

## Ladungstransportmessungen an Si(111) Oberflächen mit einem Multispitzen-Rastertunnelmikroskop

Marcus Blab

# Ladungstransportmessungen an Si(111) Oberflächen mit einem Multispitzen-Rastertunnelmikroskop

Von der Fakultät für Mathematik, Informatik und Naturwissenschaften  
der RWTH Aachen University zur Erlangung des akademischen Grades  
eines Doktors der Naturwissenschaften  
genehmigte Dissertation

vorgelegt von

Diplom-Physiker

Marcus Blab

aus Hürth

Berichter: Apl. Prof. Dr. rer. nat. Bert Voigtländer  
Universitätsprofessor Dr. rer. nat. Markus Morgenstern

Tag der mündlichen Prüfung: 22.09.2014

Diese Dissertation ist auf den Internetseiten der Hochschulbibliothek online  
verfügbar.



Forschungszentrum Jülich GmbH  
Peter Grünberg Institut (PGI)  
Functional Nanostructures at Surfaces (PGI-3)

# **Ladungstransportmessungen an Si(111) Oberflächen mit einem Multispitzen-Rastertunnelmikroskop**

Marcus Blab

Schriften des Forschungszentrums Jülich  
Reihe Schlüsseltechnologien / Key Technologies

Band / Volume 93

ISSN 1866-1807

ISBN 978-3-89336-997-3



Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek.  
Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der  
Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte Bibliografische Daten  
sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Herausgeber  
und Vertrieb: Forschungszentrum Jülich GmbH  
Zentralbibliothek, Verlag  
52425 Jülich  
Tel.: +49 2461 61-5368  
Fax: +49 2461 61-6103  
E-Mail: [zb-publikation@fz-juelich.de](mailto:zb-publikation@fz-juelich.de)  
[www.fz-juelich.de/zb](http://www.fz-juelich.de/zb)

Umschlaggestaltung: Grafische Medien, Forschungszentrum Jülich GmbH

Druck: Grafische Medien, Forschungszentrum Jülich GmbH

Copyright: Forschungszentrum Jülich 2014

Schriften des Forschungszentrums Jülich  
Reihe Schlüsseltechnologien / Key Technologies, Band / Volume 93

D 82 (Diss., RWTH Aachen University, 2014)

ISSN 1866-1807

ISBN 978-3-89336-997-3

Vollständig frei verfügbar im Internet auf dem Jülicher Open Access Server (JUWEL)  
unter [www.fz-juelich.de/zb/juwel](http://www.fz-juelich.de/zb/juwel)

Alle Rechte vorbehalten. Kein Teil des Werkes darf in irgendeiner Form (Druck, Fotokopie oder  
in einem anderen Verfahren) ohne schriftliche Genehmigung des Verlages reproduziert oder  
unter Verwendung elektronischer Systeme verarbeitet, vervielfältigt oder verbreitet werden.

---

## Abstract

This work concerns with the characterization and further development of a multitip scanning tunneling microscope and charge transport measurements on several silicon (Si)(111) surfaces. Multitip-scanning tunneling microscopes are used among others to determine the electrical conductance of nanostructures. To get rid of the contact resistance, the four-point method is used to measure the resistance of the sample. Therefore four individual tips were used to make up the multitip scanning tunneling microscope. Images of the platinum (Pt)(100) surface under ambient conditions show a reconstructed surface, atomic steps and a drift of  $1.6 \text{ \AA}/\text{min}$  after 18 hours. The development of a new nanopositioner, the KoalaDrive, to approach the tip to the sample, made the new multitip scanning tunneling microscope ultra compact. However a setup of the KoalaDrive, which works reliably in vacuum, had to be found.

After a successful characterization and further development of the multitip scanning tunneling microscope, charge transport measurements on several Si(111) surfaces were realised. The conductance of the bismuthterminated Si(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$  surface is comparable with a  $3 \text{ \AA}$  thick bismuth layer. The conductivity of the bismuthterminated Si(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$  surface is  $(0.16 \pm 0.07) \text{ mS}/\square$ . The conductivity of the Si(111)- $7 \times 7$  surface is  $(4.0 \pm 0.1) \mu\text{S}/\square$  and therefore only 40 times smaller than the conductivity of the bismuthterminated silicon surface. Additionally it will be shown that the Si(111)- $7 \times 7$  surface is electrically strong decoupled from the bulk and the main part of the current flows through the surface. Furthermore the Si(111) surface will be hydrogen passivated by using a chemical procedure. In doing this the surface states were removed so that the bulk conductance of the silicon sample could be measured.

For a planned development of a multitip scanning tunneling microscope in a multitip atomic force microscopes the functionality of a needle-sensor as a force detector will be varified. In comparison to other sensors, the needle-sensor is very compact and due to its geometry it would be optimal for multitip atomic force microscopes. For positioning of all four tips of the multitip atomic force microscope at one location, the sensors have to be attached at an angle of  $45^\circ$  with respect to the surface. It becomes apparent that the imaging of surfaces is more complicated than using a sensor which is perpendicularly mounted to the surface. "Snap to contact" and eigenfrequencies of the tip which are close to the eigenfrequency of the sensor could be a possible explanation.

---

---

## Kurzfassung

Diese Arbeit befasst sich mit der Charakterisierung und Weiterentwicklung eines Multispitzen - Rastertunnelmikroskops, mit dessen Hilfe die elektrische Leitfähigkeit verschiedener Silizium (Si) Oberflächen gemessen wurden. Multispitzen - Rastertunnelmikroskope werden unter anderem zur Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit von Nanostrukturen genutzt. Um den Einfluss von Kontaktwiderständen zu vermeiden wird mit Hilfe der Vierpunktmethode der Widerstand der Probe gemessen, weshalb das hier verwendete Rastertunnelmikroskop vier Spitzen besitzt. Abbildungen der Platin (Pt)(100) Oberfläche an Luft zeigen die rekonstruierte Oberfläche, atomare Stufenkanten und eine Drift von  $1,6 \text{ \AA}/\text{min}$  nach 18 Stunden. Die Entwicklung eines neuen Nanopositionierers, dem KoalaDrive, zur Annäherung der Spitzen an die Probe, machte es möglich das Multispitzen-Rastertunnelmikroskop sehr kompakt zu halten. Hierfür musste ein Aufbau des KoalaDrives gefunden werden, welcher auch zuverlässig im Vakuum funktioniert.

Nach der erfolgreichen Charakterisierung und Weiterentwicklung des Multispitzen - Rastertunnelmikroskops werden Ladungstransportmessungen an verschiedenen Si(111) Oberflächen durchgeführt und die Ergebnisse diskutiert. Die Leitfähigkeit der bismutterminierten Si(111)- $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$  Oberfläche ist mit der Leitfähigkeit von Bismut mit einer Dicke von  $3 \text{ \AA}$  zu vergleichen. Die spezifische Leitfähigkeit beträgt  $(0,16 \pm 0,07) \text{ mS}/\square$ . Die Si(111)- $7 \times 7$  Oberfläche hat eine spezifische Leitfähigkeit von  $(4,0 \pm 0,1) \mu\text{S}/\square$  und leitet somit nur 40 mal schlechter als die bismutterminierte Siliziumoberfläche. Zusätzlich wird gezeigt, dass die Si(111)- $7 \times 7$  Oberfläche elektrisch nahezu völlig vom Siliziumvolumen entkoppelt ist und daher der Strom fast ausschließlich durch die Oberfläche fließt. Abschließend wird mit Hilfe eines chemischen Verfahrens die Oberfläche wasserstoffterminiert, sodass auch die spezifische Volumenleitfähigkeit einer Si(111) Probe gemessen werden konnte.

Für eine geplante Weiterentwicklung des Multispitzen-Rastertunnelmikroskops in ein Multispitzen-Rasterkraftmikroskop wird zunächst die Funktionalität eines Needlesensors als Kraftdetektor überprüft. Dieser Sensor ist im Vergleich zu anderen Sensoren sehr kompakt und wäre durch seine Geometrie optimal für Multispitzen-Rasterkraftmikroskope geeignet. Zur Positionierung der vier Spitzen in einem Punkt müssen die Sensoren in einem Winkel von  $45^\circ$  zur Oberfläche angebracht werden. Es wird gezeigt, dass das Abbilden der Oberfläche deutlich schwieriger ist als das Abbilden mit einem Sensor, der senkrecht zur Oberfläche steht. Mögliche Ursachen hierfür sind "Snap to contact" und Eigenfrequenzen der Spitze, die im Bereich der Eigenfrequenz des Needlesensors liegen.

---

# Inhaltsverzeichnis

<b>1. Einleitung</b>	<b>5</b>
<b>2. Funktionsweise eines Rastertunnelmikroskops</b>	<b>7</b>
2.1. Der KoalaDrive . . . . .	8
2.2. Herstellung von STM-Spitzen . . . . .	10
2.3. Tunnelstrom . . . . .	11
2.4. Regelkreislauf . . . . .	15
2.4.1. Proportional-Regler . . . . .	15
2.4.2. Integral-Regler . . . . .	15
2.4.3. Proportional-Integral-Regler . . . . .	16
<b>3. Rasterkraftmikroskopie</b>	<b>17</b>
3.1. Der Needlesensor als Aktuator im Multispitzen AFM . . . . .	18
3.2. Herstellung und Reinigung der AFM-Spitze . . . . .	19
3.3. Funktionsweise eines dynamisches FM AFM mit Hilfe einer PLL . . . . .	20
3.4. Frequenz/Kraft-Abhängigkeit . . . . .	22
3.5. „Snap-to-Contact“ . . . . .	25
3.6. Spitze unter 45 Grad . . . . .	27
3.7. AFM-Scans mit einem Needlesensor unter 45 Grad . . . . .	30
<b>4. Experimenteller Aufbau</b>	<b>34</b>
4.1. Das Multispitzen-STM . . . . .	34
4.1.1. Vierpunktmethode . . . . .	34
4.1.2. Aufbau . . . . .	35
4.1.3. Messelektronik . . . . .	37
4.1.3.a. Elektronik des Strom-Spannungs-Verstärkers . . . . .	37
4.1.3.b. Messelektronik/Software . . . . .	38
4.1.4. DIO-Verstärkerplatine . . . . .	39
4.2. Das Multispitzen-STM unter Umgebungsbedingungen . . . . .	40
4.3. Ultrahochvakuumanlage . . . . .	41
4.4. Das Probentransfersystem mit angepasstem Probenhalter . . . . .	43
<b>5. Charakterisierung des neuen Multispitzen-STM an Luft</b>	<b>45</b>
5.1. Kalibrierung der Piezokonstanten . . . . .	45
5.2. Driftmessung über 12 Stunden an Luft . . . . .	47
5.3. Elektrisches Rauschen und akustische Ankopplung der STM-Anlage an Luft	50
<b>6. Widerstandbestimmung mit dem Multispitzen-STM an Luft</b>	<b>53</b>
6.1. Messung von Widerständen auf einem strukturierten Testwafer . . . . .	53
6.2. Systemtest an SMD-Widerständen . . . . .	53
6.3. Kontaktierung von einer lithographisch geätzten Nanodrahtstruktur . . . . .	55

<b>7. Optimierung der Funktionsweise des KoalaDrive</b>	<b>58</b>
7.1. Oberflächenbehandlung von Spritzenkanülen . . . . .	59
7.2. Materialänderung des KoalaDrive-Stabs . . . . .	61
7.3. Optimierung des Stabdurchmessers am KoalaDrive . . . . .	62
7.4. Test mit oxidierten Spritzenkanülen . . . . .	62
7.5. Veränderung des KoalaDrive-Designs . . . . .	63
<b>8. Die Siliziumprobe</b>	<b>65</b>
8.1. Die Si(111)-7×7 Rekonstruktion . . . . .	66
8.1.1. Präparation der Si(111)-7×7 Oberfläche . . . . .	68
8.1.2. Kalibrierung der Piezokonstanten an der Si(111)-7×7 rekonstruierten Oberfläche . . . . .	68
8.2. Die bismutterminierte Si(111) Oberfläche . . . . .	69
8.2.1. Präparation der bismutterminierten Si(111) Oberfläche . . . . .	69
8.3. Die wasserstoffpassivierte Si(111) Oberfläche . . . . .	70
8.3.1. Präparation der wasserstoffpassivierten Si(111) Oberfläche . . . . .	71
<b>9. Theorie</b>	<b>72</b>
9.1. Herleitung des Vierpunktwerstandes . . . . .	72
9.1.1. Herleitung des Vierpunktwerstandes für einen zweidimensionalen Leiter . . . . .	72
9.1.2. Herleitung des Vierpunktwerstandes für eine dreidimensionale Leitfähigkeit . . . . .	75
9.2. Berechnungen von Vierpunktmessungen an der Si(111)-7×7 Oberfläche . . . . .	77
9.3. Anpassung des Widerstandsverlaufs an nicht äquidistante Kontaktabstände . . . . .	82
9.4. Korrekturterm für endliche Ausdehnung der Probe . . . . .	85
9.5. Verwendete Fitfunktionen zur Bestimmung der spez. Oberflächen- und Volumenleitfähigkeit der Proben . . . . .	86
<b>10. Bestimmung der Oberflächenleitfähigkeit unterschiedlich präparierter Si(111) Oberflächen</b>	<b>87</b>
10.1. Das Vierpunktspektrum und das angewandte Messverfahren . . . . .	87
10.2. Abschätzung der Messfehler . . . . .	90
10.3. Die Oberflächenleitfähigkeit der bismutterminierten Si(111) Probe. . . . .	93
10.4. Messung der Oberflächenleitfähigkeit der Si(111)-7×7 Rekonstruktion . . . . .	99
10.4.1. Das Vierpunktspektrum auf der Si(111)-7×7 rekonstruierten Probe . . . . .	99
10.4.2. Anpassung einer Fitfunktion an die Messdaten . . . . .	102
10.4.3. Vorstellung und Interpretation der Messergebnisse . . . . .	106
10.5. Die Abhängigkeit des Si(111)-7×7 Vierpunktwerstandes vom Absenken der Spitzen . . . . .	115
10.6. Messungen des Vierpunktwerstandes an einer nichtrekonstruierten und wasserstoffterminierten Si(111) Oberfläche . . . . .	117
<b>11. Zusammenfassung</b>	<b>121</b>

<b>12. Ausblick</b>	<b>123</b>
<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>125</b>
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>128</b>
<b>Anlagen</b>	<b>I</b>





---

# 1. Einleitung

Als im März 1981 Gerd Binnig und Heinrich Rohrer am IBM Forschungslabor in Rüschlikon (CH) als erstes die Abstandsabhängigkeit des Tunnelstroms nachweisen konnten [1], war Ihnen das Ausmaß dieser Entdeckung noch gar nicht bewusst. Das hierauf basierende Rastertunnelmikroskop [2] (engl. scanning tunneling microscope (STM)) war der Beginn der Rastersondenmikroskopie (Aufbau und Funktionsweise siehe Kapitel 2). Hierfür bekamen Gerd Binnig und Heinrich Rohrer 1986 den Nobelpreis in Physik verliehen [3]. Die Limitierung von Rastertunnelmikroskopen auf leitende Oberflächen führte 1986 zur Entwicklung des ersten Rasterkraftmikroskops (engl. atomic force microscope (AFM)). Dies wurde von Gerd Binnig, Calvin Quate und Christoph Gerber konstruiert [4]. Nun war es auch möglich mit Hilfe eines Cantilevers (Blattfeder mit Messspitze) die Kraft zwischen der AFM-Spitze und der Probe ortsabhängig zu messen (Aufbau und die verschiedenen Techniken siehe Kapitel 3).

Der Einsatz der Rastersondenmikroskopie hat sich im Folgenden rasant entwickelt. Heute ist es möglich bei fast allen externen Bedingungen, wie Temperatur, Druck, Magnetfeld, etc., hohe, wenn nicht sogar atomare Auflösungen zu erhalten. Wachstumsprozesse können in situ (Wachstum während des Scanvorgangs) beobachtet werden. Austrittsarbeiten können anhand von Spektren orts aufgelöst bestimmt werden. Im Jahre 1990 konnten Eigler und Schweizer bei IBM das erste Mal Xenon Atome auf einer Nickel Oberfläche gezielt manipulieren [5]. Hierdurch war es nun möglich atomare Strukturen herzustellen und zu untersuchen. Eine weitere Anwendung des Rastertunnelmikroskops ist, mit Hilfe von sog. funktionalisierten Spitzen, Bereiche unterschiedlicher magnetischer Momente (Spins) sichtbar zu machen [6]. Auch eine Erhöhung des intermodularen Kontrastes durch Einleitung eines Gases in den Tunnelbereich [7, 8] führte zu neuen Erkenntnissen und wirft immer wieder neue Fragestellungen auf.

Die Weiterentwicklung der Halbleiterindustrie zu immer kleineren Elektronikbauteilen führt zwangsläufig dazu, dass man mit herkömmlichen Messapparaturen deren elektrische Eigenschaften nur noch unzureichend überprüfen kann. Um Ladungstransport durch Nanostrukturen oder sogar Moleküle messen zu können, wurden unter anderem am Peter-Grünberg-Institut-3 (PGI-3) des Forschungszentrum Jülich in der Arbeitsgruppe um Bert Voigtländer ein Multispitzen-Rastertunnelmikroskope entwickelt. Zunächst wurde ein Multispitzen-STM mit zwei Spitzen entwickelt [9]. Hiermit wurden laterale Transportmessungen auf der Si(111)- $7\times 7$  Oberfläche durchgeführt [9]. Der Nachteil dieser Methode ist, dass Kontaktwiderstände mitgemessen werden und so die Ergebnisse schwer zu interpretieren sind. Um frei von Kontaktwiderständen messen zu können, wurde eine Weiterentwicklung dieses Rastertunnelmikroskops von zwei auf vier STM-Spitzen realisiert.[10] (siehe Kapitel 4.1.1).

In dieser Arbeit geht es vor allem darum, ein solches Vier-Spitzen-STM weiterzuentwickeln, dessen Eigenschaften, wie z.B. thermische Drift, Rauschen, etc. zu charakterisieren und Referenzmessung an verschiedenen Proben durchzuführen. Durch den im PGI-3 des Forschungszentrum Jülich entwickelten KoalaDrive [11], einem Nanopositionierer, war es

möglich ein sehr kompaktes Vier-Spitzen-STM [12] zu entwickeln. Der Vorteil, im Gegensatz zu anderer Multispitzen-STMs [13], liegt in der sehr kompakten Bauweise, welche eine hohe Stabilität garantiert und einen flexiblen Einbau in nahezu alle bestehenden Systeme ermöglicht.

Vor allem in der Weiterentwicklung ist es wichtig bestehende Probleme zu erkennen, richtig einzuschätzen und letztendlich zu beheben. Hierfür könnten Multispitzen-Rastertunnelmikroskope flexibler, hochauflösender und ohne Zerstörung der Oberfläche, wie bereits bestehende Systeme (Nanoprober), in naher Zukunft eine entscheidende Rolle spielen, um physikalische Effekte in kleinsten Bauteilen untersuchen zu können und so deren Eigenschaften zu verbessern.

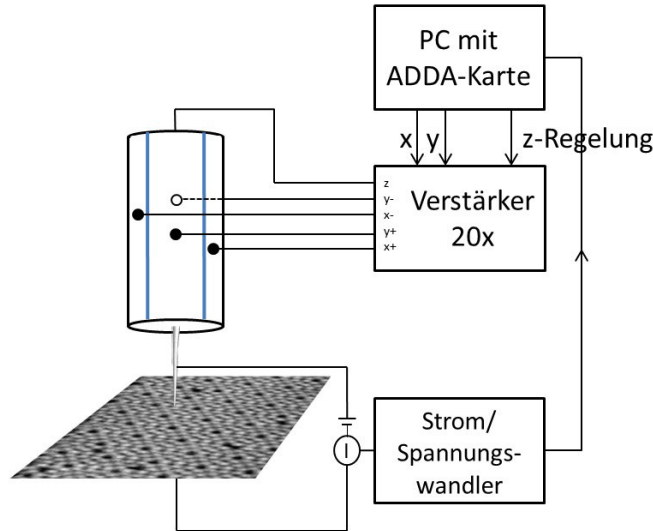
---

## 2. Funktionsweise eines Rastertunnelmikroskops

Wie bereits in der Einleitung erwähnt, wurde das erste erfolgreiche Experiment, welches einen abstandsabhängigen Tunnelstrom nachweisen konnte, im März 1981 im IBM-Forschungslabor in Rüschlikon (Schweiz) von Gerd Binnig und Heinrich Rohrer, durchgeführt [1]. Seit diesem Zeitpunkt hat sich vor allem in der Annäherungstechnik der Spitze zur Probe einiges getan und unterschiedliche Aufbauten von Rastertunnelmikroskopen ermöglicht. Doch das Grundprinzip eines Rastertunnelmikroskops blieb unverändert. In Kapitel 2.1 wird der am Peter Grünberg Institut (PGI-3) des Forschungszentrum Jülich entwickelte Annäherungsmechanismus beschrieben, welcher in allen Rastertunnelmikroskoptypen dieser Arbeit eingesetzt ist.

Die Funktionsweise eines Rastertunnelmikroskops ist wie folgt: Eine möglichst atomar feine Spitze wird mit Hilfe eines Annäherungsmechanismus so dicht an die zu untersuchende Probe gebracht, dass ein Tunnelstrom im Bereich von ca. 10-1000 pA fließt. Wie in Abbildung 1 skizziert, ist die Spitze an einem Röhrenpiezo befestigt, welcher außen in 4 Segmente unterteilt ist, die als Elektroden dienen. Im Inneren des Röhrenpiezos ist eine zusätzliche Elektrode angebracht. Man macht sich hier den inversen Piezoeffekt zu nutzen. Mit diesen 5 Kontakten ist es durch Anlegen einer Spannung möglich die Spitze in alle drei Raumrichtungen zu bewegen. Die äußeren 4 Elektroden werden für das Abrastern der Probe in x,y-Richtung gebraucht, wobei jeweils die zwei gegenüberliegenden Elektroden für eine Richtung verwendet werden. Dies ermöglicht die Maximierung des Scanbereichs. Mit der inneren Elektrode wird der Abstand zwischen Spitze und Probe geregelt. Da heutige ADDA-Karten (**A**nalog**D**igital**D**igital**A**nalog) meist nur  $\pm 10$  V liefern und nicht genug Leistung besitzen um den Piezo schnell genug umzupolen, benötigt man einen Spannungsverstärker, der in diesem Fall eine Verstärkung von 20 besitzt. Der Tunnelstrom wird mit Hilfe eines Strom/Spannungswandlers, welcher eine Verstärkung von  $10^9$  besitzt, in eine Spannung gewandelt. Diese Spannung wird nun genutzt, um die z-Auslenkung des Piezos zu steuern, wie im Folgenden erklärt wird.

Es gibt zwei Modi ein STM zur Visualisierung der Oberfläche zu betreiben. Zum Einen den sog. **Konstant-Strom-Modus**, in welchem ein Sollwert für den Strom vorgegeben wird, so dass ein Regelkreis (siehe Kapitel: 2.4; Seite: 15) den Abstand zwischen Spitze und Probe immer so hält, dass dieser Sollwert eingehalten wird. Dieser Modus wurde in all den in dieser Arbeit gezeigten Bildern von Oberflächen gewählt, da er einen entscheidenden Vorteil bietet. Bei Regelung des Abstands tritt die Spitze mit der Oberfläche auch bei höheren Strukturen nicht in mechanischen Kontakt, wodurch sowohl die Spitze als auch die Probe nicht zerstört wird. Dies kann beim zweiten Modus, dem sog. **Konstanten-Höhen-Modus**, durchaus geschehen. Hier wird die Probe bei einer vorher eingestellten festen Höhe gescannt und der Tunnelstrom detektiert. Dies erfordert flache Proben und sehr stabile Systeme, welche meist nur bei tiefen Temperaturen wie z.B. in einem gefüllten LHe-Kryostaten erreicht werden. Der Vorteil dieser Methode ist, dass der Tunnelstrom wesentlich sensitiver als die z-Regelung ist, so dass höhere Auflösungen erzielt werden können.



**Abb. 1:** Schematische Darstellung der Funktionsweise eines Rastertunnelmikroskops

Mit einem solchen recht einfach gehaltenen Aufbau können atomare Strukturen visualisiert werden. Wichtig an dieser Stelle sei erwähnt, wie in Kapitel 2.3 auf Seite 11 gezeigt wird, dass das erhaltene Bild nicht immer die reale Topographie wiedergibt. Dies bedeutet, dass Strukturen gleicher Höhe aber unterschiedlicher Materialien im STM eine unterschiedliche Höhe aufweisen können.

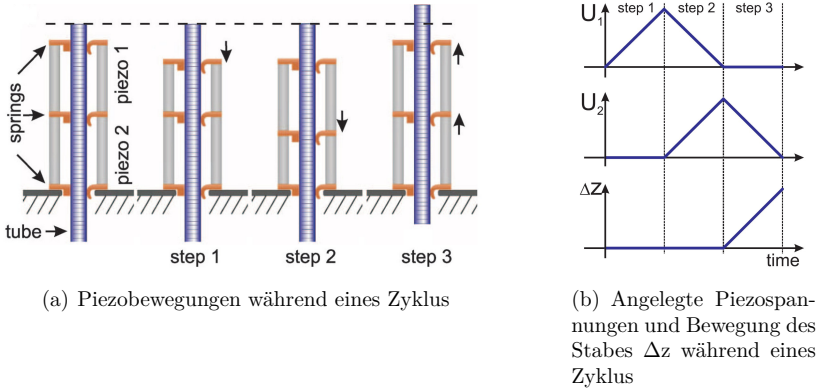
## 2.1. Der KoalaDrive

Wie im vorigem Kapitel erwähnt, unterscheiden sich Rastertunnelmikroskope meist nur im Annäherungsmechanismus. Da Dieser in der Regel der GröÖte und somit Hauptbestandteil eines Rastertunnelmikroskops ist, limitiert er die GröÖe des Mikroskops. Die Miniaturisierung des Mikroskops hat drei wesentliche Vorteile.

1. Kleinere Bauteile haben meist höhere Eigenfrequenzen, welches dazu führt, dass das Mikroskop unempfindlicher gegenüber niederfrequenten mechanischen Schwingungen wird.
2. Geringere Drift.
3. Für Tieftemperaturversuche werden Kryostate verwendet, welche wenig Platz für

ein STM haben. Um so kleiner die zu kühlende Masse ist, desto geringer sind die Energieverluste.

Daher wurde am PGI-3 im Forschungszentrum Jülich ein neuartiger Nanopositionierer, der KoalaDrive, entwickelt. Dieser erfüllt alle Anforderungen moderner Rastertunnelmikroskope und dessen Dimension und Bauart die Größe eines Rastertunnelmikroskops nicht mehr limitiert. Der simple Aufbau funktioniert nach einem einfachen Grundprinzip. Zwei sind immer stärker als Einer. Abbildung 2(a) zeigt den Aufbau des KoalaDrives und die Piezobewegung in den einzelnen Schritten während eines Zyklus.

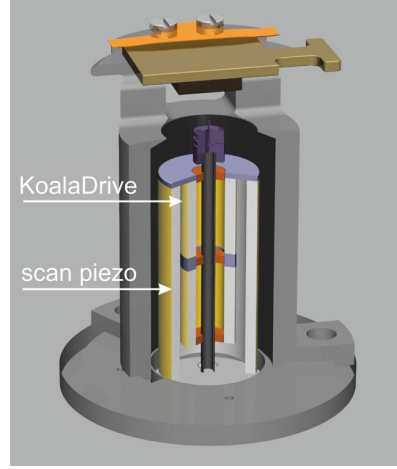


**Abb. 2:** Aufbau und Funktionsweise des KoalaDrives[11]

Der KoalaDrive besteht aus einem Röhrenpiezo, welcher in zwei Segmenten unterteilt ist. Dieser ist wiederum an einer Basisplatte befestigt. Jeweils an den Enden als auch zwischen den Segmenten sind Federn zur Befestigung einer inneren Röhre angebracht. Um diese innere Röhre nach oben zu bewegen sind 3 Schritte erforderlich.

1. Erhöhung der Spannung am ersten Piezosegment (siehe Abbildung 2(b)). Dies führt zu einem Zusammenziehen des ersten Piezosegment, so dass sich die obere Feder nach unten bewegt. Die Position der inneren Röhre bleibt dabei gleich, da die anderen beiden Federn die Röhre in Position halten.
2. Spannung an Piezosegment 1 wird wieder verringert und simultan wird die Spannung an Piezosegment 2 erhöht. Wie in Abbildung 2(a) zu sehen, bewegt sich nun die mittlere Feder nach unten und beide anderen Federn halten die Röhre fest. Auch hier bewegt sich Diese nicht.
3. Im letzten Schritt wird die Spannung an Piezosegment 2 wieder verringert, wodurch sich Dieses ausdehnt und die oberen beiden Federn nach oben schiebt. Da sich nun zwei Federn gleichzeitig in die gleiche Richtung bewegen, wandert die Röhre um diese Ausdehnung des zweiten Piezosegments mit.

Durch den KoalaDrive ist es möglich besonders kompakte Rastertunnelmikroskope zu bauen, da diese Einheit innerhalb eines Scanröhrenpiezos verbaut werden kann. Zudem kann das Kabel zur Detektierung des Tunnelstroms, welches elektrischen Kontakt zur Spitze haben muss, innerhalb der Röhre verlegt werden, so dass alles innerhalb des Scanpiezos liegt (siehe Abbildung 3). Ein solches STM wurde mit einem Needle Sensor zu einem Rasterkraftmikroskop umgerüstet. Die in Kapitel 3.7 auf Seite 30 erhaltenen Bilder wurden mit einem solchen Rasterkraftmikroskop erstellt. Diese Kompaktheit des KoalaDrives wird von entscheidender Rolle beim Vier-Spitzen-Rastertunnelmikroskop sein (siehe Kapitel: 4.1; Seite: 34), da der KoalaDrive hier sein volles Potential zeigt.



**Abb. 3:** Aufbau eines KoalaDrive Einspitzen-Rastertunnelmikroskops[14]

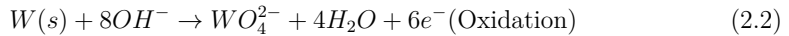
## 2.2. Herstellung von STM-Spitzen

Die Herstellung von STM-Spitzen ist ein standardisierter Prozess, welcher eine Erfolgsquote von über 80 % besitzt. Hierbei wird ein  $250\text{ }\mu\text{m}$  dicker Wolframdraht 2 mm tief in eine 2,5 molare Natriumhydroxid-Lösung (NaOH-Lösung) getaucht. Dieser Draht wird an den positiven Pol einer Gleichstromquelle angeschlossen und ist somit die Anode für den elektrochemischen Ätzprozess. Geschlossen wird der Stromkreis indem eine Edelstahl Elektrode ebenfalls in Kontakt mit der NaOH-Lösung gebracht wird. Für optimale Ätzergebnisse wurde eine Spannung von 8V ermittelt, welches zu einer Ätzzeit von ca. 10 Minuten führt. Beim Anlegen dieser Spannung findet folgende Redoxreaktion statt:

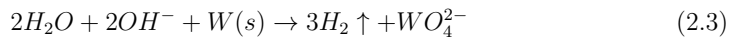
Kathode:



Anode:



Redoxreaktion:



Wie in Reaktionsgleichung 2.3 zu sehen, wird der Wolframdraht mit Hilfe der basischen Lösung aus Wasser und Hydroxidionen ( $\text{OH}^-$ ) zu leicht löslichen  $\text{WO}_4^{2-}$ -Ionen und Wasserstoff umgesetzt. Die schweren  $\text{WO}_4^{2-}$ -Ionen sinken am Draht entlang nach unten, wodurch der Effekt entsteht, dass die Konzentration der benötigten NaOH-Lösung am

Draht nach unten hin abnimmt, so dass der Draht im Bereich des Miniskusses am stärksten geätzt wird. Abbildung 4 skizziert diesen Prozess anschaulich. Die so hergestellten Spitzen (siehe: Abbildung 5) eignen sich fast immer auch für ein Multispitzen-STM, in dem die Spitzen unter einem Winkel von  $45^\circ$  eingebaut werden. Hierfür sollte die Spitze länger als der Durchmesser des Drahtes sein, sodass eine Zusammenführung aller 4 Spitzenenden in einem Punkt möglich ist.

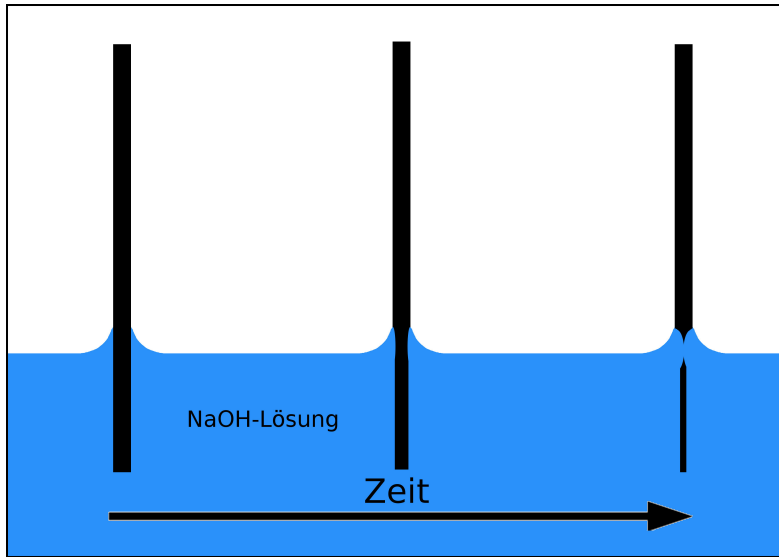
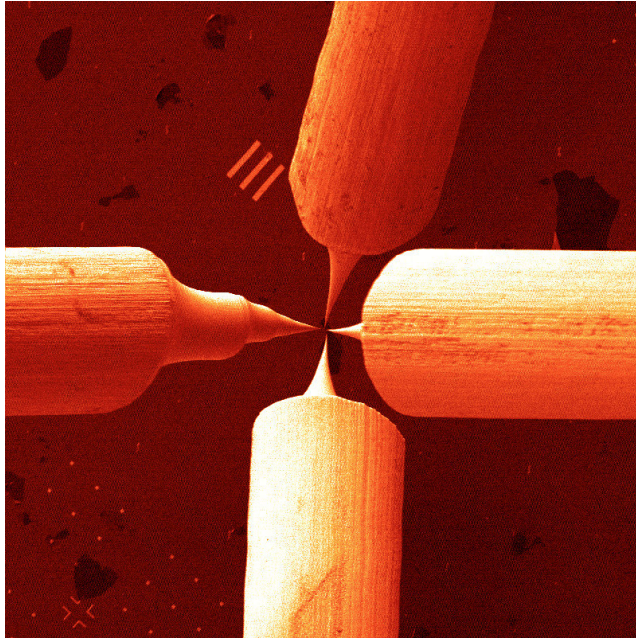


Abb. 4: Schematische Darstellung des Ätzprozesses

## 2.3. Tunnelstrom

Das STM basiert auf dem quantenmechanischen Tunneleffekt. Das Tunneln von Elektronen durch eine Potentialbarriere ist ein quantenmechanisches Phänomen und kann nicht klassisch beschrieben werden. Einen Strom  $I$  nennt man Tunnelstrom, wenn er durch einen klassisch verbotenen Bereich, wie z.B.: Vakuum oder eine Isolatorschicht fließt. Er tritt unter anderem in dünnen Oxidschichten bei MOSFETs auf, welche bauartbedingt immer kleiner werden. Nicht verwechseln sollte man den Tunnelstrom mit dem Emissionsstrom, welcher auch zwischen zwei nicht verbundenen Elektroden auftritt. Der Unterschied liegt in der Energie der Elektronen. Beim Emissionsstrom haben die Elektronen genug Energie aus dem Feststoff auszutreten. Das heißt hier ist die Elektronenenergie größer als die Austrittsarbeit. Beim Tunneln ist dies nicht der Fall. Die Elektronen haben nicht genug Energie den Festkörper (Spitze bzw. Probe) zu verlassen und dürften klassisch zu keinem Stromfluss führen. Um den Tunnelstrom verstehen zu können, wird die Schrödinger





**Abb. 5:** Rasterelektronenmikroskopaufnahme von 4 STM-Spitzen in einem Multispitzen-STM, Bildgröße:  $1\text{ mm}^2$  [15]

Gleichung (Gleichung: 2.4) für ein Teilchen im Potential gelöst. (Gleichung: 2.5)

$$\hat{H}\Psi(x) = E\Psi \quad (2.4)$$

$$-\frac{\hbar^2}{2m} \frac{\partial^2}{\partial x^2} \Psi(x) + V_0(x)\Psi(x) = E\Psi(x) \quad (2.5)$$

Diese Differentialgleichung zweiter Ordnung lässt sich zu Gleichung 2.6 umformen und mittels des Ansatz ebener Wellen ( $\Psi(x) = e^{ikx}$ ) lösen.

$$-\frac{\hbar^2}{2m} \frac{\partial^2}{\partial x^2} \Psi(x) = (V_0(x) - E)\Psi(x) \quad (2.6)$$

Mit Hilfe des Ebenen-Wellen-Ansatzes folgt:

$$-\frac{\hbar^2}{2m} k^2 = V_0 - E \quad (2.7)$$

$$\Rightarrow k = \sqrt{\frac{2m}{\hbar^2} (E - V_0)} \quad (2.8)$$

Im Folgenden wird eine Tunnelbarriere, wie in Abbildung 6, angenommen. Ein Teilchen bewegt sich von links auf eine Barriere der Höhe  $V$  zu. Die Energie  $E$  des Teilchen sei kleiner als die Potentialbarriere  $V$ . Die Potentialbarriere beginnt bei  $x = 0$  und hat die Dicke  $d$ . Nach dem Tunneln propagiert das Teilchen weiter in positive  $x$ -Richtung. Die Wellenfunktion des Teilchen ist ebenfalls in Abbildung 6 dargestellt.

