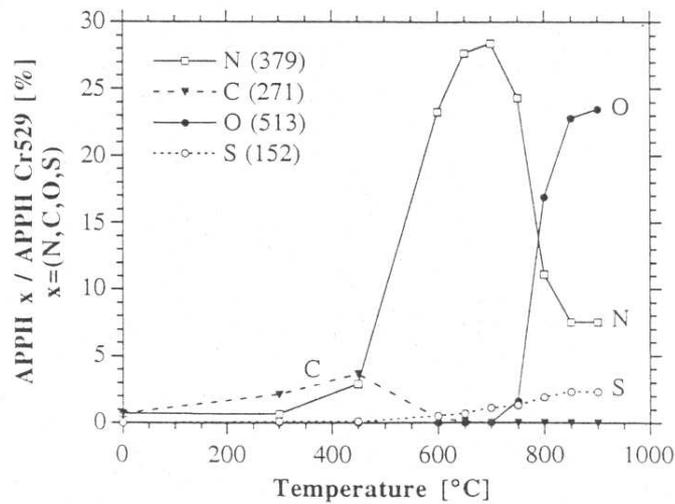


Abbildung 5.8: Segregationen von Verunreinigungen an die Oberfläche des Cr(001)-Kristalls. Dargestellt ist das Auger-Signal des jeweiligen Elementes, normiert auf das von Cr. Es wurde nach dem Heizen des Kristalls für eine Minute auf die jeweilige Temperatur aufgenommen. [45]

werden. Es entsteht so eine lokale Verarmungszone der Verunreinigungen, die einige Monolagen in den Cr-Kristall hinein reicht. Durch den Beschuß entstehen an der Kristalloberfläche Fehlstellen, Gräben und Löcher, die durch Ausheilen bei 1150 K (ohne Sputtern) behoben werden können, so daß sich die für die Cr(001)-Oberfläche charakteristischen weitläufigen Terrassen bilden.

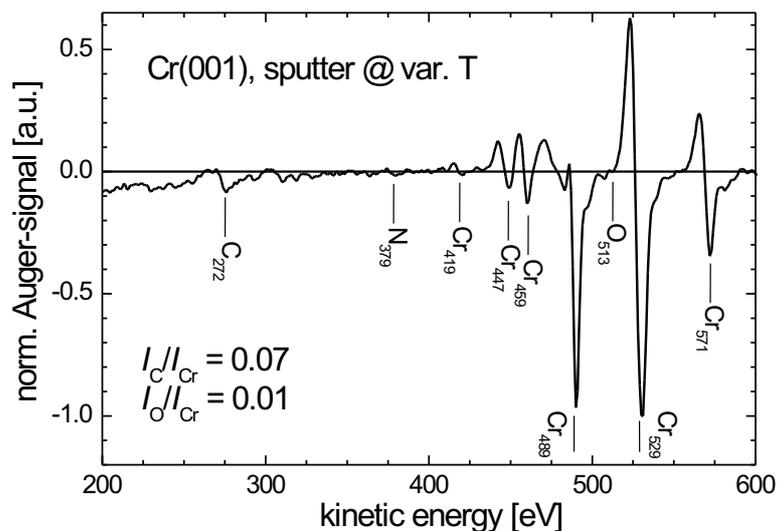


Abbildung 5.9: Auger-Elektronen-Spektroskopie: Exemplarisches Analyseergebnis nach der Präparation des Cr(001)-Kristalls durch Ionen-Sputtern bei variablen Temperaturen und anschließendes Ausheilen. Der Kohlenstoffgehalt beträgt ca. 7%

Mit Hilfe von STM-Messungen oder Auger-Elektronenspektroskopie wurde der Erfolg des Sputterns kontrolliert (siehe Abb. 5.9). Typischerweise lag der Kohlenstoffgehalt der Oberfläche nach dieser Prozedur bei ca. 7%. Die stetige Verunreinigung der Oberfläche (sowohl durch Segregation aus dem Kristallvolumen als auch durch Adsorption aus dem Restgas) führten dazu, daß bereits nach wenigen Tagen der Lagerung in der Analysechamber bei einem Druck von ca. 2.0×10^{-11} mbar ein Kohlenstoffgehalt von ca. 15 % und mehr festgestellt wurde.

Als Rastersonde kam eine geätzte W-Spitze zum Einsatz, die mit Eisen beschichtet und auf diese Weise magnetisch sensitiv wurde (siehe 3.4). Die Bedeckungsdicke von ca. 20 Monolagen Eisen führt zu einer Magnetisierungsrichtung des Films, die vorzugsweise senkrecht zur Spitzenachse und damit parallel zur Probenoberfläche verläuft.

5.3 Untersuchung der Cr(001)-Oberfläche

Abbildungen 5.10 und 5.11 zeigen die Ergebnisse der spinaufgelösten Messungen bei variablen Temperaturen zwischen Raumtemperatur und $T = 20$ K. In der linken Spalte ist jeweils die Topographie abgebildet, während die Spalte rechts daneben die spinaufgelösten Karten der differentiellen Leitfähigkeit zeigt. In ihnen ist deutlich das alternierende dI/dU -Signal zu erkennen, das die zwei unterschiedlichen Terrassentypen widerspiegelt. Dabei erfolgt der Wechsel abrupt an den Stufenkanten, wie die Linienprofile zeigen. Die spinaufgelösten Messungen der differentiellen Leitfähigkeit bei fester Bias-Spannung von -100 mV und einer aufgeprägten Wechselfrequenz von 20 mV bestätigen also das Modell des topologischen Antiferromagnetismus, wie es von Blügel *et al.* [43] vorhergesagt wurde.

Alle hier dargestellten Messungen wurden mit ein und derselben W-Spitze innerhalb einer Woche vorgenommen. Da die Spitze schon nach kurzer Zeit ihre magnetische Sensitivität verliert, wurde sie täglich neu geflasht und mit einigen ML Eisen bedampft (siehe Kap.3.4). Beim Übergang zu tiefen Temperaturen ist gemäß dem Blochschen $T^{3/2}$ -Gesetz eine verstärkte parallele Ausrichtung der magnetischen Momente an der (001)-Oberfläche zu erwarten. Bei $T = 0$ K erreicht die Magnetisierung im ferromagnetischen Grundzustand ihre Sättigung, während endliche Temperaturen $T > 0$ K zu thermischen Anregungen in einen Spinwellenzustand führen, bei dem die magnetischen Momente um ihre Grundzustandslage präzedieren. Hierdurch wird das gesamte magnetische Moment und damit der Spinkontrast mit steigender Temperatur reduziert.

Die Asymmetrie und damit der Spinkontrast in den Karten der differentiellen Leitfähigkeit bestätigt qualitativ diese Erwartungen ($A = 4\%$ bei Raumtemperatur, $A = 21\%$ bei 20 K, siehe Abb. 5.10 und 5.11). Es treten jedoch auch Schwankungen auf, die nicht mit thermischen Anregungen der magnetischen Momente erklärt werden können. Eine mögliche Ursache hierfür sind Adsorbate aus der Umgebung, die sich bei tiefen Temperaturen bevorzugt an der Cr(001)-Oberfläche anlagern und so ihre magnetische Struktur beeinflussen. AES-Untersuchungen vor und nach spinpolarisierten Rastertunnelspektroskopiemessungen zeigen jedoch, daß die Oberfläche nicht nennenswert durch Fremdadsorbate kontaminiert wurde, so daß deren Auswirkungen vernachlässigt werden können.

Der Spinkontrast hängt darüberhinaus von der Relativorientierung der magnetischen Momente von Spitze und Probe ab — er skaliert mit $\cos \theta$, wobei θ den eingeschlossenen Winkel zwischen Spitzen- und Probenmagnetisierung bezeichnet. Das angewendete Verfahren zur

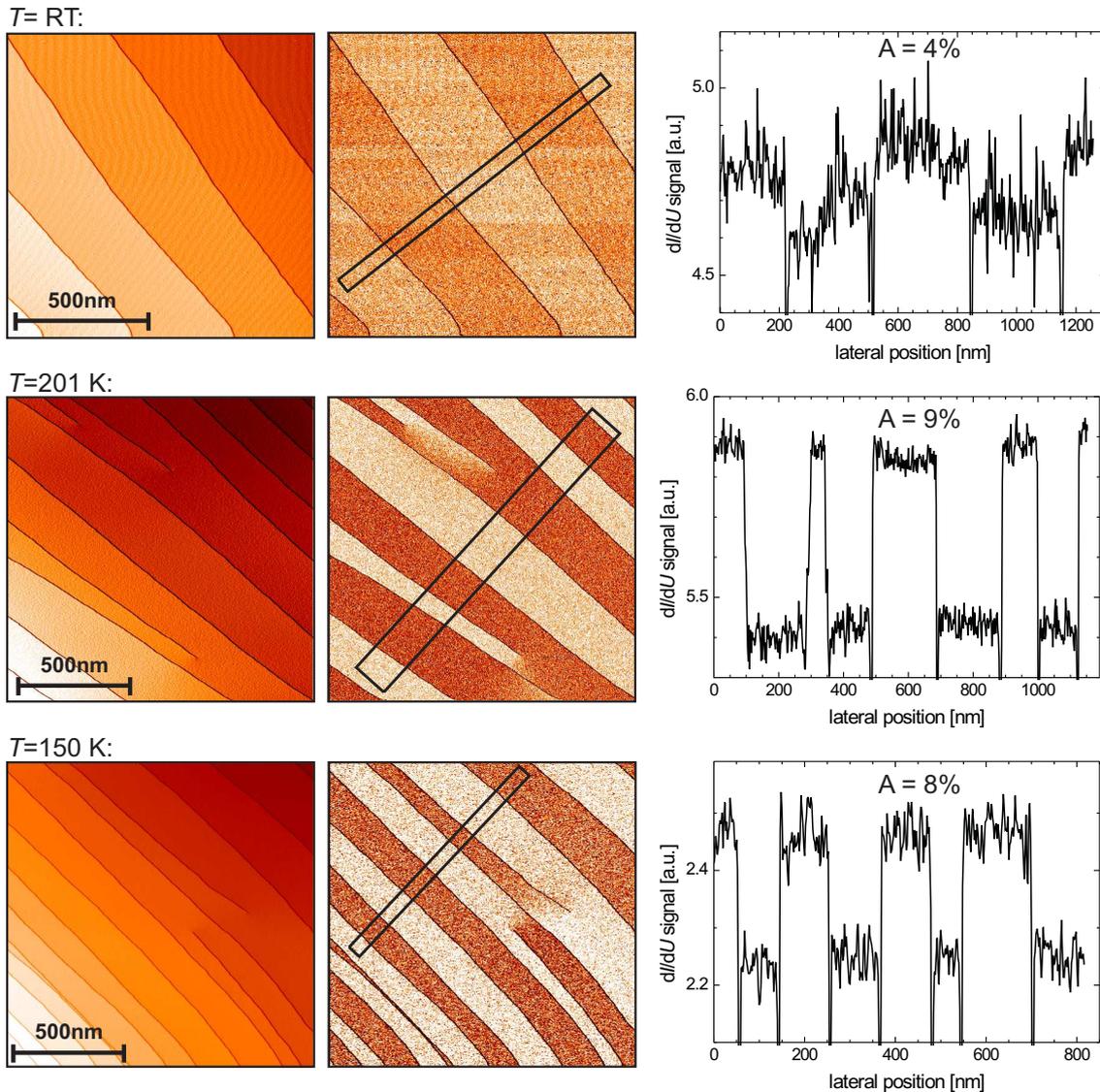


Abbildung 5.10: Topographie (links) und spinaufgelöste Karte der differentiellen Leitfähigkeit (Mitte) der Cr(001)-Oberfläche sowie gemittelte Linienprofile und hieraus abgeleitete Asymmetrien A (rechts) entlang der Boxen in den jeweiligen Bildern bei unterschiedlichen Temperaturen zwischen Raumtemperatur und $T = 150 \text{ K}$. Die angelegte Biasspannung beträgt $U_{\text{bias}} = -100 \text{ mV}$ bei allen Messungen.