Die Lösung dieses Problems wird mathematisch durch Einsetzen der Lösung aus Gleichung 2.8 in den Ebenen-Wellen-Ansatz gelöst. Für  $x < 0$  und  $x > d$  ist  $V_0 = 0$ . Im Bereich der Potentialbarriere  $0 \leq x \leq d$  ist  $V_0 = V$ . Der Ansatz lautet:

$$\Psi(x) = \begin{cases} Ae^{i\kappa x/\hbar} + Be^{-i\kappa x/\hbar} & ; x < 0 \\ Ce^{-rx} + De^{rx} & ; 0 \leq x \leq d \\ AS(E)e^{i\kappa(x-d)/\hbar} & ; x > d \end{cases} \quad (2.9)$$

Mit  $\kappa = \sqrt{2mE}$  und  $r = \sqrt{2m(V - E)}/\hbar$ .

Abschließend müssen noch die Vorfaktoren  $A, B, C, D, S(E)$  bestimmt werden. Damit Gleichung 2.9 einen physikalischen Sinn ergibt, muss diese Lösung in allen Punkten stetig differenzierbar sein. Dies ergibt 4 Gleichung für 5 Unbekannte. Zusätzlich kann ohne Beschränkung der Allgemeinheit  $A = 1$  gesetzt werden, da  $A$  nur eine Art „Normierung“ der einfallenden Welle ist. Hieraus ergibt sich für den Koeffizient  $S(E)$  folgender Term:

$$S(E) = \frac{2i\hbar\kappa r}{2i\hbar\kappa r \cosh(rd) + (\kappa^2 - \hbar^2 r^2) \sinh(rd)} \quad (2.10)$$

Physikalisch interessant ist jedoch nicht der Vorfaktor  $S(E)$ , sondern die Wahrscheinlichkeit, dass sich ein Elektron auf der anderen Seite der Potentialbarriere befindet. Diese Aufenthaltswahrscheinlichkeit wird in der Quantenmechanik durch  $|\Psi(x)|^2 = \Psi(x)\Psi^*(x)$  ausgedrückt. Daher ist die Tunnelwahrscheinlichkeit  $T(E)$  gegeben durch:

$$T(E) = |S(E)|^2 = \left[ 1 + \frac{\sinh^2(rd)}{4(E/V)(1 - E/V)} \right]^{-1} \quad (2.11)$$

Für Elektronen deren de Broglie Wellenlänge sehr viel kleiner als die Breite der Tunnelbarriere ist ( $rd \gg 1$ ), lässt sich Gleichung 2.11 vereinfachen zu:

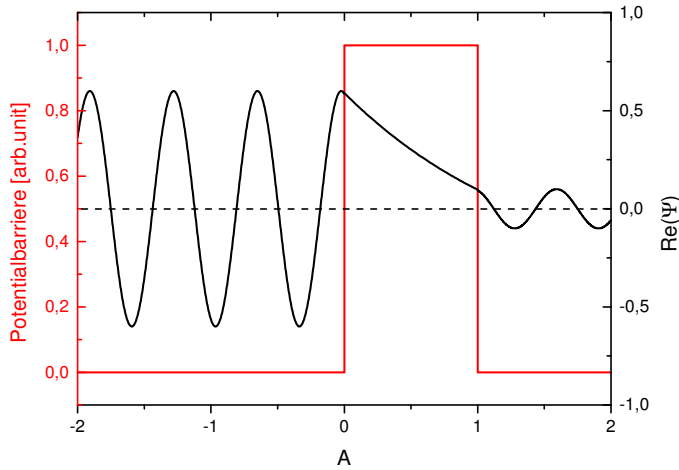
$$T(E) \approx 16 \frac{E}{V} \left(1 - \frac{E}{V}\right) \exp\left(-\frac{2}{\hbar} \sqrt{2m(V-E)}d\right) \quad (2.12)$$

Gleichung 2.12 zeigt die bekannte exponentielle Verringerung des Tunnelstroms [16] mit zunehmender Barrieredicke. Für  $E \ll V$ ,  $m = m_e = 9,1 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$  und  $V = \Phi$  ergibt sich:

$$|\Psi(x)|^2 = |\Psi(0)|^2 e^{-2rx} \quad (2.13)$$

mit  $r = \sqrt{\frac{2m_e\Phi}{\hbar}}$

Setzt man für  $\Phi$  die Austrittsarbeit von Wolfram ( $4,5 \text{ eV}$ ) [17] ein, so halbiert sich die Aufenthaltswahrscheinlichkeit des Elektrons auf der rechten Seite auf einer Strecke von  $0,32 \text{ \AA}$  im Vakuum. Dies lässt atomare Auflösung in  $z$ -Richtung zu. Zudem ist die Spitzenstruktur bei flachen Oberflächen von geringer Bedeutung, da das letzte Atom den größten Beitrag zum Tunnelstrom liefert.



**Abb. 6:** Eindimensionale Tunnelbarriere (rot). Wellenfunktion eines Teilchens vor und nach der Tunnelbarriere, sowie im Tunnelbereich.

## 2.4. Regelkreislauf

Um einen konstanten Abstand zwischen Spitze und Probe während des Scannens zu gewährleisten muss die z-Position ständig nachgeregelt werden. Hierzu wird ein PI-Regler verwendet. PI steht hier für **P**roportional-**I**ntegral-Regler. Abbildung 7 zeigt den Aufbau eines generellen Modells einer Regelschleife, bestehend aus dem Regler und einer Regelstrecke.

Ein Regler vergleicht einen Ist-Wert  $\mathbf{x}$  mit einem Soll-Wert  $\mathbf{w}$  und regelt nach Bedarf nach. Im Fall eines Rastertunnelmikroskops werden zwei Reglertypen kombiniert, sodass möglichst alle Vorteile, jedoch keine oder möglichst wenig Nachteile, der einzelnen Reglertypen am Ende übernommen werden. Die zwei Regler funktionieren wie in folgenden Abschnitten beschrieben.

### 2.4.1. Proportional-Regler

Ein Proportional Regler vergleicht das Fehlersignal  $w - x$  und verstärkt dieses mit dem Faktor  $K_P$ .

$$y = K_P(w - x) \quad (2.14)$$

Ein Problem des Proportionalreglers ist, dass der zu erreichende Sollwert  $w$  nie erreicht wird. Das bedeutet im Falle des Rastertunnelmikroskops, dass der vorgegebene Strom nie erreicht wird. Jedoch regelt der Proportionalregler zunächst Abweichungen schneller nach als der Integralregler, wie in Abbildung 8 zu sehen ist, welches den Proportionalregler in Kombination mit dem Integralregler zu einer wichtigen Größe werden lässt.

### 2.4.2. Integral-Regler

Der Integralregler betrachtet im Gegensatz zum Proportionalregler nicht nur die jetzige Abweichung, sondern die Summe der Abweichungen von einem bestimmten Zeitraum  $t$ . Dies ermöglicht dem Regelkreislauf den vorgegebenen Wert  $w$  zu erreichen. Da der Integralregler einige Werte benötigt um den Regelwert  $y$  zu berechnen, ist der Integralregler träger als der Proportionalregler. Gleichung 2.15 zeigt die Berechnung vom Regelwert.

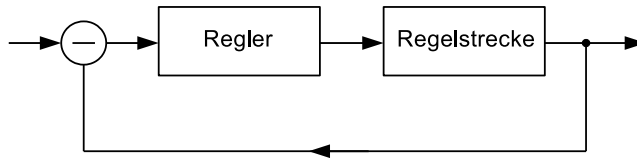
$$y = K_I \int_0^t (w - x(\tau)) d\tau \quad (2.15)$$

### 2.4.3. Proportional-Integral-Regler

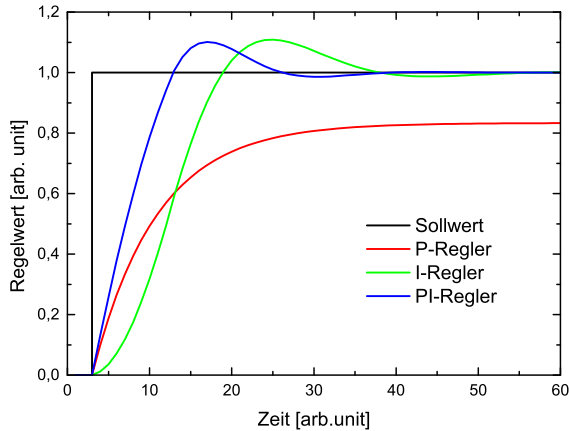
Der PI-Regler, welcher auch in der Rastertunnelmikroskopie benutzt wird, ist, wie der Name bereits vermuten lässt, eine Kombination aus Proportional und Integral Regler. Genauer gesagt werden die beiden Regelungen addiert welches zu folgendem Regelverhalten führt:

$$y = K_P(w - x) + K_I \int_0^t (w - x(\tau)) d\tau \quad (2.16)$$

Abbildung 8 zeigt das Regelverhalten der drei vorgestellten Reglertypen.



**Abb. 7:** Model einer Regelschleife



**Abb. 8:** Vergleich des Regelverhalten an einer Sprungstelle des Sollwerts zwischen P-, I- und PI-Regler

---

### 3. Rasterkraftmikroskopie

Im ersten Teil dieser Arbeit wird ein Sensor (Needlesensor) für die Rasterkraftmikroskopie getestet. Dieser Sensor soll in späteren Arbeiten als AFM-Sensor in einem Multispitzen-Rasterkraftmikroskop Verwendung finden. Daher befasst sich dieses Kapitel mit der Rasterkraftmikroskopie und der Funktionalität des Sensors in einem Winkel von  $45^\circ$  zur Probenoberfläche. Dieser Einbau des Sensors wird später im Multispitzen-Rasterkraftmikroskop realisiert werden. Da die englische Bezeichnung **A**tomic-**F**orce-**M**icroscope weit verbreitet ist, wird im Verlauf dieser Arbeit die Abkürzung AFM für ein Rasterkraftmikroskop verwendet.

Die Funktionsweise eines AFMs ist ähnlich der eines STMs (siehe: Kapitel 2, Seite: 7). Im Gegensatz zum STM ist die gemessene Größe beim AFM jedoch nicht der Tunnelstrom, sondern die Kraft, welche zwischen Probe und Spitze bei sehr kleinen Abständen entsteht. Der große Vorteil eines AFMs gegenüber einem STM besteht somit in der Möglichkeit zur Betrachtung isolierender Oberflächen. Der Nachteil von Rasterkraftmikroskopen liegt hingegen in Ihrer größeren Komplexität, wie später gezeigt werden wird. Es gibt verschiedene Arten ein AFM zu betreiben. Hier wird kurz auf die drei häufigsten Modi eingegangen.

- Kontaktmodus
- Der sog. Tappingmodus
- Nicht-Kontaktmodus (AM- oder FM-Verfahren)

Im **Kontaktmodus** wird eine Spitze, welche an einer kleinen Silizium Blattfeder (Cantilever) angebracht ist, über eine Probe gerastert. Dabei wird jeweils die Verbiegung der Feder, meist mit der Reflektion eines Lasers im Cantilever, bestimmt. Der Nachteil hierbei liegt darin, dass durch den direkten Kontakt weiche Proben und/oder die Spitzen beschädigt werden können. Da durch die ausgeübte Kraft die Kontaktfläche größer als ein Atom ist, kann mit dieser Methode keine atomare Auflösung erreicht werden.

Im sog. **Tappingmodus** wird die Feder nahe ihrer Resonanzfrequenz angeregt und wie der Name bereits vermuten lässt, die Oberfläche „abgeklopft“. Hierbei wird die Amplitude der Schwingung gemessen und auf einen Sollwert mittels z-Regelung nachgeregelt. Nachteil auch hier der direkte Kontakt zwischen Probe und Spitze.

Der **Nicht-Kontaktmodus** ist wie der Tappingmodus ein dynamisches Verfahren. Hierbei wird ein Aktuator, an dessen Ende eine Spitze befestigt ist, bei dessen Resonanzfrequenz angeregt. Bringt man die Spitze so nahe an die Oberfläche, dass diese durch Wechselwirkungen eine Kraft erfährt, so ändert sich die Resonanzfrequenz leicht. Man unterscheidet hier zwischen amplitudenmoduliertem- (AM) und frequenzmoduliertem- (FM) Verfahren. Im AM-Modus wird die Schwingungsamplitude des Sensors nahe der Resonanzfrequenz bestimmt und wird während des Scannens als Referenzsignal für das Feedback verwendet. Dieser Modus ist nicht Gegenstand dieser Arbeit und wird daher nicht weiter behandelt. Beim FM-Modus wird über die Phase die Resonanzfrequenz bestimmt. Die Änderung in der Resonanzfrequenz  $\Delta f$  dient hierbei als Referenzsignal des

Feedbacks. Dieser Modus wird im folgenden Kapiteln am Beispiel eines Needle-Sensors erklärt, welcher als Aktuator und Sensor zugleich dient.

### 3.1. Der Needlesensor als Aktuator im Multispitzen AFM

Der Needlesensor ist ein goldbeschichteter Quarz, welcher in unserer Ausführung eine Resonanzfrequenz von 1 MHz besitzt. Wie in Abb. 9 zu sehen, hat der Needlesensor zwei Elektroden. Über eine der beiden Elektroden wird mittels inversem Piezoeffekt die „Nadel“ mit einer Sinusspannung angeregt.

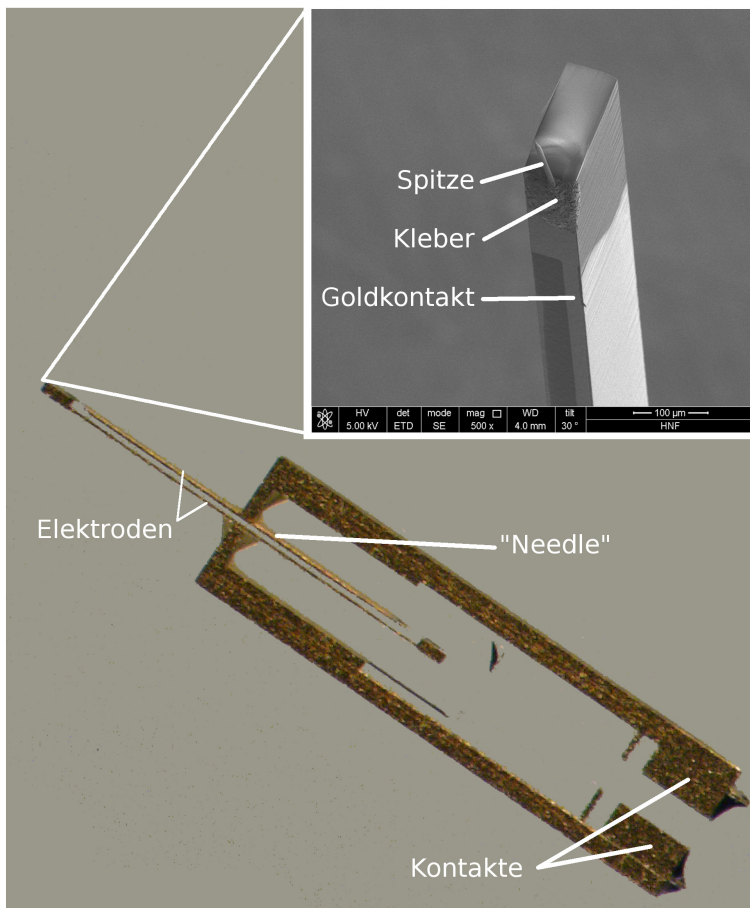


Abb. 9: Foto eines Needlesensors

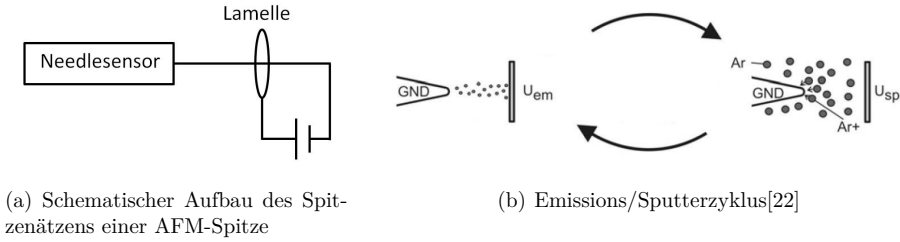
Typische Werte sind Spannungen von ca. 10 mV und einer Frequenz die gleich der Resonanzfrequenz des Sensors entspricht. Über die zweite Elektrode wird mittels direktem Piezoeffekt die tatsächliche Bewegung des Sensors gemessen. Die Goldbeschichtung des Sensors, welcher selbst isolierend ist, stellt eine elektrische Verbindung zur STM/AFM Spitze her, sodass ohne weitere Drähte eine Kontaktierung der Spitze möglich ist. Der große Vorteil zu anderen Systemen, wie z.B. einem qPlus Sensor [18], ist, dass der Needlesensor durch seine axiale Bauart sehr kompakt und somit ideal für Multispitzen-Rasterkraftmikroskope ist. Die hohe Güte des Sensors (Q-Faktor zwischen 10000 und 30000 im Vakuum) sorgt für eine gute Bestimmung der Resonanzfrequenz und macht schnelles Scannen der Oberfläche möglich. Bereits 2001 wurde der Needlesensor von R. Nishi et al. an der Universität von Osaka als Quartz-Resonator für Rasterkraftmikroskopie in Luft verwendet [19]. Seiji Heike und Tomihiro Hashizume zeigen, dass mit Hilfe des Needlesensor atomare Auflösung der Si(111)-7×7 Oberfläche [20] als auch Potentialmessungen von Oberflächen [21] möglich ist. Somit hat der Needlesensor das optimale Potential um im Multispitzen-AFM eingesetzt zu werden.

### 3.2. Herstellung und Reinigung der AFM-Spitze

Die Herstellung einer Needlesenor-Spitzen-Einheit, wie in Abbildung 9 zu sehen, ist sehr aufwändig und nicht mit der wesentlich einfacheren Herstellung von STM-Spitzen (siehe Kapitel: 2.2, Seite: 10) zu vergleichen. Zunächst wird der Sensor mit einem leitfähigen Epoxykleber an einem Spitzenhalter befestigt. Hierbei werden die beiden Kontakte am Spitzenhalter befestigt. Der Needlesensor hält dann bereits auf Grund der Viskosität des Klebers, muss jedoch zur weiteren Bearbeitung eine halbe Stunde in einem Ofen bei 150°C aushärten. Im Anschluss hieran kann die Spitze am Ende des Needlesensors befestigt werden. Dieser Arbeitsschritt ist der diffizilste und erfordert eine ruhige Hand und viel Erfahrung. Zunächst wird unter einem optischen Stereo-Mikroskop ein kleiner Tropfen Kleber am oberen Ende des Needlesensors angebracht. Dann bringt man mit hydraulisch betriebenen Mikromanipulatoren den aus Wolfram bestehenden Spitzendraht in Kontakt mit dem Klebetropfen. Der Durchmesser des Drahtes ist 25  $\mu\text{m}$  und so 10mal dünner als der Draht einer herkömmlichen STM-Spitze. Gleichzeitig wird der Draht durch eine Lamelle aus Natronlauge geführt. Durch Anlegen einer Spannung zwischen Draht und Lamelle kann die AFM-Spitze geätzt werden. Wichtig ist, dass der Draht an der spitzenabgewandten Seite angeschlossen wird, (siehe: Abbildung 10a). Durch diese Anordnung ist gewährleistet, dass man eine natürliche Abbruchbedingung des Ätzprozesses hat, da unmittelbar nach dem Durchätzen die AFM-Spitze nicht mehr kontaktiert ist und der Vorgang endet. Auch hier hält die Spitze durch die Viskosität des Klebers und muss danach ebenfalls eine halbe Stunde zum Aushärten des Klebers in einen Ofen bei 150°C gegeben werden. Anschließend kann der Sensor mit Spitzenhalter in die UHV-Kammer eingeschleust werden.

Nachdem der Sensor eingeschleust ist, muss die AFM-Spitze noch einer Reinigungsprozedur unterzogen werden um sie von Kontaminationen zu befreien. Dies stellt ein weiteres





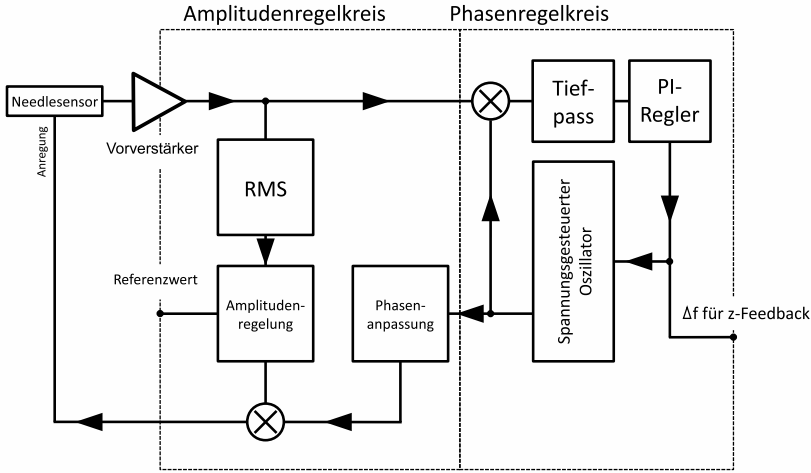
**Abb. 10:** Skizzen zur AFM-Spitzenpräparation

Problem dar, da die Spitze nicht, wie bei einer STM-Spitze, auf  $800^{\circ}\text{C}$  geheizt werden kann, was zu einer Zerstörung des Needlesensors führen würde. Daher musste ein anderes Verfahren entwickelt werden [22]. Hierbei wird eine positive Hochspannung an eine Elektrode angelegt, welche sich in etwa 1 mm Entfernung zur Spitze befindet, bis ein Emissionsstrom detektiert werden kann. Aus dem Beginn des Emissionsstroms können Schlüsse über den Spitzenradius gezogen werden. Je besser die Spitze, umso geringer ist die Spannung ab welcher ein Emissionsstrom detektiert wird. Danach wird Argon in die UHV-Kammer eingeleitet bis ein Druck von etwa  $1 \cdot 10^{-6}$  mbar erreicht wird. Danach wird die Spannung umgepolt und soweit erhöht bis ein Sputterstrom von etwa 1 nA gemessen werden kann. Danach wird wieder der Beginn des Emissionsstroms gemessen und verglichen. Dieser Zyklus wird so oft wiederholt bis der Emissionsstrom stabil ist (siehe Abbildung 10b). Entgegen der Veröffentlichung [22] könnte nur eine Stabilisierung des Emissionsstroms, nicht aber die Reduzierung des Spitzenradius festgestellt werden. Da das Scannen mit einer so präparierten Spitze gut möglich war, wurden keine weiteren Untersuchungen unter einem Rasterelektronenmikroskop durchgeführt. Daher kann an dieser Stelle nur die Vermutung aufgestellt werden, dass dieser Prozess die Spitze erfolgreich von den Verunreinigungen des Ätzprozesses gereinigt hat.

### 3.3. Funktionsweise eines dynamisches FM AFM mit Hilfe einer PLL

Wie bereits zu Beginn dieses Kapitels angesprochen, wird zum Messen der Kraft zwischen Probe und Spitze ein Aktuator (in unserem Fall ein Needlesensor) verwendet, welcher in dessen Resonanzfrequenz betrieben wird. Die Resonanzfrequenz des von uns genutzten Needlesensors liegt bei etwa 1 MHz. Da Änderungen beim Scannen von einigen mHz gemessen werden müssen, benötigt man ein System, welches geringste Änderungen der Frequenz detektieren kann. Dies ist nur mit dem Verfahren der **Phase Locked Loop (PLL)** zu erreichen. Hierbei wird die Frequenz nicht direkt sondern indirekt über die Phasenänderung gegenüber einer Vergleichsfrequenz bestimmt. Die Sensitivität dieser Methode lässt sich an folgendem Beispiel erläutern.

Angenommen das zu untersuchende Signal hat eine um 1 Hz abweichende Frequenz von



**Abb. 11:** Schematische Darstellungen des Aufbaus einer PLL

der Referenzfrequenz von 1 MHz. In diesem Fall würde sich die Phasendifferenz beider Signale in einer Sekunde um  $360^\circ$  ändern. Benötigt man, wie im Falle der Rastersondenmikroskopie Reaktionszeiten von 1 ms, so kann eine Frequenzänderung von 1 Hz detektieren, falls man Phasenänderungen von  $0,36^\circ$  bzw.  $\pi/500$  auflösen kann. Die Herausforderung besteht nun darin, dass man im mHz Bereich mit den oben genannten Reaktionszeiten auflösen möchte, welches eine Phasenauflösung von  $3,6 \cdot 10^{-4}^\circ$  voraussetzt. Diese Auflösung ist technisch möglich und wird auch an unserem Institut bei der Entwicklung der XPLL von einem Doktoranden weiterentwickelt [23].

Dieses Kapitel und Abbildung 11 sollen einen kurzen Einblick in die Funktionsweise einer PLL und eines Frequenzmodulierten AFM geben. Die gesamte Komplexität einer digitalen PLL kann hier nicht wiedergegeben werden. Abbildung 11 zeigt schematisch die Funktionsweise einer AFM Detektion mit einer PLL. Das Signal, das vom Sensor kommt, wird zunächst verstärkt und dann im Phasenregelkreis mit einem Referenzsignal multipliziert. Dieses Referenzsignal kommt von einem digitalen spannungsgesteuerten Oszillator. Dieser erzeugt, je nach angelegter Spannung, eine andere Frequenz. Werden 0 V am digitalen spannungsgesteuerten Oszillator angelegt, so erzeugt dieser eine ausgewählte Frequenz (hier die Resonanzfrequenz des Sensors). Die Änderung der Frequenz ist proportional zur angelegten Spannung. Daher kann aus dem Steuersignal des spannungsgesteuerten Oszillators die Frequenz bestimmt werden.

Die Multiplikation des Referenz- und Sensorsignals ergibt:

$$\sin(\omega_1 t + \phi) * \sin(\omega_2 t) = \frac{1}{2} \left[ \underbrace{\cos((\omega_1 - \omega_2)t + \phi)}_{C(\phi) \text{ für } \omega_1 \approx \omega_2} + \underbrace{\cos((\omega_1 + \omega_2)t + \phi)}_{f(2\omega) \text{ für } \omega_1 \approx \omega_2} \right] \quad (3.1)$$

Für  $\omega_1 \approx \omega_2$  liefert der erste Summand in Formel 3.1 einen konstanten Beitrag in Abhängigkeit von  $\phi$ . Der zweite Summand liefert eine Wechselspannung mit doppelter Frequenz, welche mit Hilfe eines Tiefpasses herausgefiltert werden kann. Somit hat die Spannung hinter dem Tiefpass nur noch eine Gleichspannungskomponente und wird in einen PI-Regler (siehe Kapitel: 2.4, Seite: 15) gegeben. Dieser vergleicht den Wert mit dem vorher eingestellten Sollwert und regelt mit Hilfe des digitalen spannungsgesteuerten Oszillators die Phase entsprechend nach. Da die Kennlinie des Oszillators bekannt ist, kann aus dem Regelsignal indirekt die Frequenz bestimmt werden. So ist der in Abbildung 11 zu sehende Frequenzregelkreis dafür zuständig die aktuelle Eigenfrequenz des Sensors zu bestimmen und an den Computer weiterzugeben. Dieser vergleicht die Frequenz mit der Solleigenfrequenz beim Scan und regelt bei Bedarf das z-Feedback nach, genau wie in Kapitel 2, Seite 7 beschrieben.

Ein weiterer Regelkreis, in Abbildung 11 Amplitudenregelkreis genannt, ist dafür zuständig die Oszillationsamplitude des Sensor konstant zu halten. Hierfür wird der Effektivwert (engl. **Root Mean Square (RMS)**) des Sensorsignals bestimmt und mit einem vorgegebenen Sollwert verglichen. Weicht dieser Wert vom Sollwert ab, wird das Anregungssignal vom Sensor, welches vom digitalen spannungsgesteuerten Oszillator kommt, verstärkt oder gedämpft.

### 3.4. Frequenz/Kraft-Abhängigkeit

In diesem Kapitel soll gezeigt werden, welche Folgen die Wechselwirkung zwischen Probe und Spitze für die Resonanzfrequenz des Sensors hat und wie groß diese Kräfte bzw. Frequenzänderung in der Regel in der FM Rasterkraftmikroskopie sind.

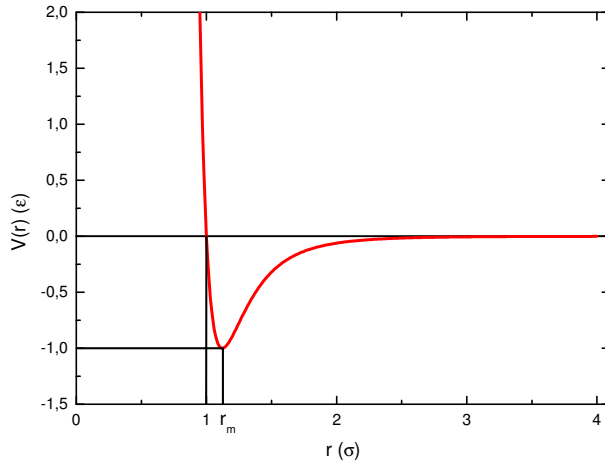
Das Potential der Oberfläche wird üblicherweise physikalisch sinnvoll durch das Lennard-Jones Potential beschrieben. Es besteht aus einem attraktiven und einem repulsiven Anteil. Kommt die Spitze der Oberfläche zu nahe, dann stoßen sich auf Grund der Pauliregeln die Atome gegenseitig ab. Dieser Term wird im Lennard-Jones-Potential proportional zu der zwölften Potenz des inversen Abstands approximiert. Bei größeren Abständen dominieren dagegen die Dipol-Dipol-Wechselwirkungen, welche attraktiv sind und mit der sechsten Potenz des inversen Abstands abnehmen. Addiert man beide Terme auf so erhält man das in Formel 3.2 und 3.3 angegebene Lennard-Jones-Modellpotential.

$$V = 4\epsilon \left[ \left( \frac{\sigma}{r} \right)^{12} - \left( \frac{\sigma}{r} \right)^6 \right] \quad (3.2)$$

Hierbei ist  $\epsilon$ , wie in Abbildung 12 zu sehen, die Tiefe des Potentialminimums,  $r$  der Abstand zwischen dem Mittelpunkt des letzten Atoms der Spitze und dem Mittelpunkt des nächstgelegenen Atoms der Oberfläche (siehe Abbildung 13) und  $\sigma$  die Nullstelle des Lennard-Jones Potentials, welche in Abbildung 12 durch den Wert 1 ersetzt wurde. Ersetzt man  $\sigma$  durch  $r_m/2^{1/6}$ , so erhält man Gleichung 3.3.

$$V = \epsilon \left[ \left( \frac{r_m}{r} \right)^{12} - 2 \left( \frac{r_m}{r} \right)^6 \right] \quad (3.3)$$

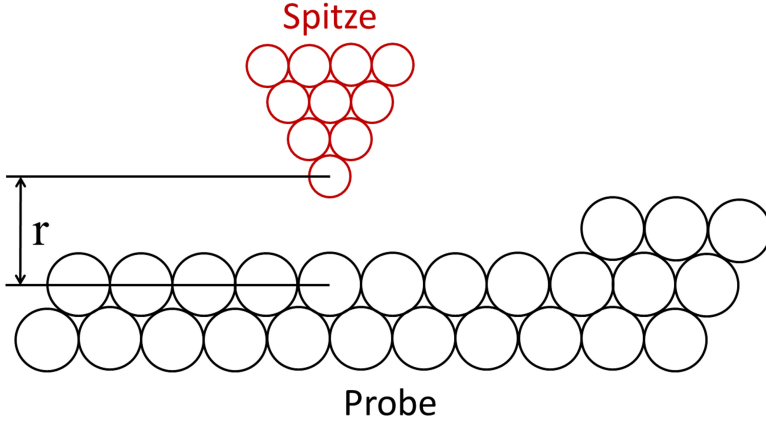
Hierbei ist  $r_m$  die Position des Potentialminimums, welches den Wert  $-\epsilon$  besitzt, wie in Abbildung 12 zu sehen ist.



**Abb. 12:** Das Lennard-Jones-Potential

Die Interaktionen der Spitze mit der Oberfläche der Probe sorgt nun dafür, dass sich die Resonanzfrequenz des Sensors verschiebt. Am einfachsten lässt sich dies am Beispiel des harmonischen Oszillators erklären. Dabei soll die Spitze näherungsweise mit zwei Federn verbunden sein (siehe Abbildung 14). Hierbei scheint die Ersetzung eines Sensors oder einer AFM-Feder durch eine Feder als eine gute Approximation, da die Spitze in beiden Fällen sinusförmig schwingt und im Fall der AFM-Feder dies auch eine reale Feder ist. Die Approximation des Lennard-Jones-Potentials durch ein harmonisches Potential scheint da schon sehr weit hergeholt. Jedoch befindet sich die Spitze bei der dynamischen Rasterkraftmikroskopie in der Nähe des Minimums des Lennard-Jones-Potential welches relativ gut durch eine Parabel approximiert werden kann.

Der Ausgang der Herleitung ist die Bewegungsgleichung für eine gedämpft angeregte Schwingung einer Feder (Gleichung 3.4). Wichtig an dieser Stelle zu erwähnen ist, dass  $x = 0$  die Ruheposition der Spitze ist und  $k_{eff}$  von dem Abstand  $r$  zwischen Spitze und



**Abb. 13:** Darstellung der Definition des Abstands  $r$  zwischen Spitze und Probe. Der Abstand ist die Entfernung der Atommittelpunkte der sich am nächsten kommenden Atome von Spitze und Probe.

Probe abhängt, da sich mit Veränderung des Abstands die Probe-Spitze-Wechselwirkung und somit  $k'$  ändert.

$$m\ddot{x} + \lambda\dot{x} + k_{eff}x = C \cos(\omega t) \quad (3.4)$$

$$\text{mit } k_{eff} = k - k' \quad (3.5)$$

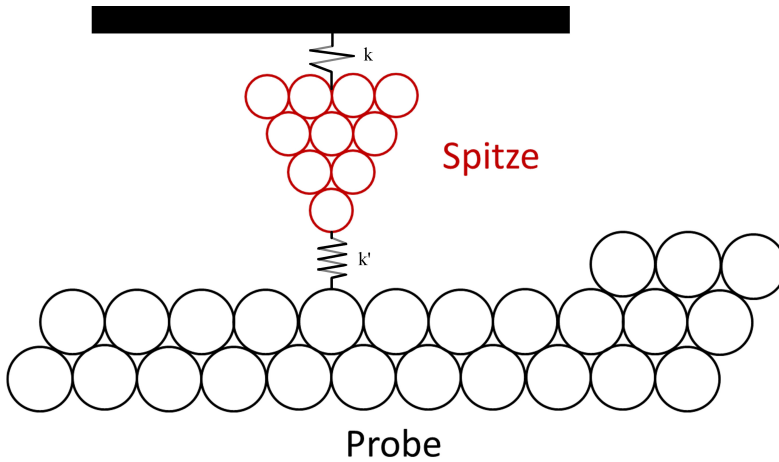
Die bekannte Lösung dieser Differentialgleichung ist in Gleichung 3.6 angegeben. Unter der berechtigten Voraussetzung, dass die Federkonstante  $k'$  sehr viel kleiner als die Federkonstante  $k$  des Cantilevers ist, lässt sich der Term  $\sqrt{1 - \frac{k'}{k}}$  in Gleichung 3.6 als  $1 - \frac{k'}{2k}$  schreiben. Hierdurch lässt sich  $\omega'$ , wie in Gleichung 3.7 zu sehen vereinfachen, welches schließlich zur in Gleichung 3.8 angegebene Frequenzänderung führt.

$$\omega' = \sqrt{\frac{k_{eff}}{m}} = \sqrt{\frac{k}{m} \left(1 - \frac{k'}{k}\right)} \quad (3.6)$$

$$\Rightarrow \omega' \approx \omega_0 \left(1 - \frac{k'}{2k}\right) \quad (3.7)$$

$$\Rightarrow \Delta f = \frac{\omega' - \omega_0}{2\pi} = -\frac{f_0}{2k} \frac{\partial F}{\partial x} \Big|_{x=x_0} \quad (3.8)$$

Da  $k$  und  $f_0$  konstant sind, ist Frequenzänderung nur vom negativen Kraftgradienten der Spitze-Probe-Wechselwirkung abhängig. In Abbildung 15 wird das Lennard-Jones-

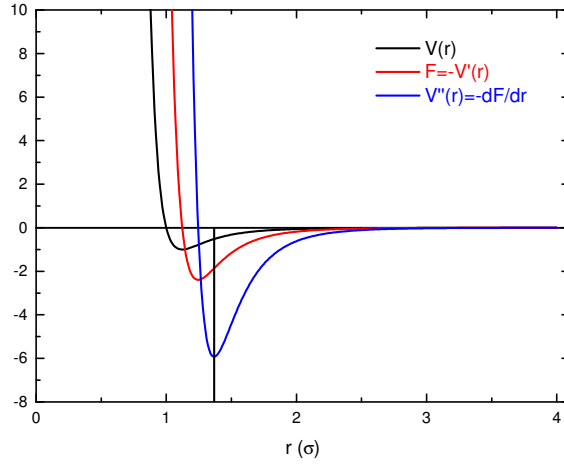


**Abb. 14:** Schematische Näherung der wirkenden Kräfte auf die Spitze durch Federn mit unterschiedlichen Federkonstanten.  $k$  : Federkonstante des Cantilevers,  $k'$  : Federkonstante der Probe-Spitze-Wechselwirkung

Potential mit der daraus entstehenden Kraft und dessen negativen Kraftgradienten angegeben. Man erkennt, dass sich die Form der Kurven ähneln. Es verschiebt sich lediglich das Minimum zu größeren Abständen. Am Verlauf der grünen Kurve wird schnell ein fundamentales Problem ersichtlich. Da ein Feedback den Abstand der Spitze zur Probe steuert und da  $\Delta f$  die Größe ist auf welche das Feedback reagiert, muss  $\Delta f$  monoton sein. Dies sorgt dafür, dass man ausschließlich entweder im Monoton fallenden oder steigenden Bereich dieser Kurve Rasterkraftmikroskopie betreiben muss. Da der monoton steigende Bereich (rechts von der eingezeichneten Linie in Abbildung 15) für die Spitze sicherer ist (kein physikalischer Kontakt), wird in der Regel in diesem Bereich dynamische Rastertunnelmikroskopie betrieben. Man nennt den Bereich auch Nichtkontaktbereich.