Präparation der Spitze stellt lediglich sicher, daß sich ihr magnetisches Moment senkrecht zur Spitzenachse und damit parallel zur Oberfläche ausrichtet. Die Richtung in der Oberflächenebene kann auf diese Weise jedoch nicht beeinflußt werden. Darüberhinaus variiert die Richtung der lokalen Oberflächenmagnetisierung des Chrom-Kristalls je nach untersuchtem Bereich, so daß die veränderliche Ausrichtung der magnetischen Momente von Spitze und Probe als Hauptursache für die Schwankungen im erzielten Spinkontrast angesehen werden muß.

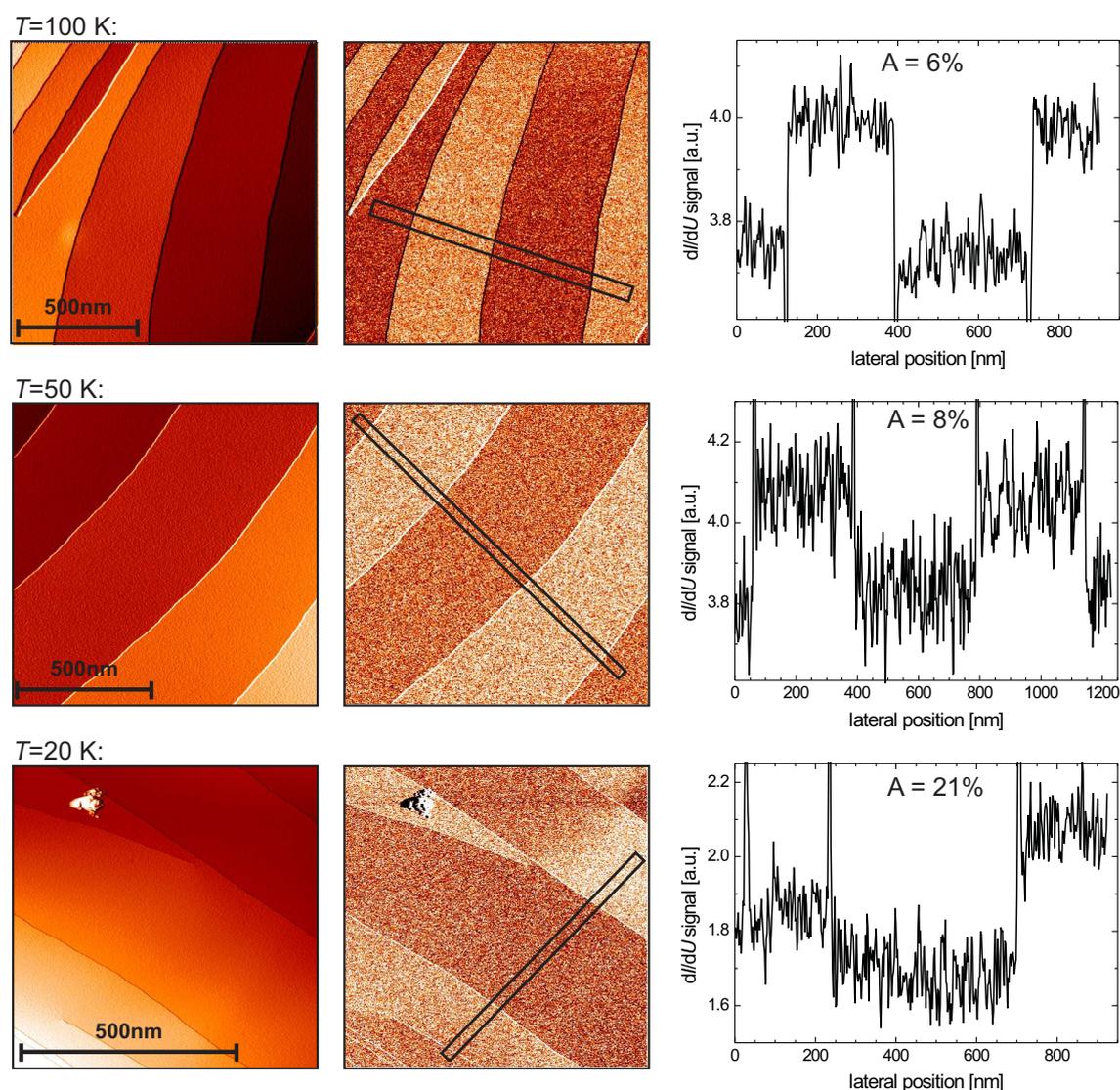


Abbildung 5.11: Topographie (links) und spinaufgelöste Karte der differentiellen Leitfähigkeit (Mitte) der Cr(001)-Oberfläche sowie gemittelte Linienprofile und hieraus abgeleitete Asymmetrien A (rechts) entlang der Boxen in den jeweiligen Bildern bei unterschiedlichen Temperaturen zwischen $T = 100$ K und $T = 20$ K. Die angelegte Biasspannung beträgt $U_{\text{bias}} = -100$ mV bei allen Messungen.

Zusätzlich ist es möglich, daß in der Spitze ein Spin-Reorientierungsübergang stattfindet, aufgrund dessen sich die magnetischen Momente der Spitze modifizieren, was die beobachteten Variationen des Spinkontrastes zur Folge hätte. Die verwendeten Fe-beschichteten W-Spitzen sind jedoch sowohl bei Raumtemperatur (Ravlic *et al.* [44]) als auch bei Temperaturen von $T = 14$ K (Kubetzka *et al.* [12]) sensitiv auf die Magnetisierung parallel zur Oberfläche. Eine entsprechende Reorganisation der magnetischen Momente und damit eine Veränderung der Magnetisierungssensitivität der Spitze kann daher ausgeschlossen werden.

Diese Überlegungen zusammen mit den Meßergebnissen zeigen, daß die magnetischen Mo-

mente der Cr(001)-Oberfläche im gesamten untersuchten Temperaturbereich parallel zur Oberflächenebene orientiert sind.

5.3.1 Verhalten von Spindichtewellen in der Nähe der Oberfläche

Für Temperaturen $T > T_{\text{SF}}$ werden die Untersuchungsergebnisse von Ravlic *et al.* [44] bestätigt: Die magnetischen Momente liegen parallel zur Oberflächenebene, so daß sich die in diesem Temperaturbereich transversal polarisierten SDW senkrecht zur Oberfläche ausbreiten. Die oben angegebenen Modelle für das Verhalten einer SDW an der Oberfläche lassen sich daher auch für $T_{\text{SF}} < T < \text{RT}$ anwenden.

Für Temperaturen $T < T_{\text{SF}}$ wurde eine gegenüber $T = \text{RT}$ unveränderte Struktur der Oberflächenmagnetisierung festgestellt. Im Gegensatz zum eben betrachteten Fall sind die SDW in diesem Temperaturbereich jedoch longitudinal polarisiert, so daß das für Raumtemperatur gültige Modell hier nicht mehr haltbar ist. Geht man weiterhin von einer parallelen Ausrichtung der magnetischen Momente einer SDW und der Oberflächenmagnetisierung aus, so sollte sich die Ausbreitungsrichtung der SDW in die Oberflächenebene drehen. Dies hätte jedoch eine sinusförmige Modulation der Oberflächenmomente zur Folge, die als periodische Spinkontrastvariation mit einer der SDW entsprechenden Periodenlänge in den Bildern sichtbar sein sollte. Eine solche Variation konnte jedoch nicht festgestellt werden. Darüberhinaus ließe sich in diesem Modell die ferromagnetische Ordnung benachbarter Atome auf einer Terrasse nicht aufrecht erhalten — sie müßte durch eine antiferromagnetische Ordnung ersetzt werden. Da der Spinkontrast innerhalb einer Terrassenoberfläche jedoch konstant bleibt, kann eine solch weitgehende magnetische Umstrukturierung der Oberfläche ausgeschlossen werden. Zwischen der SDW im Volumen und der Oberfläche muß es in diesem Modell daher Übergangsbereiche geben, in denen die Beträge und Richtungen der magnetischen Momente modifiziert werden, wie Abb. 5.12b) zeigt. Abb. 5.12c) stellt die entsprechende Situation dar, die an einer terrassierten Oberfläche entsteht. Es wird deutlich, daß bei $T < T_{\text{SF}}$ die ferromagnetisch gekoppelten Ebenen an der Oberfläche im Gegensatz zu $T > T_{\text{SF}}$ senkrecht zu denen im Volumen stehen. Eine solch weitgehende Reorganisation der magnetischen Momente im Volumen bei T_{SF} erscheint jedoch sehr unwahrscheinlich, so daß dieses Modell einer longitudinal polarisierten SDW, die sich parallel zur Oberfläche ausbreitet, verworfen werden muß.

Das bei Raumtemperatur gültige Modell einer SDW senkrecht zur Oberfläche mit gleichzeitiger Kopplung zwischen der obersten Terrasse und den darunter liegenden Ebenen in der Art, daß das magnetische Oberflächenmoment an jeder Terrasse maximiert wird, ist dagegen auch bei $T < T_{\text{SF}}$ realisierbar. Im Übergangsbereich zwischen SDW und Oberfläche ist dann zusätzlich zur Modifizierung der Beträge eine 90°-Verkipfung der magnetischen Momente von der L-SDW in die Oberflächenebene notwendig, wie Abb. 5.12a) skizziert. Eine umfangreiche Reorganisation der magnetischen Struktur im Volumen wird auf diese Weise vermieden, so daß im Gegensatz zu dem oben vorgestellten Modell ein kontinuierlicher Polarisationswechsel der SDW bei $T = 123 \text{ K}$ möglich ist.

Die magnetischen Momente an der Oberfläche zeigen in Abb. 5.12a) nur zur Verdeutlichung des Verkipppungsprozesses senkrecht auf die Stufenkanten. Tatsächlich ist anzunehmen, daß sie sich zur Reduzierung des Streufeldes parallel zu ihnen ausrichten werden.