### 3.5. „Snap-to-Contact“

„Snap-to-contact“ ist ein Phänomen, welches auftritt, wenn eine stark steigende attraktive Kraft die Rückstellkraft dominiert. Ein Beispiel hierfür ist das Zusammenfügen zweier starker Magnete. Hierbei wird beim Annähern die attraktive Kraft so groß, dass ein Zurückhalten nicht mehr möglich ist. Um dies im Detail am Modell einer AFM-Spitze mit der Probe verstehen zu können, wird in Gleichung 3.9 die Gesamtenergie des Systems aufgestellt.



**Abb. 15:** Abbildung des Lennard-Jones-Potential, dessen Kraft und des negativen Kraftgradienten.

$$E_{ges} = V_{Oberfl.} + \underbrace{\frac{1}{2}k(r - r_0)^2}_{\text{Federenergie beim Verbiegen der Spitze}} \quad (3.9)$$

Im statischen Gleichgewicht muss die Ableitung von Gl. 3.9 gleich Null sein. Dies ist gleichbedeutend mit Gleichung 3.10. Da  $-\partial V / \partial z = F$  ist, folgt das Kräftegleichgewicht in Gleichung 3.11.

$$\frac{\partial V_{Oberfl.}(r)}{\partial r} + k(r - r_0) = 0 \quad (3.10)$$

$$F_{Oberfl.} = -F_{Feder} \quad (3.11)$$

Die zweite Bedingung für ein Minimum der Energie ist, dass die zweite Ableitung größer null ist. Hieraus folgt Gleichung 3.12

$$\frac{\partial^2 V_{Oberfl.}(r)}{\partial r^2} + k > 0 \quad (3.12)$$

$$\Rightarrow k > \frac{\partial F_{Oberfl.}(r)}{\partial r} \quad (3.13)$$

Gleichung 3.13 zeigt, dass die Federkonstante zu jedem Zeitpunkt größer als der Kraftgradient der Spitze-Proben Wechselwirkung sein muss. Ist dies nicht gewährleistet wird die Position der Spitze instabil und wird, ähnlich wie der Magnet im obigen Beispiel, plötzlich auf die Oberfläche gezogen. Daher ist eine möglichst große Federkonstante erstrebenswert, was in Kapitel 3.6 genauer analysiert wird.

### 3.6. Spitze unter 45 Grad

In diesem Kapitel soll die Frage nach dem Einfluss der Einbaugeometrie des Needlesensors auf den AFM Betrieb beantwortet werden. Wie in Kapitel 4.1 beschrieben wird, sind die STM-Spitzen in einem Winkel von  $45^\circ$  zur Oberfläche und in einem Winkel von  $90^\circ$  zueinander angeordnet, um gewährleisten zu können, dass man die Spitzen bis auf wenige 10 nm Abstand zueinander positionieren kann. Dies lässt folgende drei Fragen aufkommen:

- Ist die Federkonstante der Spitzen groß genug, um ein „Snap-to-Contact“ zu verhindern?
- Wenn eine Spitze nicht mehr nur axial, sondern auch durch die Wechselwirkung mit der Probe senkrecht dazu angeregt wird; kann dadurch die Resonanzfrequenz der Spitze selbst Einfluss auf Messung haben?
- Wie können mögliche Beeinträchtigungen minimiert oder eliminiert werden?

Um diese Fragen zu beantworten wurden hierzu mittels eines Rasterelektronenmikroskops Bilder von jeweils einer STM- und AFM-Spitze aufgenommen und vermessen (siehe: Abbildung 16a). Es war mit dem verwendeten Rasterelektronenmikroskop leider nicht möglich Abstände kleiner als  $1\text{ }\mu\text{m}$  zu messen. Daher wurde ein Kegelstumpf, mit einer Länge von  $1\text{ }\mu\text{m}$ , am Ende der Spitze angebracht, worauf eine Kugel mit einem Radius von 25 nm das Ende der Spitze darstellt (siehe: Abbildung 16b). Diese Daten wurden von Herrn Wolters vom ZAT im Forschungszentrum Jülich in ein Finite-Elemente-Programm übernommen.

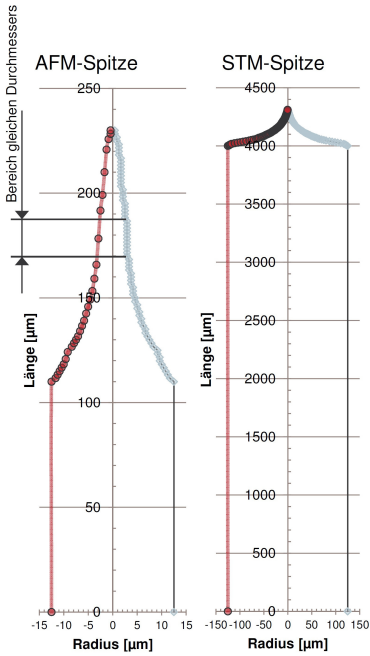
Die hieraus berechnete transversale Eigenfrequenz der AFM-Spitze liegt bei 825 kHz und bei der STM Spitze bei ca. 10 kHz. Dies ist für die AFM-Spitze ein besonders schlechtes Ergebnis, da die erste Eigenfrequenz der Spitze in der Nähe der Eigenfrequenz des Sensors liegt und somit die Spitze in Resonanz gebracht werden kann. Die ca. 10 kHz der STM Spitze sind hingegen unkritisch, da diese Frequenz über der Feedbackregelung von etwa 1 kHz liegt. Auffallend war auch, dass die Eigenfrequenzen der STM-Spitze identisch mit denen eines Zylinders sind, dessen Länge gleich mit der gesamten Spitzenlänge und dessen Dicke gleich mit der Dicke des STM-Drahtes war. Diese Berechnet sich nach folgender Formel:

$$f(\lambda) = \frac{1}{2\pi} \frac{d}{L^2} \sqrt{\frac{\lambda_i^4 E}{16\rho}} \quad [25] \quad (3.14)$$

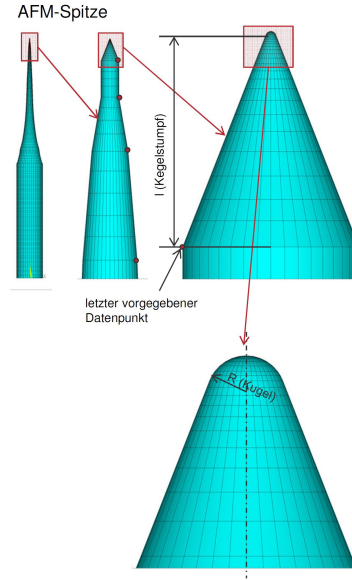
mit  $\lambda$ , einer Konstante für dieses geometrische Problem (siehe Tabelle 1);  $E = 4,13 \cdot 10^{11} \text{ N/m}^2$  dem Elastizitätsmodul von Wolfram;  $\rho = 19300 \text{ kg/m}^3$  der Dichte von Wolfram;  $L$  der Länge und  $d$  dem Durchmesser des Zylinders.

Dies belegt auch Abbildung 17, welche die Resonanzfrequenzen der Spitzen in Abhängigkeit der Länge des Kegelstumpfes zeigt. Hierbei sind die angegebenen Eigenfrequenzen





(a) Datenpunkte aus SEM Bildern



(b) Spitzenabschluss am Beispiel einer AFM-Spitze

Abb. 16: Verwendete Spitzengeometrien[24]

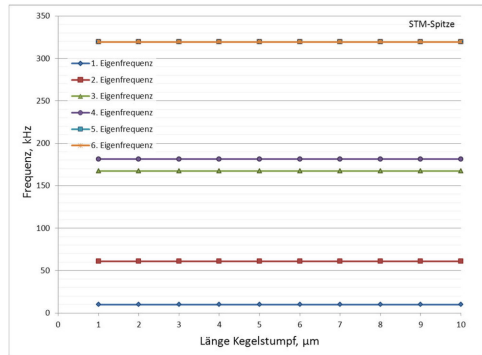
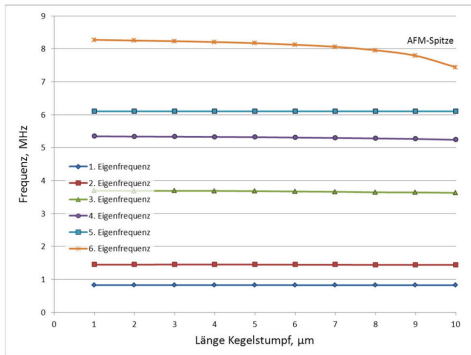
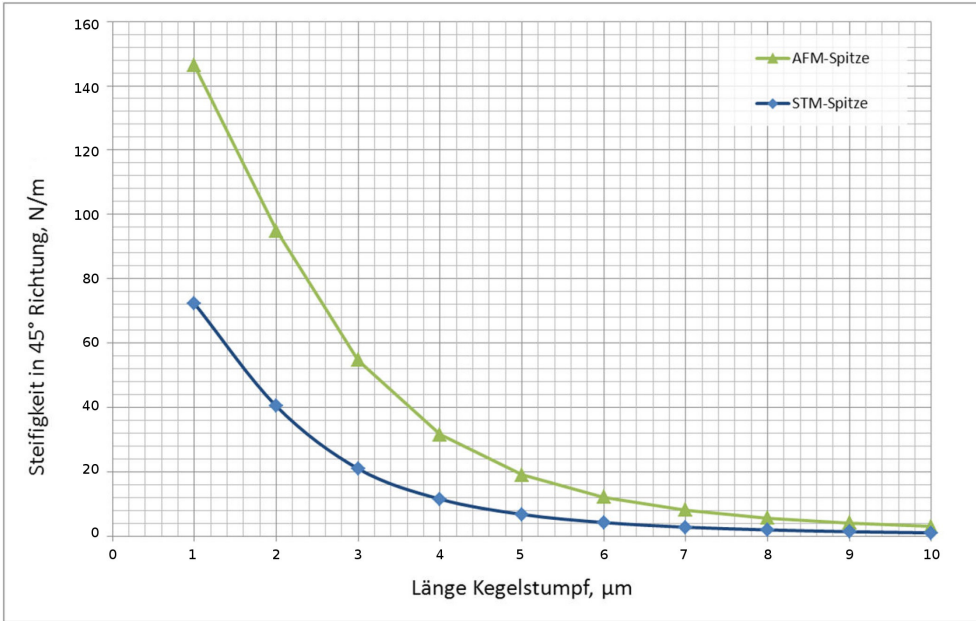


Abb. 17: Finite Elemente Rechnungen zur Berechnung der Resonanzfrequenzen von STM- und AFM-Spitze in Abhängigkeit der Länge des Kegelstumpfes. Es wurden die ersten 6 Eigenmoden berechnet.[24]



**Abb. 18:** Finite Elemente Rechnungen zur Steifigkeit der Spitzen in  $45^\circ$  Richtung in Abhängigkeit von der Länge des Kegelstumpfs.[24]

1-4 und 6 die ersten 5 transversalen Moden. Die 5. Eigenfrequenz ist eine Torsionsmode. Das Ergebnis zeigt, dass man nur mit der Länge und mit der Dicke des Spitzendrahtes die Resonanzfrequenz ändern kann. Speziell für die AFM-Spitze bedeutet dies, dass es sehr wohl sein kann, eine Spitze einzubauen, welche nicht funktioniert, weil die Resonanzfrequenz zu nahe an der Resonanzfrequenz des Needlesensors liegt. Eine deutliche Erhöhung der Resonanzfrequenz ist nicht möglich, da die Spitze aus technischen Gründen nicht verkürzt werden und ein dickerer Draht am Sensor nicht befestigt werden kann.

Zudem ist das Spitzenende für die Größe der Federkonstanten von entscheidender Bedeutung. Entgegen der Resonanzfrequenz ist gerade das dünne Ende für eine geringe Federkonstante verantwortlich. Die Federkonstante der STM-Spitze ist mit etwa 72 N/m halb so groß wie die Federkonstante der AFM-Spitze. Dies liegt vor allem an der schärfer zulaufenden STM-Spitze. Mit Zunahme der Länge des Kegelstumpfes verringern sich die Federkonstanten der beiden Spitzen deutlich. Eine Verlängerung des Kegelstumpfes von  $1 \mu\text{m}$  auf  $2 \mu\text{m}$  hat bei beiden Spitze eine Abnahme der Federkonstante um ca. 40 % zur Folge.

Zusammenfassend können die oben genannten Fragen wie folgt beantwortet werden: Die Resonanzfrequenz der Spitze und die Federkonstante haben beide einen großen Einfluss beim Scannen. Es besteht durchaus die Gefahr eine Spitze herzustellen, welche die Resonanzfrequenz des Sensors hat und somit das Abbilden der Oberfläche unmöglich macht. Da die exakte Länge der Spitze bei diesen Größen eher ein Zufallsprodukt ist,

lässt sich hieran nichts ändern. Jedoch ist die AFM-Spitzenform besser zur Vermeidung von „Snap-to-Contact“ geeignet (siehe: Gleichung 3.5).

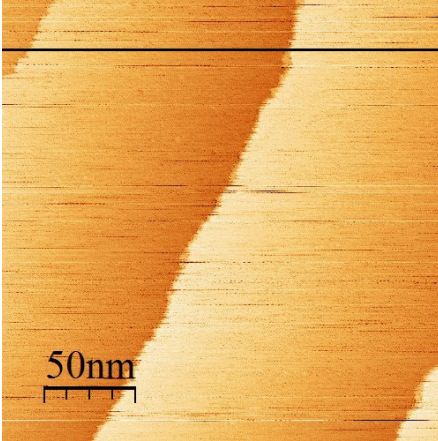
	1. Eigenfrequenz [kHz]	2. Eigenfrequenz [kHz]	3. Eigenfrequenz [kHz]
finiete Elemente	9,85	60,9	167,3
analytisch	9,85	61,7	172,9
$\lambda_i$ [25]	1,875	4,694	7,855

**Tab. 1:** Vergleich der mittels finiter Elemente berechneten ersten drei Eigenfrequenzen der STM-Spitze mit analytisch berechneten Eigenfrequenzen eines Zylinders

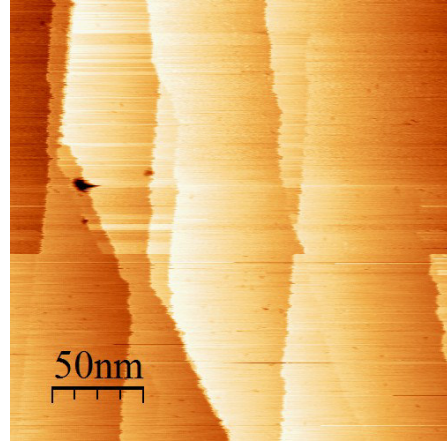
### 3.7. AFM-Scans mit einem Needlesensor unter 45 Grad

Nach dem zu meist theoretischen Teil und auch etwas spekulativen Ergebnissen aus vorigen Kapiteln, werden in diesem Abschnitt die Erfahrungen von AFM-Scans mit dem Needlesensor unter 45° zusammengefasst und analysiert. Das hier verwendete AFM ist ein umgebautes Einspitzen-KoalaDrive-STM, in welchem an Stelle der STM Spitze der Needlesensor als AFM Sensor angebracht wurde. Die Spitze wurde mittels Feldionenemission (siehe Kapitel: 2.1, Seite: 8) in der Schleusenkammer gereinigt. Dieser Prozess ist besonders wichtig, da es auch nach längeren Versuchen nicht möglich war Probenoberflächen mit einer nicht behandelten Spitze abzubilden. Die zu untersuchende Probe ist eine Si(111)-7x7 rekonstruierte Oberfläche, bei der sowohl die Stufenhöhe als auch die Größe der Einheitszelle gut bekannt ist (siehe Kapitel: 8.1, Seite: 66).

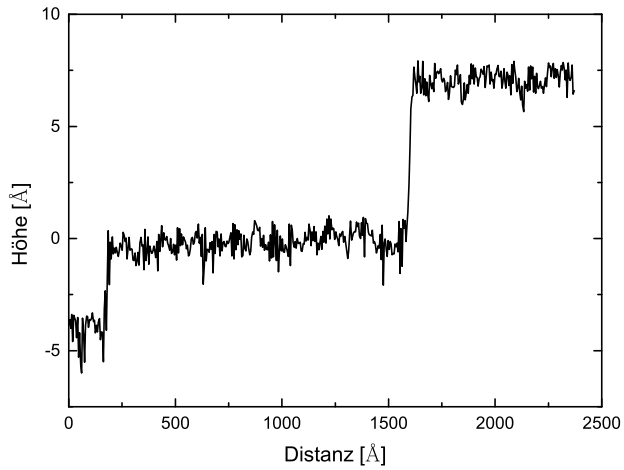
Als erste Erkenntnis bleibt festzuhalten, dass nicht jeder Sensor mit Spitze Resultate lieferte. Es konnte nur mit etwa 50% der produzierten Sensoren Stufenkanten der Silizium Oberfläche abgebildet werden. Nicht zu sagen ist, ob es sich hierbei um „Snap-to-Contact“ oder um das Schwingen der Spitze in der Resonanzfrequenz des Sensors, wie im vorigen Kapitel 3.6 besprochen, handelt. Auffallend war jedoch im Tunnelstromsignal ein alternierendes Signal/kein Signal verhalten, welches eher für „snap to contact“ spricht. Dieses Verhalten konnte beim Scannen mit einem Needlesensor, welcher senkrecht zur Probe stand, nicht beobachtet werden. Zudem fiel auf, dass das Abbilden einer Oberfläche unter 45° eine deutlich größere Herausforderung war als bei einem senkrecht zur Probe ausgerichteten Sensor. Abbildungen 19a und b zeigen die Topographie einer Si(111)-7x7 Oberfläche, welche mit einem Needlesensor unter 45° gescannt wurde. Auffällig ist, dass



(a) Oberfläche mit einem geringen Fehlschnitt,  $A=1 \text{ \AA}$ ,  $\Delta f=6,4 \text{ Hz}$ ,  $U_{Bias}=2,4 \text{ V}$



(b) Anhäufung von Stufenkanten,  $A=1 \text{ \AA}$ ,  $\Delta f=6,4 \text{ Hz}$ ,  $U_{Bias}=2,4 \text{ V}$



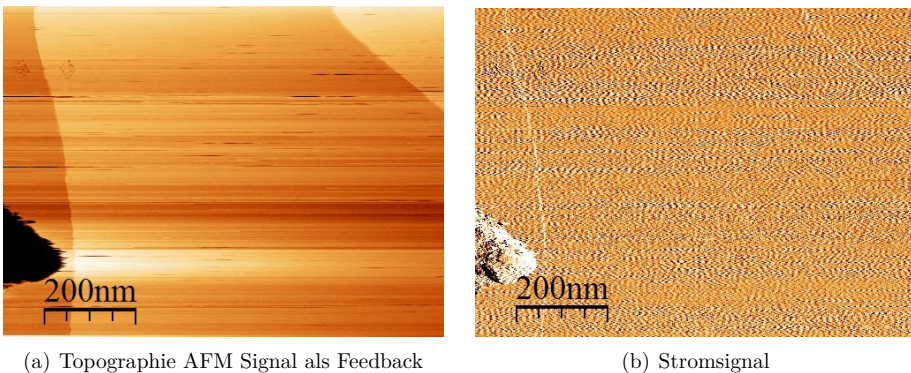
(c) Linienprofil der in (a) eingezeichneten Linie; Zu erkennen ist eine einfache und eine doppelte Stufenkante

**Abb. 19:** Abbildung der Topographie der Si(111)-7x7 Oberfläche mit Hilfe eines Needlesensors unter  $45^\circ$  zur Oberfläche.

das Rauschniveau relativ hoch ist und dass es während eines Scan zu mehreren Spitzenänderungen kommt. Gut zu erkennen ist dies an den Intensitätsänderungen in Scanrichtung. Dennoch können Stufenkanten gut sichtbar abgebildet werden. Auch das Abbilden von einer Anhäufung von Stufenkanten, wie in Abbildung 19b zu sehen ist, stellt kein Problem dar. Jedoch war es nicht möglich unter dieser Konfiguration atomare Auflösung zu erhalten, wo hingegen die „Cornerholes“ der Si(111)-7×7 Rekonstruktion bei senkrecht zur Oberfläche eingebautem Sensor bei idealen Bedingungen aufgelöst werden konnten. Dies muss jedoch nicht unbedingt an der parallelen Komponente der Schwingung zur Oberfläche liegen, da die Schwingungsamplitude kleiner als 1 Å ist. Vielmehr ist die Auflösung beim Rasterkraftmikroskop sehr viel sensibler von der Spitzegeometrie abhängig als beim Rastertunnelmikroskop. Der Einbau der Spitze unter einem Winkel von 45° sorgt nun dafür, dass in der Regel die Krümmung der Spitze, welche zur Oberfläche zeigt, abnimmt, wodurch eine Verschlechterung der Auflösung zu erwarten ist.

Da die AFM-Spitze durch den goldbeschichteten Needlesensor elektrisch kontaktiert ist, ist dieses Rasterkraftmikroskop vielseitig einsetzbar. Folgende Modi sind möglich:

- Rasterkraftmikroskopie
- Rastertunnelmikroskopie
- Simultanes Aufnehmen von Strom und Frequenzsignalen beim Scannen. Dabei können je nach Anwendung beide Signale als Feedbacksignal verwendet werden [26].
- Einspitzen Spektroskopie, wie z.B. I/z- oder I/V-Spektroskopie



**Abb. 20:** Topographie und Stromsignal beim Scannen der Si(111)-7×7 Oberfläche

Abbildung 20 zeigt sowohl die Topographie der Silizium Oberfläche (a), welche mit AFM-Feedback aufgenommen wurde, als auch das Stromsignal (b), welches simultan dazu gemessen wurde. Abbildung 20b zeigt, dass während des Scannens, außer an den Stufenkanten und an der Verunreinigung, kein messbarer Strom fließt. Dies ist zu erwarten, da

im Nichtkontaktmodus gescannt wurde und so nur kurzzeitig an den Stufenkanten, wenn das Feedback nicht schnell genug nachgeregelt hat, Kontakt entsteht.

Als Schlussfolgerung bleibt festzuhalten, dass Rasterkraftmikroskopie mit einem eingebauten Needlesensor unter  $45^\circ$  zur Probenoberfläche atomare Stufenkanten zwar auflösen kann, jedoch der Aufwand diese aufzulösen um einiges höher ist als bei einem senkrecht eingebauten Sensor. Da die Funktionsfähigkeit eines eingebauten Sensors nicht garantiert werden kann und Scans sehr zeitaufwendig sind, bedeutet dies, dass noch einiges an Optimierung geleistet werden muss, um ein Multispitzen-AFM mit mehreren Needlesensoren betreiben zu können.

## 4. Experimenteller Aufbau

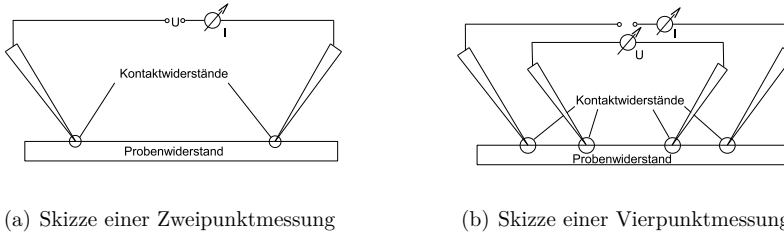
### 4.1. Das Multispitzen-STM

Ein Multispitzen-STM ist ein Messgerät, welches mehrere Rastertunnelmikroskope vereint. Verwendung findet es vor allem in der elektrischen Charakterisierung von Nanostrukturen, Oberflächen oder kleinsten Bauelementen. Um elektrische Widerstände ohne Kontaktwiderstände messen zu können, benötigt man vier Kontakte (siehe Kapitel: 4.1.1), sodass die Strom- und Spannungsmessung getrennt gemessen werden. Das in dieser Arbeit verwendete Multispitzen-STM besteht aus vier identischen STM-Einheiten (siehe Kapitel: 4.1.2), die jeweils für die Strommessung als auch zur Spannungsmessung verwendet werden können (siehe Kapitel 4.1.3). Alle vier Spitzen lassen sich unabhängig voneinander bewegen, wodurch eine individuelle Positionierung möglich ist. Jeder dieser STM-Einheiten erzielt beim Scannen atomare Auflösung, welches für eine atomar genaue Positionierung erforderlich ist.

#### 4.1.1. Vierpunktmethode

Um elektrische Eigenschaften, wie z.B. Widerstand oder Leitfähigkeit von elektrischen Bauteilen messen zu können, reicht es oft aus, dieses mit zwei Elektroden zu kontaktieren. Durch Messung des Stroms  $I$  bei angelegter Spannung  $U$  kann aus der bekannten Formel  $R = U/I$  der Widerstand bestimmt werden. Wichtig ist hier, dass mit dieser Messmethode auch die Kontaktwiderstände zwischen den Elektroden und dem zu vermessenden Bauelement gemessen werden (siehe Abbildung 21(a)). Sind diese Kontaktwiderstände klein im Vergleich zu dem zu bestimmenden Widerstand, so können diese vernachlässigt werden.

Kontaktiert man dagegen, wie in unserem Fall, Oberflächen oder Nanostrukturen mit einer STM-Spitze, so kann der Kontaktwiderstand in der Größenordnung von einigen  $M\Omega$  liegen. Somit wäre es mit der oben erwähnten Zweipunktmethode unmöglich Strukturen elektrisch zu vermessen, die in der Regel Widerstände von einigen  $k\Omega$  besitzen. Um die Messung unabhängig von den Kontaktwiderständen durchzuführen, benötigt man eine getrennte Strom- und Spannungsmessung (siehe Abbildung 21(b)). Hierfür werden vier Kontakte benötigt, was die Verwendung eines Vierspitzen-STMs motiviert. Üblicherweise wird mit den äußeren zwei Spitzen ein Strom in die Probe induziert. Dadurch entsteht in der Probe ein Spannungsgradient, welcher mit Hilfe der beiden inneren Spitzen stromlos gemessen wird. Dies kann mit Hilfe einer Kompensationsspannung oder, wie in Kapitel 4.1.3 beschrieben, mit der Hilfe von Spannungsfolgem gemessen werden. Der hierdurch gemessene Vierpunkt Widerstand  $R_{4P}$  hat in der Regel nicht den gleichen Wert wie der oben beschriebene Zweipunkt Widerstand  $R_{2P}$ . Die beiden Widerstände können jedoch analytisch ineinander umgerechnet werden.



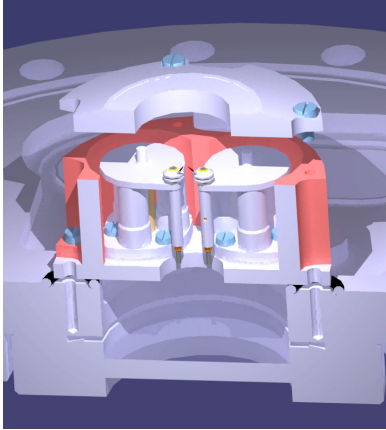
**Abb. 21:** Vergleich zwischen einer Zwei- und Vierpunktmessung

#### 4.1.2. Aufbau

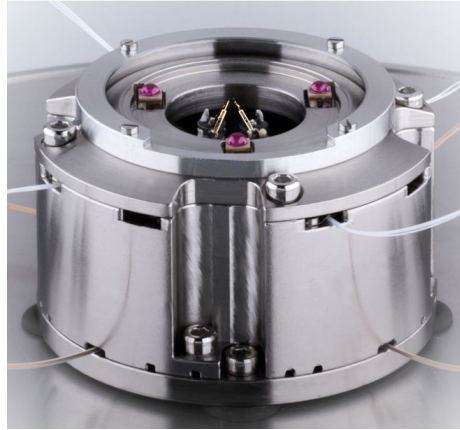
Das in dieser Arbeit verwendete Multispitzen-STM wurde am Peter-Grünberg-Institut 3 im Forschungszentrum Jülich entwickelt. Es besteht aus 4 STM-Einheiten. Diese STM-Einheiten sind identisch aufgebaut und im Winkel von  $90^\circ$  untereinander um eine Aussparung angebracht. Eine solche Einheit besteht aus drei segmentierten Röhrenpiezos, an dessen oberen Ende eine Rubinhalkugel angebracht ist. Auf diesen drei Halkugeln liegt ein Reiter, welcher sich durch die „Slip-Stick“-Methode horizontal bewegen lässt. Zudem ist eine Rotation des Reiters möglich. Der Anpressdruck des Reiters wird durch einen kleinen Permanentmagneten genau in der Mitte der drei Auflagepunkte realisiert. Am inneren Ende des Reiters ist der in Kapitel 2.1 beschriebene KoalaDrive mit STM-Spitze angebracht. Durch diese Anordnung wird die Grobpositionierung der Spitze in z-Richtung mit dem KoalaDrive und in x-, y-Richtung mit den drei Röhrenpiezos realisiert. Da die Röhrenpiezos auch zum eigentlichen Scannen genutzt werden, konnte die Einheit sehr kompakt gehalten werden (Durchmesser: 15 mm, Höhe: 20 mm). Dadurch kann eine hohe Stabilität und ein sehr kompaktes Multispitzen-STM realisiert werden. Der äußere Durchmesser des gesamten Multispitzen-STMs beträgt 50 mm. Die Aussparung in der Mitte dient zur optischen Kontrolle der vier STM-Spitzen, welche in einem Winkel von  $45^\circ$  zur Probe angebracht sind. Dies kann mit Hilfe eines Raster-Elektronen-Mikroskops (SEM) oder wie hier, einfach mit einem guten optischen Mikroskop verwirklicht werden. Abbildung 22 zeigt zum Einen einen Querschnitt und zum Anderen ein Foto des hier verwendeten Multispitzen-Rastertunnelmikroskops. Zur Kontaktierung von Nanostrukturen ist ein SEM erstrebenswert, da diese Strukturen mit dem optischen Mikroskop nicht aufgelöst werden können. Da in dieser Arbeit Oberflächen vermessen wurden, war nur die Positionierung der Spitzen zueinander wichtig und nicht der Ort auf der Probe, sodass ein optisches Mikroskop ausreichte. Die vier STM-Einheiten werden von einer Hülle umschlossen, welche eine Aussparung für die STM-Spitzen besitzt. Um diese Aussparung sind 3 Scher-Piezos mit Rubinhalkugeln angebracht die als Probenablage dienen. Hierdurch ist man in der Lage die gesamte Probe in x-, y-Richtung zu verfahren. Diese Funktion kann besonders hilfreich sein, wenn die Probe an einer anderen Stelle kontaktiert wird, jedoch die Spitzenanordnung unverändert bleiben soll. In diesem Fall muss nur die Probe



verfahren werden und die Spitzen müssten nicht komplett neu angeordnet werden, was eine große Zeitersparnis bedeutet.



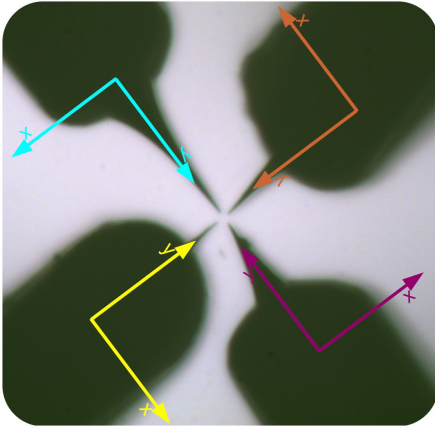
(a) Querschnitt durch das Multispitzen-Rastertunnelmikroskop; von unten ist das eingelassene Fenster zu sehen, durch welches die Spitzen beobachtet werden können



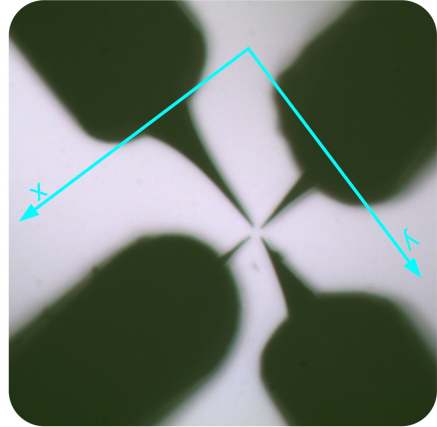
(b) Foto des Multispitzen-Rastertunnelmikroskops; hier mit zwei Needle-sensoren als Spitze zu sehen

**Abb. 22:** Das Multispitzen-Rastertunnelmikroskop

Der identische Aufbau der vier STM-Einheiten hat eine Besonderheit: Jede Spitze hat konstruktionsbedingt ein eigenes Koordinatensystem, welches in Abbildung 23(a) gezeigt wird. Zur Grobpositionierung hat dies keine Beeinträchtigung und die Spitzen lassen sich gut positionieren. Daher wurde dieses Multi-Koordinatensystem fürs positionieren der Spitzen beibehalten. Auch beim Scannen hätte dieses Multi-Koordinatensystem keine Nachteile, wenn man nicht überlappende Bilder mit mehreren Spitzen aufnehmen möchte. Wird diese Funktion genutzt, würden im Multi-Koordinatensystem alle Spitzen während des Scannens aufeinander zu fahren und sich im überlappenden Bereich berühren. Da dies unerwünscht ist, musste ein generelles Koordinatensystem definiert werden. Dieses ist gleich mit dem Koordinatensystem von Spitze 1. Alle anderen wurden um  $\pm 90^\circ$  bzw. um  $180^\circ$  gedreht (siehe Abbildung 23(b)), sodass alle Spitzen parallel Scannen und eine Berührung ausgeschlossen werden kann. Diese Drehung wird per Software realisiert und muss besonders beim Scannen von kleinen Strukturen beachtet werden, da die Positionierung der Spitze an einer anderen Stelle erfolgen muss, als wenn man sich im Multi-Koordinatensystem befände.



(a) Darstellung des Multi-Koordinatensystems aller vier Spitzen



(b) Darstellung des gemeinsamen Koordinatensystems beim Scannen

**Abb. 23:** Die verschiedenen Koordinatensysteme im Überblick

### 4.1.3. Messelektronik

#### 4.1.3.a. Elektronik des Strom-Spannungs-Verstärkers

Wie bereits in Kapitel 4.1.1 kurz erwähnt wurde, werden bei einer 4-Punkt-Messung zwei der vier Spitzen zur Strominjizierung und die anderen Beiden zur Spannungsmessung verwendet. Um eine möglichst hohe Flexibilität bezüglich der Messgeometrien zu haben und somit möglichst viele Proben auf unterschiedlichste elektrische Eigenschaften untersuchen zu können, wurden alle vier STM-Einheiten, wie in Kapitel 4.1.2 beschrieben gleich gehalten. Damit diese Eigenschaft aufrecht erhalten bleibt, musste die Elektronik für jede Spitze auch identisch sein. Dies bedeutet, dass eine Elektronik entwickelt werden musste, welche dem Anwender ermöglicht die Spitzen als Strommessspitze oder als Spannungsmessspitze zu definieren. Dafür wurde ein kommerziell erwerblicher Strom-Spannungs-Verstärker (FEMTO DLPCA-200) in eine Elektronik integriert, welche zwei Aufgaben hat (Schaltskizze: Abbildung 24, Schlatplan: im Anhang Abbildung ?? auf Seite VII + III).

1. Im Strommessmodus muss es möglich sein an jeder Spitze eine Spannung anzulegen. Im Gegensatz zu einem Einspitzen-STM kann man im Allgemeinen bei einem Multispitzen-STM keine Bias-Spannung an der Probe anlegen, da diese meistens massefrei sein muss. Daher wird das Gehäuse des Strom-Spannungs-Verstärkers auf die gewünschte Spannung hochgelegt, wodurch der Innenleiter am Eingang des

Strom-Spannungs-Verstärkers auf dieses Potential gehoben wird. Dieser Innenleiter ist direkt mit der Spitze verbunden, sodass die Spitze diese Spannung besitzt. Um Kapazitäten zu minimieren wird bis zur UHV-Kammer ein Triaxial-Kabel verwendet. Dabei ist die äußere Abschirmung auf Kammerpotential und die innere Abschirmung sowie der Innenleiter auf dem Potential der vorgegebenen Spannung. In der Kammer verbindet ein Koaxialkabel mit Außenleiter auf Biasspannung die Spitze mit der Durchführung.