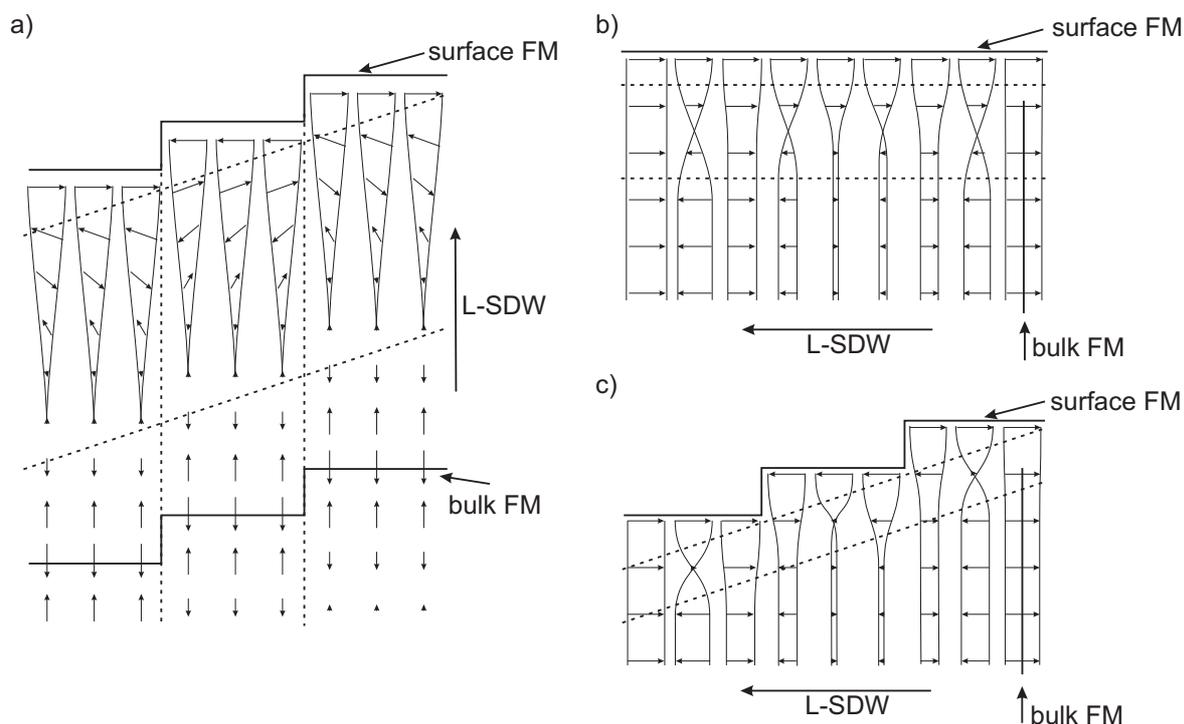


Abbildung 5.12: Mögliche Modelle für das Verhalten von longitudinalen Spindichtewellen (L-SDW) im Übergangsbereich zur Oberfläche, deren Magnetisierungsrichtung in der Ebene liegt. Die Domänenwände sind jeweils durch gestrichelte Linien markiert. **a)** Die L-SDW steht senkrecht zur Oberfläche. Der Übergang zur Oberflächenmagnetisierung erfolgt durch die Modifikation der Beträge der einzelnen magnetischen Momente der SDW und eine 90° -Verkipfung aus der Senkrechten in die Oberflächenebene. Die ebenenweise ferromagnetische Kopplung auf der Oberfläche und parallel dazu im Volumenmaterial bleibt erhalten. **b)** Breitete sich die L-SDW parallel zur Oberfläche und den Stufenkanten aus, stehen die im Volumen ferromagnetisch gekoppelten Ebenen senkrecht zur Oberflächenmagnetisierung. Im Übergangsbereich zur Oberfläche wird dadurch neben einer Anpassung der Beträge zusätzlich eine Verdrehung um 180° der magnetischen Momente jeder zweiten Ebene senkrecht zur Ausbreitungsrichtung der SDW notwendig, andererseits muß sich beim Übergang der T-SDW zu einer L-SDW im Volumen ein weitreichender Umstrukturierungsprozeß der Magnetisierung vollziehen, um alle Ebenen ferromagnetischer Kopplung im Volumen um 90° zu verdrehen. Dies erscheint unwahrscheinlich. **c)** Darstellung der Situation wie in b), jedoch mit zusätzlicher Berücksichtigung der terrassierten Oberfläche. Der Übergangsbereich liegt nun parallel zum Fehlschnitt der Oberfläche.

5.3.2 Versetzungen und Domänenwände

Domänenwände vom Typ I

Abbildungen 5.13 - 5.15 zeigen jeweils Ausschnitte der Cr(001)-Oberflächentopographie bei 201 K, 150 K und 20 K, auf denen Schraubenversetzungen (markiert durch Pfeile) zu erkennen sind. Jede für sich erzeugt eine halbunendliche Stufenkante, die an der Stelle des Durchstoßpunktes der entsprechenden Versetzungslinie beginnt. Die durch Schraubenversetzungen entstehenden Stufenkanten sind in der Regel parallel zu den restlichen orientiert, wodurch ein Überkreuzen vermieden wird. Die entsprechenden Karten der differentiellen Leitfähigkeit zeigen, daß die resultierende Oberflächenstruktur keine perfekte antiferromagnetische Ordnung

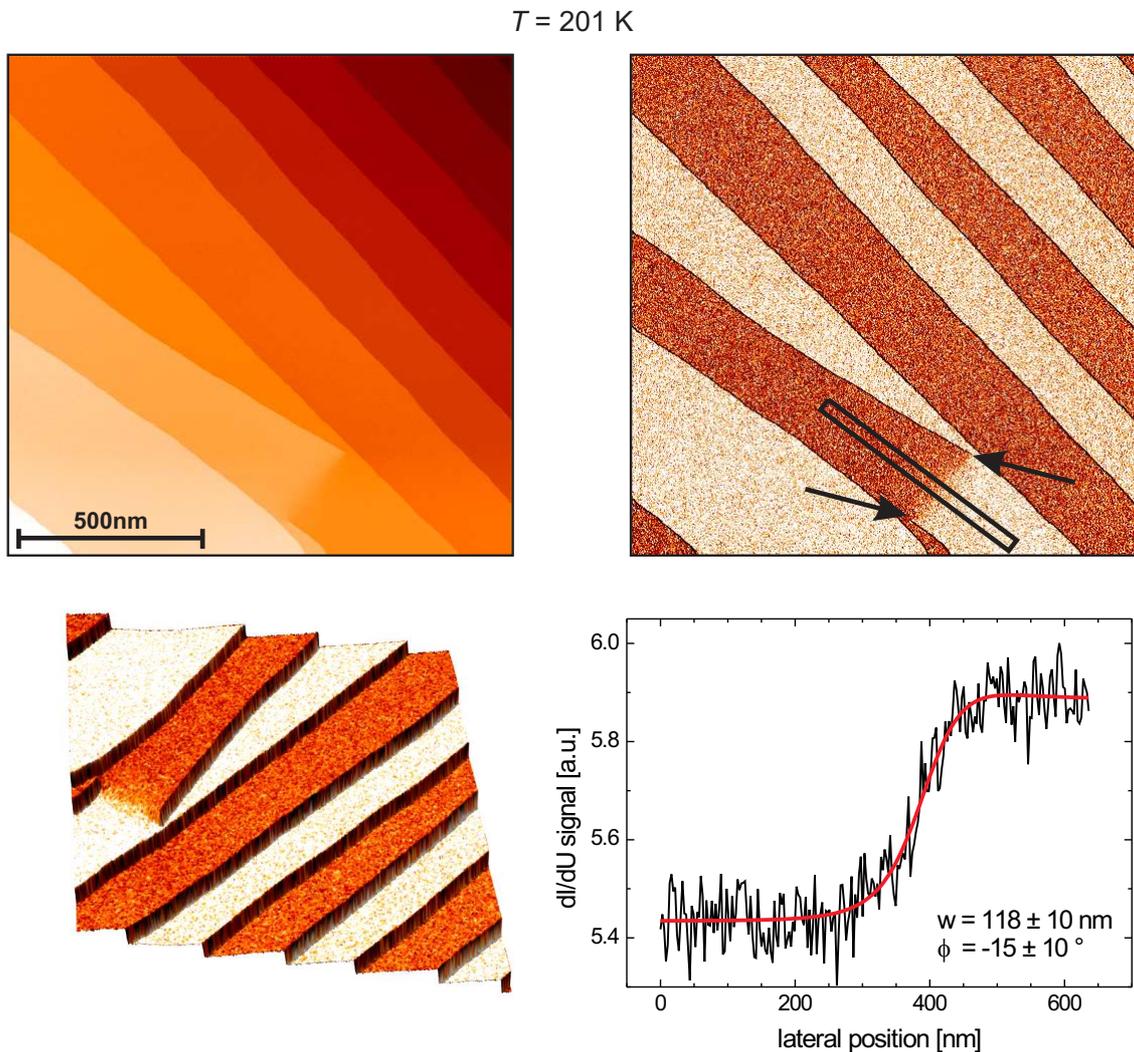


Abbildung 5.13: Topographie (oben links) und spinaufgelöste Karte der differentiellen Leitfähigkeit (oben rechts) der Cr(001)-Oberfläche bei $T = 201 \text{ K}$ ($U_{\text{bias}} = -100 \text{ mV}$, $I = 300 \text{ pA}$). Deutlich zu erkennen ist eine Domänenwand, die sich senkrecht zu den Stufenkanten zwischen zwei Schraubenversetzungen (Pfeile) bildet. Unten links wurde die Topologie und die Karte der differentiellen Leitfähigkeit in dreidimensionaler Darstellung kombiniert. Das gemittelte Linienprofil (unten rechts) entlang der markierten Box senkrecht zur Domänenwand zeigt deutlich die Variation in der differentiellen Leitfähigkeit. Durch einen Fit des Modells einer 180° -Wand wurde die Domänenwandbreite ermittelt. Sie beträgt $118 \pm 10 \text{ nm}$. Dabei liegt das Profil in der Mitte der beiden Schraubenversetzungen und ist von diesen jeweils ca. 116 nm entfernt.

aufweisen kann.

Neben Bereichen, in denen die antiferromagnetische Ordnung unverändert bleibt, kommt es im Bereich zwischen zwei Schraubenversetzungen zur Spinfustration und Ausbildung einer Domänenwand, deren jeweilige Breite auf der Basis der magnetischen Kontinuumstheorie [46] bestimmt werden kann. Dazu wird innerhalb eines Rechtecks senkrecht zur Domänenwand