2. Im Spannungsmessmodus wird der Strom-Spannungs-Verstärker von der Spitze durch ein bistabiles Relais getrennt. Das Signal wird mittels eines Operationsverstärkers an die Messelektronik weitergegeben. Der Operationsverstärker dient hier lediglich als Spannungsfolger und trennt hochohmig ( $10\text{T}\Omega$ ) die Spitze von dem Analog-Digital-Eingang der Messelektronik, damit das gemessene Potential stromlos gemessen werden kann. Zusätzlich wird auch hier zur Minimierung der Kapazitäten die innere Abschirmung des Triaxial-Kabels mittels eines Operationsverstärkers auf das gemessene Potential gelegt. Zur Messung kleiner Potentiale besteht optional die Möglichkeit per Jumper das gemessene Potential um den Faktor 100 zu verstärken. Diese Möglichkeit wurde in dieser Arbeit nicht genutzt.

Das Umschalten zwischen beiden Messmodi wird von der Software gesteuert, welche einen Schaltimpuls an das bistabile Relais gibt. Zudem kann der Verstärkungsfaktor des Strom-Spannungs-Verstärkers in Zehnerpotenzschritten von  $10^3$  bis  $10^9$  verändert werden. Auch dies wird von der Software gesteuert und ist nötig, da sich der Strom beim Tunnel und bei den 4-Punkt-Spektren deutlich unterscheidet. Tunnelströme sind meist kleiner als  $1\text{ nA}$ . Bei einem Vierpunktspektrum werden meist Ströme von  $0,1$  bis  $10\text{ }\mu\text{A}$  injiziert.

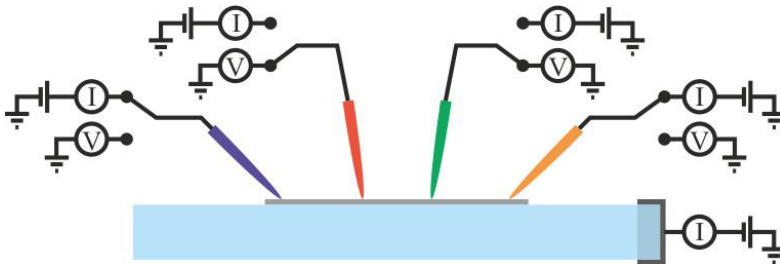


Abb. 24: Schaltskizze einer Vierpunktmessung [14]

#### 4.1.3.b. Messelektronik/Software

Zur Steuerung des Multispitzen-Rastertunnelmikroskops wird eine kommerziell erwerbliche Elektronik von Createc verwendet. Diese wurde für Vier-Spitzen-Rastertunnel-mikroskope entwickelt. Die Elektronik beinhaltet im wesentlichen 2 Analog-Digital-Digital-Analog Karten (ADDA Karten), welche je 6 DA-Ausgänge besitzen, die zur Steuerung jeweils zweier STM-Einheiten verwendet werden. Die DA-Ausgänge haben eine Auflösung von

20 Bit bei einer Frequenz von 50 – 200 kHz, welches bei  $\pm 10$  V eine Auflösung von  $19 \mu\text{V}$  entspricht. Berücksichtigt man, dass diese Signale 20-fach verstärkt an die Piezos gegeben werden, besitzt man eine Auflösung von etwa  $0,4 \text{ mV}$ . Die Piezokonstanten von den verwendeten Piezos sind für die x,y-Richtung  $90 \text{ \AA/V}$  und für die z-Richtung  $35 \text{ \AA/V}$ , welches zu einer maximal Auflösung in x,y-Richtung von  $0,03 \text{ \AA}$  und  $0,01 \text{ \AA}$  in z-Richtung führt. Die Auflösung der DA-Ausgänge ist daher nicht limitierend, sondern das Rauschlevel. Dieser liegt bei etwa  $1 \text{ mV}$  und somit 50 mal höher ist. Daher ist die Auflösung in x,y-Richtung auf  $1,5 \text{ \AA}$  und in z-Richtung auf  $0,5 \text{ \AA}$  begrenzt. Die DA-Signale gehen, wie bereits beschrieben, über einen 20-fach Hochspannungsverstärker und eine Switch-Box an die x,y- bzw. z-Kontakte der Piezos. Zusätzliche können die Signale, durch Umschalten in der Switch-Box, an die zwei Kontakte des KoalaDrive gegeben werden, sodass eine Grobpositionierung in z-Richtung der Spitze stattfindet. Des Weiteren besitzen die ADDA-Karten 4 AD-Eingänge mit einer 18 Bit Auflösung bei 40 – 250 kHz. Diese sind an die im Kapitel 4.1.3.a beschriebene Strom-Spannungs-Verstärker-Elektronik angeschlossen, sodass simultan Ströme bzw. Spannungen aller Spitzen aufgezeichnet werden können. Auch hier liegt die Auflösung von  $76 \mu\text{V}$  deutlich unter dem Rauschlevel von etwa  $1 \text{ mV}$  und ist daher ausreichend groß.

Zur Vorgabe der Spitzenspannungen werden noch weitere 4 DA-Ausgänge benötigt. Dies wird durch ein weiteres sogenanntes Bias-Board, welches eine Auflösung von 16 Bit bei einer Frequenz von 40 kHz, realisiert. Die Ein- bzw. Ausgänge werden von einem DSP-Board gesteuert, das zusätzlich 32 Digitale Ein- und Ausgänge (DIO) besitzt. Diese werden verwendet, um per Software die Verstärkung der Strom-Spannungs-Verstärker einzustellen und zwischen Strom und Spannungsmessung zu schalten. Eine Tabelle der DIO Funktionen befindet sich im Anhang Tabelle 6 auf Seite I. Da dieses Board nicht genügend Strom über die DIOs liefert um mehrere Relais gleichzeitig zu schalten wurde DIO-Verstärkerplatine designet. Dies wird im Folgenden beschrieben.

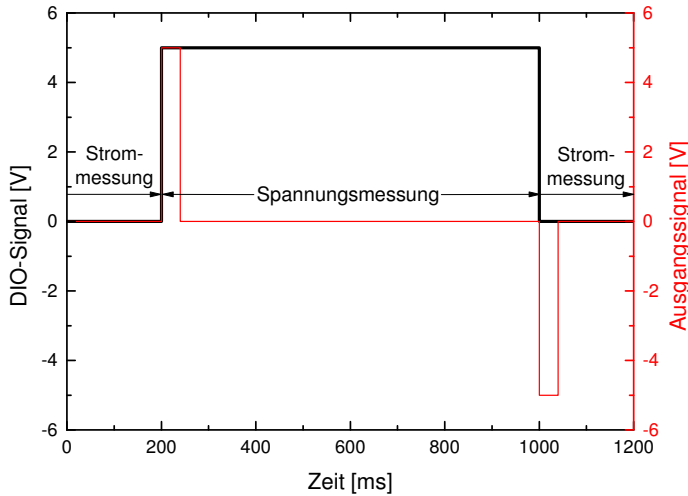
#### 4.1.4. DIO-Verstärkerplatine

Wie bereits beschrieben, besitzen die DIOs des DSP-Boards nicht genügend Leistung um gleichzeitig mehrere Relais schalten zu können. Zudem ist das verwendete Relais in der Strom-Spannungs-Verstärker-Elektronik ein bistabiles, sodass 2 DIOs verwendet werden müssten um dieses Schalten zu können. Daher hat die von Richard Spiegelberg mitentwickelte DIO-Verstärkerplatine nicht nur die Aufgabe die Leistung der DIOs zu erhöhen, sondern auch das Schalten des Relais mit einem DIO zu ermöglichen. Dies wurde wie folgt realisiert. Wird der entsprechende DIO von low (0 V) auf high (5 V) gesetzt so wird diese Aufwärtsflanke registriert und ein 5 V Puls von einigen Millisekunden an einen der beiden Relaiskontakte angelegt. Dies bewirkt ein Schalten der Elektronik von Strommessung auf Spannungsmessung. Wird der DIO auf low zurückgesetzt so wird diese Abwärtsflanke registriert und ein 5 V Puls von einigen Millisekunden an den anderen Relaiskontakt gegeben. So schaltet die Elektronik zurück in den Strommessmodus. Abbildung 25 zeigt die Funktionsweise dieser DIO-Verstärkerplatine. Ein Schaltplan der Platine ist in den

Anlagen Abbildungen 82 und 83 auf den Seiten IV bis VII zu finden.

Dies Implementierung der DIO-Verstärkerplatine bietet daher drei fundamentale Vorteile:

1. Gleichzeitiges Schalten der Strom-Spannungs-Verstärker-Elektronik
2. Zum Schalten der Elektronik zwischen Strom und Spannungsmessung muss nur ein DIO verwendet werden
3. Das Relais ist während der Messung spannungsfrei, da nur zum Schalten eine Spannung angelegt werden muss. Daher konnte das Rauschlevel verringert werden.



**Abb. 25:** Funktionsweise der DIO-Verstärkerplatine beim Schalten der Strom-Spannungs-Verstärker-Elektronik zwischen Strom und Spannungsmessung

## 4.2. Das Multispitzen-STM unter Umgebungsbedingungen

Das im Kapitel 4.1.2 beschriebene Multispitzen-STM wurde zu Beginn dieser Dissertation fertiggestellt und wurde daher in Kombination mit der neuen Elektronik an Luft getestet. Die Messungen an Luft führten zu viel Zeitersparnis, da auftretende Probleme schnell behoben werden konnten. Zur Positionierung der Spitzen wurde auch hier schon

das in Kapitel 4.1.2 beschriebene optische Mikroskop verwendet. Da zu diesem Zeitpunkt ein Einbau des Rastertunnelmikroskops in eine UHV-Kammer bereits feststand, sollte der Aufwand zur Schwingungsdämpfung möglichst gering gehalten werden. Daher wurde das Multispitzen-STM auf einem Tisch befestigt und im damaligen frei zur Verfügung stehenden schwingungsgedämpften Raum aufgestellt. Dieser besteht aus einem 100 Tonnen schweren Fundament, welches auf pneumatischen Füßen aufliegt und so eine sehr niedrige Eigenfrequenz aufweist. Zudem schirmt der Raum elektromagnetische Strahlung ab, sodass das zu testende Multispitzen-STM nicht zusätzlich abgeschirmt werden musste. In diesem Aufbau konnten vor allem die STM-Eigenschaften wie Drift, Creep, Noise und die generelle Funktionalität überprüft und getestet werden. Die aus diesem Versuchsaufbau stammenden Ergebnisse werden in Kapitel 6 vorgestellt und analysiert.

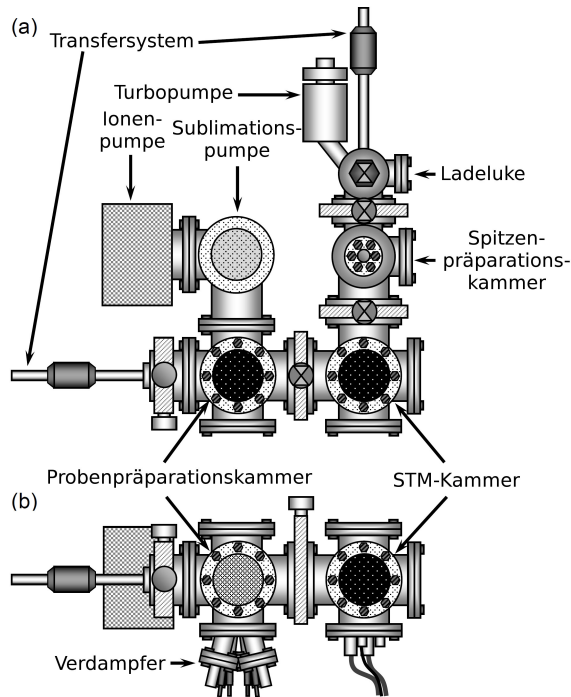
### 4.3. Ultrahochvakuumanlage

Die Untersuchung und Präparation von Oberflächen benötigt in der Regel eine Vakuumanlage, weil eine Kontamination der Oberfläche bzw. eine Reaktion dieser, mit beispielsweise Sauerstoff, eine saubere Oberfläche verhindern würde. Um möglichst reine und defektfreie Bauelemente produzieren zu können verwendet man **Ultra-Hoch-Vakuum-Anlagen** (UHV-Anlagen). Man spricht von einem Ultrahochvakuum wenn der Druck zwischen  $10^{-7}$  und  $10^{-12}$  mbar liegt. Bei diesen Bedingungen befinden sich  $10^9$  bis  $10^4$  Moleküle in einem Kubikzentimeter, sodass sich die mittlere freie Weglänge von 68 nm bei Normaldruck auf 1 bis  $10^5$  km vergrößert.

In dieser Arbeit sollte vor allem die Si(111)- $7\times 7$  Rekonstruktion auf ihre Oberflächenleitfähigkeit untersucht werden. Zur Herstellung dieser, welche in Kapitel 8.1.1 erklärt wird, benötigt man eine Ultrahochvakuumanlage, in der maximal ein Druck von  $10^{-9}$  mbar herrschen darf. Zudem ist die rekonstruierte Oberfläche sehr reaktiv, was zusätzlich ein gutes Vakuum während der gesamten Messung erfordert. Hierzu wurde das Multi-Spitzen-STM an eine bestehende STM-Anlage angebracht. Der Vollständigkeit sei hier erwähnt, dass es sich bei dem Multi-Spitzen-STM um ein nahezu baugleiches Nachfolgemodell handelt, welches in die UHV-Anlage eingebaut wurde. Dies hatte lediglich logistische Gründe, da das an Luft getestete STM kurzfristig in einer anderen Anlage benötigt wurde. Zum Einbau des neuen Multi-Spitzen-Rastertunnelmikroskops wurde das bestehende Einspitzen-Beatle-STM durch das neue Multi-Spitzen-STM an gleicher Stelle ersetzt. Dabei stellt zunächst die geringe Größe des neuen Multi-Spitzen-Rastertunnelmikroskops die größte Herausforderung dar. Da das alte STM um einiges Höher war, konnte das neue STM nicht mit den Manipulatoren erreicht werden. Daher wurde ein neues Transfersystem designet, welches in Abschnitt 4.4 beschrieben wird. Auch der Probenhalter musste so an das alte System angepasst werden, wobei möglichst wenig an der bestehenden Anlage verändert werden sollte. Auch dies ist in Abschnitt 4.4 nachzulesen.

Der Aufbau der bestehenden UHV-Anlage ist in Abbildung 26 skizziert. Diese besteht im wesentlichen aus drei Teilen.

1. Der Schleusenbereich bestehend aus der Ladeluke mit angeschlossener Spitzenpräpa-



**Abb. 26:** Aufbau der UHV-Kammer [27]

rationskammer. Hierdurch können neue Proben in die Kammer eingeschleust werden ohne das Hauptvakuum zu brechen. Leider können die Spitzen des Multi-Spitzen-STMs noch nicht im Vakuum ausgetauscht werden, sodass die Spitzenpräparationskammer hier nicht beschrieben wird. Diese Funktion steht bereits in Planung damit die Spitzen im UHV präpariert werden können und das Hauptvakuum beim Austausch nicht gebrochen werden muss.

2. Die STM-Kammern in der sich das Multi-Spitzen-STM befindet und die eigentlichen Messungen stattfinden.
3. Die Probenpräparationskammer in der die Silizium Proben gereinigt und präpariert werden. An dieser Kammer sind vier Verdampfer angeschlossen, wobei in dieser Arbeit nur der Bismutverdampfer genutzt wurde.

All diese Teile können durch Schiebeventile voneinander getrennt werden. Zum Pumpen der Kammern ist ein Pumpsystem angeschlossen. Dieses besteht aus zwei Ionengetterpumpen, einer Titan-Sublimationspumpe und einer Turbopumpe. Die Turbopumpe dient dabei lediglich zum Abpumpen der Ladeluke oder Abpumpen von Kammerbereichen nach dem Belüften und anschließendem Ausheizen. Ist ein Druck von etwa  $10^{-10}$  mbar in der

STM- und Probenpräparationskammer bzw. ein Druck von  $10^{-7}$  mbar im Schleusensystem erreicht wird die Anlage vibrationsfrei mit den beiden Ionengetterpumpen gepumpt.

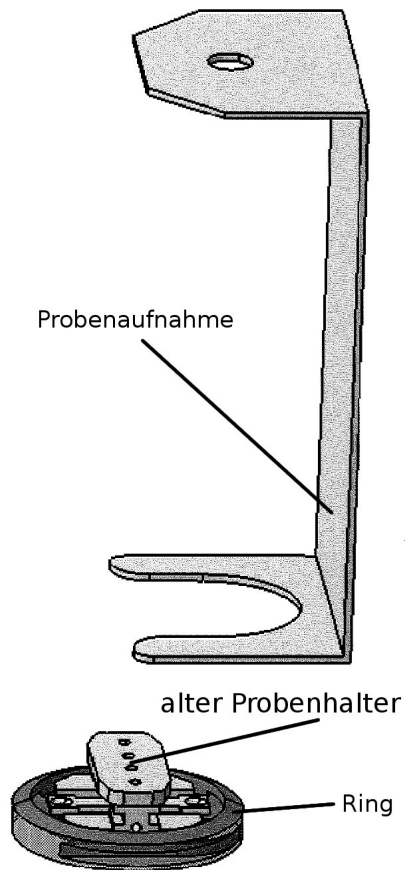
Abschließend sei noch die Lagerung der gesamten Anlage auf vier pneumatisch gedämpften Füßen erwähnt, welche die Übertragung von äußeren Schwingungen auf das STM minimieren soll.

#### 4.4. Das Probentransfersystem mit angepasstem Probenhalter

Wie bereits im vorigen Abschnitt 4.3 beschrieben, kann das neue (viel kleinere) Multispitzen-STM nicht mit dem bestehenden Manipulatorsystem erreicht werden. Aus diesem Grund wurde ein weiterer Manipulator über dem STM angebracht, welcher als eine Art Aufzug dient. Hierin kann die Probe vom Manipulator aus der Probenpräparationskammer übergeben werden. Der zusätzlich eingebaute Manipulator kann neben der 150 mm Verstellung in z-Richtung, jeweils 25 mm in x-, y-Richtung verstellt werden. Dies ermöglicht eine genaue Positionierung der Probe auf dem STM. Eine Zeichnung der Probenaufnahme ist in Abbildung 27 gezeigt. Zudem kann über diesen Manipulator die Probe, mittels eines Kontaktes, elektrisch kontaktiert werden. Das ermöglicht das Tunneln mit den vier STM-Spitzen, da die Probe potentialfrei auf dem STM-liegt und so kein Tunneln möglich wäre. Zudem kann eine Probenspannung angelegt werden.

Des Weiteren musste der Probenhalter modifiziert werden. Das Multispitzen-STM wurde so designt, dass eine runde Form des Probenhalters optimal wäre. Da die alten Probenhalter auf das bestehende Transfersystem passten, wurde der bestehende Probenhalter, wie in Abbildung 27 zu sehen, wie folgt angepasst. An dem bestehenden Probenhalter wurde ein Ring, welcher nicht in Kontakt mit den beiden Probenkontakten steht, angebracht. Dadurch kann die Probe weiterhin im Manipulator durch die zwei Kontakte mittels direkter Stromheizung geheizt werden. Zudem ist das Ablegen der Probe auf dem Multispitzen-STM möglich. Die vielen Experimente zeigten eine sehr hohe Zuverlässigkeit dieses Systems. Der einzige Nachteil im modifiziertem Probenhalter besteht in der größeren Masse. Beim Heizen der Probe und somit auch erhitzen des gesamten Probenhalters wird eine längere Abkühlzeit von 2 Stunden benötigt, bis die Drift der Probe das Tunneln über eine Messreihe hinweg zulässt ohne die Spitze mittels KoalaDrive zurückzuziehen. Die Abkühldauer des alten Probenhalters war in etwa die Hälfte.





**Abb. 27:** Zeichnung des neuen Probentransfersystems und des durch einen Ring angepassten Probenhalters

---

## 5. Charakterisierung des neuen Multispitzen-STM an Luft

Wie bereits in Kapitel 4.2 beschrieben, wurde das neue Multispitzen-STM zunächst aus Testzwecken an Luft betrieben. Hier sollten die Funktionalität erprobt und die Eigenschaften des Rastertunnelmikroskops bestimmt werden. Diese Kerneigenschaften jedes Rastertunnelmikroskops sind die Piezokonstanten, die thermische Drift und das Rauschen, welches sich aus elektrischem Rauschen und Übertragung von Bodenschwingungen zusammensetzt. Diese Eigenschaften werden in diesem Kapitel näher beschrieben.

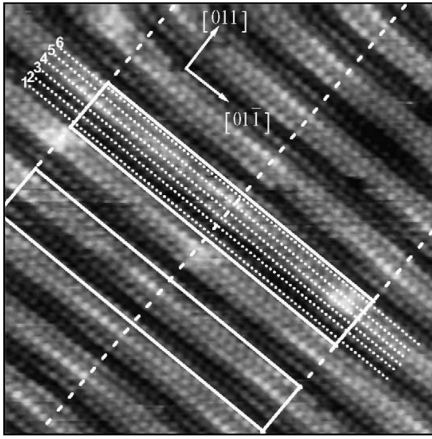
### 5.1. Kalibrierung der Piezokonstanten

Die Kalibrierung der Piezokonstanten ist die wichtigste Messung, um die Eigenschaften eines neuen Rastertunnelmikroskops zu bestimmen. Ohne die Kenntnis über die Piezokonstanten, ist auch keine Aussage über die Drift oder das Rauschen möglich. Zudem kann die Größe aufgenommener Objekte nicht bestimmt werden. Zur Kalibrierung der Piezokonstanten benötigt man eine bekannte Oberfläche. Da die Messungen an Luft stattfanden, musste eine Probe verwendet werden, welche an Luft schlecht oxidiert und gereinigt werden kann. Daher fiel die Wahl auf einen Platin(100) Bead-Kristall, welcher am Peter-Grünberg-Institut 3 des Forschungszentrum Jülich hergestellt wird [28]. Dieser wurde mit einem Bunsenbrenner in einer Stickstoffatmosphäre weißglühend auf mehr als 1300°C erhitzt. Hierdurch wurde die Oxidschicht sowie Kontaminationen entfernt. Danach wurde er mehrmals in destilliertem Wasser abgekühlt und gereinigt, sodass zusätzlich wasserlösliche Verunreinigungen entfernt werden konnten. Bei dieser Reinigungsprozedur entsteht eine Platin (100) Rekonstruktion, welche in STM-Aufnahmen als Kalibrierung der Piezokonstanten genutzt wurde.

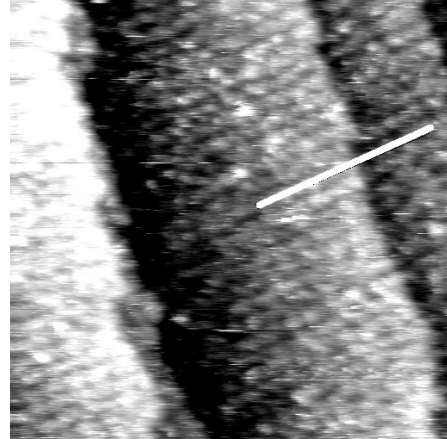
Die Platin(100) Rekonstruktion ist eine entlang der  $[011]$ -Richtung periodische Rekonstruktion, welche Linien entlang der  $[01\bar{1}]$ -Richtung aufweist [29]. Die periodische Struktur besteht aus 6 atomaren Reihen, die in Abbildung 28(a) zu sehen sind. Der Abstand dieser Reihen zueinander beträgt 1,4 Å. Diese Reihen konnten nicht mit dem Multispitzen-STM aufgelöst werden. Dennoch ist die periodische Struktur aus 6 atomaren Reihen in Abbildung 28(b) gut zu erkennen. Daher war eine gute Kalibrierung der Piezokonstanten für die x-, y-Richtung möglich. Zudem konnten atomare Stufenkanten der Platin(100)-Oberfläche aufgelöst werden, die eine Höhe von 1,96 Å besitzen. Abbildung 28(c) zeigt ein Linienprofil von einer solchen Stufenkante. Hierdurch war es möglich auch die z-Piezokonstante des Rastertunnelmikroskops zu bestimmen.

Die hieraus bestimmten Piezokonstanten sind für die x-,y-Richtung 135 Å/V und für die z-Richtung 25 Å/V. Diese Kalibrierung wurde mit allen vier Spitzen durchgeführt. Da die benutzten Piezo identisch sind und da der Aufbau der vier STM-Einheiten ebenfalls identisch ist wurden im Bereich der Messgenauigkeit die gleichen Piezokonstanten gemessen.

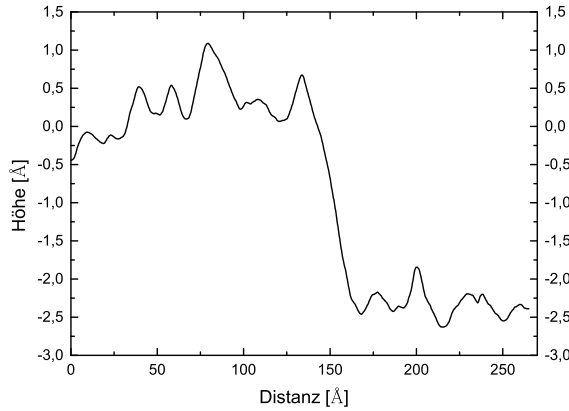
Die Größe der Piezokonstante lässt somit einen maximalen Scanbereich jeder Spitze von  $5,4 \times 5,4 \mu\text{m}^2$  zu. Der maximale z-Hub liegt bei einem Mikrometer.



(a) STM-Aufnahme der Pt(100)-Rekonstruktion. Bildausschnitt:  $100 \times 100 \text{ \AA}^2$  [29]



(b) STM-Aufnahme der Pt(100)-Oberfläche zur Kalibrierung der Piezoskonstanten  $350 \times 350 \text{ \AA}^2$



(c) Linienprofil der in Abbildung 28(b) eingezeichneten Linie

**Abb. 28:** (a) Atomar aufgelöste Pt(100)-Rekonstruktion [29]; (b) Bestmögliche Auflösung der Pt(100)-Rekonstruktion an Luft; (c) Linienprofil einer Stufenkante

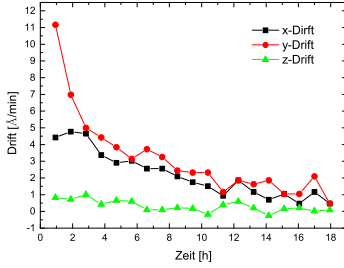
## 5.2. Driftmessung über 12 Stunden an Luft

Nach Bestimmung der Piezokonstanten wird in diesem Kapitel die Drift des Multispitzen-Rastertunnelmikroskops bestimmt. Dabei muss zwischen der Drift und Creep unterschieden werden. Creep zu deutsch Schleichen entsteht, wenn der Piezo ausgelenkt wird und an dieser Stelle verhärtet. Dann „schleicht“ der Piezo für eine bestimmte Zeit nach, wodurch sich die Endauslenkung vergrößert. Die Drift ist dagegen ein langsames Driften durch Temperaturänderungen oder intrinsische Eigenschaften des Rastertunnelmikroskops. Diese sollten, wenn möglich, möglichst klein ausfallen um die Spitze stabil über einer bestimmten Stelle positionieren zu können. Besonders in der Multispitzen-Rastertunnelmikroskopie ist diese Eigenschaft von großer Bedeutung, da die Positionierung aller Spitzen meist längere Zeit benötigt und man sicher stellen muss, dass eine bereits positionierte Spitze über der Kontaktstelle bleibt.

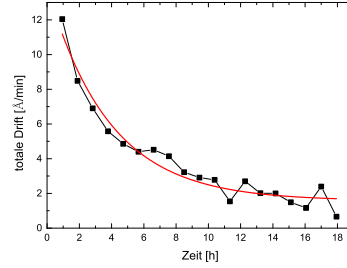
Die Drifteigenschaften des Mikroskops wurde in einer Messreihe von ca. 18 Stunden bestimmt. Hierzu wurde jeweils alle 56:40 Minuten die Oberfläche abgerastert und danach die Verschiebung markanter Merkmale in den Bildern analysiert. Dabei wurde nach einem Scan direkt mit einem Neuen begonnen. Zur Bestimmung der z-Drift wurde ein Linienprofil durch einen markanten Punkt gelegt und so die absolute Feedbackspannung ermittelt. Leider waren knapp 18 Stunden auch die maximale Zeit in der Bilder von der Platinprobe aufgenommen werden konnten, da sich die Bilder mit jedem Scan leicht verschlechterten. Dies liegt mit hoher Wahrscheinlichkeit an den Umgebungsbedingungen. Die Oxidation der Platinprobe führt schließlich zu solch schlechten Bildern, dass eine Bestimmung der Merkmale nicht mehr möglich war. Dennoch konvergierte in diesem Zeitraum die Drift, sodass eine längere Messreihe nicht nötig war.

In Abbildung 29(a) ist die Drift der einzelnen Koordinaten gegen die Zeit aufgetragen. Da die Spitze kurz vor dem ersten Scan in y-Richtung verschoben wurde, ist die Drift in y-Richtung anfangs deutlich größer. Nach etwa 3 Stunden ist die Drift in x- und y-Richtung etwa gleich groß. Im weiteren Verlauf liegt die y-Drift immer leicht über der Drift in x-Richtung. Dagegen ist die Drift in z-Richtung deutlich geringer. Dies lässt sich unter anderem mit dem Aufbau erklären. Die Piezokonstante in z-Richtung ist, wie in Kapitel 5.1 beschrieben, etwa um den Faktor 5 kleiner als die Piezokonstanten der horizontalen Richtungen. Um fast exakt diesen Faktor ist die z-Drift kleiner als die Drift in x-Richtung. Leider sind die STM-Bilder von der Platinoberfläche nach einigen Stunden sehr schlecht, sodass die Bestimmung der z-Position der Spitze mit der Zeit immer schwieriger wurde. Aber auch in den horizontalen Richtungen wurde es nach einiger Zeit schwieriger die Position der Spitze an markanten Strukturen erkennen zu können. Einen Ausschnitt aus der aufgenommen Bilderserie zu Bestimmung der Drift ist in Abbildung 30 zu sehen. Die rot eingekreiste Stelle markiert das markante Merkmal, an dem sich während der Driftmessung orientiert wurde. Abbildung 29(b) zeigt die totale Drift welche wie folgt berechnet wurde:

$$\text{Drift}_{\text{total}} = \sqrt{\text{Drift}_x^2 + \text{Drift}_y^2 + \text{Drift}_z^2} \quad (5.1)$$

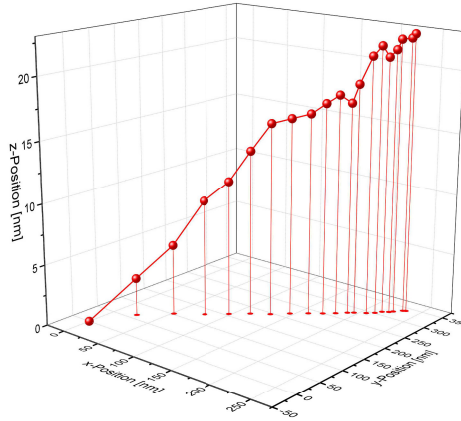


(a) Separate Betrachtung der Drift der 3 Raumrichtungen



(b) totale Drift

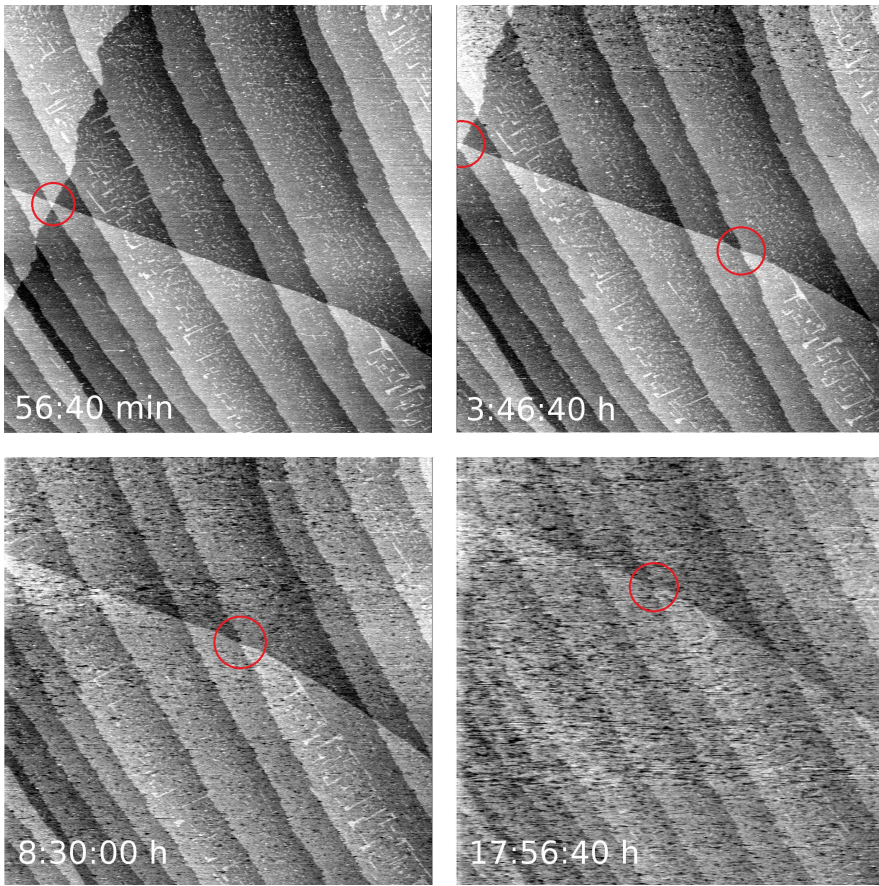
Fitfunktion:  $v(t) = v_0 \cdot e^{-t/\tau} + v_\infty$  mit  $v_0 = 12 \text{ Å/min}$ ;  $\tau = 3,9 \text{ Std}$ ;  $v_\infty = 1,6 \text{ Å/min}$



(c) Position der Spitze über 18 Stunden. Zwischen jedem Punkt liegen 56:40 Minuten

**Abb. 29:** Überblick der gemessenen Daten zur Bestimmung der Drift einer STM-Einheit.

Hierbei kann das exponentielle Verringern der Drift gut nachgewiesen werden. Des Weiteren wird sich nach einem Tag eine totale Drift von etwa  $1,6 \text{ Å/min}$  einstellen. Mit einer totalen Drift von weniger als  $4 \text{ Å/min}$  kann dagegen bereits nach 6 bis 8 Stunden gerechnet werden. Dies sind für ein Multispitzen-STM sehr gute Werte wenn man bedenkt, dass an Luft und bei ca.  $300 \text{ K}$  gemessen wurde. Vergleicht man diese Werte mit einem Einspitzen-KoalaDrive-STM so liegt die Drift des Multispitzen-STM's etwa 3 bis 4 mal höher [30]. Vergleicht man den Wert mit einer Omicron VT SPM Anlage, so hat dieses Einspitzen-STM mit  $1,5 \text{ Å/min}$  eine vergleichbare Drift [30]. Abbildung 29(c) zeigt



**Abb. 30:** Ausschnitt der von 4 STM-Bildern aus der Driftmessungsserie; Bildgröße jeweils  $675\text{ nm} \times 675\text{ nm}$

die dreidimensionale Bewegung der Spitze innerhalb der 18 Stunden. Dabei symbolisiert jeder Punkt einem aufgenommenen STM-Bild, welche in einem Abstand von 56:40 Minuten aufgenommen wurden. Die x,y-Ebene symbolisiert hierbei die Probe. Hieraus erkennt man, dass sich die Spitze langsam von der Probe entfernt, welches aus Sicherheitsgründen wünschenswert ist, da so ein Kontakt zwischen Spitze und Probe auch auf lange Zeit verhindert wird. Nach etwa 18 Stunden hat sich die STM-Spitze um ca.  $22,5\text{ nm}$  von der Oberfläche entfernt und hat sich ca.  $250\text{ nm}$  bzw.  $350\text{ nm}$  in x-,y-Richtung bewegt.

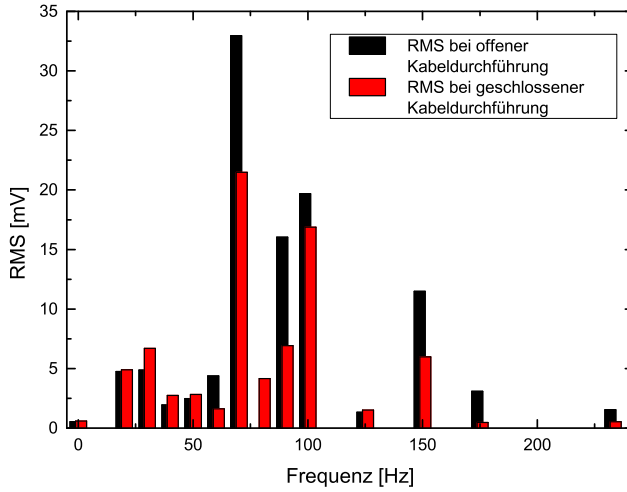
Spätere Messungen im UHV haben ähnliche Drifteigenschaften ergeben. Dies lässt darauf schließen, dass lediglich die Temperatur und nicht der Druck für die Drift verantwortlich ist.

### 5.3. Elektrisches Rauschen und akustische Ankopplung der STM-Anlage an Luft

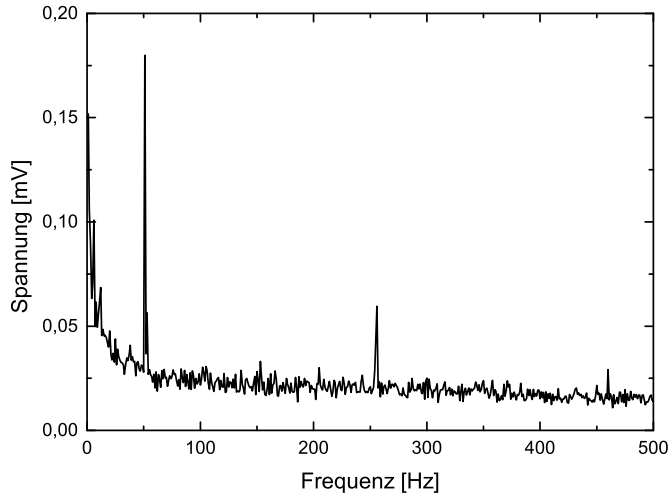
Weiter Größen zur Charakterisierung eines Rastertunnelmikroskops ist zum Einen das elektrische Rauschen der gesamten Elektronik und zum Anderen die Stabilität bzgl. äußeren Schwingungen, was sich durch ein Rauschen von  $z$  ausdrückt. Das  $z$ -Rauschen kann verschiedene Ursachen haben. Zum Einen durch eine schlechte Entkopplung des Rastertunnelmikroskops von Bodenschwingungen oder akustischem Schall. Zum Anderen elektrische Schwingungen. Experimentell zeigte sich, dass Bodenschwingungen vernachlässigt werden können, da die geringe Eigenfrequenz des Raumes (etwa 3 Hz) und die hohe Eigenfrequenz des Rastertunnelmikroskops ( $>1$  kHz) die Übertragung von Bodenschwingungen nahezu verhindert. Dagegen musste der akustische Schall stark berücksichtigt werden, da sich das STM an Luft befand und somit akustischem Schall direkt ausgesetzt war. Daher war es von entscheidender Bedeutung unter geringer Lärmbelastung Messungen durchzuführen. Zudem wurden die Frequenzen, welche eine Stehende Welle in der Kammer bilden können verstärkt. Abbildung 31(a) zeigt die akustische Auswirkung verschiedener Frequenzen beim Tunneln. Hierfür wurden zwei Lautsprecher im Wartungsschacht außerhalb der gedämpften Räume aufgestellt. Mittels eines Sinusgenerators und einem Audioverstärker wurde der Raum mit verschiedenen Frequenzen akustisch angeregt. Die Auswirkungen auf das STM wurden wie folgt untersucht. Eine Spitze befand sich über die Dauer der Messung in Tunnelkontakt mit der bereits erwähnten Platinprobe. Dann wurde ein Ton einer bestimmten Frequenz erzeugt und zeitgleich ein Spektrum des Tunnelstroms aufgenommen. Dabei ist die Intensität des Peaks eine Aussage über die Kopplung des außen erzeugten Tons mit dem STM. In Abbildung 31 wurde das quadratische Mittel (Effektivwert, engl. **RootMeanSquare**(RMS)) des gemessenen Tunnelstromspektrums in mV gegen die Anregungsfrequenz aufgetragen. Dabei ist 1 V äquivalent zu 1 nA, da der in Kapitel 4.1.3.a auf Seite 37 beschriebene Strom-Spannungs-Verstärker den Strom mit einem Verstärkungsfaktor von  $10^9$  in eine Spannung umgewandelt hat. Der Balken für 0 Hz steht für das Rauschen ohne akustische Anregung und besteht somit lediglich aus elektrischem Rauschen. Beim Betrachten des Diagramms fallen gleich mehrere Probleme auf. Alle hier gemessenen Spektren mit akustischen Anregungsfrequenzen bis 150 Hz, haben ein deutlich höheres Rauschen als das elektrische Rauschniveau. Deutlich sichtbar ist auch der Einfluss der offenen bzw. geschlossenen Kabeldurchführung. Jedoch ist der Effekt bei geschlossener Kabeldurchführung noch deutlich sichtbar und die akustische Isolierung unzureichend. Des Weiteren fallen drei Frequenzen auf, welche direkt mit der Geometrie des Raumes verbunden sind. Diese sind 70, 90 und 100 Hz, die deutlich höher als die anderen Balken sind. Zudem ist die 150 Hz Ankopplung in etwa zweimal 70 Hz auch deutlich stärker. Aus Gleichung 5.2 lässt sich die Wellenlänge bestimmen.

$$\lambda = \frac{c}{f}; \text{ mit } c = 343 \text{ m/s} \quad (5.2)$$

Die hieraus bestimmten Wellenlängen stimmen exakt mit den Dimensionen des Raumes



(a) Einfluss von akustischem Lärm auf das STM



(b) Tunnelstromspektrum ohne akustische Anregung

**Abb. 31:** Vergleich zwischen akustischem Lärm (a) und elektrischem Rauschen (b). 1 V entspricht einem Strom von 1 nA



über ein. 70 Hz entsprechen einer Wellenlänge von 4,90 m, welches mit der Raumlänge übereinstimmt. Die Breite von 3,80 m und die Höhe von 3,40 m des Raums entsprechen jeweils den Wellenlängen der beiden anderen Frequenzen. Nach dieser Erkenntnis musste die akustische Übertragung von Schall in den Raum überarbeitet werden, welches jedoch kein Thema dieser Arbeit ist.

Des Weiteren wurde das elektrische Rauschen des Tunnelstroms untersucht. Wie in Abbildung 31(b) zu sehen ist, ist das Basisrauschlevel bei etwa  $25 \mu\text{V}$  was einem Strom von 25 fA entspricht, welches überaus gut für ein STM an Luft bei Raumtemperatur ist. Auffällig ist der 50 Hz Peak mit einer Intensität von 0,18 mV; einem Strom von 0,18 pA. Dieses Rauschen kommt vor allem von den AD-Konvertern der ADDA-Karten bzw. von deren Spannungsversorgung. Dieses ist jedoch vernachlässigbar klein, da der Tunnelstromsollwert bei etwa 0,1 nA liegt. Das Rauschen der DA-Konverter liegt dagegen bei etwa 1 mV und führt zu Grenzen in der Auflösung, da 1 mV bei einer Piezokonstanten von  $135 \text{ \AA}/\text{V}$  und einer Spannungsverstärkung von 20 für ein Positionsrauschen von etwa  $3 \text{ \AA}$  und einem Rauschen in z-Richtung von  $0,5 \text{ \AA}$  sorgt.

Zusammenfassend bleibt festzuhalten, dass die Leistungsfähigkeit des neuen Multispitzen-STM bereits an Luft sehr gut ist. Lediglich die akustische Ankopplung ist kritisch und erfordert eine ruhige Umgebung.

---

## 6. Widerstandbestimmung mit dem Multispitzen-STM an Luft

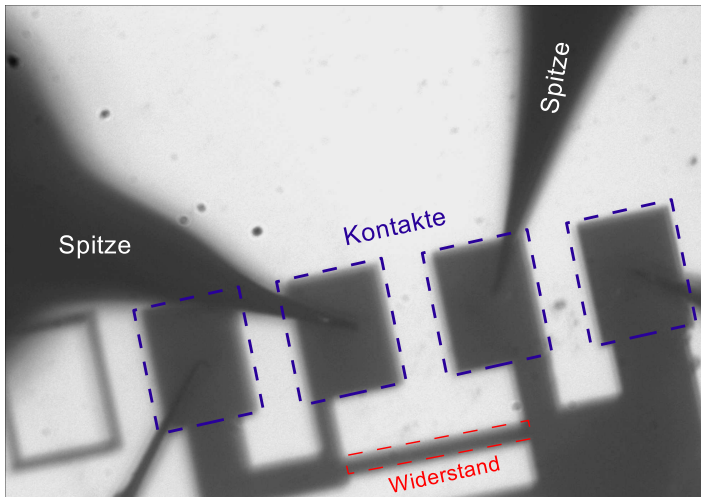
Nachdem in Kapitel 5 das Potential des neuen Multispitzen-Rastertunnelmikroskops in Bezug auf Stabilität und Auflösungsvermögen gezeigt wurde, befasst sich dieses Kapitel mit der eigentlichen Funktion eines Multispitzen-Rastertunnelmikroskops. Die Möglichkeit mit vier Spitzen kontaktwiderstandsfrei Widerstände von mikroskopisch kleinen Bauteilen zu messen. Da die Messungen weiterhin an Luft stattfanden wurden zunächst ein Testwafer, SMD-Widerstände und eine lithographisch geätzte Nanodrahtstruktur verwendet, um die Funktionsfähigkeit der gesamten Elektronik zu überprüfen. Die hieraus erhaltenen Resultate werden in folgenden Kapiteln zusammengefasst.

### 6.1. Messung von Widerständen auf einem strukturierten Testwafer

Die erste Probe, an der ein Widerstand mit Hilfe des neuen Vier-Spitzen-Rastertunnelmikroskops gemessen werden sollte, war eine Mikrostruktur aus Widerständen, welche mit  $30\text{ }\mu\text{m} \times 50\text{ }\mu\text{m}$  großen Kontaktflächen verbunden waren. Eine Aufnahme eines Widerstands auf diesem Testwafer ist in Abbildung 32 zu sehen. Der Testwafer wurde in mehrere  $1\text{ cm} \times 1\text{ cm}$  große Stücke geschnitten, um die Probe in das STM legen zu können. Das Schneiden des Wafers führte jedoch, wie später angenommen wurde, zum Kurzschließen der Kontakte. Daher verwundert es im Nachhinein nicht, dass nicht die angegebenen Widerstände gemessen werden konnten. Es wurde stattdessen im Bereich der Messgenauigkeit verschwindend kleine Widerstände gemessen. Da dies die erste Messung mit dem neuen Multispitzen-STM war, fiel der Verdacht zunächst auf die Messelektronik und nicht auf die Testprobe. Nach Ausschluss aller möglichen Elektronikfehler wurden schließlich zwei Kontakte unter einem optischen Mikroskop mit Silberleitlack vergrößert, sodass eine einfache Kontaktierung per Hand mit einem handelsüblichen Multimeter möglich wurde. Dieses zeigt nicht die erwarteten  $\text{k}\Omega$ , sondern einen Kurzschluss von nahezu  $0\Omega$ . Daher wurde der Testwafer nur noch kurz zur Positionierungsübung der Spitzen verwendet.

### 6.2. Systemtest an SMD-Widerständen

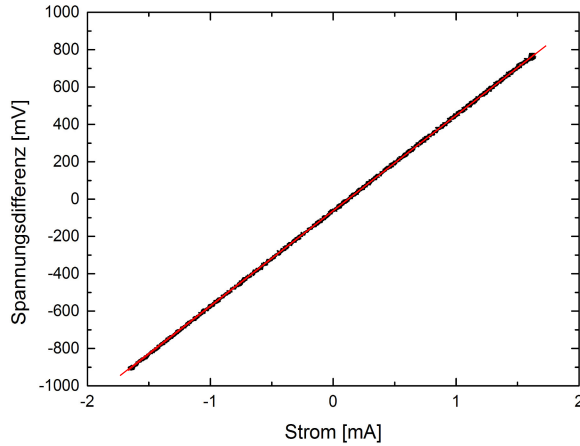
Die Problematik zu diesem Zeitpunkt bestand darin, dass die Elektronik zur Messung von Widerständen noch ungetestet war. Dadurch kam das Messen von unbekannten Widerständen nicht in Frage und es musste eine Alternative zu der im vorigen Kapitel beschriebenen Testprobe gefunden werden. Als sehr einfache und günstige Alternative stellten sich SMD-Widerstände heraus. SMD steht hierbei für (**S**urface-**M**ounted **D**evice) und werden zur Bestückung von modernen Platinen verwendet.



**Abb. 32:** Vier STM-Spitzen in Kontakt mit den  $30\,\mu\text{m} \times 50\,\mu\text{m}$  großen Kontakten zur Bestimmung des Vierpunktwidestandes auf der Testprobe

Ein SMD-Widerstand mit einem Sollwiderstand von  $511\,\Omega$  wurde mit einem elektrisch nicht leitenden Kleber auf dem Probenhalter fixiert. Dies stellt sicher, dass kein Strom über den Probenhalter fließt. Dann wurden je zwei Spitzen an den beiden Widerstandskontakten kontaktiert. Zwei Spitzen injizieren einen Strom von mehr als einem mA durch den Widerstand. Die anderen beiden Spitzen messen das an dem jeweiligen Kontakt anliegenden Potential. In Abbildung 33 ist die gemessene Potentialdifferenz der beiden Spitzen gegen den injizierten Strom aufgetragen. Aus dem Ohmschen Gesetz ergibt sich ein gemessener Widerstand von  $512\,\Omega$ . Der Fitfehler beträgt lediglich  $0,1\,\Omega$ . Der y-Achsenanschnitt liegt bei  $-63\,\text{mV}$  und lässt sich durch nicht kalibriert AD-Konverter erklären. Da zu diesem Zeitpunkt eine Offsetkalibrierung der AD-Konverter nicht möglich war, kommt es bei allen Vierpunktmessungen zu einer Verschiebung der Kurve. Dies stellt jedoch kein Problem dar, da es bei der Messung des Vierpunktwidestands nur auf die Steigung der Kurve ankommt. Da produktionsbedingt SMD-Widerstände Fehler im Prozentbereich haben, konnte hiermit die Funktionsfähigkeit der Elektronik zur Bestimmung von Widerständen nachgewiesen werden.

Eine noch zu klärende Frage ist der generelle Messfehler der kompletten Apparatur bei Vierpunktmessungen. Diese kann man wie folgt abschätzen. Die Potentialdifferenzmessung hat einen Fehler von  $1\,\text{mV}$ . Dies zeigt das Messen des gleichen Potential mit zwei unabhängigen Spitzen. Geht man davon aus, dass der Strommessfehler vernachlässigbar klein ist, welches die Differenz der Strombeträge von den beiden strominjizierenden Spitzen zeigt, so liegt der Fehler des Vierpunktwidestands an der Größe des injizierten Stroms. In obigen Fall konnten etwa  $1,5\,\text{mA}$  durch den SMD-Widerstand geschickt werden. Ein Messfehler der Potentialdifferenz bedeutet in diesem Fall ein Messfehler des Vierpunktwi-

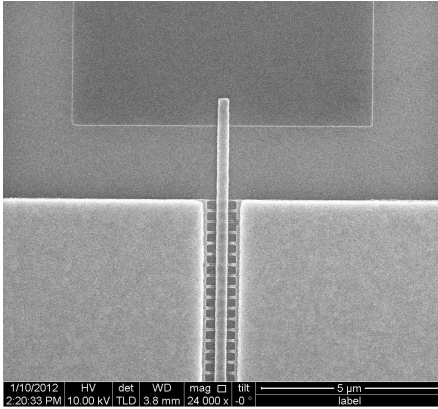


**Abb. 33:** Graph einer gemessenen  $V/I$ -Kurve von einem  $511\,\Omega$  SMD-Widerstand. Die Steigung ist gleich dem gemessenen Widerstand, welcher  $512 \pm 0,1\,\Omega$  beträgt. Der y-Achsenanschnitt liegt bei  $-63\,\text{mV}$

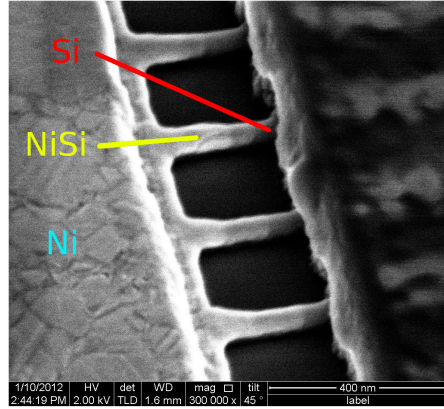
derstands von weniger als einem Ohm. Wie im Weiteren in dieser Arbeit zu sehen, können durch Oberflächen in der Regel nur sehr kleine Ströme geschickt werden, sodass sich der Messfehler des Vierpunktwidestands stark vergrößern kann. Mehr zu Fehleranalyse von Vierpunktwideständen in Kapitel 10.2.

### 6.3. Kontaktierung von einer lithographisch geätzten Nanodrahtstruktur

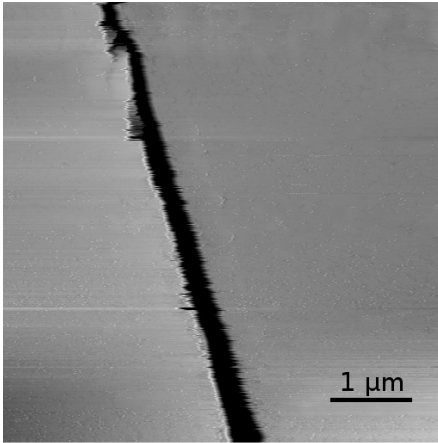
Die erste Probe, welche mit dem neuen Multispitzen-STM untersucht wurde, war eine lithographisch geätzte Nanodrahtstruktur. Diese wurde am Forschungszentrum Jülich im PGI-9 von Markus Hagedorn hergestellt. Ursprünglich wurde die Probe von Stefan Habicht in dessen Dissertation als Silizium-Nanodrahtreihen MOSFET [31] untersucht. Diese besteht aus zwei Nickel Kontakten welche mit etwa 1000 Silizium Nanodrähten verbunden sind. Zusätzlich liegt ein dritter Kontakt über den Nanodrähten, womit ein elektrisches Feld, wie vom Gatekontakt bei einem Feldeffekt-Transistor erzeugt werden kann. Abbildung 34(a) zeigt einen Ausschnitt dieser lithographisch geätzten Struktur. Die Länge der Nanodrähte und die breite des Gates variierten von Struktur zu Struktur, sodass unterschiedlich große Einflüsse vom Gate auf die Nanodrähte erwartet wurden. Die elektrischen Eigenschaften der Nanodrähte wurden bereits in der Dissertation von Stefan Habicht [31] untersucht. Die für diese Arbeit interessante Fragestellung ist der Potenti-



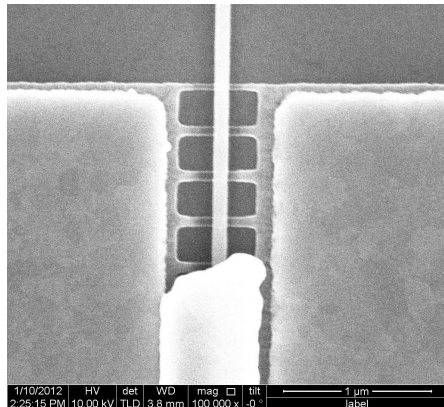
(a) SEM-Aufnahme der Nanodrahtstruktur



(b) SEM-Detailaufnahme der Nanodrähte



(c) STM-Scan über die beiden Nickelkontakte. Der schwarze Bereich ist das Gate mit den darunterliegenden Nanodrähten



(d) SEM-Aufnahme: Lackreste (hell) über den Nanodrähte und dem Gate

**Abb. 34:** Die Nanodrahtprobe

alverlauf entlang eines solchen Nanodrahts und vor allem in wie weit der Übergang von Nickel zu Nickelsilizid und schließlich zum Silizium Einfluss auf den Gesamtwiderstand hat. In Abbildung 34(b) ist dieser Übergang sehr gut im SEM-Bild zu sehen.

Zur Kontaktierung der einzelnen Nanodrähte mussten zunächst drei Spitzen auf die Nickelkontakte gesetzt werden. Eine Spitze zur Kontaktierung des Gates und zwei Spitzen zur Kontaktierung der Nanodrähte und zur Injizierung des Stroms durch Selbige. Das Gate wurde mit Hilfe einer Spitze auf Erdpotential gesetzt, da ein Crashen der vierten Spitze beim Scannen verhindert werden sollte. Leider war genau dies das entscheidende

Problem. Wie in Abbildung 34(c) deutlich zu sehen ist kann der Bereich zwischen den beiden Kontakten, welche mit den Nanodrähten verbunden sind, nicht aufgelöst werden. Schlimmer ist sogar, dass wegen eines Wegfalls des Tunnelstroms die Spitze mit voller Auslenkung des z-Piezos in die Probe gefahren wurde. Dies hat nach jetzigem folgende Ursache. Wie in Abbildung 34(d) zu sehen ist wurden Lacke, welche zur Herstellung der Probe nötig sind, nicht immer zu 100 % entfernt. Dies ist jedoch nur bei etwa jeder vierten Struktur der Fall. Da die Scans bei jeder Struktur das Problem zeigten, dass der Bereich zwischen den Nickelkontakten elektronisch nichtleitend ist, konnte dies nicht der einzige Grund dafür sein. Um weitere Ursachen zu finden wurde die Spitze während des Scannens unter dem optischen Mikroskop beobachtet. Auffällig war hierbei, dass die Spitze über die Oberfläche kratzt, was deutlich an deren Verbiegung zu sehen war. Daher war klar, dass diese Probe für die Rastertunnelmikroskopie ungeeignet war, da man Kraft benötigt, um in den Kontakt Strom zu injizieren. Es ist nicht möglich aus einem nicht physikalischen Kontakt heraus in die Probe zu Tunneln. Daher kann diese Probe nur mit Hilfe eines Multispitzen-Rasterkraftmikroskops untersucht werden, welches sich zu diesem Zeitpunkt noch in der Entwicklung befindet. Aus diesem Grund konnten keine Messungen an dieser Probe vorgenommen werden und die oben gestellte Fragestellung bleibt unbeantwortet.

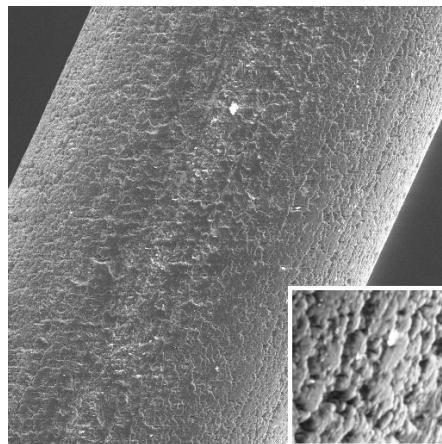
Somit wurden an dieser Stelle die Grenzen des Multispitzen-Rastertunnelmikroskops an Luft abermals aufgezeigt. Daher war der nächste naheliegende Schritt der Einbau des Mikroskops in eine bestehende UHV-Anlage (siehe Kapitel 4.3), da so Proben untersucht werden können, welche an Luft oxidieren, wie z.B. die Si(111)-7×7 Oberfläche. Dieser Schritt konnte zu diesem Zeitpunkt durchgeführt werden, da die komplette Funktionalität an Luft, wie in Kapitel 5 und 6.2 zu sehen ist, bereits gezeigt wurde.

## 7. Optimierung der Funktionsweise des KoalaDrive

Durch den Einbau des Multispitzen-Rastertunnelmikroskops in die in Kapitel 4.3 beschriebenen UHV-Anlage, entstand ein zeitaufwändiges Problem. Der in Luft einwandfrei funktionierende KoalaDrive blieb nach dem Ausheizen der UHV-Anlage nach wenigen meist nur einem Annäherungszyklus stecken. Die Untersuchung dieses Problems gestaltete sich als sehr zeitaufwändig, da Änderungen am KoalaDrive generell an Luft immer funktionierten. Daher musste das STM nach Änderungen am KoalaDrive immer an die UHV-Kammer angeschlossen und ausgeheizt werden, welches etwa 2 Tage benötigte. Hier war das Multispitzen-STM ein großer Vorteil, da simultan 4 verschiedene Versionen des KoalaDrive getestet werden konnten.

Da das einzige bewegliche Element im KoalaDrive der innere Stab ist, welcher von den Federn bewegt wird (siehe: Kapitel 2.1), konnte es nur an den Kontaktstellen zwischen Federn und Stab liegen. Daher wurden im folgenden verschiedene Materialien für den inneren Stab genutzt. Zudem wurden die ursprünglich genutzten Spritzenkanülen mit Karbon beschichtet, welches das vermutete Kaltverschweißen verhindern sollte. Um dokumentieren zu können, ob die Federn die Stäbe beschädigen und um die Oberflächenstruktur der Stäbe vor Einbau in den KoalaDrive zu vergleichen, wurden SEM-Aufnahmen der Stäbe gemacht.

Als Erstes wurden die alten Stäbe entfernt und unter dem SEM auf mögliche Schäden untersucht. Die alten Stäbe waren Spritzenkanülen, welche Karbon beschichtet wurden. Hierbei fiel die sehr raue und offeneporige Struktur der Beschichtung auf. Ob diese Struktur vom Herstellungsprozess entstanden ist oder nach dem Ausheizen im Vakuum ist nicht bekannt, da von den Stäben vor dem Einbau keine SEM-Aufnahmen gemacht wurden. Da die Beschichtung genau für diese Ansprüche im UHV konzipiert ist, sollte diese grobe Struktur produktionsbedingt und nicht durch das Ausheizen im UHV entstanden sein. In Abbildung 35 ist besonders gut diese Struktur zu sehen. Bei genauerer Betrachtung fallen leichte Abnutzungen und Ablagerungen in Längsrichtung am Stab auf. Dies lässt vermuten, dass die Federn die Beschichtung abreiben. Daher wurden direkt im Anschluss die Federn an einem der KoalaDrive untersucht an welchen Ablagerungen im SEM nachgewiesen werden konnte. Dies legt den Schluss nahe, dass sich die



**Abb. 35:** SEM-Aufnahmen des karbonbeschichteten Stabs; Bildgröße: 1 mm × 1 mm; Inlay: 100 µm × 100 µm

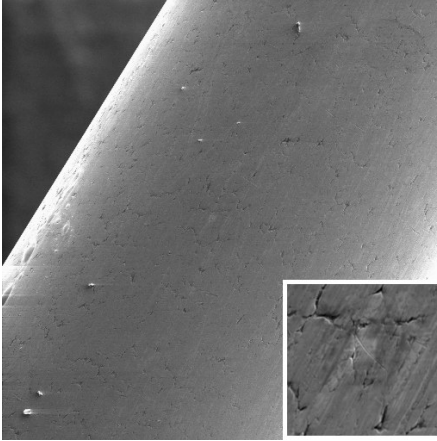
Beschichtung des Stabes im Betrieb ablöst.

### 7.1. Oberflächenbehandlung von Spritzenkanülen

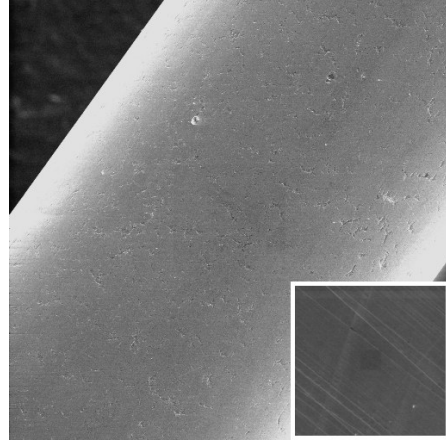
Eine mögliche Lösung dieses Problem schien das Weglassen der Beschichtung und der Einbau eines Stabs mit möglichst glatter Oberflächenstruktur. Aus diesem Grund wurden die vorhandenen Spritzenkanülen verschiedenst behandelt und unter dem SEM betrachtet (siehe Abbildung 36). Bei Kanüle (a) wurde lediglich die medizinische Beschichtung der Kanüle mit Isopropanol und destilliertem Wasser entfernt. Diese Reinigung wurde als erster Schritt bei allen Kanülen durchgeführt, um die Weiterbearbeitung nicht zu behindern. Kanüle (b) wurde in ein kleines Bohrfutter eingespannt. Unter Drehung Selbiger konnte die Kanüle mit Hilfe von Polierwatte und feiner Politur poliert werden. Die Bearbeitung von Kanüle (c) fand in Eigenregie durch elektro-chemische Polierung statt. Und Kanüle (d) wurde professionell von der werkseigenen Beizerei poliert.

Bei der oberflächenunbehandelten Kanüle in Abbildung 36(a) sind deutlich die Defekte zu erkennen, die möglicherweise vom Produktionsverfahren herkommen. Diese konnten mit Hilfe aller Oberflächenbehandlungen entfernt werden. Dabei besitzt die Oberfläche der mechanisch polierten (b) und der elektro-chemisch polierten Kanüle aus der Beizerei die geringste Rauigkeit. Die aus Mangel an Erfahrung selber elektro-chemisch polierte Kanüle (c) weist dagegen deutlich Längsrillen auf. Daher fiel die Wahl auf die beiden Kanülen, welche mechanisch und von der Beizerei elektro-chemisch poliert wurde. Auch wenn in Abbildung 36(b) im Inlay kleine Querrillen vom mechanischen polieren zu erkennen sind, sollten Diese keinen Einfluss auf die Leistungsfähigkeit des KoalaDrive haben. Nach Einbau der Kanülen ins STM und Ausheizen der Anlagen traten nach kürzester Zeit die gleichen Problem erneut auf. Aus den SEM-Aufnahmen konnte an dieser Stelle die Struktur der Oberfläche des Stabs als Problem des Steckenbleibens im UHV ausgeschlossen werden. Deshalb musste weiter nach der Ursache gesucht werden.

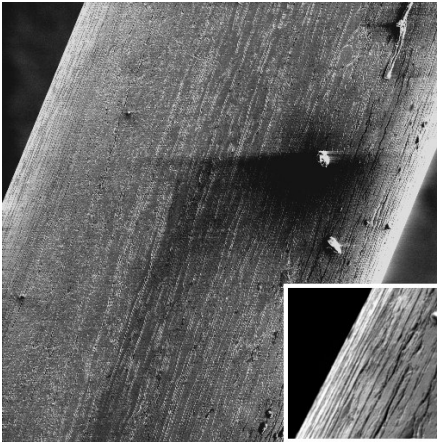




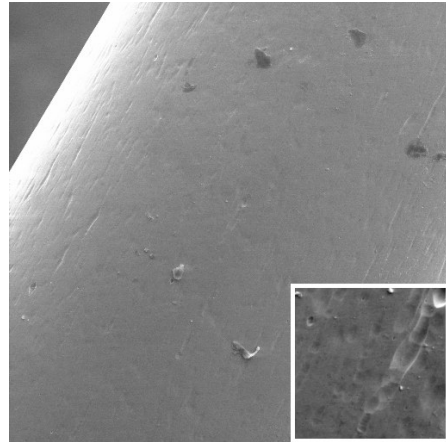
(a) Mit Isopropanol und destilliertem Wasser gereinigt



(b) mechanisch poliert



(c) Selbst elektro-chemisch poliert

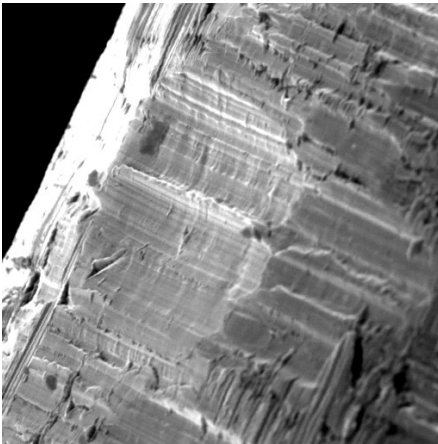


(d) Elektro-chemische Poliertur durch Beizerei

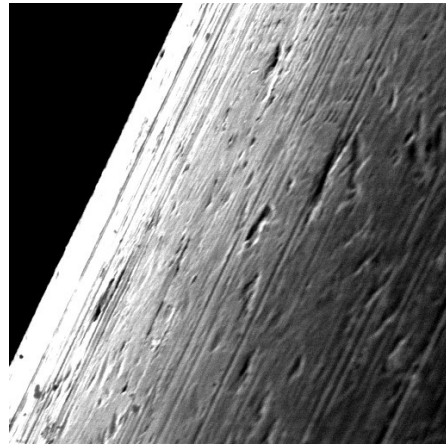
**Abb. 36:** Optischer Vergleich der unterschiedlich behandelten Oberfläche von Spritzenkanülen; Bildgröße(a), (b), (c):  $1\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ ; (d)  $0,8\text{ mm} \times 0,8\text{ mm}$ ; Inlays: je  $100\text{ }\mu\text{m} \times 100\text{ }\mu\text{m}$

## 7.2. Materialänderung des KoalaDrive-Stabs

Eine weitere Möglichkeit des Steckenbleibens im UHV als die Oberflächenbeschaffenheit des Stabes, ist das Kaltverschweißen, welches durch Mangel an Feuchtigkeit ein bekanntes Problem darstellt. Bewegliche Bauteile, besonders bei Metallen, schweißen im UHV oft durch Diffusion zusammen. Da die an Luft existierenden Schmierstoffe, wie z.B. Wasser oder Fette, im UHV fehlen, kann diese Diffusion von Atomen stattfinden. Daher war der nächste Schritt die Änderung der Materialkombination zwischen Federn, welche aus Kupfer Beryllium (CuBe) bestehen und Stab, welcher zu diesem Zeitpunkt aus einer unbekannten Edelstahllegierung bestand. Eine Änderung an den CuBe Federn kam zunächst nicht in Betracht, da ein Austausch dieser einen großen Aufwand bedeutet hätte. Daher wurde bei verschiedenen Firmen nach Röhrchen bzw. Stäben mit einem Durchmesser von etwa 0,7 mm nachgefragt. Eine Herausforderung war die geringe Toleranz im Durchmesser, welche die Stäbe bzw. Röhrchen haben müssen. Daher fiel die Wahl auf Bohrerrohlinge aus zwei verschiedenen Legierungen, hoch präzise Röhrchen, welcher allerdings auch aus einer Edelstahllegierung bestehen und Glasstäbchen. Die Glasstäbchen wurden von einem Kollegen auf Funktionalität untersucht und sind daher nicht Gegenstand dieser Arbeit. Jedoch waren die Glasstäbchen auch nicht die Lösung des Problems.



(a) Bohrerrohling; Bildgröße:  $50\,\mu\text{m} \times 50\,\mu\text{m}$



(b) Röhrchen; Bildgröße:  $50\,\mu\text{m} \times 50\,\mu\text{m}$

**Abb. 37:** SEM-Aufnahmen von der Bohrerrohlingsoberfläche (a) und der Oberfläche des Röhrchens (b)

Bevor der Einbau der Bohrerrohlinge und der Röhrchen stattfinden konnte, wurden alle Oberflächen unter dem SEM betrachtet. Abbildungen 37 zeigt die besonders bei den Bohrern raue Struktur der Oberfläche, wo hingegen die Röhrchen eine bessere Oberfläche als die Spritzenkanülen aufwiesen. Da ein erster Versuch an Luft funktionierte und

die Oberflächenstruktur nicht das entscheidende Problem darzustellen schien, wurden sowohl die Bohrer als auch die Röhrchen in das STM eingebaut und an die Vakuumanlage angebracht. Doch auch dieser Ansatz brachte nicht den gewünschten Erfolg.

### 7.3. Optimierung des Stabdurchmessers am KoalaDrive

Die Änderung der Legierung, wie in vorigem Kapitel zu sehen ist, hatte keinen Erfolg auf die Leistungsfähigkeit des KoalaDrive im UHV. Die nächste Möglichkeit die Funktionsfähigkeit im UHV zu realisieren war den Durchmesser der Stäbe zu verändern. Denn dickere Bohrerrohlinge brachten an Luft bessere Ergebnisse als die ursprünglich 0,8 mm dicken Spritzenkanülen. Da die Bohrerrohlinge in Durchmessern von 0,8 mm bis 1,01 mm in 0,03 mm Schritten zur Verfügung standen, wurden bis 0,91 mm Durchmesser alle Bohrerrohlinge in Vakuum getestet. Da das Einführen der Stäbe bei größeren Durchmessern eine zu große Kraft erforderte, konnten dickere Bohrerrohlinge nicht getestet werden. Jedoch führte auch diese Messreihe zu keinem positivem Ergebnis. Der Test mit dünneren Stäben führte bereits an Luft zu keinem positivem Ergebnis, sodass dünnere Stäbe gar nicht erst im Vakuum getestet wurden.

### 7.4. Test mit oxidierten Spritzenkanülen

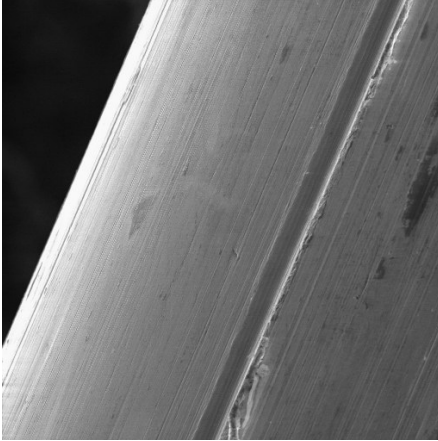
Der erste entscheidende Durchbruch war das Oxidieren der Spritzenkanülen. Hierzu wurden die Kanülen lediglich auf eine Heizplatte gelegt und auf etwa 200 °C, bis sich die Farbe der Oberfläche von silbern über rostbraun zu schwarz veränderte, erhitzt. Die Funktionalität des KoalaDrive war in Luft nach wie vor vorhanden. Nach Einbau des Rastertunnelmikroskops ins Vakuum konnte in den ersten Tagen die Funktionalität aller Drives beobachtet werden. Jedoch wurde die Geschwindigkeit mit jedem Testlauf kleiner bis schließlich der erste Drive nach etwa 20 Auf-/Abfahrzyklen stehen blieb. Der beste Drive funktionierte allerdings noch mehr als 100 Zyklen. Dies war der erste Erfolg in Richtung Funktionalität des KoalaDrive im UHV.