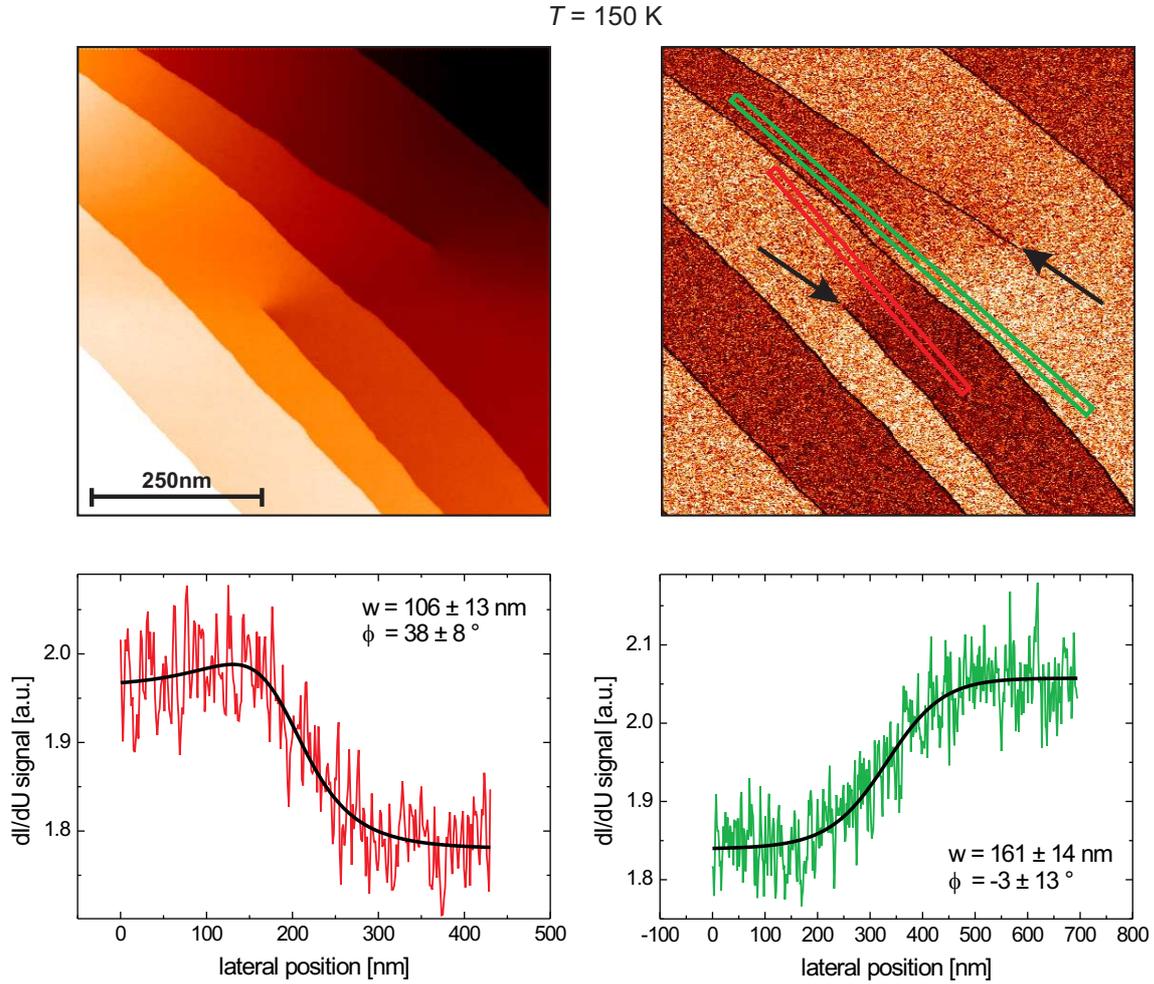


Abbildung 5.14: Topographie (oben links) und spinaufgelöste Karte der differentiellen Leitfähigkeit (oben rechts) der Cr(001)-Oberfläche bei $T = 150 \text{ K}$ ($U_{\text{bias}} = -100 \text{ mV}$, $I = 300 \text{ pA}$). Senkrecht zu den Stufenkanten bildet sich eine Domänenwand zwischen zwei Schraubenversetzungen aus. Das gemittelte Linienprofil (unten) entlang der markierten Box senkrecht zur Domänenwand zeigt deutlich die Variation in der differentiellen Leitfähigkeit. Durch einen Fit des Modells einer 180° -Wand wurde die Domänenwandbreite ermittelt. Sie beträgt $106 \pm 13 \text{ nm}$ (links) bzw. $161 \pm 14 \text{ nm}$ (rechts), bei einer jeweiligen Entfernung des Linienprofils von der Schraubenversetzung von ca. 53 nm (links) bzw. ca. 155 nm (rechts).

ein gemitteltes Höhenprofil erstellt und ein Standard-Domänenwandprofil der Form

$$y(x) = y_0 + y_{\text{sp}} \cdot \cos \left(\arccos \left[\tanh \left(\frac{x - x_0}{w/2} \right) \right] + \phi \right) \quad (5.2)$$

den gemessenen Daten angepaßt. $y(x)$ bezeichnet dabei das gemessene dI/dU -Signal an der Position x , x_0 die Position des Domänenwandzentrums, w die Breite der Domänenwand, y_0 bzw. y_{sp} den nicht-spinpolarisierten bzw. den spinpolarisierten Anteil des dI/dU -Signals und ϕ den Winkel zwischen der Spitzen- und der Probenmagnetisierung. Dabei wurden die

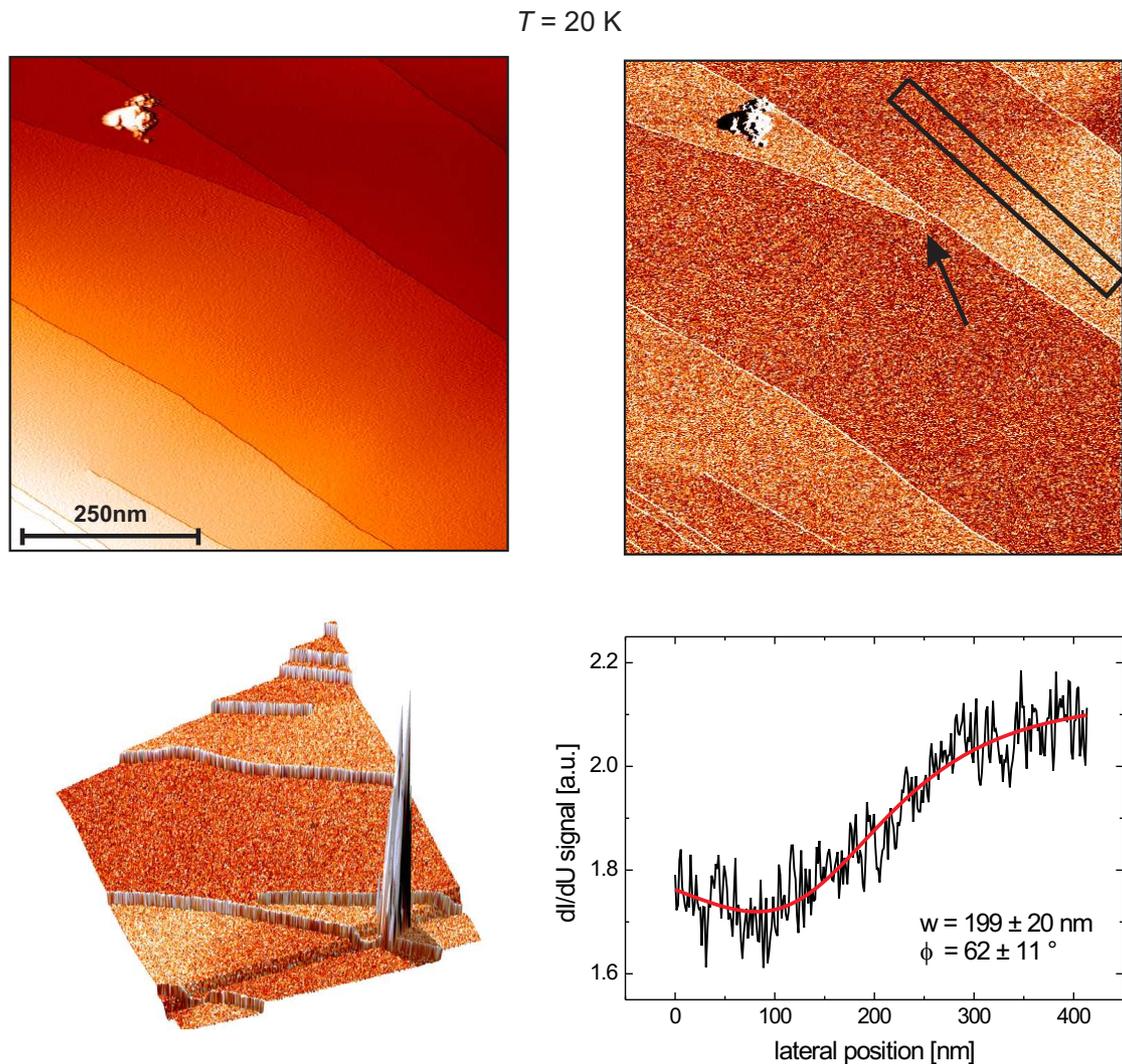


Abbildung 5.15: Topographie (oben links) und spinaufgelöste Karte der differentiellen Leitfähigkeit (oben rechts) der Cr(001)-Oberfläche bei $T = 20 \text{ K}$ ($U_{\text{bias}} = -100 \text{ mV}$, $I = 300 \text{ pA}$). An der durch einen Pfeil markierten Schraubenversetzung ist der Endpunkt einer Domänenwand, die von oben rechts in den Ausschnitt hineinläuft. Unten links wurde die Topologie und die Karte der differentiellen Leitfähigkeit in dreidimensionaler Darstellung kombiniert. Das gemittelte Linienprofil (unten rechts) entlang der markierten Box senkrecht zur Domänenwand zeigt deutlich die Variation in der differentiellen Leitfähigkeit. Durch einen Fit des Modells einer 180° -Wand wurde die Domänenwandbreite ermittelt. Sie beträgt $199 \pm 20 \text{ nm}$. Die Entfernung des Linienprofils von der Schraubenversetzung beträgt hier ca. 117 nm .

besten Übereinstimmungen zwischen gemessenen Daten und angepaßtem Modell jeweils mit den in den einzelnen Abbildungen angegebenen Winkeln ϕ erzielt.

In einzelnen Fällen kommt es vor, daß eine Domänenwand die Stufenkanten nicht senkrecht schneidet, sondern in einem spitzen Winkel zu ihnen steht. Ist die Breite des Rechtecks, über dem das entsprechende Höhenprofil erstellt wird, viel kleiner als die der Domänenwand,

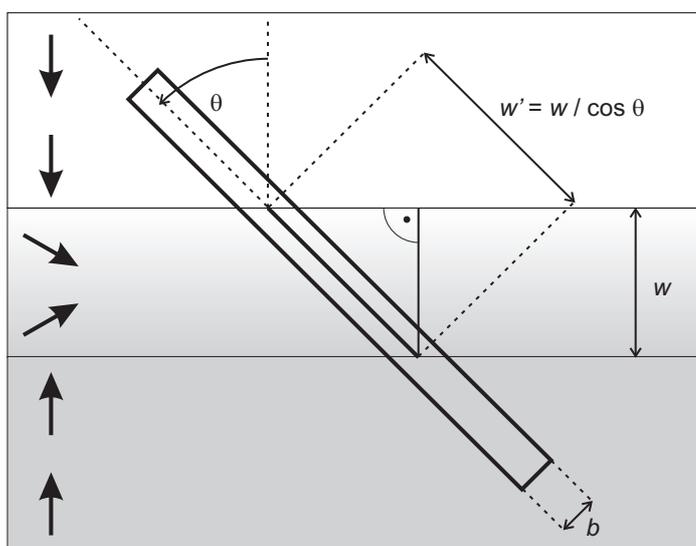


Abbildung 5.16: Das Modell des Domänenwandprofils muß geringfügig angepaßt werden, wenn die gemittelten Linienprofile die Domänenwand nicht senkrecht schneiden. Ist die Rahmenbreite b des gemittelten Profils sehr viel schmaler als die der Domänenwand, so ist im Modell die tatsächliche Wandbreite w durch die gemessene $w' = w / \cos(\theta)$ zu ersetzen, wobei θ den Winkel zwischen der Domänenwandsenkrechten und dem Rahmen des gemittelten Linienprofils angibt. w' ist die scheinbare Domänenwandbreite, die ein Fit des unveränderten Domänenwandmodells ergeben würde.

dann kann das o.a. Standard-Domänenwandprofil in leicht modifizierter Form weiterhin zur Bestimmung der Domänenwandbreite herangezogen werden, wie Abb. 5.16 verdeutlicht. Ist das gemittelte Höhenprofil um den Winkel θ aus der Domänenwand-Senkrechten gedreht, so geht statt der tatsächlichen Domänenwandbreite w ihre entsprechende Projektion $w' = w / \cos(\theta)$ in das gemessene Domänenwandprofil ein:

$$y(x) = y_0 + y_{sp} \cdot \cos \left(\arccos \left[\tanh \left(\frac{x - x_0}{w/2 \cdot \cos \theta} \right) \right] + \phi \right) \quad (5.3)$$

Für $\theta = 0$ ergibt sich hieraus wieder das Standard-Domänenwandprofil.

Domänenwände vom Typ II

Neben den eben vorgestellten Domänenwänden existiert auf der Cr(001)-Oberfläche offenbar ein weiterer Domänenwand-Typ, der sich in einigen wichtigen Eigenschaften deutlich von den bisher bekannten unterscheidet. Abb. 5.17a) zeigt die Topographie sowie die entsprechende Karte der differentiellen Leitfähigkeit, die durch eine spinpolarisierte Messung bei $T = 150$ K entstand. Das Bild der Topographie wurde stark differenziert, um die Stufenkanten (dunkel) und die zu ihnen meist senkrecht verlaufenden Stufenversetzungslinien (hell) hervorzuheben.