Darauf wurden alle Kanülen aus dem STM entfernt und nochmals unter dem SEM untersucht. Dabei fielen tiefe Einkerbungen in Längsrichtung an allen Kanülen auf (siehe: Abbildung 38). Dies ließ zwei Schlussfolgerungen zu:

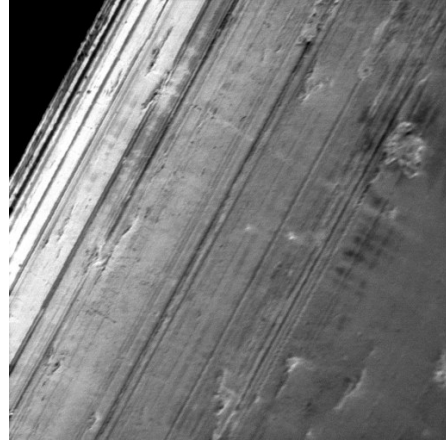
1. Die Federkraft ist zu stark und beschädigt die oxidierte Oberfläche der Kanülen.
2. Die Federn haben sich durch die andauernden Tests, besonders an den harten Bohrerrohlingen, abgenutzt und scharfe Kanten bekommen.

Der naheliegendere Punkt ist Punkt 2, da solche Beschädigungen in früheren Versuchsreihen nicht nachgewiesen werden konnten. Weil dies ein Neubau der Piezos mit Federn zur Folge hatte, wurde zeitgleich auch über eine Rückentwicklung im KoalaDrive-Design

diskutiert und umgesetzt. Dies brachte schließlich den Durchbruch. Näheres hierzu in Kapitel 7.5.



(a) Bildgröße:  $200\ \mu\text{m} \times 200\ \mu\text{m}$



(b) Bildgröße:  $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$

**Abb. 38:** Ausschnitte einer oxidierten Kanüle nach Funktionstest im UHV

## 7.5. Veränderung des KoalaDrive-Designs

Der bereits in Kapitel 2.1 beschriebene KoalaDrive wurde zwecks Symmetrie weiterentwickelt und so in das neue Multispitzen-STM eingebaut. Während der Doktorarbeit von Hubertus Junker[32] wurden die genauen Eigenschaften des Drives untersucht. Dabei fiel eine kleine Asymmetrie zwischen der Auf- und Abwärtsbewegung auf. Dies bedeutet, dass die Schrittgröße in die eine Richtung etwas größer als in der anderen Richtung war. Aus diesem Grund entschloss man sich die drei Federn, welche in Abbildung 2 auf Seite 9 zu sehen sind, durch drei Doppelfedern zu ersetzen. So war die einzige Asymmetrie im KoalaDrive behoben. Diese Änderung konnte die Asymmetrie in der Bewegung leicht verbessern. Dies hatte im Gegenzug zur Folge, dass sich die Reibungskraft verdoppelt, was in diesem Stadium der Entwicklung keine negativen Folgen hatte.

Mit den in dieser Arbeit erwähnten Problemen musste diese Änderung noch einmal überdacht werden. Die Funktionsweise des KoalaDrive ist nur dann gesichert, wenn das Prinzip: Zwei immer stärker als Einer ausnahmslos gilt. Das heißt: Zwei Federn müssen eine größere Reibungskraft auf den Stab haben als die verbleibende Dritte. Im Fall der Doppelfedern heißt das: Vier müssen zu jeder Zeit stärker sein als Zwei. Bei der ersten Betrachtung scheint hieraus kein neues Problem zu entstehen. Berücksichtigt man, dass 6 Federn viel schwieriger in einer Linie angebracht werden können als 3, so ist die Wahrscheinlichkeit um einiges höher, dass sich der Stab leicht verkantet. So könnte es durchaus

zu folgendem Szenario kommen, dass zwei der 6 Federn weniger Kraft auf den Stab ausüben. Falls dadurch die Reibungskraft von den Doppelfedern 1 und 3 auf 60 % verringert wird und die Kraft von Doppelfeder 2 auf über 120 % erhöht wird, ist das Prinzip: Zwei stärker als Einer, nicht mehr gültig und die Funktionalität des KoalaDrive nicht mehr gegeben oder stark eingeschränkt. Ein weiterer Aspekt ist die doppelt so hohe Abnutzung der Federn respektive des Stabs. Hierdurch würde das in Kapitel 7.4 beschriebene Oxid auf den Kanülen schneller abgenutzt und ein Kaltverschweißen könnte nicht mehr ausgeschlossen werden.

Aus diesen beiden Überlegungen wurde der KoalaDrive zurück auf sein ursprüngliches Design gebaut und anschließend im Multispitzen-STM eingebaut. Für die Stäbe in der Mitte des KoalaDrive werden oxidierte Spritzenkanülen verwendet, welche bereits mit dem alten Design gut funktionierten.

Nach dieser Änderung konnte die Weiterentwicklung des KoalaDrive beendet werden, da hiermit die Funktion bis zum Ende dieser Promotion sichergestellt wurde und es bis zum aktuellen Zeitpunkt keine Anzeichen auf weitere Probleme gibt. Dennoch wurde parallel zu dieser Arbeit an neuen Beschichtungen geforscht, welches nicht Gegenstand dieser Arbeit ist.

---

## 8. Die Siliziumprobe

Neben der Entwicklung eines funktionierenden Multispitzen-Rastertunnelmikroskops mit KoalaDrive-Technologie ist das zweite Hauptthema dieser Dissertation die Messung der Oberflächenleitfähigkeit der Silizium(Si)(111)- $7\times 7$  Oberfläche.

Silizium wird besonders in der Halbleiterindustrie zur Herstellung von elektrischen Bauelementen verwendet. Jeder Prozessor in handelsüblichen Computern besteht zum größten Teil aus diesem Material. Durch die Miniaturisierung der Chips geht man immer häufiger zu Nanostrukturen über. Mit Verkleinerung der Strukturen nimmt das Verhältnis von Oberfläche zu Volumen zu, sodass die Oberfläche eine immer größere Rolle spielt. Silizium ist sehr gut erforscht und es ist schwer Fragestellungen zu formulieren, welche noch nicht behandelt bzw. beantwortet wurden. Dies scheint auf der einen Seite ein Nachteil zu sein. Ist im Herstellungsprozess und in der Beschaffung von Si-Wafern der große Vorteil. Si-Wafer können kostengünstig mit fast beliebiger Dotierung hergestellt und somit gekauft werden. Dies ist ein großer Vorteil, wie später in Kapitel 10 zu sehen sein wird. Zudem beschäftigt sich die Gruppe um Prof. Dr. Bert Voigtländer schon seit Langem mit Silizium und Strukturen auf diesem Substrat, sodass die Präparierung von Silizium bekannt ist. Die Frage die sich nun stellte war: An welchen Strukturen bzw. Oberflächen können durch Ladungstransportmessungen mit Hilfe des Multispitzen-STMs interessante Ergebnisse erzielt werden. Vor allem unter der Berücksichtigung, dass die Auflösung mit einem optischen Mikroskop das Kontaktieren von Nanostrukturen unmöglich macht. Die Antwort auf diese Frage war erstaunlich einfach! Die Messung der Oberflächenleitfähigkeit der Si(111)- $7\times 7$  Oberfläche. So einfach diese Aufgabenstellung klingt, umso erstaunlicher ist es, dass diese Frage noch nicht oder nur sehr unzureichend geklärt ist. Mit dieser Fragestellung haben sich seit Jahren einige Forschungsgruppen beschäftigt [33, 34, 35, 36, 37], deren Ergebnisse wie folgt in der Veröffentlichung von Philip Hofmann und Justin Wells [38] zusammengefasst sind.

Die von diesen Gruppen gemessene Oberflächenleitfähigkeit variieren um mehr als 6 Größenordnungen. Bei Raumtemperaturen wurden Oberflächenleitfähigkeiten von  $1 \cdot 10^{-2} \text{ S}/\square$  [33] bis  $1,15 \cdot 10^{-8} \text{ S}/\square$  [36] gemessen. Dabei variieren die Aussagen von metallischen Verhalten des Oberflächenzustandes im Bereich von 140-300 K [33] bis hin zu einem nahezu elektrisch nichtleitendem Oberflächenzustand [36]. Eine aktuellere Veröffentlichung von Marie D'angelo gibt eine spezifische Oberflächenleitfähigkeit von  $2 - 4 \mu\text{S}/\square$  an [39]. Diese Unsicherheit gibt Anlass die Oberflächenleitfähigkeit mit dem neuen Multispitzen-STM zu bestimmen und hierbei bislang ungeklärte Fragen zu beantworten. Um spätere Ergebnisse interpretieren zu können wurde der Ladungstransport in Silizium von Matthias Wunde mittels Finiten-Elemente-Rechnung simuliert [40], da zur Bestimmung der Oberflächenleitfähigkeit der Stromfluss durch die Siliziumprobe (aus Oberfläche, Raumladungszone und Volumen) bekannt sein muss. Näheres hierzu in Kapitel 9.2.

Silizium ist ein Element der Kohlenstoffgruppe, dessen Gitter eine Diamantstruktur aufweist (siehe: Abbildung 39). Dies ist ein flächenzentriertes kubisches Gitter, das zwei Basisvektoren besitzt. Zum Einen den Vektor  $b_1 = (0, 0, 0)$  und zum Anderen den in

Richtung der Raumdiagonalen zeigenden Vektor  $b_2 = (1/4, 1/4, 1/4)$ . Die in dieser Arbeit interessante Silizium Oberfläche ist die Si(1,1,1) Oberfläche. Diese entsteht, wenn der Kristall senkrecht zum  $[1,1,1]$  Vektor des Gitters geschnitten wird. Diese Oberfläche mit dieser bekannten  $7 \times 7$  Rekonstruktion und deren Präparation Dieser wird in folgendem Kapitel behandelt.

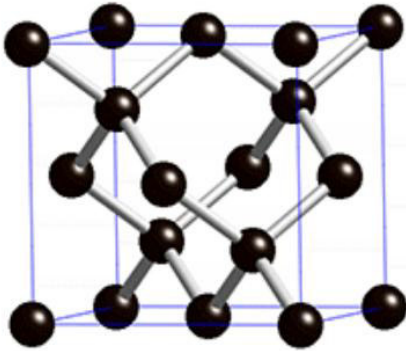


Abb. 39: Die Diamantstruktur

Da Silizium ein Halbleiter der vierten Hauptgruppe des Periodensystem der Elemente (PSE) ist, fehlen vier Elektronen um Edelgaskonfiguration zu erhalten. Daher geht ein Siliziumatom fast immer vier Bindungen ein. Werden vier Nachbaratome um ein Zentralatom symmetrisch mit größtem Öffnungswinkel zueinander angeordnet so erhält man die in Abbildung 39 zu sehende Diamantstruktur, welche Silizium in kristalliner Form eingeht. An der (111) Oberfläche des Kristalls wird jedem Oberflächenatom ein Nachbaratom entfernt, sodass eine ungesättigte Bindung (engl. dangling bond) pro Siliziumoberflächenatom entsteht. So sieht die Oberfläche nach einem idealisiertem Schnitt aus. Diese Oberfläche wird im weiteren auch volumenterminierte Oberfläche genannt, da alle Atome in ihren Kristallpositionen bleiben.

Diese Oberfläche ist durch die hohe Anzahl an ungesättigten Bindungen sehr reaktiv. Daher oxidiert die Si(111) Oberfläche auch sofort unter Bildung einer Siliziumdioxidschicht ( $\text{SiO}_2$ ). Zur Entfernung dieser Siliziumdioxidschicht muss die Probe geheizt werden (siehe: Kapitel 8.1.1) oder durch ein chemisches Verfahren mit Flußsäure (HF) entfernt werden (siehe: Kapitel 8.3.1).

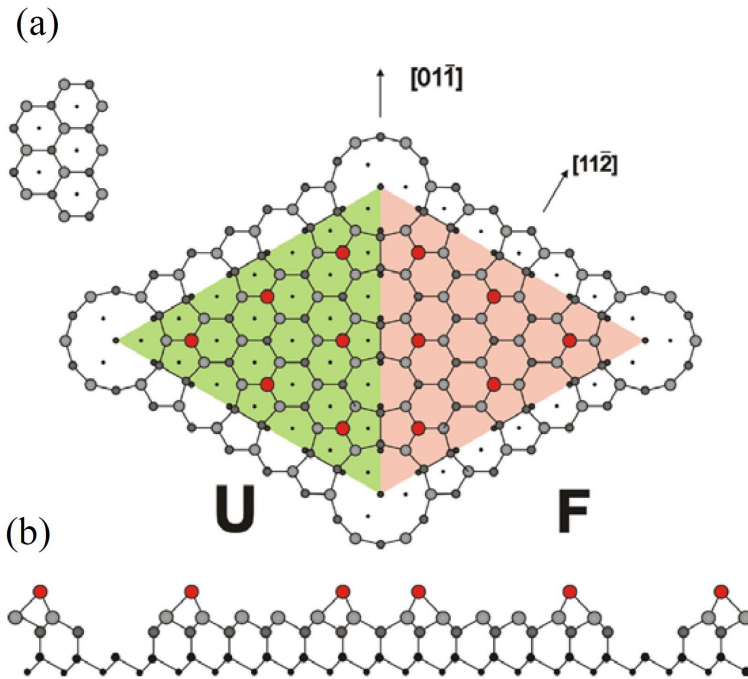
## 8.1. Die Si(111)- $7 \times 7$ Rekonstruktion

Die ideale volumenterminierte Si(111) Oberfläche besitzt durch eine große Anzahl der ungesättigten Bindungen eine große Oberflächenenergie. Zur Minimierung dieser entsteht bei Temperaturen unter  $875^\circ\text{C}$  eine komplexe Rekonstruktion der obersten Doppellage. Diese Rekonstruktion wurde 1985 von Takayanagi et al. [41] auf Grundlagen von Transmission Electron Diffraction (TED) vorgeschlagen. In dem Dimer-Adatom Stacking fault (DAS) Modell beschreiben sie die Einheitszelle der Si(111)- $7 \times 7$  Rekonstruktion, die in Abbildung 40 schematisch dargestellt ist. Bereits zwei Jahre zuvor gelang es G. Binnig, H. Rohrer et al. [42] die Si(111)- $7 \times 7$  Rekonstruktion im realen Raum mit Hilfe eines STMs aufzulösen. Folgende Merkmale sind zu sehen:

- die Einheitszelle hat die Form einer Raute deren Kantenlänge exakt 7 mal größer ist als die Kantenlänge der nichtrekonstruierten Einheitszelle. Die Winkel innerhalb der Rauten betragen  $60^\circ$  und  $120^\circ$ .

- in den Ecken der Einheitszelle fehlen Atome. Dieses Loch wird als Cornerhole bezeichnet und reicht bis auf den nicht rekonstruierten Kristall.
- in einer Einheitszelle befinden sich 12 Adatome, welche jeweils mit der darunterliegenden Doppellage drei Bindungen eingehen.
- an jeder Kante der Einheitszelle befinden sich drei Dimere.
- 90 Atome bilden die Doppellage, welche den Übergang von den Adatomen zu dem Volumen herstellt.
- die Spiegelung der halben Einheitszelle in der obersten Doppellage hat einen Stapelfehler zwischen der Doppellage und dem Siliziumvolumen zur Folge. Daher haben die besetzten Zustände der Si(111)-7×7 Oberfläche unterschiedliche Energien [43], welches im STM zu einem Höhenkontrast führt.

Die aus 102 Atomen bestehende Si(111)-7×7 Rekonstruktion minimiert so die nicht gesättigten Bindungen in einer 7x7 großen Einheitszelle von 49 auf 19.



**Abb. 40:** Schematische Darstellung der Si(111)-7×7 Rekonstruktion als Draufsicht (a) und als Seitenansicht (b) [27]



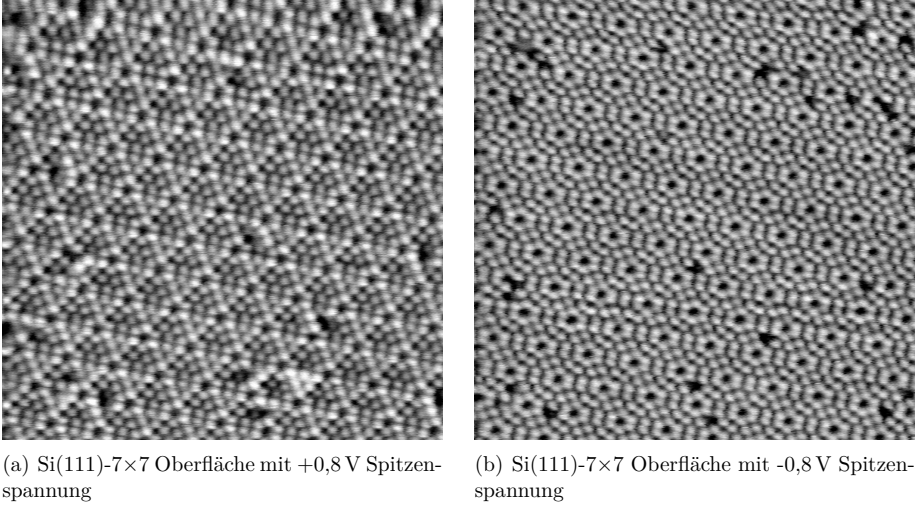
### 8.1.1. Präparation der Si(111)-7×7 Oberfläche

Die Präparation der im vorigen Kapitel beschriebene Si(111)-7×7 Rekonstruktion ist in einer UHV Kammer einfach durchzuführen. Beim Heizen der Oberfläche über 1200 °C sublimieren Siliziumatome, sodass fast jede Art an Verunreinigung wie Oxide oder andere Fremdatome entfernt werden. Hier bilden Metalle insbesondere Nickel eine Ausnahme, da diese in den Kristall hinein diffundieren. Nickel hat zudem die Eigenschaft die Si(111)-7×7 Rekonstruktion zu zerstören, weshalb es von immenser Wichtigkeit ist beim Einbau der Probe in den Probenhalter keine Pinzetten mit Nickelanteil zu verwenden. Geheizt wird die Siliziumprobe durch einen direkten Stromfluss durch die Probe. Die Temperatur wird mit Hilfe eines außerhalb der UHV Kammer befindlichen Pyrometers gemessen. Nach mehrmaligem Heizen der Siliziumprobe über 1200 °C ist die Siliziumoberfläche sauber und die gewünschte Si(111)-7×7 Rekonstruktion entsteht unter einer Temperatur von 875 °C von alleine, da sie, wie bereits beschrieben, energetisch günstiger als die nicht rekonstruierte Si(111) Oberfläche ist. Da beim schnellen Abkühlen der Siliziumprobe viele Domänen und ungleichmäßige Stufenkanten entstehen, wird beim letzten Abkühlen die Temperatur langsamer heruntergefahren. Im Bereich von 950 °C bis 800 °C wird die Temperatur mit nur etwa 1 °C pro Sekunde verringert, wodurch große Domänen und gerade Stufenkanten entstehen. An den so präparierten Proben konnten die Messungen der Oberflächenleitfähigkeit, deren Ergebnisse in Kapitel 10.4 vorgestellt werden, durchgeführt werden.

### 8.1.2. Kalibrierung der Piezokonstanten an der Si(111)-7×7 rekonstruierten Oberfläche

Die Inbetriebnahme eines neuen Rastertunnelmikroskops hat immer zur Folge, dass die Piezokonstanten bestimmt werden müssen. Auch wenn es sich bei diesem STM um ein nahezu baugleiches STM wie in Kapitel 5.1 handelt, kann Dieses andere Piezokonstanten besitzen. Die Si(111)-7×7 Oberfläche ist ideal geeignet um eine Kalibrierung dieser Konstanten durchzuführen, da die Einheitszelle genauestens bekannt ist. Der Abstand zwischen zwei Cornerholes beträgt 26,9 Å [42]. Die Höhe der Stufenkante beträgt 3,1 Å. Aus den in Abbildung 41 gezeigten Bildern konnten somit die Piezokonstanten genau bestimmt werden.

Die neuen Piezokonstanten betragen für die x-,y-Richtung jetzt 90 Å/V und für die z-Richtung 35 Å/V. Somit weichen die neuen Piezokonstanten deutlich von den alten ab. Die sehr gute Auflösung der Si(111)-7×7 Oberfläche zeigt die Leistungsfähigkeit bei Topographiebildern mit dem Multispitzen-STM.



**Abb. 41:** Aufnahmen der Si(111)-7×7 Oberfläche mit dem Multispitzen-STM;  
Bildausschnitte: je 300 nm × 300 nm

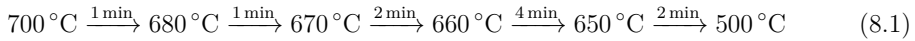
## 8.2. Die bismutterminierte Si(111) Oberfläche

Die bismutterminierte Si(111) Oberfläche hat zwei verschiedene Phasen [44]. In der  $\alpha$ -Phase bindet ein Bismutatome an drei Siliziumatome und in der  $\beta$ -Phase binden drei Bismutatome (Trimere) an drei Siliziumatome (siehe Darstellung in Abbildung 42). Bei der in Kapitel 8.2.1 beschriebenen Präparation entsteht die Bismutterminierung in der  $\beta$ -Phase [27], [44]. Diese Oberfläche wird in Kapitel 10.3 auf deren Leitfähigkeit untersucht. Die bismutterminierte Oberfläche ist wichtig für das Wachstum von Germanium-Strukturen auf der Si(111) Oberfläche. Es ist eine Art Benetzungsmittel, sodass sich eine Germaniumschicht auf der Si(111) Oberfläche bilden kann [45, 46, 47, 48].

### 8.2.1. Präparation der bismutterminierten Si(111) Oberfläche

Die Präparation der bismutterminierten Si(111) Oberfläche mit großen Terrassen und geraden Stufenkanten wurde von K. Romanyuk in seiner Doktorarbeit [27] entwickelt. Hierbei muss zunächst die Si(111)-7×7 Rekonstruktion, wie noch in Kapitel 8.1.1 beschrieben wird, hergestellt werden. Dabei wird die Probe nur bis 700 °C abgekühlt, sodass man direkt mit der Präparation beginnen kann. Mit Erreichen einer Probentemperatur von 700 °C wird mit der Bismutdeposition, bei einer Rate von  $F_{Bi} = 4 \text{ ML/min}$ , begonnen. Danach wird in folgenden Schritten die Temperatur in 10 Minuten bis auf 500 °C

reduziert.



Die Ergebnisse der Leitfähigkeitsmessung der so präparierten Probe wird in Kapitel 10.3 beschrieben.

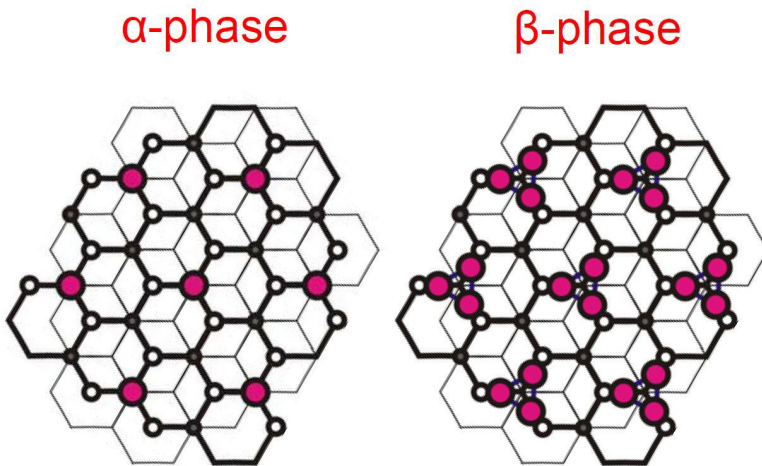


Abb. 42: Darstellung der beiden Phasen der Bismutterminierung [27]. Bi: rot, oberste Si-Atome der Bi-Lage: weiß, untere Atome der Bi-Lage grau

### 8.3. Die wasserstoffpassivierte Si(111) Oberfläche

Wie später in Kapitel 10.5 zu sehen sein wird, ist es zu vergleichszwecken wichtig die Siliziumdioxidschicht von der Probe zu entfernen ohne die Si(111)- $7\times 7$  Rekonstruktion zu erhalten. Dies ist mit der in Kapitel 8.1.1 erläuterten Methode nicht möglich, da die Probe zum Reinigen auf  $1200^{\circ}\text{C}$  geheizt wird und somit über die  $875^{\circ}\text{C}$  bei der die Rekonstruktion entsteht. Eine weitere Methode das Siliziumdioxid zu entfernen ist das Passivieren der Oberfläche mit Wasserstoff, welches im folgenden Abschnitt beschrieben wird. Bei der wasserstoffpassivierten Si(111) Oberfläche bindet je ein Wasserstoffatom an eine nicht gesättigte Siliziumbindung der volumenterminierten Oberfläche. Dies hat zur Folge, dass die Oberfläche nicht rekonstruiert und weniger reaktiv ist als die reine Si(111) Oberfläche. So kann die Probe bis zu einer halben Stunde an Luft transportiert werden ohne zu oxidieren.

#### 8.3.1. Präparation der wasserstoffpassivierten Si(111) Oberfläche

Die Herstellung der wasserstoffpassivierten Si(111) Oberfläche ist recht einfach, bedarf durch die Nutzung von Flusssäure besonderer Einweisung in der Benutzung Selbiger. Zudem sollte vorher der Einbau der Siliziumproben in den Probenhalter und das anschließende Einschleusen in die UHV-Kammer geübt werden. Dies ist erforderlich um die Zeitspanne der wasserstoffpassivierten Probe an Luft so gering wie möglich zu halten. In dieser Arbeit betrug die Zeitspanne etwa 10 min und ist somit deutlich unter der halben Stunde, in der die Probe sich an Luft befinden darf.

Eine genaue Beschreibung der Arbeitsschritte ist in der Masterarbeit von Martin Lanius [49] nachzulesen, der sich mit Silicon on Insulator (SOI) Proben und deren Reinigung beschäftigt hat. Zuerst wird die Siliziumprobe für 5 Minuten in eine einprozentige Flusssäurelösung eingetaucht. Dabei wird das Siliziumdioxid entfernt und die nicht gesättigten Siliziumbindungen an der Oberfläche mit Wasserstoff gebunden [50]. Danach kommt die Probe in de-ionisiertes Wasser, sodass Reste von der Flusssäure entfernt werden. Damit ist die Herstellung der wasserstoffpassivierten Oberfläche beendet und der Einbau in den Probenhalter und das Einschleusen der Probe in die UHV-Kammer sollte schnellstmöglich beginnen. Zur späteren Entfernung der Wasserstoffatome im UHV muss die Probe für 30 Minuten auf 600 °C erhitzt werden. Wichtig ist die deutliche Unterschreitung der Proben temperatur unter 875 °C bei der die Si(111)-7×7 Rekonstruktion entsteht und der Aufwand umsonst wäre. Hiernach kann die Probe ins Multispitzen-STM gelegt werden und Messungen an der nicht rekonstruierten Si(111) Oberfläche stattfinden. Die Ergebnisse dieser Messungen werden in Kapitel 10.6 diskutiert.

## 9. Theorie

In diesem Kapitel werden die in Kapitel 10 benötigten Formeln und Fitfunktionen hergeleitet. Zudem wird die dort verwendete Spitzengeometrie erklärt. Sowohl für eine Widerstandsmessung mit zwei Kontakten als auch mit vier Kontakten muss zwischen einem homogenen ein-, zwei- und dreidimensionalen Leiter unterschieden werden. Für eine Zweipunktmessung gelten die folgenden Beziehungen zwischen Widerstand  $R$  und spezifischem Widerstand  $\rho$ .

- Eindimensionaler Leiter:  $R = \rho_l \cdot L$  mit  $L$  der Länge zwischen den beiden Kontakten.
- Zweidimensionaler Leiter:  $R = \rho_s \cdot L/B$  mit  $B, L$  der Kontaktbreite bzw. Länge des Leiters.
- Dreidimensionaler Leiter:  $R = \rho_b \cdot L/A$  mit  $A, L$  der Kontaktfläche bzw. Länge des Leiters.

Aus diesen Beziehungen ergeben sie die Einheiten der drei spezifischen Widerstände.  $\rho_l$  hat die Einheit  $\Omega/\text{m}$ ,  $\rho_s$  die Einheit  $\Omega$  und  $\rho_b$  die Einheit  $\Omega\text{m}$ . Da im zweidimensionalen Fall der spezifische Widerstand die gleiche Einheit wie der Widerstand hat wurde die Einheit  $\Omega/\square$  für den spezifischen Widerstand eingefügt. Dies dient lediglich zur Unterscheidung, ist reine Konvention und hat keine weitere Bedeutung.

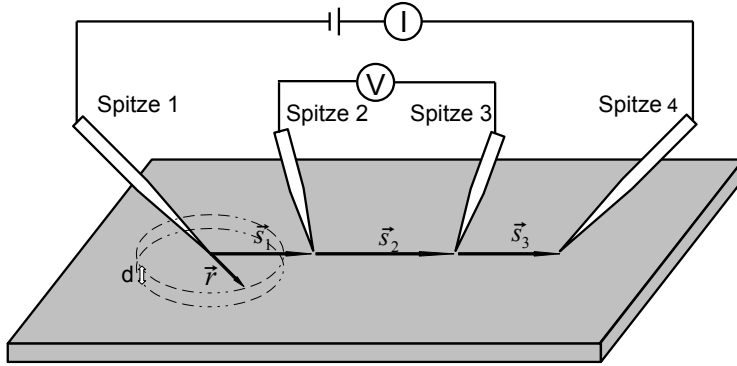
### 9.1. Herleitung des Vierpunktwidestandes

Im Folgenden wird der Zusammenhang zwischen dem spezifischen Widerstand der zu messenden Probe und dem Vierpunktwidestand hergeleitet. Man muss dabei bzgl. der Dimension des Leiters unterscheiden. Bei einem reinen eindimensionalen Leiter ist der Zusammenhang genauso einfach wie für eine Messung mit zwei Kontakten ( $\rho_{1D} = R_{4p}/s$ ). Hierbei ist  $\rho_{1D}$  der spezifische Widerstand in  $[\Omega/\text{m}]$ ,  $R_{4p}$  der gemessene Vierpunktwidestand und  $s$  der Abstand zwischen den spannungsmessenden Spitzen. Der einzige Unterschied zur Zweipunktmessung ist das Eliminieren der Kontaktwiderstände, welche bei der Vierpunktmessung nicht gemessen werden, da das Potential stromlos gemessen wird.

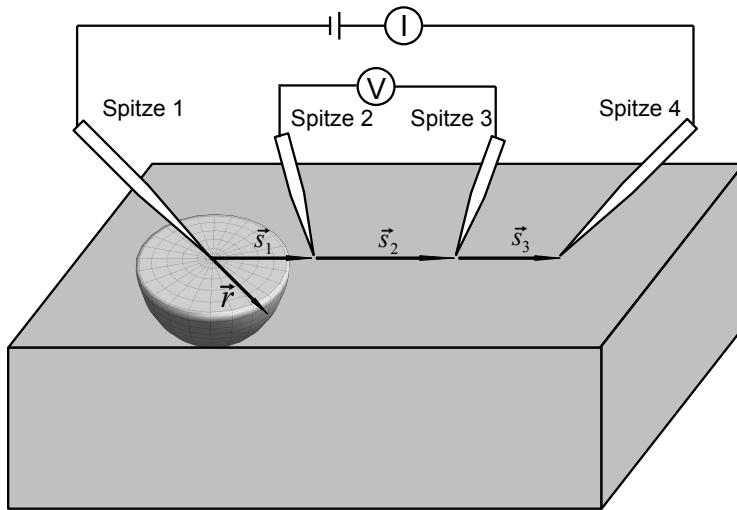
Etwas komplizierter ist der Zusammenhang für die in Abbildung 43 gezeigten Geometrien.

#### 9.1.1. Herleitung des Vierpunktwidestandes für einen zweidimensionalen Leiter

Zunächst wird der Zusammenhang des spezifischen Widerstands  $\rho_s$  mit dem Vierpunktwidestand  $R_{4p}$  für in Abbildung 43(a) gezeigten Fall hergeleitet. Dazu beginnt man mit



(a) Skizze zur Vierpunktmessung an einer zweidimensional leitenden Oberfläche



(b) Skizze zur Vierpunktmessung an einer dreidimensionalen Probe

**Abb. 43:** Skizzen zur Herleitung des spezifischen Widerstands aus dem gemessenen Vierpunkt Widerstand

dem Ohm'schen Gesetz, welches in Gleichung 9.1 zu sehen ist. Die Stromdichte  $\vec{j}$  ist definiert als der Strom  $I$ , welcher durch eine Fläche  $A$  fließt (siehe Gleichung 9.2). Aus Abbildung 43(a) geht hervor, dass die Fläche  $A$  gegeben ist durch den Kreisumfang  $2\pi r$  mal der Dicke der Scheibe  $d$ .

$$\vec{j} = \sigma \vec{E} \quad (9.1)$$

$$\vec{j} = \frac{I}{A} = \pm \frac{I}{2\pi r d} \vec{e}_r \quad (9.2)$$

$$\Rightarrow \vec{E} = \pm \frac{I}{2\pi \sigma d r} \vec{e}_r \quad (9.3)$$

$$\text{mit } \vec{E} = -\frac{dV}{dr} \vec{e}_r \quad (9.4)$$

Das Potential  $V_2$ , welches an Spitze 2 anliegt, ist die Summe aus dem Potential, welches Spitze 1 in Punkt  $\vec{s}_1$  ( $V_1(\vec{s}_1)$ ) und Spitze 4 in Selbigem ( $V_4(\vec{s}_1)$ ) erzeugt.

$$\Rightarrow V_2 = V_1(\vec{s}_1) + V_4(\vec{s}_1) = - \left[ \int_0^{|\vec{s}_1|} \vec{E} d\vec{r} + \int_0^{|\vec{s}_2 + \vec{s}_3|} \vec{E} d\vec{r} \right] \quad (9.5)$$

$$\Rightarrow V_2 = -\frac{I}{2\pi \sigma d} \left[ \int_0^{|\vec{s}_1|} \frac{1}{r} dr - \int_0^{|\vec{s}_2 + \vec{s}_3|} \frac{1}{r} dr \right] \quad (9.6)$$

$$= -\frac{I}{2\pi \sigma d} [\ln(|\vec{s}_1|) - \ln(0) - \ln(|\vec{s}_2 + \vec{s}_3|) + \ln(0)] \quad (9.7)$$

$$= \frac{I}{2\pi \sigma d} \left[ \ln \left( \frac{|\vec{s}_2 + \vec{s}_3|}{|\vec{s}_1|} \right) \right] \quad (9.8)$$

Analog zu Spitze 2 wird auch hier diese Rechnung mit Spitze 3 gemacht. Hieraus folgt:

$$V_3 = \frac{I}{2\pi \sigma d} \left[ \ln \left( \frac{|\vec{s}_3|}{|\vec{s}_1 + \vec{s}_2|} \right) \right] \quad (9.9)$$

Hieraus ergibt sich eine Potentialdifferenz  $\Delta V$ :

$$\Rightarrow \Delta V = \frac{I}{2\pi \sigma d} \left[ \ln \left( \frac{|\vec{s}_2 + \vec{s}_3|}{|\vec{s}_1|} \right) + \ln \left( \frac{|\vec{s}_1 + \vec{s}_2|}{|\vec{s}_3|} \right) \right] \quad (9.10)$$

mit  $\rho_s = \frac{1}{\sigma d}$  und  $R_{4p} = \frac{\Delta V}{I}$  folgt:

$$R_{4p} = \frac{1}{2\pi} \rho_s \left[ \ln \left( \frac{|\vec{s}_2 + \vec{s}_3|}{|\vec{s}_1|} \right) + \ln \left( \frac{|\vec{s}_1 + \vec{s}_2|}{|\vec{s}_3|} \right) \right] \quad (9.11)$$

Für die kollineare Anordnung der Kontakte im gleichen Abstand  $s = |\vec{s}_1| = |\vec{s}_2| = |\vec{s}_3|$  gilt:

$$R_{4p} = \rho_s \frac{\ln(2)}{\pi} = \text{const.} \quad (9.12)$$

Aus einer Einheitenanalyse von Gleichung 9.12 geht hervor, dass  $R_{4p}$  und  $\rho_s$  die Gleiche Einheit  $\Omega$  besitzen. Zur Unterscheidung, dass es sich um einen spezifischen Widerstand handelt, hat man für den spezifischen Widerstand im zweidimensionalen Fall die Einheit  $\Omega/\square$  eingeführt. Dies ist eine reine Konvention und hat außer zur Unterscheidung keine weiteren Bedeutungen.