Die abgebildete Oberfläche weist jeweils zwei Paare von Schraubenversetzungen auf. Zwischen den beiden Schraubenversetzungen im Zentralbereich des Ausschnitts bildet sich eine Domänenwand aus, deren Breite zu 106 nm bzw. 161 nm bestimmt wurde (siehe Abb. 5.14). Entsprechend ist auch zwischen den beiden Schraubenversetzungen im unteren Bildbereich

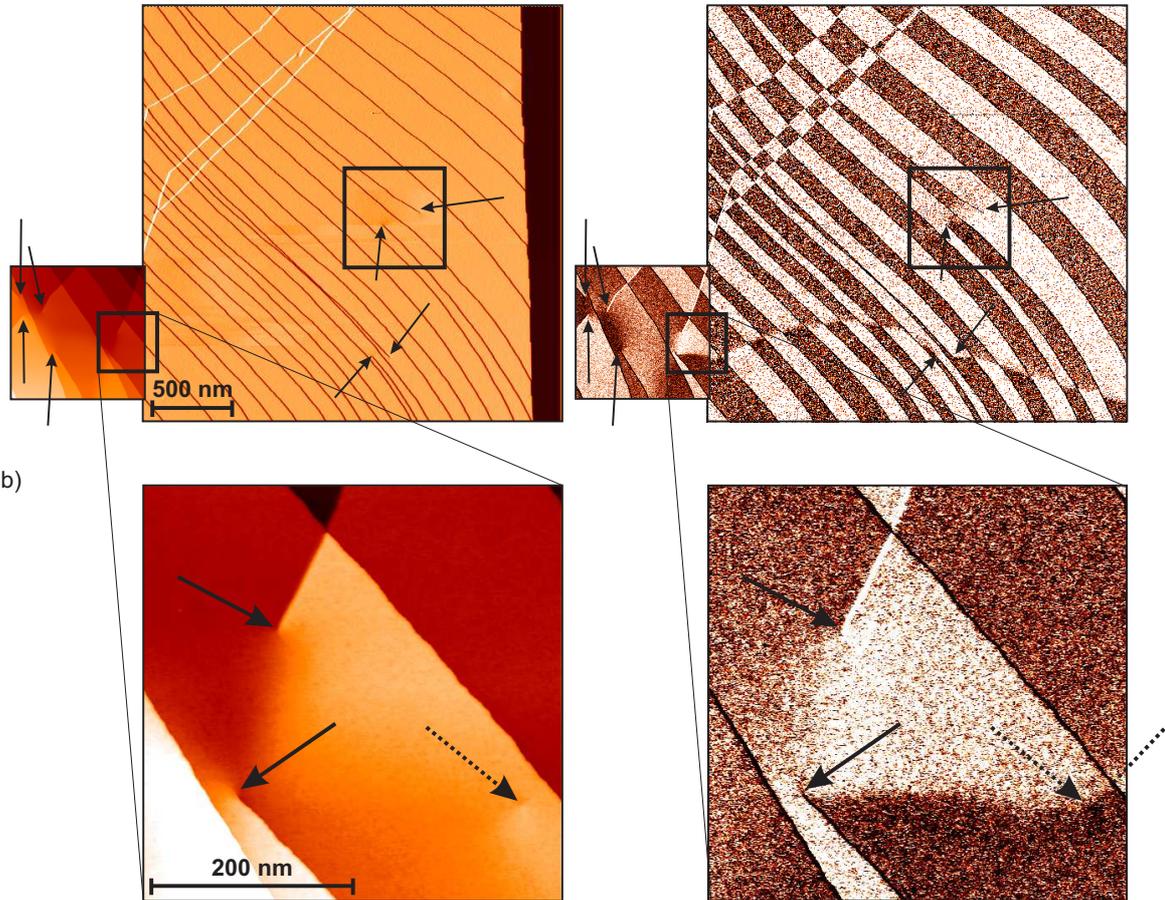
a) $T = 150 \text{ K}$ 

Abbildung 5.17: a) Topographie (links) und spinaufgelöste Karte der differentiellen Leitfähigkeit (rechts) der Cr(001)-Oberfläche bei $T = 150 \text{ K}$ ($U_{\text{bias}} = -250 \text{ mV}$, $I = 300 \text{ pA}$). Durch Pfeile sind jeweils die Schraubenversetzungen markiert. Die Karte der differentiellen Leitfähigkeit zeigt, daß sich in der Bildmitte eine Domänenwand zwischen zwei Schraubenversetzungen ausbildet (der Rahmen markiert den in Abb. 5.14 gezeigten Ausschnitt), während sich im unteren Bildbereich eine ausgedehnte, deutlich schmalere Domänenwand über die gesamte Breite des gerasterten Ausschnitts erstreckt, wobei sie im Bereich zwischen zwei Schraubenversetzungen unterbrochen wird. b) Vergrößerter Ausschnitt des Bereiches am Endpunkt der schmalen Domänenwand. Es wird deutlich, daß sie sich im Gegensatz zu den bisher bekannten Domänenwänden auf atomar flachen Terrassen ausbreitet, die keine nennenswerte Gitterverzerrung aufweisen. An der durch den gestrichelten Pfeil markierten Erhebung wird die von links einlaufende Domänenwand offenbar fixiert, um dann senkrecht auf die Stufenkante zuzulaufen. Ihr weiterer Verlauf wird durch die gestrichelte Linie angedeutet.

eine Domänenwand zu erwarten. Die Karte der differentiellen Leitfähigkeit zeigt jedoch eine über die gesamte Breite des Ausschnitts ausgedehnte, auffallend schmale Domänenwand, die nur zwischen den beiden Schraubenversetzungen unterbrochen wird. Im Gegensatz zu den bisher bekannten Domänenwänden verläuft sie also nicht entlang der Verspannungslinie zwischen zwei Schraubenversetzungen, sondern wird auf ihr ausgelöscht. Verfolgt man diese neuartige Domänenwand bis zu ihrem linken Ende, so stellt sich die in Abb. 5.17b) gezeigte

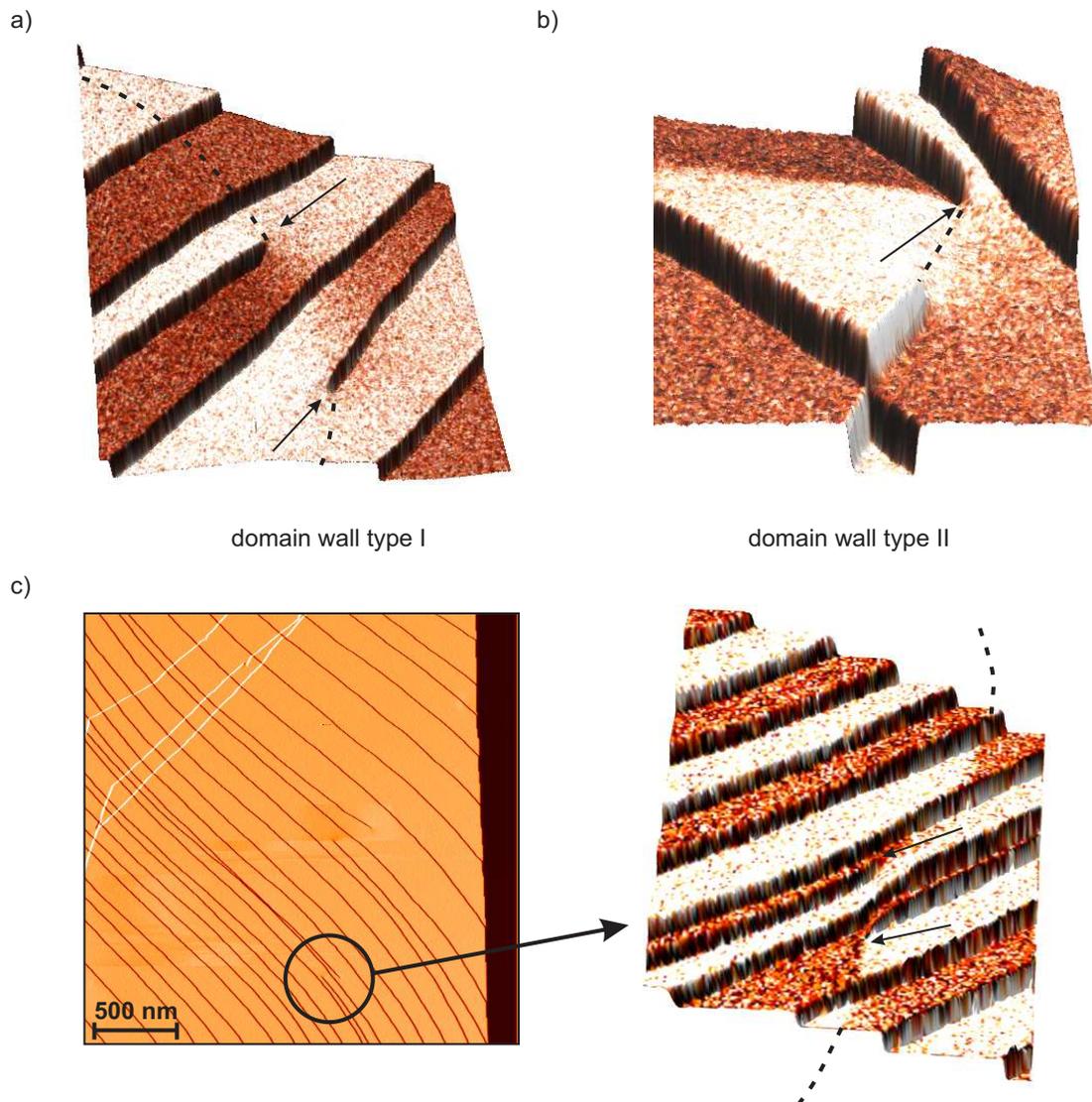


Abbildung 5.18: Die zwei unterschiedlichen Domänenwandtypen: **a)** Die Oberflächendomänenwand läuft entlang der Kristall-Verzerrungslinie zwischen zwei Schraubenversetzungen (Pfeile). **b)** Die Volumendomänenwand bildet sich auf atomar flachen Terrassen aus. An einer Schraubenversetzung wird sie unterbrochen. In beiden Bildern ist mit einer gestrichelten Linie angedeutet, wo der jeweils andere Domänenwandtyp zu erwarten wäre. **c)** Einen Ausschnitt aus dem linken Bild zeigt rechts die Karte der differentiellen Leitfähigkeit an einem Paar von Schraubenversetzungen. Die Volumendomänenwand wird auf diesem Bereich unterbrochen (siehe Pfeile). Gestrichelt ist der weitere Verlauf der Volumendomänenwand dargestellt.