### 9.1.2. Herleitung des Vierpunktwiderstandes für eine dreidimensionale Leitfähigkeit

Zur Berechnung des spezifischen Widerstands  $\rho_b$  aus dem Vierpunktwiderstand  $R_{3D}$  für die in Abbildung 43(b) dargestellte Geometrie beginnt man, wie für zweidimensionale Proben, mit dem Ohm'schen Gesetz (Gleichung: 9.1). Anders als im zweidimensionalen Fall ist die Fläche  $A$  in Gleichung 9.2 hier  $2\pi r^2$ , was in Abbildung 43(b) dargestellt wird.

$$\Rightarrow \vec{j} = \pm \frac{I}{2\pi r^2} \vec{e}_r \quad (9.13)$$

$$\Rightarrow \vec{E} = \pm \frac{I}{2\pi\sigma} \frac{1}{r^2} \vec{e}_r \quad (9.14)$$

Das Potential  $V_2$ , welches an Spitze 2 anliegt, ist die Summe aus dem Potential, das Spitze 1 in Punkt  $\vec{s}_1$  ( $V_1(\vec{s}_1)$ ) und Spitze 4 in Selbigem ( $V_4(\vec{s}_1)$ ) erzeugt. (analog zum 2D-Fall)

$$\Rightarrow V_2 = V_1(\vec{s}_1) + V_4(\vec{s}_1) = - \left[ \int_0^{|\vec{s}_1|} \vec{E} d\vec{r} + \int_0^{|\vec{s}_2 + \vec{s}_3|} \vec{E} d\vec{r} \right] \quad (9.15)$$

$$\Rightarrow V_2 = - \frac{I}{2\pi\sigma} \left[ \int_0^{|\vec{s}_1|} \frac{1}{r^2} dr - \int_0^{|\vec{s}_2 + \vec{s}_3|} \frac{1}{r^2} dr \right] \quad (9.16)$$

$$= - \frac{I}{2\pi\sigma} \left[ \cancel{\frac{1}{a}} - \frac{1}{|\vec{s}_1|} + \frac{1}{|\vec{s}_2 + \vec{s}_3|} - \cancel{\frac{1}{a}} \right] \text{ für } a \rightarrow 0 \quad (9.17)$$

$$= \frac{I}{2\pi\sigma} \left[ \frac{1}{|\vec{s}_1|} - \frac{1}{|\vec{s}_2 + \vec{s}_3|} \right] \quad (9.18)$$

Analog zu Spitze 2 wird auch hier diese Rechnung mit Spitze 3 gemacht. Hieraus folgt:

$$V_3 = \frac{I}{2\pi\sigma} \left[ \frac{1}{|\vec{s}_1 + \vec{s}_2|} - \frac{1}{|\vec{s}_3|} \right] \quad (9.19)$$

Hieraus ergibt sich eine Potentialdifferenz  $\Delta V$ :



$$\Delta V = V_2 - V_3 = \frac{I}{2\pi\sigma} \left[ \frac{1}{|\vec{s}_1|} - \frac{1}{|\vec{s}_2 + \vec{s}_3|} - \frac{1}{|\vec{s}_1 + \vec{s}_2|} + \frac{1}{|\vec{s}_3|} \right] \quad (9.20)$$

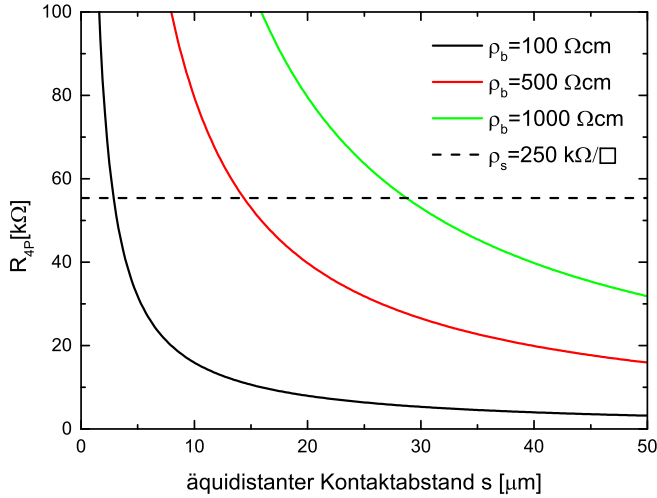
mit  $\rho_b = \frac{1}{\sigma}$  und  $R_{4p} = \frac{\Delta V}{I}$  folgt:

$$R_{4p} = \frac{\rho_b}{2\pi} \left[ \frac{1}{|\vec{s}_1|} - \frac{1}{|\vec{s}_2 + \vec{s}_3|} - \frac{1}{|\vec{s}_1 + \vec{s}_2|} + \frac{1}{|\vec{s}_3|} \right] \quad (9.21)$$

Für die kollineare Anordnung der Kontakte im gleichen Abstand  $s = |\vec{s}_1| = |\vec{s}_2| = |\vec{s}_3|$  gilt:

$$R_{4p} = \frac{\rho_b}{2\pi s} \quad (9.22)$$

Betrachtet man im dreidimensionalen Fall die Einheiten in Gleichung 9.22, so muss der spezifische Widerstand die Einheit  $\Omega\text{m}$  haben. Spezifische Widerstände von Proben werden oft in  $\Omega\text{cm}$  angegeben. Abbildung 44 zeigt den Verlauf des Vierpunkt Widerstandes in Abhängigkeit vom Kontaktabstand. Zusätzlich ist der konstante Widerstand einer Oberfläche mit einem spezifischem Widerstand von  $250\text{ k}\Omega/\square$  eingezeichnet. Je geringer die Dotierung der Probe ist, um so größer sind die Kontaktabstände bei der die Kurve den Widerstandsverlauf der Oberfläche schneidet. Für Proben, welche einen elektrisch leitenden Oberflächenzustand und Volumen besitzen bedeutet dies, dass für kleiner Abstände die Messung Oberflächen- und für größer Abstände als dieser Schnittpunkt volumensensitiv ist.



**Abb. 44:** Verlauf des Vierpunkt Widerstandes für dreidimensionale Proben mit unterschiedlichen spezifischen Volumenwiderständen; Verlauf des Vierpunkt widerstandes einer Oberfläche mit einem spezifischen Oberflächenwiderstand von 250  $k\Omega/\square$  ist gestrichelt eingezeichnet.

## 9.2. Berechnungen von Vierpunktmessungen an der Si(111)-7×7 Oberfläche

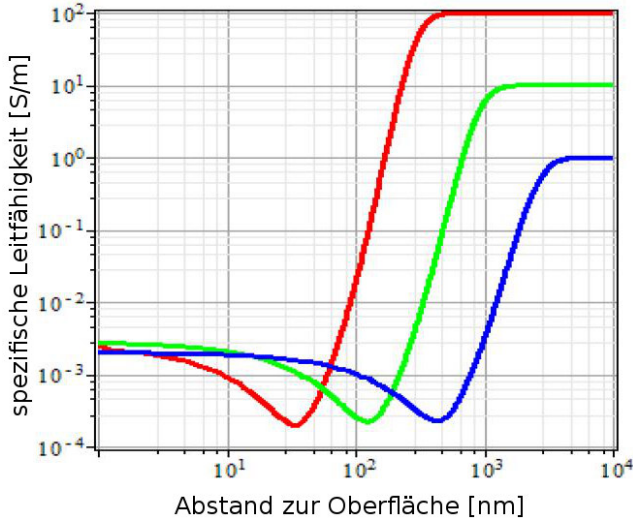
Zur Bestimmung der Oberflächenleitfähigkeit einer zu untersuchenden Probe mit Hilfe der Vierpunktmessung muss der Stromfluss durch die Oberflächenschicht bekannt sein. Bei einfachen Strukturen wie Nanodrähten oder 2D-Schichten, welche vom Volumen elektrisch entkoppelt sind, ist der Stromfluss durch die Oberfläche bekannt oder kann analytisch berechnet werden. Bei einer komplexen Struktur, wie der Si(111)-7×7 rekonstruierten Oberfläche, welche elektrisch über eine Raumladungszone mit dem Siliziumvolumen verbunden ist, müssen komplexe theoretische Berechnungen im Voraus stattfinden. Im Fall der Si(111)-7×7 Probe befasste sich Matthias Wunde [40] in seiner Diplomarbeit unter anderem mit der Ladungsträgerkonzentration an der Oberfläche und berechnete hieraus den zu erwartenden Vierpunkt widerstand an der zu messenden Si(111)-7×7 Probe.

Der Vierpunkt widerstand der Si(111)-7×7 Probe besteht aus drei spezifischen Leitfähigkeiten  $\sigma$ , die zur gesamten Leitfähigkeit beitragen können.

1. spezifische Leitfähigkeit des Volumens  $\sigma_b$

2. spezifische Leitfähigkeit der Raumladungszone  $\sigma_{sc}$
3. spezifische Leitfähigkeit der Oberfläche  $\sigma_s$

Zunächst wurde mit Hilfe der Bandverbiegung die Ladungsträgerkonzentration in Abstand zur Oberfläche berechnet. Hiermit war es möglich die elektrische Leitfähigkeit der Raumladungszone als Funktion des Abstandes zur Oberfläche zu berechnen. Abbildung 45 zeigt dieses Ergebnis. Auffallend ist, dass die Dicke der Raumladungszone von stärker- zu schwächer dotierten Proben hin zunimmt.

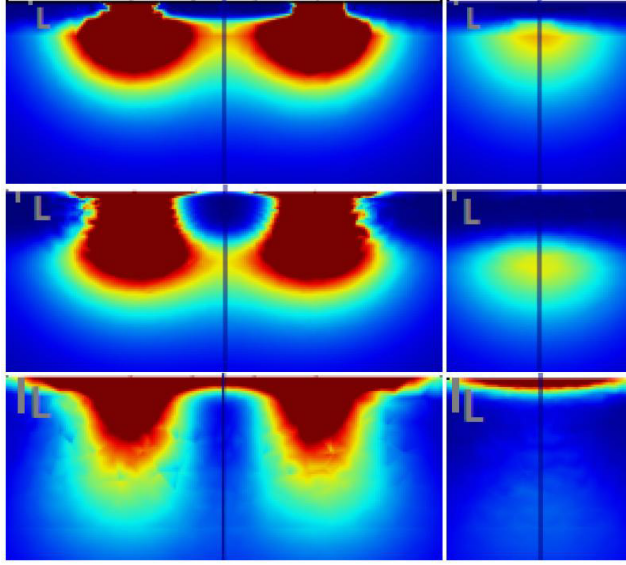


**Abb. 45:** Abstandsabhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit von der Oberfläche bei 300 K;  $\rho_1 = 1 \Omega\text{cm}$  (rot),  $\rho_{10} = 10 \Omega\text{cm}$  (grün),  $\rho_{100} = 100 \Omega\text{cm}$  (blau) [40]

Aus diesem  $\sigma(z)$  bzw.  $\rho(z)$  wurde im Folgenden der Stromfluss durch die Si(111) Probe mit der Methode der finiten Elemente simuliert. Hierzu wurde eine Probengeometrie in Form eines Würfels mit einer Kantenlänge von  $20 \mu\text{m}$  gewählt. Die vier Kontakte befinden sich in der Mitte der Oberfläche, haben einen Radius von  $10 \text{ nm}$  und sind äquidistant mit einem Abstand  $s$  von  $1 \mu\text{m}$  in einer Linie angeordnet. Somit sind die Kontakte deutlich weiter als  $4s$  von jeder Kante des Würfels entfernt, sodass Randeffekte vernachlässigt werden können. Alle Berechnungen wurden für die drei bereits oben beschriebenen Proben durchgeführt.

Hieraus ergibt sich die in Abbildung 46 in Farbskalierung aufgetragene Stromdichte. Diese zeigt, dass je geringer die Dotierung der Siliziumprobe ist, desto höher ist die Stromdichte an der Oberfläche.

Zusätzlich wurde das Modell mit einer Oberfläche erweitert, welche einen spezifischen Oberflächenwiderstand von  $\rho_s = 250 \text{ k}\Omega/\square$  erhielt. Aus den Daten der  $\rho(z)$  Abhängigkeit



**Abb. 46:** Auf maximalen Stromfluss normierte Stromdichte bei 300 K;  $\rho_1 = 1 \Omega\text{cm}$  (oben),  $\rho_{10} = 10 \Omega\text{cm}$  (mitte),  $\rho_{100} = 100 \Omega\text{cm}$  (unten); Ausschnitt:  $3 \mu\text{m} \times 3 \mu\text{m}$ ; links: x,z-Ebene entlang der Kontakte, rechts: yz-Ebene entlang der in den rechten Bildern eingezeichneten Linie. [40]

lässt sich der Vierpunktwiderstand für die Kombination aus Raumladungszone, Volumen und Oberfläche berechnen. Der so berechnete Verlauf konnte mit einem Ersatzschaltbild erklärt werden, welches in Abbildung 47 gezeigt wird. Hierbei ist der Widerstand der Oberfläche  $R_s$  parallel zu den Widerständen des Volumen  $R_b$  und der Raumladungszone  $R_{sc}$  geschaltet. Hierfür sind die Widerstände folgendermaßen definiert:

$$R_s = \rho_s \frac{\ln(2)}{\pi} \quad (9.23)$$

$$R_{sc} = A \cdot \exp(-bx) \quad (9.24)$$

$$R_b = \frac{\rho_b}{2\pi s} \quad (9.25)$$

Aus diesen Widerständen und dem Ersatzschaltbild aus Abbildung 47 ergibt sich ein Verlauf des Gesamtvierpunktwidestandes  $R_{4p}^{tot}$ .

$$R_{4p}^{tot} = \left[ \frac{1}{R_s} + \frac{1}{R_b + R_{sc}} \right]^{-1} \quad (9.26)$$

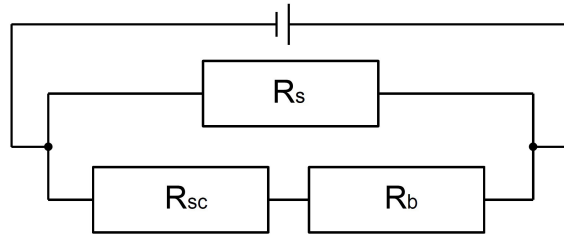


Abb. 47: Ersatzschaltbild für den in simulierten Widerstandsverlauf.

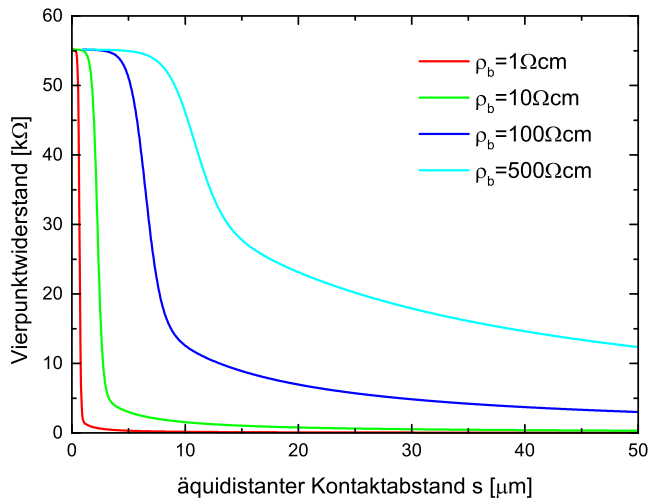
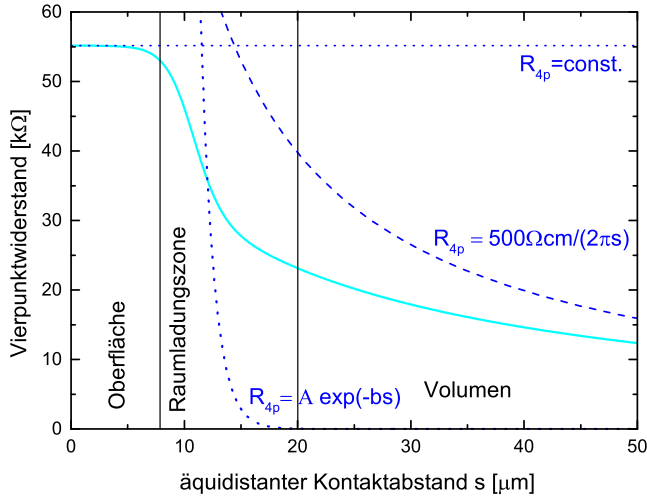


Abb. 48: Vierpunkt Widerstandsverlauf in Abhängigkeit vom äquidistanten Kontaktabstand bei einer Oberflächenleitfähigkeit von  $\rho_s = 250 \text{ k}\Omega/\square$ ;  $\rho_1 = 1 \text{ }\Omega\text{cm}$  (rot),  $\rho_{10} = 10 \text{ }\Omega\text{cm}$  (grün),  $\rho_{100} = 100 \text{ }\Omega\text{cm}$  (blau),  $\rho_{500} = 500 \text{ }\Omega\text{cm}$  (türkis) [40]

Abbildung 48 zeigt den Verlauf des Vierpunktwidestands bzgl. des äquidistanten Kontaktabstands  $s$ , welcher aus Gleichung 9.26 hervorgeht. Dieser deckt sich mit dem simulierten Daten von Matthias Wunde [40]. Deutlich zu erkennen ist die Zunahme der Oberflächensensitivität für geringer dotierte Siliziumproben. Dies sieht man am längeren konstanten Verlauf der Kurven für geringere Dotierungen. Dieser konstante Verlauf steht für eine zweidimensionale Leitfähigkeit der Probe, wie aus Gleichung 9.12 zu entnehmen ist. Für größere Abstände fällt der Widerstand exponentiell ab und geht schließlich über in das zu erwartende  $1/s$  Verhalten, welches charakteristisch für eine Volumenleitfähigkeit ist (siehe Gleichung 9.22) [51]. Abbildung 49 zeigt nochmals den Verlauf des Vierpunktwidestandes am Beispiel der  $500\,\Omega\text{cm}$  Probe. Eingezeichnet sind die drei Bereiche in denen der Verlauf durch die Oberfläche, die Raumladungszone und das Volumen dominiert wird.



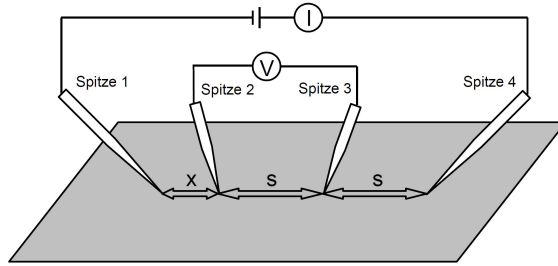
**Abb. 49:** Oberflächen-, Raumladungszonen- und Volumenanteil im Verlauf des Vierpunktwidestands. Probe:  $\rho_s = 250\,\text{k}\Omega\text{cm}$ ,  $\rho_b = 500\,\Omega\text{cm}$

Mit diesem theoretischen Hintergrundwissen konnte mit Hilfe des Multispitzen-Rastertunnelmikroskops der Versuch begonnen werden die Oberflächenleitfähigkeit der Si(111)-7×7 Probe zu messen.

Ein Schwachpunkt der theoretischen Berechnungen des Widerstandsverlaufs ist der Stromfluss von der Oberfläche in die Raumladungszone. Dieser wurde hier nicht simuliert. Dies wird wie die Messungen in Kapitel 10 zeigen werden zu Abweichungen zwischen Theorie und Experiment führen. Dies könnte unter anderem mit finite Elemente Simulationen berücksichtigt werden.

### 9.3. Anpassung des Widerstandsverlaufs an nicht äquidistante Kontaktabstände

Der im vorigen Abschnitt simulierte Widerstandsverlauf bzgl. des Kontaktabstands gilt lediglich für den Fall, dass die Kontakte äquidistant und in einer Linie angeordnet sind. Dabei wird Strom durch die äußeren beiden Spitzen in die Probe injiziert und eine Potentialdifferenz mittels der inneren beiden Spitzen detektiert. Diese Anordnung mit Hilfe eines Multispitzen-Rastertunnelmikroskop zu erreichen ist besonders für kleine Abstände schwer und aufwändig zu realisieren. Vor allem für eine Positionierung der Spitzen mit Hilfe eines optischen Mikroskops.



**Abb. 50:** Spitzenanordnung zur Messung des Oberflächenleitfähigkeit von Si(111)- $7 \times 7$

Da die Neupositionierung einer Spitze weniger Zeit benötigt als alle vier Spitzen neu zu positionieren wurde in dieser Dissertation eine andere Anordnung der Spitzen (Kontakte) gewählt. Hierbei wurden drei Spitzen in einer Linie äquidistant zueinander angeordnet. Der Abstand wurde mit  $s=50 \mu\text{m}$  gewählt. Die vierte Spitze verfährt von  $x = 3 \mu\text{m}$  bis  $x = 50 \mu\text{m}$ . Abbildung 50 zeigt diese Anordnung der Spitzen. Zudem stellt sich heraus, dass im Vergleich zu den äquidistanten Messungen, die Messungen reproduzierbarer wurden. Dies liegt mit hoher Wahrscheinlichkeit daran, dass unter dieser Anordnung der Kontakt von drei Spitzen immer gleich bleibt.

Diese Anordnung der Spitzen hat zur Folge, dass man den Abstand  $x$  nicht mit dem äquidistanten Abstand  $s$  in den Gleichungen 9.12 und 9.22 gleichsetzen darf. Die für den äquidistanten Versuchsaufbau nur der Abstand  $s$  in den Formeln zu Berechnung des Vierpunktwidestands auftaucht, wird dieser Versuchsaufbau der Einfachheit halber von (fast) allen Gruppen verwendet. Für den hier verwendeten Versuchsaufbau muss sowohl der Abstand  $s$  als auch der Abstand  $x$  berücksichtigt werden. Gleichungen 9.27 und 9.28 mit anschließender Tabelle 2 zeigen die Änderung des Widerstandsverlaufs zwischen dem äquidistanten und diesem Versuchsaufbau für den Vierpunktwidestand eines zwei- und dreidimensionalen Objekts. Um den Einfluss der "Korrekturterme"[52] genauer zu verstehen sind in Abbildung 51 der zugehörige äquidistante Abstand  $s_{3D}^{eq}$  und der zweidimensionale Korrekturterm  $1/\chi_{2D}$  gegen den Abstand  $x$  aufgetragen. Hieran sieht man deutlich,

weshalb mit der Wahl  $s=50\mu\text{m}$  eine gute Wahl getroffen wurde. Der zweidimensionale Korrekturterm  $1/\chi_{2D}$  weicht für kleine Abstände deutlich von 1 ab und vergrößert so den gemessenen Widerstand bei  $1,5\mu\text{m}$  um den Faktor 3 im Vergleich zur äquidistanten Messung. Eine Vergrößerung des Abstands  $s$  würde den Korrekturfaktor für kleine Abstände  $x$  vergrößern. Dies hätte den Nachteil, dass diese gemessenen Widerstände nur vom  $1/\chi_{2D}$  Verlauf beeinflusst würden. Eventuelle Abweichungen vom Volumenanteil des Vierpunkt-widerstand würden nicht zu identifizieren sein. Gegen eine Verkleinerung des Abstands  $s$  spricht das Verhalten von  $s_{3D}^{eq}$ . Für Abstände  $0 < x < 50\mu\text{m}$  ist  $x \approx s_{3D}^{eq}$ . Für größere Abstände knickt die Kurve jedoch schnell ab, was dazu führt, dass größere Abstände  $s_{3D}^{eq}$  als  $100\mu\text{m}$  nicht gemessen werden können, da der Korrekturterm  $s_{3D}^{eq}$  für  $x \rightarrow \infty$  gegen  $100\mu\text{m}$  geht (siehe Tabelle: 2). Aus diesem Grund wurden die später in Kapitel 10.4 gezeigten Messwerte für  $x = 100, 150, 200\mu\text{m}$  mit der äquidistanten Anordnung der Spitzen gemessen.

$$R_{4p}^s = \frac{1}{\chi_{2D}} \frac{\rho_s \ln(2)}{\pi} \quad (9.27)$$

$$R_{4p}^b = \frac{\rho_b}{2\pi s_{3D}^{eq}} \quad (9.28)$$

	äquidistanter Aufbau	beliebiger Aufbau	der hier verwendete Aufbau; $x$ in $\mu\text{m}$
$\frac{1}{\chi_{2D}}$	1	$\frac{1}{2\ln(2)} \left[ \ln\left(\frac{ \vec{s}_2+\vec{s}_3 }{ \vec{s}_1 }\right) + \ln\left(\frac{ \vec{s}_1+\vec{s}_2 }{ \vec{s}_3 }\right) \right]$	$\frac{1}{2\ln(2)} \left[ \ln\left(\frac{100}{x}\right) + \ln\left(\frac{50+x}{50}\right) \right]$
$\frac{1}{s_{3D}^{eq}}$	$\frac{1}{s}$	$\left[ \frac{1}{ \vec{s}_1 } - \frac{1}{ \vec{s}_2+\vec{s}_3 } - \frac{1}{ \vec{s}_1+\vec{s}_2 } + \frac{1}{ \vec{s}_3 } \right]$	$\left( \frac{1}{x} - \frac{1}{100} + \frac{1}{50} - \frac{1}{50+x} \right)$

**Tab. 2:** Korrekturfaktoren für verschiedene Anordnungen der Spitzen [52]; Definition der Vektoren  $\vec{s}_i$  siehe Abbildung 43; Definition des Abstands  $x$  wird in Abbildung 50 gezeigt.

Trägt man den Vierpunkt-widerstand nicht wie in Abbildung 48 gegen den äquidistanten Abstand  $s$  sondern gegen den Abstand  $x$  mit  $s = 50\mu\text{m}$ , so ändert sich der Verlauf des Vierpunkt-widerstands signifikant für kleine  $x$ . Abbildung 52 zeigt den erwarteten Verlauf des Vierpunkt-widerstands. Auch hier wird deutlich, dass nur Proben mit einem spezifischen Widerstand von mehr als  $100\Omega\text{cm}$  von Interesse sein werden, da der Oberflächenanteil bei besser leitenden Proben erst ab einem Probenabstand von weniger als  $2\mu\text{m}$  zu messen sein würde. Dies sieht man in Abbildung 52 an der Abweichung der Kurven vom idealen Verlauf des Vierpunkt-widerstandes für eine zweidimensionale elektrische Leitfähigkeit.



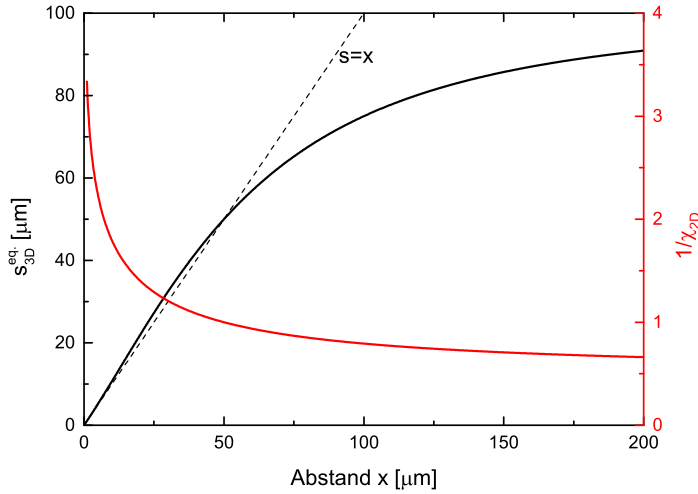


Abb. 51: Vergleich Abstand  $x$  mit  $s_{3D}^{eq}$  und Verlauf des zweidimensionalen Korrekturterms  $1/\chi_{2D}$

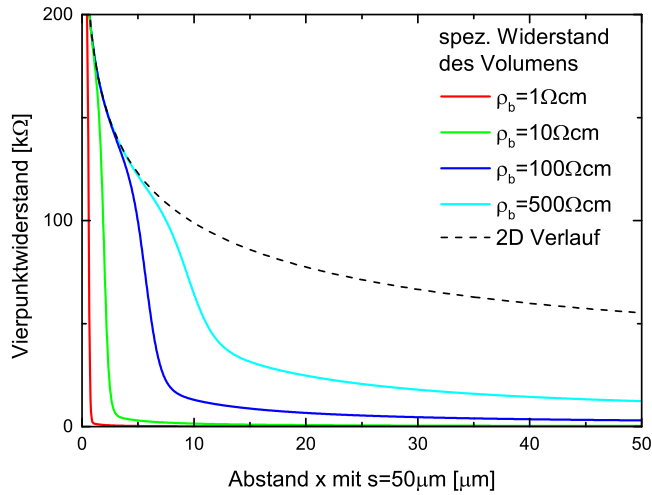


Abb. 52: Verlauf des Vierpunkt-widerstandes in Abhängigkeit von  $x$  mit  $s = 50 \mu\text{m}$  bei einer Oberflächenleitfähigkeit von  $\rho_s = 250 \text{ k}\Omega/\square$  für verschiedene spezifische Volumenwiderstände;  $\rho_1 = 1 \Omega\text{cm}$  (rot),  $\rho_{10} = 10 \Omega\text{cm}$  (grün),  $\rho_{100} = 100 \Omega\text{cm}$  (blau),  $\rho_{500} = 500 \Omega\text{cm}$  (türkis)

## 9.4. Korrekturterm für endliche Ausdehnung der Probe

Bis hierhin wurden nur Proben mit unendlicher Ausdehnung besprochen. Lediglich die Simulation von Matthias Wunde [40] beruhen auf einen Würfel der Kantenlänge von  $20\,\mu\text{m}$ . Um ausschließen zu können, dass Randeffekte einen Einfluss auf die folgenden Messungen haben, werden in diesem Abschnitt diese Effekte abgeschätzt. Die folgenden Korrekturfaktoren und Gleichungen sind aus dem Buch von Dieter K. Schroder "Semiconductor Material and Sevice Characterization" [51] entnommen und können detaillierter nachgeschlagen werden.

Um den Einfluss von Randeffekten abzuschätzen muss zwischen Messung der Volumenleitfähigkeit und der Oberflächenleitfähigkeit unterschieden werden. Für einen dreidimensionalen Leiter gilt Gleichung 9.28. Für endliche dreidimensionale Leiter wird diese Gleichung zu:

$$\rho_b = 2\pi s F R_{4p}^s \quad (9.29)$$

mit dem Korrekturfaktor  $F = F_1 F_2 F_3$

Hierbei ist  $F_1$  der Korrekturfaktor für endlichen Probendicken  $t$ ,  $F_2$  der Korrekturfaktor für das Verhältnis von Probengröße  $D$  zu Kontaktabstand  $s$  und  $F_3$  der Korrekturfaktor für das Verhältnis von Abstand zwischen den Kontakten und Rand der Probe zu Kontaktabstand.

$$F_1 = \frac{t/s}{2 \ln[\cosh(t/s)/\cosh(t/2s)]} \quad (9.30)$$

Für  $s \leq t$  ist  $F_1 \approx 1$  und somit vernachlässigbar, da in folgenden Messungen nur mit Kontaktabstände bis  $200\,\mu\text{m}$  gemessen wurde und die verwendeten Proben eine Dicke von  $280\,\mu\text{m}$  aufweisen.

$$F_2 = \frac{\ln(2)}{\ln(2) + \ln[(D/s)^2 + 3]/[(D/s)^2 - 3]} \quad (9.31)$$

$F_2$  ist für Verhältnisse von  $D/s$  größer als 20 in etwa eins. Somit ist auch dieser Korrekturfaktor vernachlässigbar, da die Probenbreite 4 mm beträgt.

Der Korrekturfaktor  $F_3$  besteht selbst aus zwei Korrekturfaktoren  $F_{31}$  und  $F_{32}$ . Falls die vier Kontakte parallel zur Probekante liegen so ist  $F_{32} \neq 1$ . Sind die Kontakte senkrecht hierzu angebracht so wird  $F_{31} \neq 1$ . Beide Korrekturfaktoren sind jedoch  $\approx 1$  für ein Verhältnis  $d/s \geq 4$ . Für die folgenden Messungen wurde daher immer darauf geachtet, dass die Messungen in der Mitte der Probe stattfanden, sodass auch diese Korrekturfaktoren vernachlässigt werden können.

Für einen zweidimensionalen Leiter kommen lediglich die Korrekturfaktoren  $F_2$  und  $F_3$  in Frage. Diese Verhalten sich genauso wie für den dreidimensionalen Leiter und sind somit auch für den zweidimensionalen Leiter vernachlässigbar.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass man sich der Korrekturfaktoren bewusst sein muss. Jedoch durch geeignete Wahl der Kontaktabstände und Größe der Probe können diese vernachlässigt werden. Im Folgenden ist dies der Fall.

### 9.5. Verwendete Fitfunktionen zur Bestimmung der spez. Oberflächen- und Volumenleitfähigkeit der Proben

Zur Bestimmungen der spezifischen Leitfähigkeiten aus den Messdaten, welche in Kapitel 10 gezeigt werden, wurden folgende Fitfunktionen verwendet. Diese leiten sich direkt aus den Formeln in Tabelle 2 ab.

2D-Verlauf:

$$R_{4p}^s = \frac{\rho_s}{2\pi} \left[ \ln \left( \frac{100}{x - x_0} \right) + \ln \left( \frac{50 + x_0}{50} \right) \right] + C \quad (9.32)$$

mit den Fitparametern:  $\rho_s, x_0, C$

Raumladungszonen-Verlauf:

$$R_{4p}^{sc} = A \cdot \exp \left[ -b \left( \frac{1}{x - x_0} - \frac{1}{100} + \frac{1}{50} - \frac{1}{50 + (x - x_0)} \right) \right] \quad (9.33)$$

mit dem Fitparametern:  $x_0$

und den aus der Finiten Elemente Simulation stammenden Konstanten A, b

3D-Verlauf:

$$R_{4p}^b = \frac{\rho_b}{2\pi} \left( \frac{1}{x - x_0} - \frac{1}{100} + \frac{1}{50} - \frac{1}{50 + (x - x_0)} \right) + C' \quad (9.34)$$

mit den Fitparametern:  $\rho_b, x_0, C'$

$$R_{4p}^{s+b+sc} = \left( \frac{1}{R_{4p}^{2D}} + \frac{1}{R_{4p}^{sc} + R_{4p}^{3D}} \right)^{-1} \quad (9.35)$$

Zu den schon bekannten Formeln wurde jeweils eine Konstanten  $C, C'$  hinzugefügt, welche einem Messoffset des Widerstandes und eine Konstante  $x_0$ , welche einem Messfehler bei der Abstandsmessung  $x$  entsprechen soll. Idealerweise sind beide Konstanten gleich null.  $R_{4p}^{2D+3D+sc}$  ist hierbei die angenommene Kombination der Widerstände, wie sie bereits im Ersatzschaltbild Abbildung 47 gezeigt wurden.

Aus den so erhaltenen spezifischen Widerständen, sowohl für den spezifischen Oberflächen- als auch für den spezifischen Volumenwiderstand, kann leicht die spezifische Leitfähigkeit bestimmt werden ( $\sigma = \rho^{-1}$ ).

---

## 10. Bestimmung der Oberflächenleitfähigkeit unterschiedlich präparierter Si(111) Oberflächen

In den folgenden Kapiteln werden die Vierpunktmessungen an Siliziumproben gezeigt, ausgewertet und interpretiert. Dabei geht es um drei verschiedene Oberflächen der Si(111) Probe. Kapitel 10.3 befasst sich mit der bismutterminierten Si(111) Oberfläche. Darauf folgt das Hauptthema; die Si(111)- $7\times 7$  Rekonstruktion und deren Oberflächenleitfähigkeit in Kapitel 10.4. Zur Vollständigkeit schließt die Messreihe mit Vierpunktmessungen an der nichtrekonstruierten Si(111) Probe.

### 10.1. Das Vierpunktspektrum und das angewandte Messverfahren

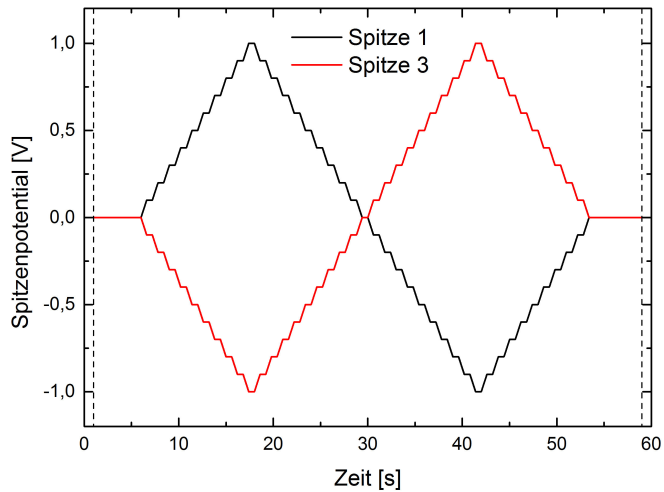
Das Vierpunktspektrum besteht aus Spannungsrampen zur Injizierung von Strom in die Probe und Aufnahme aller relevanter Ströme und Potentiale. Dieses Multispektrum und das Messverfahren, welches in folgenden Versuchen immer verwendet wurden, hat sich durch viele Experimente bewährt und wird im Folgenden erklärt.

Zur Strominjizierung werden immer die äußeren beiden Spitzen verwendet. Die inneren beiden Spitzen messen das Potential an der jeweiligen Stelle. Zunächst werden alle Spitzen an der entsprechenden Position in Kontakt mit der Probe gebracht. Dies geschieht durch automatische Annäherung mittels Feedback. Danach befinden sich alle Spitzen im Tunnelkontakt. Hierbei ist die Probe mit der Erde verbunden damit Strom zwischen Spitze und Probe fließen kann. Danach wird jede Spitze manuell aus dem Tunnelkontakt, bis ein Strom von  $0,1 - 1 \mu\text{A}$  fließt, abgesenkt. Dies kann je nach Spitzeneigenschaften (Verschmutzung oder Federkonstate) eine unterschiedlich große Absenkung der Spitzen aus dem Tunnelkontakt bedeuten. In der Regel sind dies  $10 - 50 \text{ nm}$ , welches für Rastertunnelmikroskopverhältnisse viel ist. Danach werden für den Rest der gesamten Messung alle Spitzen in dieser Position gehalten. Dies bedeutet für alle Spektren die mit dieser Spitzenkonfiguration gemessen werden. Bei der Repositionierung einer Spitze, um einen neuen Abstand einzustellen, werden alle Spitzen durch Ausschalten der Regelung zurückgezogen, da so eine Beschädigung dieser vermieden werden kann. Somit ist auch klar, dass während des Vierpunktspektrums eine Änderung in der z-Position nicht nötig ist. Diese Methode gewährleistet deutlich stabilere Kontakte und reproduzierbare Ergebnisse als das Absenken der Spitzen aus dem Tunnelkontakt während eines solchen Vierpunktspektrums. Danach wird der Kontakt der Probe mit der Erde unterbrochen, sodass die Probe nun potentialfrei ist. Nun kann das Vierpunktspektrum gestartet werden. Abbildung 53(a) zeigt die angelegte Spannung an den beiden strominjizierenden äußeren Spitzen 1 und 3 und das Schalten der Elektronik der inneren Spitzen 2 und 4 vom Strommodus in den Potentialmessmodus (schwarz gestrichelte Linien). Da die inneren Spitzen jeweils das Potential messen, wird keine Spannung von außen an diese Spitzen vorgegeben. Abbildung 53(b) zeigt die aufgenommenen Daten von den vier Spitzen. Hierbei wird der Strom der

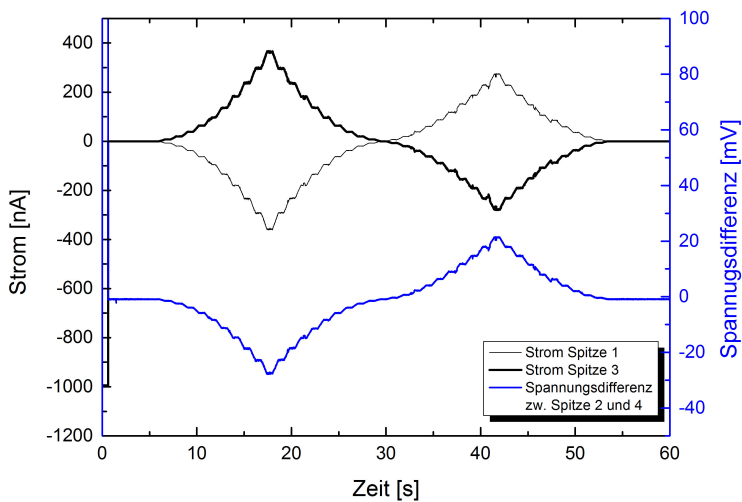
äußeren Spitzen separat gemessen, wo hingegen von den anderen beiden Spitzen direkt die Potentialdifferenz eingelesen wird. Dies führt zu einer größeren Genauigkeit bei der Messung der Potentialdifferenz. Mehr hierzu in Kapitel 10.2.