Situation dar. Offenbar laufen die Schrauben- und Stufenversetzungslinien in einem gemeinsamen Zentralbereich zusammen, in dem auch der Endpunkt der Domänenwand liegt, wobei sich dieser an einer Schraubenversetzung befindet. Wiederum bildet sich die Domänenwand nicht entlang der durch die Schraubenversetzung hervorgerufenen Kristallgitterverzerrung aus, sondern erstreckt sich über die atomar flache Terrasse bis zum Rand des Abbildungsaus-

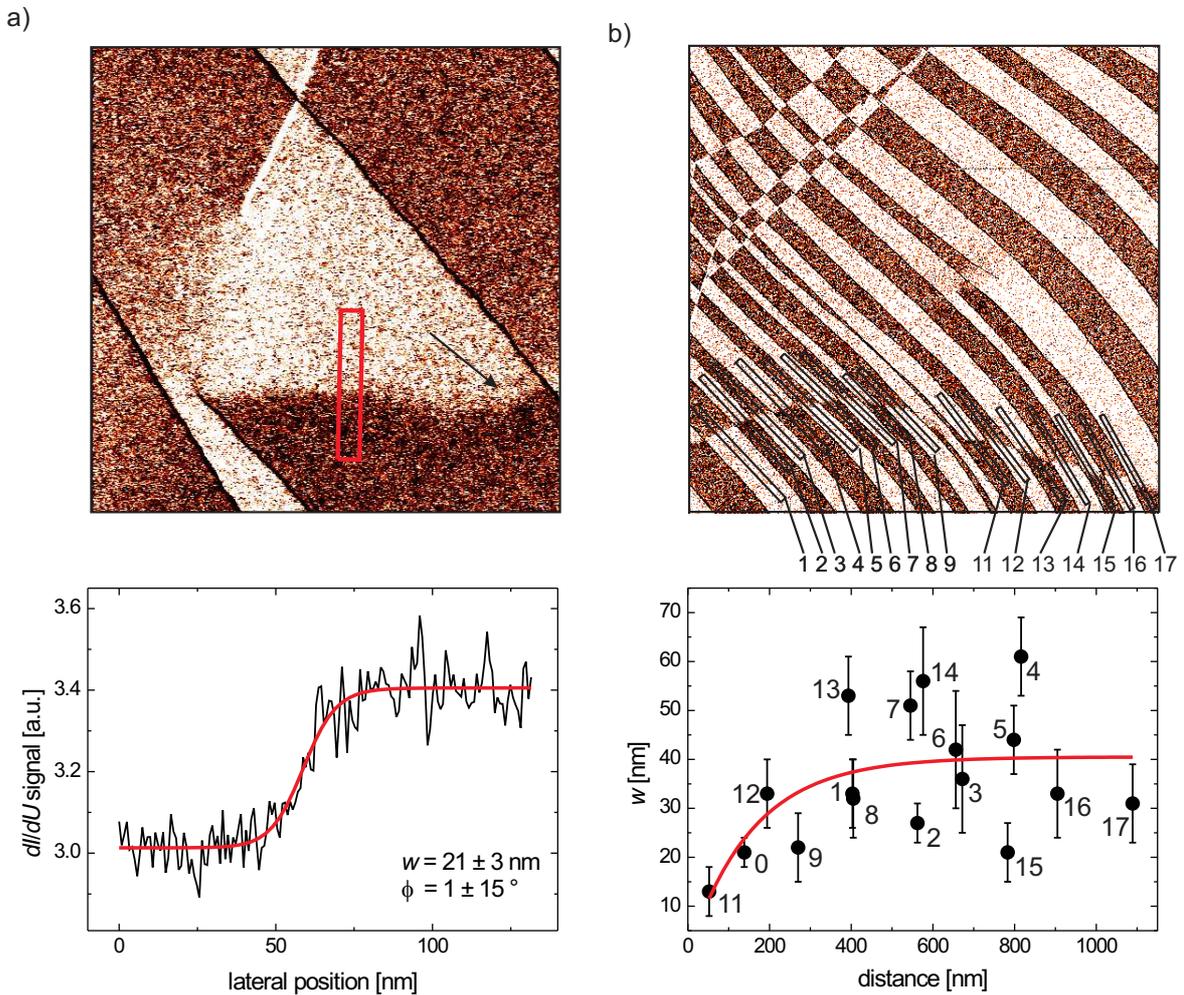


Abbildung 5.19: Breiten der schmalen Domänenwände aus Abb.5.17. **a)** Höhenprofil entlang des eingezeichneten Rahmens am Endpunkt einer schmalen Domänenwand (oben). Durch das Anpassen eines Standard-Domänenwandprofils wurde die Wandbreite in diesem Bereich zu 21 ± 3 nm bestimmt (unten). **b)** Domänenwandbreiten in Funktion des Abstandes von einer Schraubenversetzung. Diesen Daten liegen die Höhenprofile der 17 gekennzeichneten Ausschnitte (oben) zugrunde. Durch Anpassen einer exponentiellen Zerfallskurve erhält man eine Domänenwandbreite, die im Grenzfall unendlicher Entfernung von einer Schraubenversetzung 40 ± 5 nm beträgt (unten).

schnittes. Um diese Unterschiede zu verdeutlichen, wird der „konventionellen“ Domänenwand eine entsprechende Domänenwand vom zweiten Typ in Abb. 5.18 gegenübergestellt. Sie zeigt das dI/dU -Signal auf der dreidimensional dargestellten Topographie.

Wie Abb. 5.19a) zeigt, wurde die Breite der Domänenwand anhand mehrerer Höhenprofile durch Anpassen des oben beschriebenen modifizierten Standard-Domänenwandprofils (Gl. 5.3) bestimmt. Wie Abb. 5.19b) zeigt, beträgt sie in ausreichender Entfernung zu den Schraubenversetzungen typischerweise 40 ± 5 nm. Die Breite der hier detektierten Domänenwand ist also durchschnittlich nur etwas mehr als ein Viertel so groß wie die bisher bekannten,

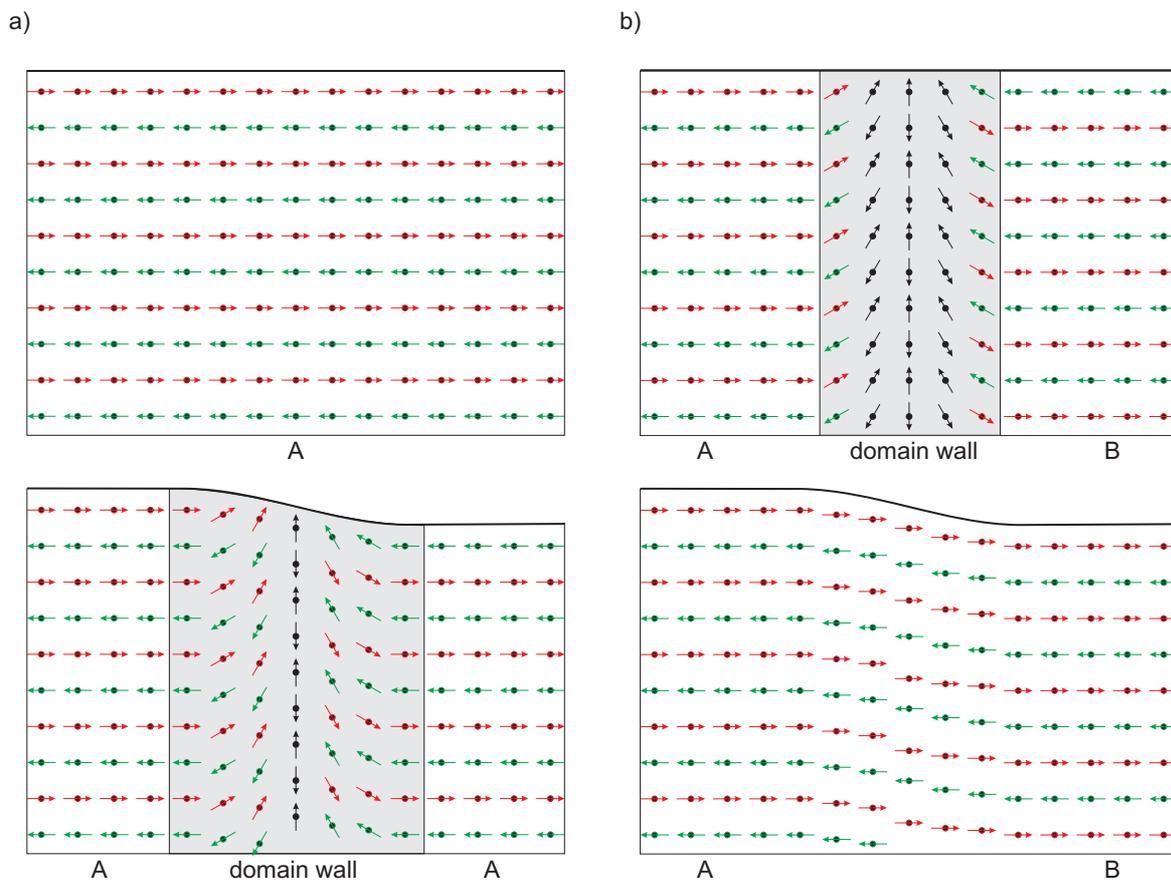


Abbildung 5.20: Mögliche Erklärungen für die zwei unterschiedlichen Typen von Domänenwänden an der Oberfläche. Im oberen Bildteil wird ein Schnitt durch einen Bereich ohne Kristallverzerrung dargestellt, während der untere Bildteil einen Schnitt um eine Schraubenversetzung mit entsprechender Verzerrung des Kristallgitters zeigt. **a)** Versetzungsdomänenwand. Innerhalb einer magnetischen Domäne (A) sind alle Ebenen antiferromagnetisch gekoppelt und voneinander getrennt (oben). Durch eine Schraubenversetzung bilden sich entlang der Verzerrung des Kristallgitters Domänenwände aus, da dann Ebenen mit entgegengesetzter Magnetisierungsrichtung miteinander verbunden sind (unten). **b)** Volumendomänenwand. Zwei magnetische Domänen (A, B) treffen im Kristallvolumen aufeinander. Die sich dazwischen ausbildende, nicht topologisch induzierte Domänenwand breitet sich bis an die Oberfläche aus (oben). Eine Schraubenversetzung in diesem Bereich verbindet Ebenen gleicher Magnetisierungsrichtung, so daß die Notwendigkeit einer Domänenwand nicht mehr gegeben ist (unten). Im Bereich der Kristallverzerrungslinie wird daher die ferromagnetische Kopplung wiederhergestellt, so daß an der Oberfläche keine Domänenwand mehr zu detektieren ist.

150 nm breiten Domänenwände. In der Nähe von Schraubenversetzungen verringert sich ihre Breite weiter.

Erklärungsmodelle für zwei unterschiedliche Domänenwandtypen

Die Ausbildung einer Domänenwand auf einer atomar flachen Terrasse ist auf den ersten Blick nicht nachvollziehbar, da keine Verzerrung des Kristallgitters vorliegt, die zwei Terrassen entgegengesetzter Magnetisierungsrichtungen miteinander verbindet — ohne entspre-

chende Kristalldefekte besteht keine Notwendigkeit zur Ausbildung einer Domänenwand. Sie muß also eine Folge einer Spinfrustration sein, die sich nicht direkt aus Versetzungen erklären läßt. Dort, wo Schraubenversetzungen zu einer Gitterverzerrung führen und eigentlich eine Domänenwand des ersten Typs zu erwarten wäre, wird dagegen die ferromagnetische Ordnung auf der Oberfläche wiederhergestellt, so daß sich in diesem Bereich keine Domänenwände ausbilden.

Die grundlegend unterschiedlichen Eigenschaften der beiden Domänenwandtypen führen zu zwei der jeweiligen Ursache durch die Kristall- und magnetische Struktur entsprechenden Modellen (siehe Abb. 5.20):

Versetzungsdomänenwand: Die Domänenwände, die sich zwischen zwei Schraubenversetzungen ausbilden, trennen auf einer Oberfläche eines magnetisch eindomänigen Kristallbereichs Terrassen mit entgegengesetzter Magnetisierungsrichtung. Dies wird notwendig, da durch die Verzerrung des Kristallgitters um eine Schraubenversetzung ursprünglich klar getrennte, antiferromagnetisch gekoppelte Ebenen miteinander verbunden werden. Im folgenden wird dieser Typ als Versetzungsdomänenwand bezeichnet.

Volumendomänenwand: Eine schmale Domänenwand bildet den Übergangsbereich zweier magnetischer Domänen im Kristallvolumen. Ohne Schraubenversetzungen dringt diese Domänenwand bis an die Oberfläche durch. Eine Schraubenversetzung an dieser Stelle verursacht dann eine Kristallverzerrung, die Terrassen gleicher Magnetisierungsrichtung miteinander verbindet und so der Domänenwand ihre Notwendigkeit entzieht. Im Bereich der Schraubenversetzungen wird daher die Domänenwand an der Oberfläche unterbrochen. Dieser Typ wird im folgenden als Volumendomänenwand bezeichnet. Im Volumen treffen hingegen weiterhin zwei magnetische Domänen aufeinander, weshalb die entsprechende Domänenwand von der Versetzung unberührt bleibt.

Ursache der unterschiedlichen Domänenwandbreiten von Versetzungs- und Volumendomänenwänden

Die dargestellten Modelle der beiden Domänenwandtypen erklären noch nicht ihre unterschiedlichen Wandbreiten: Während der Übergangsbereich einer Versetzungsdomänenwand sich über ca. 150 nm erstreckt, sind die Volumendomänenwände sehr viel schmäler (ca. 40 nm). Dabei bestimmt sich die Domänenwandbreite w in guter Näherung nur aus der Austauschwechselwirkung A zwischen den magnetischen Momenten und der Anisotropie des Kristallgitters k :

$$w = 2\sqrt{A/k} \quad (5.4)$$

Die Austauschwechselwirkung wird bestimmt vom Abstand der magnetischen Momente zueinander, während die Kristallanisotropie von der jeweiligen Gitterstruktur abhängt. Für Domänenwandbreiten von 150 nm, wie sie an den Schraubenversetzungen auftreten, folgt hieraus $A/k = 5.625 \times 10^{-15} \text{ m}^2$, entsprechend $A = 1 \times 10^{-11} \text{ J/m}$ und $k = 1.77 \times 10^3 \text{ J/m}^3$ [44]. Die Breite der Volumendomänenwand von 40 nm führt analog zu einem entsprechenden Verhältnis von $A/k = 0.400 \times 10^{-15} \text{ m}^2$. Es stellt sich die Frage nach der möglichen Ursache für eine solch hohe Variation der A/k -Quotienten und damit der Breiten der beiden Domänenwandtypen.

Abb. 5.21a) zeigt schematisch die Aufsicht auf den Bereich um eine Schraubenversetzung an der Cr(001)-Oberfläche. Es wird deutlich, daß im Übergangsbereich zwischen den Terras-

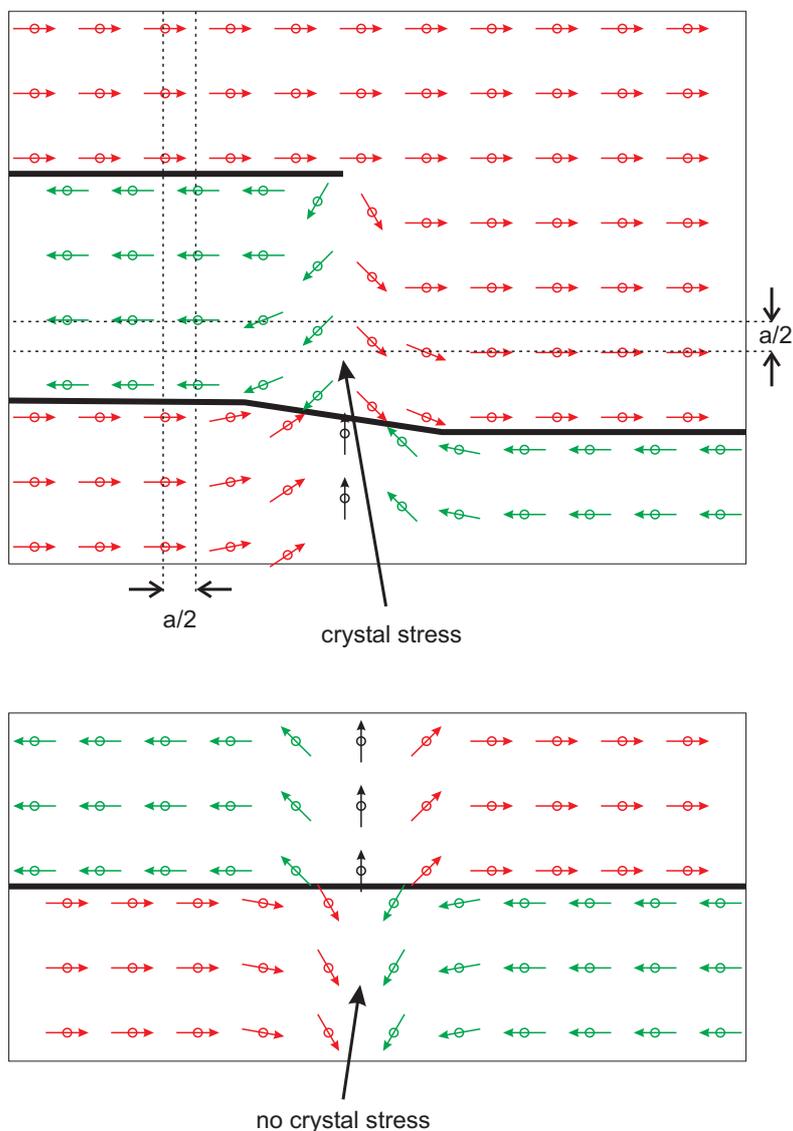


Abbildung 5.21: a) Aufsicht einer Versetzungsdomänenwand. Antiferromagnetisch gekoppelte Ebenen werden durch eine Schraubenversetzung miteinander verbunden, so daß sich entlang der Verspannungslinie des Kristallgitters eine Domänenwand ausbildet. Die Anpassung einer Ebene der bcc-Einheitszelle in ihre benachbarte führt zu einer Verspannung um $(1,1,1) \cdot a/2$ (a : Gitterkonstante) in allen drei Raumrichtungen. b) Im Falle einer Volumendomenenwand treffen zwei magnetische Domänen auf ein und derselben Ebene aufeinander. Zwischen ihnen bildet sich daher eine Domänenwand aus, wobei keine Gitterverspannungen entstehen, da keine topologische Anpassung des Kristallgitters erforderlich ist, so daß seine bcc-Ordnung bis an die Oberfläche aufrechterhalten werden kann.

sen entgegengesetzter Magnetisierungsrichtung eine kontinuierliche Anpassung der Atompositionen von den ursprünglichen Eckplätzen zu den schließlich raumzentrierten Plätzen der bcc-Einheitszelle stattfindet. In diesem Bereich muß daher nicht nur eine Gitteranpassung in vertikaler, sondern auch in lateraler Richtung erfolgen, was zu einer Verspannung des

Kristallgitters in alle drei Raumrichtungen führt. Abb. 5.21b) zeigt dagegen die Aufsicht auf die Cr(001)-Oberfläche, wie sie sich in der Nähe einer Volumendomänenwand zwischen zwei Domänen entgegengesetzter Magnetisierung darstellt. Im Übergangsbereich ist lediglich eine Anpassung der magnetischen Momente auf der jeweiligen Ebene notwendig, während das Kristallgitter eine unveränderte bcc-Struktur aufweist.

Der charakteristische Unterschied zwischen einer Versetzungs- und einer Volumendomänenwand liegt also in ihrer jeweiligen Ursache: Eine Schraubenversetzung führt durch die modifizierte Kristallstruktur notwendigerweise zur Ausbildung einer Domänenwand, während im Bereich einer Volumendomänenwand lediglich die magnetische Struktur angepaßt wird, wobei diese Anpassung jedoch keine Auswirkungen auf die Struktur des Kristallgitters hat.

Auf diese Weise verursachen die unterschiedlichen Kristallstrukturen im Bereich einer Versetzungs- bzw. Volumendomänenwand eine entsprechende Variation des Quotienten aus Austauschwechselwirkung A und Kristallanisotropie k und damit der jeweiligen Domänenwandbreite w . Da die Volumendomänenwände offenbar sehr viel schmäler sind als die um die Schraubenversetzungen, muß das Verhältnis von Austauschwechselwirkung zur Anisotropie an den Schraubenversetzungen aufgrund der dort im Vergleich zum ungestörten Gitter modifizierten Kristallstruktur nach Gl.5.4 gegenüber dem im Bereich um eine Volumendomänenwand verringert sein. Ob dabei die Variation der Austauschwechselwirkung oder aber die der Anisotropie in dominierendem Maße zur Variation der Domänenwandbreite beiträgt, bleibt jedoch offen.

Eine Schraubenversetzung führt also zu einer lokalen Verzerrung des Kristallgitters an der Oberfläche und dementsprechend zu einer breiteren Domänenwand zwischen den Ebenen entgegengesetzter Magnetisierung als im Fall einer Volumendomänenwand.

Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wird das UHV-Kammersystem mit integriertem Rastertunnelmikroskop für variable Temperaturen (VT-STM) vorgestellt, bevor anschließend erste magnetische Studien der Cr(001)-Oberfläche bei Temperaturen zwischen 300 K und 20 K präsentiert werden, die ich mittels spinpolarisierter Rastertunnelspektroskopie durchgeführt habe.

Nach einer kurzen Einführung in die Theorie der Rastertunnelmikroskopie und -spektroskopie in Kap.2 beschreibe ich im sich anschließenden Kap.3 den experimentellen Aufbau und die angewandten Präparationstechniken für die Proben und die Spitzen. Nach einer kurzen Vorstellung des Rastertunnelmikroskops und seiner Ankopplung an den Durchflußkryostaten widmet sich Kap.4 ersten Testmessungen, die mit dem VT-STM vorgenommen wurden. Dessen hohe Abbildungsqualität wird durch die atomare Auflösung, die auf HOPG und Niobdiselenid erzielt wird, bestätigt, während durch den Nachweis von Ladungsdichtewellen auf NbSe₂ bei 21 K die tiefste durch den Kryostaten erreichbare Probertemperatur abgeschätzt werden kann. Ausführlich wird anschließend die Kalibrierung des Scanners beschrieben, die aufgrund des temperaturabhängigen Piezo-Effekts für jede Temperatur vorgenommen werden muß.

Kap.5 behandelt schließlich die Untersuchung der Cr(001)-Oberfläche. An der defektfreien Fläche konnte das Modell des topologischen Antiferromagnetismus belegt werden, nach dem jede (001)-Terrasse eine ferromagnetische Ordnung aufweist, während durch monoatomare Stufenkanten getrennte Terrassen antiferromagnetisch gekoppelt sind. Der Betrag der Magnetisierung an der Oberfläche ist jeweils maximal, während die Magnetisierungsrichtung parallel zur Oberflächenebene orientiert ist. Hieraus folgt, daß sich die bei Raumtemperatur im Cr-Volumen vorhandenen transversal polarisierten Spindichtewellen (SDW) senkrecht zur (001)-Oberfläche ausbreiten.

Unterhalb von $T_{SF} = 123$ K sind die SDW im Volumen longitudinal polarisiert. Bei gleichbleibender Ausbreitungsrichtung sollten sich dann die magnetischen Momente an der Oberfläche aus dieser herausdrehen. Der magnetische Kontrast blieb zwischen 20 K und 300 K innerhalb der Meßgenauigkeit jedoch unverändert. Als mögliche Erklärung für diese Situation stelle ich das Modell einer longitudinal polarisierten SDW vor, die sich senkrecht zur Oberfläche ausbreitet und deren Übergang zur Oberflächenmagnetisierung einerseits durch die Modifikation der Beträge der einzelnen magnetischen Momente der SDW und andererseits durch eine 90°-Verkipfung aus der Senkrechten in die Oberflächenebene erfolgt.

Auf der Cr(001)-Oberfläche tritt eine Vielzahl von Defekten auf, wobei Schraubenversetzungen die häufigsten sind. Sie sind jeweils Ursprung halbunendlicher Stufenkanten, die meist parallel zu den restlichen liegen. Die daraus resultierende Oberflächenstruktur verhindert eine perfekte antiferromagnetische Ordnung, so daß sich Domänenwände ausbilden, deren Start- bzw. Endpunkt die Schraubenversetzungen sind. Ihre Breite entspricht ungefähr 150 nm, wobei eine temperaturabhängige Variation von mir nicht festgestellt werden konnte.

Zusätzlich zu diesen durch Schraubenversetzungen gebildeten Domänenwänden traten Do-

mänenwände auf, deren Breite mit ca. 40 nm weit unterhalb der eben erwähnten liegt. Im Gegensatz zu den von mir als Versetzungsdomänenwänden bezeichneten Übergangsbereichen treten diese Domänenwände neuen Typs auf atomar flachen Terrassen auf und werden im Bereich von Schraubenversetzungen unterbrochen. Ich interpretiere sie als Volumendomänenwände, die sich zwischen zwei Domänen bis an die Oberfläche erstrecken. Die unterschiedlichen Breiten der beiden Domänenwandtypen führe ich dabei auf die jeweilige topologische Struktur des Kristallgitters im Bereich der Versetzungsdomänenwände bzw. der Volumendomänenwände zurück.

Wie so häufig wirft die vorliegende Arbeit mehr Fragen auf als sie beantwortet. Es stellt sich z.B. die Frage, ob die verwendeten, mit Eisen bedampften W-Spitzen tatsächlich immer sensitiv auf die magnetischen Momente in der Oberflächenebene sind. Gewißheit können Spitzen bringen, die mit Chrom bedampft sind und somit ein magnetisches Moment aufweisen, dessen Richtung senkrecht auf der Oberflächenebene steht. Mit ihr sollte kein Spinkontrast zwischen benachbarten Terrassen meßbar sein, wenn die magnetischen Momente der Cr(001)-Oberfläche tatsächlich stets parallel zu dieser orientiert sind.

Außerdem wäre noch zu untersuchen, inwiefern die Breite der Versetzungsdomänenwände von der verspannten Kristallstruktur am Übergangsbereich zwischen zwei Terrassen abhängt. Auch ist es denkbar, daß die an den Versetzungsdomänenwänden nicht beobachtete Temperaturabhängigkeit der Domänenwandbreite bei den weitaus seltener zu findenden Volumendomänenwänden durchaus meßbar ist, da bei diesen die Domänenwandbreite nicht durch eine verspannte Kristallstruktur beeinflußt wird.

Alle diese Untersuchungen sind mit dem vorgestellten VT-STM-System ohne zusätzlichen technischen Aufwand durchführbar, so daß sie sich als entsprechende Studien im Rahmen eines zukünftigen Projektes anbieten.

Literaturverzeichnis

- [1] R. Wiesendanger, *Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy* (Cambridge University Press, Cambridge, New York, 1994).
- [2] J. Bardeen, Phys. Rev. Lett. **6**, 57 (1961).
- [3] J. Tersoff and D. R. Hamann, Phys. Rev. Lett. **50**, 1998 (1983).
- [4] J. Tersoff and D. R. Hamann, Phys. Rev. B **31**, 805 (1985).
- [5] S. Onishi and M. Tsukuda, Sol. State Comm. **71**, 391 (1989).
- [6] C. J. Chen, New York, Oxford: Oxford University Press p. 138 (1993).
- [7] R. Wiesendanger, H. J. Güntherodt, G. Güntherodt, R. J. Gambino, and R. Ruf, Phys. Rev. Lett. **65**, 247 (1990).
- [8] D. Wortmann, S. Heinze, P. Kurz, G. Bihlmayer, and S. Blügel, Phys. Rev. Lett. **86**, 4132 (2001).
- [9] J. C. Slonczewski, Phys. Rev. B **39**, 6995 (1989).
- [10] M. Kleiber, M. Bode, R. Ravlić, and R. Wiesendanger, Phys. Rev. Lett. **85**, 4606 (2000).
- [11] J. A. Stroscio, D. T. Pierce, A. Davies, R. J. Celotta, and M. Weinert, Phys. Rev. Lett. **75**, 2960 (1995).
- [12] M. Bode, O. Pietzsch, A. Kubetzka, S. Heinze, and R. Wiesendanger, Phys. Rev. Lett. **86**, 2142 (2001).
- [13] J. D. Teresa, A. Barthélémy, A. Fert, J. Contour, R. Lyonnet, F. Montaigne, P. Seneor, and A. Vaurés, Phys. Rev. Lett. **82**, 4288 (1999).
- [14] A. Chambers, R. K. Fitch, and B. S. Halliday, p. 21 f. (1989).
- [15] OMICRON NanoTechnology GmbH, D-65232 Taunusstein.
- [16] SPECS GmbH, D-13355 Berlin.
- [17] CryoVac Gesellschaft für Tieftemperaturtechnik mbH & Co KG, D-53842 Troisdorf.
- [18] T. Hänke, voraussichtlich 2004 fertiggestellte Doktorarbeit.

- [19] C. Oldorf, *Aufbau eines Rastersondenmikroskopes für Rastertunnelmikroskopie und tunnelstabilisierte Magnetkraftmikroskopie*, Diplomarbeit, Universität Hamburg (1994).
- [20] M. Bode, Reports on Progress in Physics **66**, 206523 (2003).
- [21] P. J. Bryant, H. S. Kim, Y. C. Zheng, and R. Yang, Rev. Sci. Inst. **58**, 1115 (1987).
- [22] R. Wiesendanger, *Scanning Probe Microscopy - Analytical Methods* (Springer, 1998).
- [23] A. Kubetzka, *Optimierung eines Rastertunnelmikroskops für die Durchführung spinpolarisierter Rastertunnelspektroskopie*, Diplomarbeit, Universität Hamburg (1999).
- [24] S. H. Pan, E. W. Hudson, and J. C. Davis, Rev. Sci. Inst. **70**, 1459 (1999).
- [25] STAVELEY Sensors Inc., East Hartford, CT, USA.
- [26] Astronomy knowledge base, <http://www.site.uottawa.ca:4321/astronomy/index.html>.
- [27] Physik Instrumente, <http://www.physikinstrumente.de>.
- [28] L. Néel, J. Phys. (Paris) **3**, 2035 (1932).
- [29] L. Néel, C. R. Acad. Sci. **203**, 304 (1936).
- [30] C. G. Shull and M. K. Wilkinson, Rev. Mod. Phys. **25**, 100 (1953).
- [31] V. N. Bykov, V. S. Galovkin, N. V. Ageev, V. A. Levдик, and S. I. Vinogradov, Dokl. Akad. Nauk SSSR **128**, 1153 (1959).
- [32] L. M. Corliss, J. M. Hastings, and R. J. Weiss, Phys. Rev. Lett. **3**, 211 (1959).
- [33] J. M. Hastings, Bull. Am. Phys. Soc. **5**, 455 (1960).
- [34] G. Shirane and W. J. Takei, J. Phys. Soc. Jpn. **17**, Suppl. B-111, 35 (1962).
- [35] H. Zabel, J. Phys.: Condens. Matter **11**, 9303 (1999).
- [36] A. W. Overhauser, Phys. Rev. **3**, 1437 (1962).
- [37] D. G. Laurent, J. Callaway, J. L. Fry, and N. E. Brener, Phys. Rev. B **23**, 4977 (1981).
- [38] C. L. Fu and A. J. Freeman, Phys. Rev. B **33**, 1755 (1986).
- [39] R. H. Victoria and L. M. Falicov, Phys. Rev. B **31**, 7335 (1985).
- [40] F. Meier, D. Pescia, and T. Schriber, Phys. Rev. Lett. **48**, 645 (1982).
- [41] L. E. Klebanoff, S. W. Robey, G. Liu, and D. A. Shirley, Phys. Rev. B **30**, 1048 (1984).
- [42] L. E. Klebanoff, R. H. Victoria, L. M. Falicov, and D. A. Shirley, Phys. Rev. B **32**, 1997 (1985).
- [43] S. Blügel, D. Pescia, and P. H. Dederichs, Phys. Rev. B **39**, 1392 (1989).

- [44] R. Ravlić, M. Bode, A. Kubetzka, and R. Wiesendanger, *Phys. Rev. B* **67**, 174411 (2003).
- [45] M. Schmid, M. Pinczolits, W. Hebenstreit, and P. Varga, *Surface Science* **377–379**, 1023 (1997).
- [46] A. Hubert and R. Schäfer, *Magnetic Domains* (Springer, 1998).

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich die Gelegenheit nutzen, um all jenen meinen Dank auszusprechen, die mich während des vergangenen Jahres unterstützt und auf diese Weise zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

In aller erster Linie habe ich Torben Hänke und Dr. habil. Matthias Bode als Betreuerteam zu danken. Durch zahlreiche Gespräche, Tipps und Tricks führten sie mich in die tiefgehende Thematik der Rastertunnelmikroskopie ein. Insbesondere möchte ich auch die Vorarbeiten von Torben Hänke erwähnen: Ohne das von ihm im Rahmen seiner Doktorarbeit aufgebaute Rastertunnelmikroskop für spinpolarisierte Messungen bei variablen Temperaturen wären die in dieser Arbeit vorgestellten Messungen nicht möglich gewesen.

Prof. Dr. R. Wiesendanger möchte ich für die Gelegenheit danken, meine Diplomarbeit in seiner Arbeitsgruppe durchführen zu können. Er hat mir in Gesprächen bereits vor Beginn der Arbeit einen Einblick in die spinpolarisierte Rastertunnelspektroskopie an der Cr(001)-Oberfläche gegeben und so mein Interesse an diesem System geweckt.

Dr. Robert Ravlić als Vornutzer des UHV-Systems stand mir stets mit Rat und Tat zur Seite, wenn es um gewisse Kniffe im Umgang mit dem Kammer-System ging. Seine in den vergangenen Jahren gesammelte Erfahrung bezüglich der Präparation und Untersuchung der Cr(001)-Oberfläche war mir immer wieder eine wertvolle Hilfe.

Alle Kollegen der Untergruppe um Dr. habil. Matthias Bode standen mir jederzeit hilfsbereit zur Seite. Ihnen danke ich an dieser Stelle für die herzliche Aufnahme in ihr Team. Dabei sorgten gemeinsame Aufenthalte in der Mensa immer wieder je nach Bedarf für vertiefende Fachgespräche oder willkommene Ablenkung.

Die gesamte Gruppe R zeichnet sich durch ihre hervorragende Arbeitsatmosphäre aus. Allen Mitarbeitern danke ich für die zahlreichen Gespräche und Hilfen jeder Art.

Zu guter Letzt danke ich meinen Eltern Gerhard und Ingrid Krause für ihr Vertrauen und ihre langjährige Unterstützung, die keinesfalls nur finanzieller Natur war.

Erklärung gemäß Diplom-Prüfungsordnung

Hiermit versichere ich, daß ich die vorliegende Diplomarbeit selbständig verfaßt und nur die angegebenen Quellen und Hilfsmittel verwendet habe.

Ich bin mit einer Veröffentlichung dieser Arbeit einverstanden.

Hamburg, den 2. Dezember 2003

Stefan Krause

Die Untersuchungen im Nanokosmos sind essentiell wichtig für unser Verständnis vom Aufbau der Materie. Ein Kristall ist weit mehr als die Gesamtheit seiner Atome in Gitteranordnung, eine glatte Oberfläche ist niemals perfekt glatt, und äußerlich als Antiferromagnete zu beschreibende Materialien wie Chrom entpuppen sich bei genauerem "Hinsehen" als ein Wechselspiel ferromagnetischer Schichten. Gerade diese Fülle an Überraschungen ist es, die der Nanotechnologie ihre Dynamik verleiht und sie gleichzeitig mit unermeßlichem Anwendungspotenzial füllt. In kaum einem Zweig der Grundlagenforschung ist der Weg von der neuen Erkenntnis bis zur industriellen Anwendung so kurz wie in der Wissenschaft der Nanowelt. Diese Diplomarbeit soll (nicht nur mir) einen kleinen Beitrag zum wachsenden Verständnis unserer Welt leisten.