Auffallend am Spektrum sind die gefahrenen Spannungsrampen der äußeren Spitzen. Zum einen sind die Spannungsrampen symmetrisch um 0 V zueinander. Dies soll vor allem das Messexperiment symmetrisch machen. Prinzipiell macht es keinen Unterschied, ob man nur an einer Spitze Spannung anlegt oder so wie hier es antisymmetrisch macht. Jedoch kann so ein größerer Strom durch die Probe geschickt werden ohne eine große Spannung bzgl. Erdpotential anlegen zu müssen. Die in Abbildung 53(a) gezeigten Spannungsrampen besitzen einen maximalen Wert von 1 V und können je nachdem wie groß der gemessene Strom ist angepasst werden. Da zur Bestimmung des Vierpunktwidestands die Steigung der V/I-Kurve durch den Nullpunkt entscheidend ist, wird die Amplitude der Spannungsrampe meist auf 0,1 V verringert. Zum anderen weisen die Rampen Spannungsplateaus auf, welche identisch lang mit den Steigungen sind. Dies führt vor allem in der Potentialmessung zur Fehlervermeidung. Falls das System stabil ist und die Spannungsfolger korrekt funktionieren, sollte während eines solchen Plateaus keine Änderung der Spannungsdifferenzmessung auftreten. Tritt eine Solche auf, kann meist von schlechten (instabilen) Kontakten ausgegangen werden, was zur Folge hat, dass das Spektrum wiederholt werden muss. Zudem können so auch Spektren mit einer deutlich erkennbaren Hysterese zu Bestimmung des Vierpunktwidestands genutzt werden, da während der Plateaus keine Hysterese auftritt.

Aus den in Abbildung 53(b) aufgenommenen Rohdaten wird die Spannungsdifferenz gegen den Strom einer Spitze aufgetragen. Ein solches V/I-Diagramm ist in Abbildung 54 zu sehen. Die Steigung des Graphen durch den Nullpunkt ist der gemessene Vierpunktwidestand. Da die gemessene Stromdifferenz beider Spitzen weniger als 0,1 % des Gesamtstroms beträgt, kann der Fehler beim Strommessen in der Regel vernachlässigt werden (siehe: Kapitel 10.2). Der gemessene Strom der anderen Spitze dient lediglich zur Kontrolle ob keine Leckströme z.B. zur Erde auftreten.



(a) Gefahrene Spannungsrampen der Spitzen 1 und 3; schwarz gestrichelte Linien symbolisieren das Umschalten der Spitzenelektronik für die Spitzen 2 und 4 vom Strommodus in den Potentialmessmodus



(b) Aufgenommenes Strom-, bzw Spannungsdifferenzsignal der Spitzen; Messung auf einer bismutterterminierten Siliziumprobe

**Abb. 53:** Die ausgegebenen Spannungsrampen, gemessenen Ströme und Spannungsdifferenzen eines Vierpunktspektrums

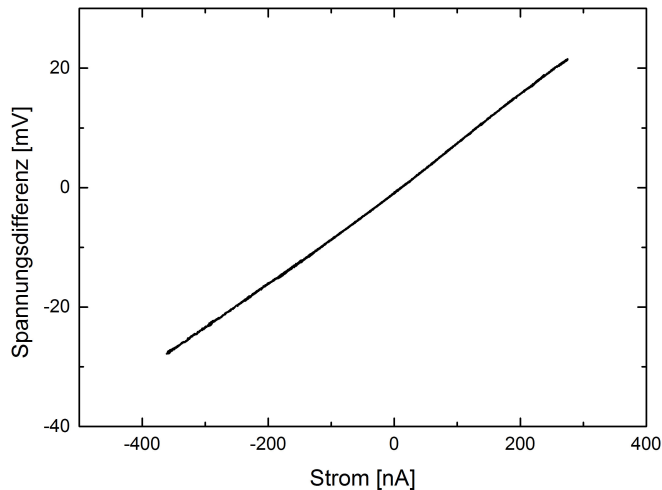


Abb. 54: Vierpunktspektrum einer bismutterminierten Siliziumprobe

## 10.2. Abschätzung der Messfehler

Wie genau der Vierpunktwiderstand  $R_{4p}$  bestimmt werden kann hängt von den beiden Messgrößen Potentialdifferenz  $V$  und Strom  $I$  ab. Hieraus ergibt sich nach Fehlerfortpflanzung folgender Messfehler für  $R_{4p}$ :

$$R_{4p} = \frac{V}{I} \quad (10.1)$$

$$\Delta R_{4p} = \sqrt{\left(\frac{\Delta V}{I}\right)^2 + \left(\frac{V \Delta I}{I^2}\right)^2} \quad (10.2)$$

Hierbei kann  $\Delta V$  mit 1 mV abgeschätzt werden. Dies geht aus zahlreichen Kalibrierungsmessungen hervor. Dabei wurde mit einer Spitze ein Potential auf einer Siliziumprobe vorgegeben und zeitgleich das Potential mit zwei Spitzen gemessen. Die gemessene Potentialdifferenz sollte demnach exakt 0 V betragen. Abbildung 55(a) zeigt bei einer angelegten Spannung von  $\pm 2$  V eine Abweichung der gemessenen Potentiale von  $\Delta V \pm 0,5$  mV um einen Offset von ca.  $-1,5$  mV. Offsets spielen sowohl in der Spannungsmessung als auch bei der Strommessung keinen Rolle, da zur Bestimmung des Vierpunktwiderstands die Steigung der  $V/I$ -Kurve entscheidend ist. Ein Offset von beiden Messwerten führt lediglich zu einer Verschiebung dieser Kurve. Die Fehler der Potentialmessungen liegen

deutlich unter den Abweichungen der AD-Konverter untereinander, welcher in diesem Bereich einige mV beträgt. Daher wurde die Potentialsignale differenziell über einen AD-Konverter eingelesen. So kann ein Messfehler des Potentialdifferenzsignals von weniger als 1 mV für absolut gemessene Spannungen im Bereich zwischen  $\pm 2$  V angenommen werden.

Der Fehler, der bei der Strommessung auftritt, ist die Stromdifferenz aus den beiden gemessenen Strömen der beiden äußeren Spitzen. Wie in Abbildung 55(b) zu sehen ist beträgt dieser etwa 0,1 % des gesamt injizierten Stroms.

Hieraus ergibt sich aus Gleichung 10.2 ein Messfehler für den Vierpunktwidestand von:

$$\Delta R_{4p} = \frac{1}{I} \sqrt{(10^{-3})^2 + (V10^{-3})^2} \quad (10.3)$$

$$\Rightarrow \Delta R_{4p} = \frac{10^{-3}}{I} \sqrt{1 + V^2} \quad (10.4)$$

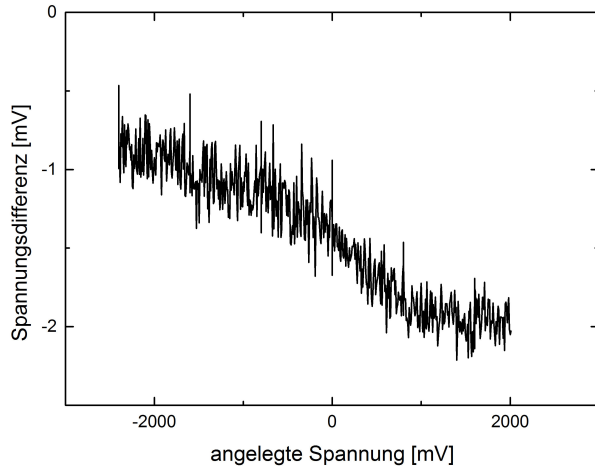
$$\Rightarrow \text{für } V < 0,1V \quad \Delta R_{4p} \approx \frac{1 \cdot 10^{-3}}{I} \Omega \quad (10.5)$$

Dies bedeutet, dass der Messfehler des Vierpunktwidestands sich reziprok zum gemessenen maximalen Strom verhält. Bei typischen Stromgrößen von etwa  $1 \mu\text{A}$  ist  $\Delta R_{4p}$  etwa  $1 \text{ k}\Omega$  groß.

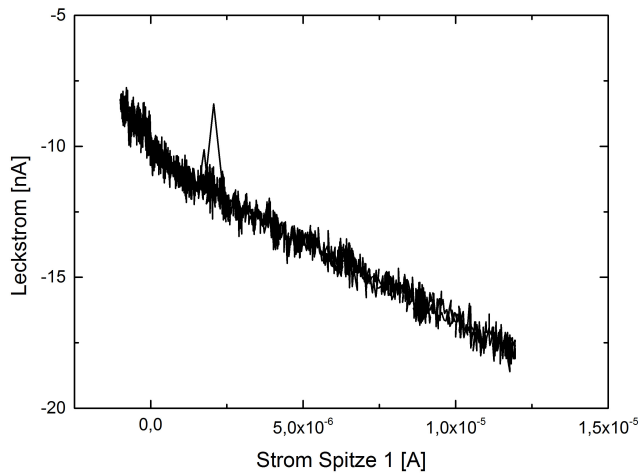
Dieser Messfehler ist meist kleiner als der statistische Messfehler, welcher durch mehrere aufeinanderfolgende Vierpunktmessungen entsteht. Daher sind später zu sehende Fehler in den Diagrammen oft der statistische Fehler. Diese können entstehen durch unterschiedliche Kontakte der strominjizierenden Spitzen mit der Probe. Dies wird in Kapitel 10.5 näher behandelt.

Der Messfehler  $\Delta x$  ist ein systematischer Fehler, da die Kontaktpunkt nicht eindeutig bestimmt werden können. Dieser wird in den Fitfunktionen in Abschnitt 9.5 durch  $x_0$  beschrieben. Der zusätzliche Ablesefehler liegt bei  $1 \mu\text{m}$  und ist somit kleiner als die Symbolgröße für einen Datenpunkt.





(a) Gemessene Potentialdifferenz der Spitzen 2 und 4 für Spannungen zwischen  $\pm 2$  V



(b) Leckstrom zwischen den Spitzen 1 und 3 aufgetragen gegen den gemessenen Gesamtstrom

**Abb. 55:** Messfehler bei der Strom- und Potentialmessung einer Vierpunktmessung.

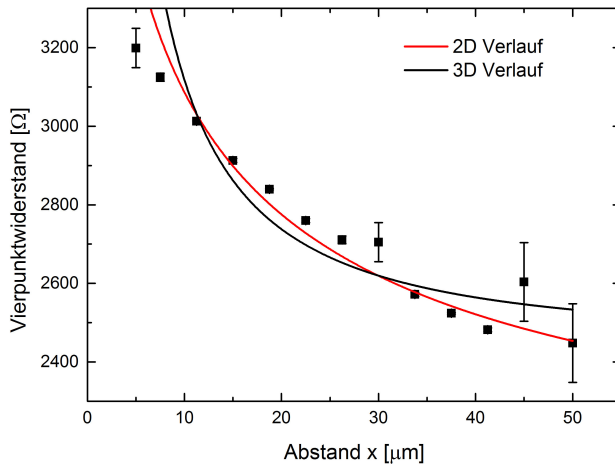
### 10.3. Die Oberflächenleitfähigkeit der bismutterminierten Si(111) Probe.

Zur Bestimmung der Leitfähigkeit einer bismutterminierten Siliziumprobe wurden zunächst zwei Siliziumproben unterschiedlicher Dotierung wie in Abschnitt 8.2.1 präpariert. Hierdurch wird die  $7 \times 7$  Rekonstruktion der Si(111) Oberfläche in eine bismutterminierte  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$  umgewandelt [27], sodass Oberflächenleitfähigkeit der  $7 \times 7$  Rekonstruktion nicht mehr vorhanden ist. Da der V/I-Verlauf der Vierpunktmessungen über einen großen Bereich linear war und um den Messfehler zu verringern wurden an den strominjizierenden Spitzen Spannungsrampen von  $\pm 4$  V angelegt. Hierdurch wurde ein Strom von etwa  $100 \mu\text{A}$  in die Probe injiziert. Der hieraus resultierende Zweipunktwidestand beträgt  $R_{2p} = 80 \text{ k}\Omega$ . Abbildung 56 zeigt die gemessenen Vierpunktwidestände in Abhängigkeit zum Abstand  $x$ . Dieser ist, wie bereits in Kapitel 9.3 beschrieben, der Abstand zwischen einer strominjizierenden und einer potentialmessenden Spitze (siehe: Abbildung 50). Der Abstand  $s$  betrug  $50 \mu\text{m}$ . Zudem ist einmal ein zweidimensionaler Verlauf, welcher auftreten sollte, wenn der Strom nur durch die Bismutterminierung fließt und ein dreidimensionaler Verlauf des Widerstands in die Datenpunkte gefittet, welcher bei ausschließlicher Strominjizierung in den Siliziumfestkörper auftreten sollte.

Bereits hier sprechen drei Merkmale für eine reine Oberflächenleitfähigkeit der bismutterminierten Si(111) Oberfläche.

1. Die deutlich bessere Übereinstimmung mit den Datenpunkten
2. Eine kleinere Fitkonstante  $C$  bzw.  $C'$
3. Kein sinnvoller spezifischer Widerstand des Volumens. Dieser ist mit  $5 \Omega\text{cm}$  einen Faktor von mindestens 350 kleiner, als der aus dem Fit erhaltene Wert.

Betrachtet man den weiteren Vierpunktwidestandsverlauf zu größeren Abständen, schließt sich ein Stromfluss durch den Volumen aus, da der Vierpunktwidestand mit  $1/s$  abnehmen sollte. Abbildung 58 zeigt die gesamten Daten. Hierbei wurde ab einem Abstand von  $50 \mu\text{m}$  mit äquidistanten Abständen der Kontakte gemessen. Diese Messpunkte sind in dieser Abbildung rot gekennzeichnet und müssen beim Fitten mit einer anderen Fitfunktion behandelt werden. Die schwarzen Messpunkte sind dieselben wie in Abbildung 56. Die eingezeichneten Fits zeigen den erwarteten Widerstandsverlauf einer zweidimensionalen Oberflächenleitfähigkeit. Auffallend ist die gute Übereinstimmung mit den Daten für Abstände bis  $50 \mu\text{m}$ . Hieraus erhält man einen spezifischen Oberflächenwiderstand von  $\rho_s = (3600 \pm 150) \Omega/\square$ . Danach sollte der Vierpunktwidestand konstant bleiben, da äquidistant gemessen wurde (siehe Gleichung 9.27). Hier gibt es keine Übereinstimmung mit den Messwerten, da diese ansteigen. Dies kann verschiedene Ursachen haben. Unter anderem kann die Leitfähigkeit durch Ansammlung von Stufenkanten oder anderen Defekten beeinträchtigt werden. Dies würde einen Anstieg des Vierpunktwidestands für größere Abstände erklären. Anlass zu dieser Vermutung gibt auch Abbildung 57, in welcher Anhäufungen von Stufenkanten im optischen Mikroskop zu sehen sind.



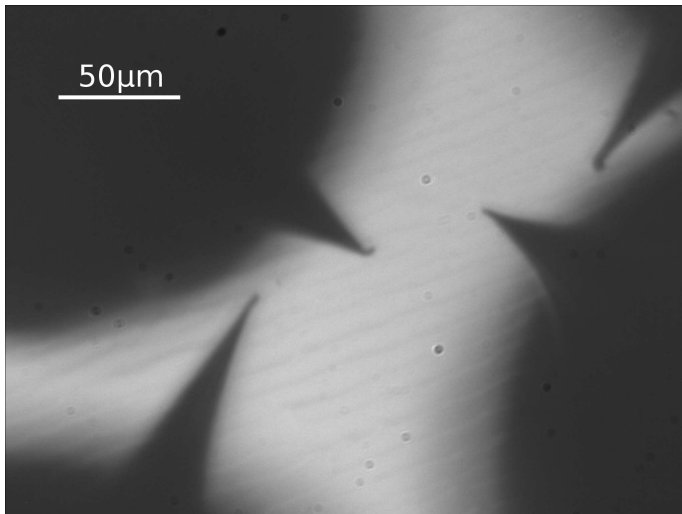
**Abb. 56:** Vergleich der Daten mit einem zwei- bzw. dreidimensionalen Verhalten der Widerstand/Abstands-Kurve

Probe: Si(111),  $\rho_b = 4100 \Omega\text{cm}$

2D-Verlauf:  $\rho_s = 3619 \pm 154 \Omega/\square$ ,  $C = 1655 \pm 48 \Omega$

3D-Verlauf:  $\rho_b = 5 \pm 0,5 \Omega\text{cm}$ ,  $C' = 2374 \pm 43 \Omega$

$x_0$  ist für beide Kurven gleich 0



**Abb. 57:** Optische Mikroskopaufnahme der bismutterminierten Siliziumoberfläche; zu sehen sind die vier Spitzen des Rastertunnelmikroskops und die Anhäufung von Stufenkanten als Linien auf der Probe.

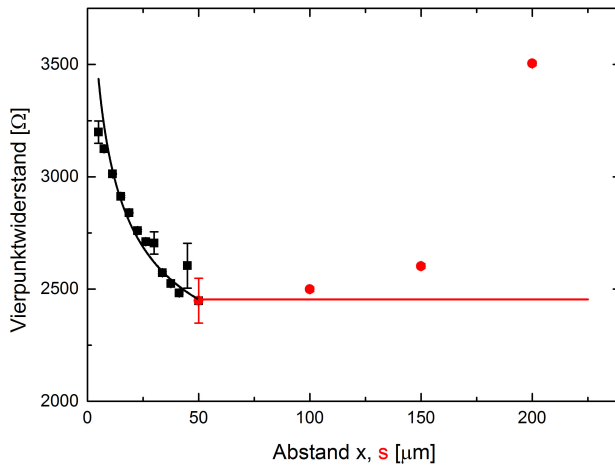
Was für eine Ansammlung von Stufenkanten bzw. Defekte spricht, sind weitere Messungen an einer bismutterminierten Si(111) Oberfläche. Hierbei wurde eine Siliziumprobe mit einem spezifischen Widerstand laut Herstellerangaben von 1400 - 4000  $\Omega\text{cm}$  verwendet. Mit Hilfe eines Mikroprobers konnte ein spezifischer Widerstand von  $\rho_b = (2000 \pm 100) \Omega\text{cm}$  gemessen werden. Der bei dieser Probe gemessene Vierpunktstandsverlauf ist in Abbildung 59 zu sehen. Im Unterschied zur ersten bismutterminierten Probe war diese neu in die UHV-Kammer eingeschleust und wurde nur wenige Male auf mehr als 1200 °C geheizt. Daher kann von einem verringertem Zusammenlaufen von Stufenkanten ausgegangen werden [27]. Wie in Abbildung 59 zu sehen ist, lassen sich sowohl die Daten der nicht äquidistanten als auch die Daten der äquidistanten Messung fitten. Der hieraus erhaltene spezifische Oberflächenwiderstand beträgt  $\rho_s = (8600 \pm 250) \Omega/\square$ . Damit unterscheidet sich der spezifische Oberflächenwiderstand zum erstgemessenen um den Faktor 2.

Zur genaueren Ermittlung der Oberflächenleitfähigkeit der bismutterminierten Si(111) Oberfläche wurde eine dritte Probe vermessen. Hierbei handelt es sich um eine bismutterminierte Silizium Probe deren spezifischer Widerstand 20  $\Omega\text{cm}$  beträgt. Da es sich hier um eine ältere Messung handelt, in der nur mit einem äquidistanten Kontaktabstand gemessen wurde, wird mit einem konstanten Verlauf des Vierpunktstands gerechnet. Abbildung 60 zeigt die vier gemessenen Datenpunkte. Ein Nachteil dieser Methode besteht unter anderem darin, dass die Konstante  $C$  nicht gefittet werden kann. Somit muss sie aus Erfahrungswerten mit  $C = \pm 250 \Omega$  abgeschätzt werden, welches einen Fehler im spezifischen Widerstand von ca. 1100  $\Omega/\square$  bedeutet. Der hieraus erhaltene spezifische Oberflächenwiderstand der bismutterminierten Si(111) Oberfläche ist  $\rho_s = (6000 \pm 1100) \Omega/\square$ . Dieser Wert liegt genau zwischen den ersten beiden gemessenen Werten, sodass aus diesen drei Messreihen der spezifische Oberflächenwiderstand der bismutterminierten Si(111) Oberfläche nicht genauer ermittelt werden kann.

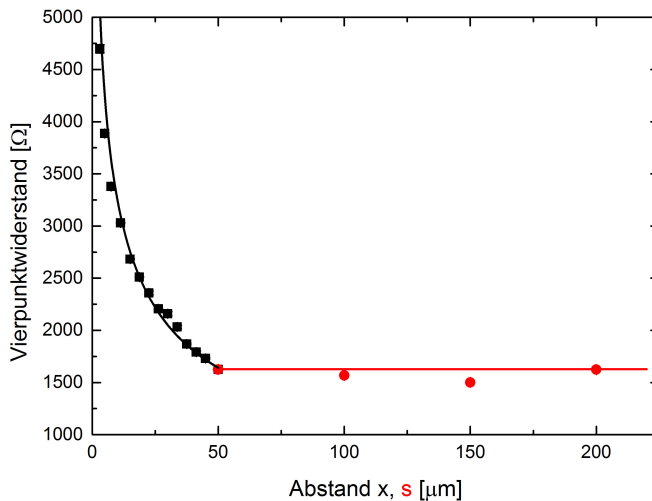
Zusammenfassend lässt sich sagen, dass eine bismutterminierte Probe eine zweidimensionale elektrische Leitfähigkeit aufzeigt, deren spezifischer Oberflächenwiderstand zwischen 3600 und 8600  $\Omega/\square$  liegt. Dies ist äquivalent zu einer spezifischen Oberflächenleitfähigkeit von  $1,2 - 2,8 \cdot 10^{-4} S/\square$  und liegt damit im Bereich einer 3 Å dicken Bismutschicht, deren Leitfähigkeit aus dem spezifischen Volumenwiderstand von  $1,068 \cdot 10^{-4} \Omega\text{cm}$  [53] berechnet wurde. Hieraus ergibt sich eine spezifische Leitfähigkeit der 3 Å dicken Schicht von  $2,8 \cdot 10^{-4} S/\square$ . Somit kann von einer metallisch leitenden Oberfläche ausgegangen werden. Die relativ große Variation zwischen den drei Messreihen lässt sich durch folgende Ursachen begründen:

1. Der Einfluss von Stufenkanten oder Anhäufung Selbiger ist noch nicht bekannt. Da die Proben unterschiedlich oft geheizt wurden und Heizen zu einer Wanderung von Stufenkanten führt [27], könnte dies eine mögliche Ursache sein.
2. Kontaminationen und Defekte können die Oberflächenleitfähigkeit verändern.

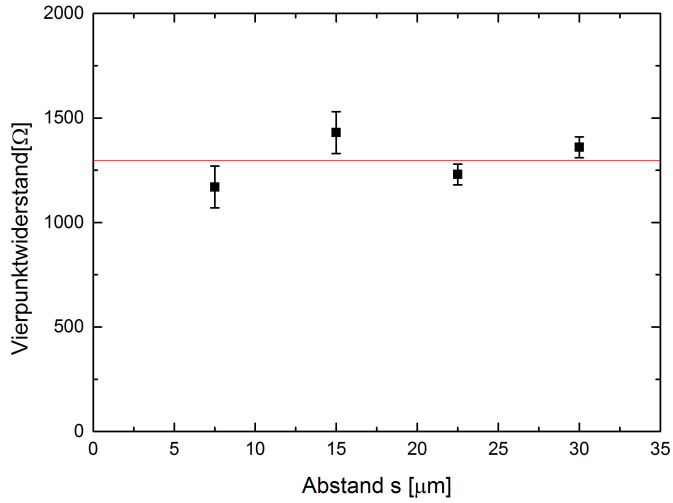
In Tabelle 3 sind nochmals alle Ergebnisse dieses Kapitels zusammengefasst. Des Weiteren sollte in folgenden Arbeiten die spezifische Leitfähigkeit von Bismutschichten auf der



**Abb. 58:** Vierpunktstandsverlauf der bismutterminierte Si(111) Probe ( $\rho_b = 4100 \Omega\text{cm}$ );  
schwarz: nicht äquidistanten Abstand  $x$ ; rot: äquidistanter Abstand  $s$   
 $\rho_s = (3600 \pm 150) \Omega/\square$



**Abb. 59:** Vierpunktstandsverlauf der bismutterminierte Si(111) Probe ( $\rho_b = (2000 \pm 100) \Omega\text{cm}$ );  
schwarz: nicht äquidistanten Abstand  $x$ ; rot: äquidistanter Abstand  $s$   
 $\rho_s = (8600 \pm 250) \Omega/\square$ ;  $C = -270 \Omega$



**Abb. 60:** Vierpunkt Widerstandsverlauf der bismutterminierten Si(111) Probe ( $\rho_b = (20 \pm 2) \Omega\text{cm}$ );  $\rho_s = (6000 \pm 1100) \Omega/\square$

Siliziumproben	$\rho_s [\Omega/\square]$	$\sigma_s [S/\square]$
$\rho_b = 4100 \Omega\text{cm}$	$3600 \pm 150$	$(2,8 \pm 0,1) \cdot 10^{-4}$
$\rho_b = 2000 \Omega\text{cm}$	$8600 \pm 250$	$(1,2 \pm 0,03) \cdot 10^{-4}$
$\rho_b = 20 \Omega\text{cm}$	$6000 \pm 1100$	$(1,7 \pm 0,3) \cdot 10^{-4}$
Mittelwert	$6067 \pm 2500$	$(1,6 \pm 0,7) \cdot 10^{-4}$

**Tab. 3:** Zusammenfassung der in diesem Kapitel vorgestellten Messergebnisse der bismutterminierten Si(111) Oberfläche

Si(111) Oberfläche für verschiedene Schichtdicken untersucht werden, um ein vollständiges Bild von Bismut auf Si(111) zu erhalten.



## 10.4. Messung der Oberflächenleitfähigkeit der Si(111)-7×7 Rekonstruktion

In diesem Kapitel werden die Messergebnisse der Oberflächenleitfähigkeitsmessungen an der Si(111)-7×7 Oberfläche vorgestellt. Zur Bestimmung der Oberflächenleitfähigkeit wurden unterschiedlich dotierte Si(111) Proben auf deren Leitfähigkeit hin untersucht. Da die Herstellerangaben der Proben bzgl. deren spezifischen Widerstände einen sehr großen Bereich abdeckten, wurden die Proben mit Hilfe eines kommerziellen Mikroprober untersucht. Hier gilt mein Dank Herrn Andreas Tiedemann, vom PGI-9 des Forschungszentrum Jülich, der diese Messungen durchgeführt hat. Tabelle 4 zeigt einen Überblick der Siliziumproben, deren Herstellerangaben und wie sie im folgenden in dieser Arbeit benannt werden. Die Präparation der Si(111)-7×7 Rekonstruktion wurde wie in Abschnitt 8.1 beschrieben durchgeführt. Dabei wurden nach jeder Präparation STM-Aufnahmen der rekonstruierten Oberfläche gemacht, um die Qualität der 7 × 7 Rekonstruktion und die Menge an Kontaminationen zu überprüfen. Es wurden nur Messreihen an Probenoberflächen aufgenommen, welche, wie in Abbildung 61 zu sehen ist, wenige Defekte aufwiesen. Des weiteren wurden alle Messreihen wie in Kapitel 10.3 beschrieben durchgeführt.

	$\rho_b[\Omega\text{cm}]$				
Herstellerangaben	4 – 6	10 – 30	500 – 900	> 1800	1400 – 4000
gemessener spez. Widerstand	$4,5 \pm 0,5$	$19,8 \pm 1$	$700 \pm 50$	$4100 \pm 150$	$2000 \pm 100$
Probenbenennung	P <sub>5</sub>	P <sub>20</sub>	P <sub>700</sub>	P <sub>4100</sub>	P <sub>2000</sub>

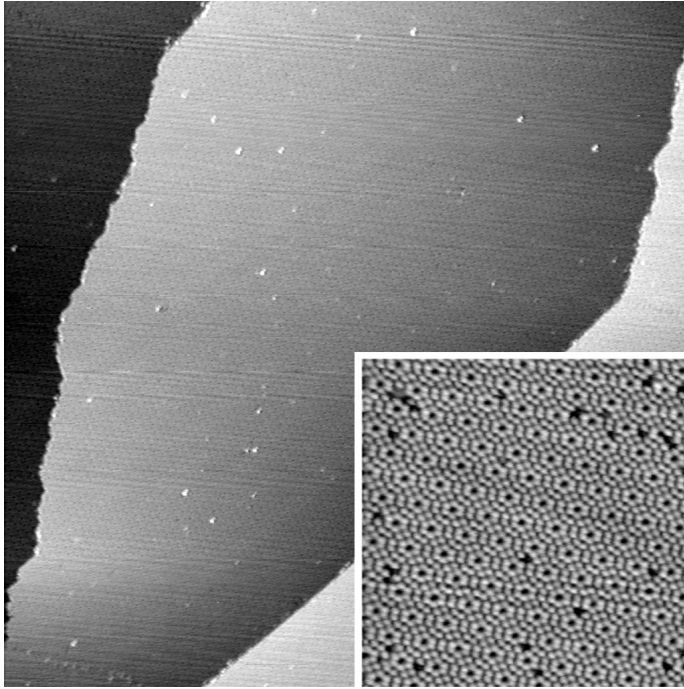
**Tab. 4:** Überblick der vermessenen Siliziumproben. Alle Proben sind n-dotiert.

In folgenden Kapiteln wird zunächst nach einer optimalen Methode gesucht aus den gemessenen Daten sowohl die Oberflächenleitfähigkeit als auch die Volumenleitfähigkeit zu erhalten. Danach werden alle Ergebnisse zusammengefasst und interpretiert.

### 10.4.1. Das Vierpunktspektrum auf der Si(111)-7×7 rekonstruierten Probe

Der V/I-Verlauf eines Vierpunktspektrums auf der Si(111)-7×7 Oberfläche unterscheidet sich deutlich von dem linearen Verlauf des Spektrums der bismutterminierten Oberfläche. Ein typischer Verlauf ist in Abbildung 62 zu sehen. Zur Injizierung des Stroms

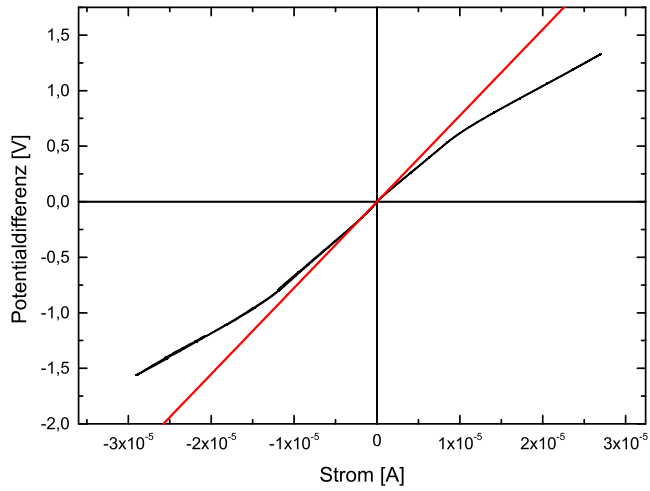




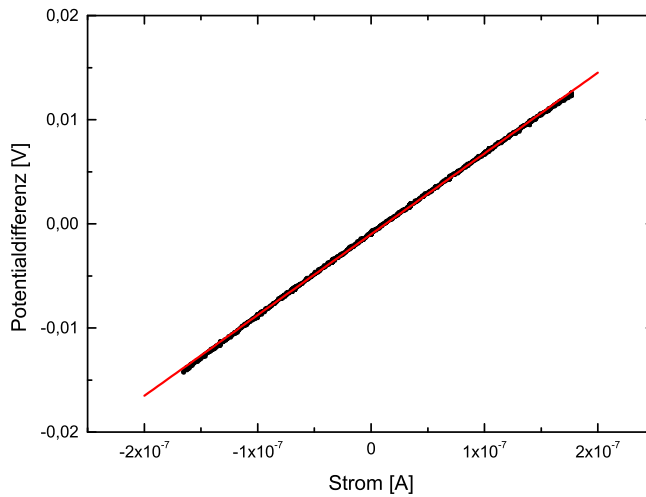
**Abb. 61:** Beispielhaft für alle präparierten Proben eine Topographieaufnahme der Si(111)- $7 \times 7$  Oberfläche; Bildgröße:  $225 \times 225 \text{ nm}^2$ , Inlay:  $28 \times 28 \text{ nm}^2$

wurde hierbei eine Spannungsrampe der strominjizierenden Spitzen von  $\pm 5 \text{ V}$  gefahren. Der Verlauf der Spannungsrampen entspricht hierbei dem bereits Erwähnten aus Kapitel 10.1 Abbildung 53. Die zur Bestimmung des Vierpunktwidestands benötigte Steigung im Ursprung wurde in rot eingezeichnet. Hierbei ist eine deutliche Abweichung der V/I-Kurve von der eingezeichneten Gerade zu erkennen. Eine mögliche Erklärung wird in Kapitel 10.4.3 gegeben.

Der hier abgebildete Verlauf soll die aufgetretenen Probleme anschaulich machen. Die gemessenen V/I-Kurven können sich untereinander stark unterscheiden und sind nicht immer so symmetrisch um 0 wie die in Abbildung 62 gezeigte Kurve. Dies liegt vor allem an den Kontakten der strominjizierenden Spitzen mit der Probe. Durch den in der Regel nichtlinearen Verlauf der V/I-Kurve kann die Steigung im Ursprung nicht aus dem gesamten V/I-Spektrum ermittelt werden. Daher wurde die Amplitude der Spannungsrampen, die von den strominjizierenden Spitzen gefahren werden auf  $\pm 0,1 \text{ V}$  verringert. In diesem Bereich zeigten alle V/I-Kurven ein lineares Verhalten. Dies hat jedoch zur Folge, dass der injizierte Strom und damit auch der Spannungsabfall sehr klein wird und der Fehler der gemessenen Vierpunktwidestände zunimmt. Bei dem in Abbildung 63 abgebildeten Spektrum liegt der Fehler nach Gleichung 10.5 bei  $20 \text{ k}\Omega$ . Dies stellt ein größeres Problem



**Abb. 62:** V/I-Spektrum der 7×7 rekonstruierten P<sub>700</sub> Probe; rot: Steigung des Graphen im Ursprung; Abstand  $x=30\text{ }\mu\text{m}$  und  $s=50\text{ }\mu\text{m}$



**Abb. 63:** V/I-Spektrum um den Ursprung

dar, welches nur durch bessere Kontakte der strominjizierenden Spitzen gelöst werden kann. Ein Strom von mindestens  $5 \times 10^{-7}$  A wurde in allen Messungen angestrebt, um den gemessenen Fehler auf  $2 \text{ k}\Omega$  zu verringern. Um solche Ströme in die Probe zu injizieren musste eine Spannungsrampe von  $\pm(100 - 200) \text{ mV}$  an den strominjizierenden Spitzen angelegt werden. Dies bedeutet einen Zweipunktwiderstand von  $R_{2p} = (400 - 800) \text{ k}\Omega$ .

#### 10.4.2. Anpassung einer Fitfunktion an die Messdaten

Das nun folgende Kapitel befasst sich mit der bestmöglichen Fitfunktion für die gemessenen Datenpunkte. Dies ist besonders für eine spätere Interpretation wichtig.

Als erstes wurden die Daten mit Hilfe der in Kapitel 9.2 hergeleiteten Funktionen (Gleichungen 9.23–9.25) und dem Schaltbild (Abbildung 47) gefittet. Die hieraus erhaltene Funktion war die erste Fitfunktion für äquidistante Abstände. Mit den zusätzlichen Informationen aus Tabelle 2 konnte diese Funktion an die Daten für nicht äquidistante Messungen angepasst werden. Diese Funktionen lauten somit:

$$R_{4P}^{eq.}(s) = \left[ \frac{\pi}{\rho_s \ln(2)} + \frac{1}{A \cdot \exp(-b(s - s_0)) + \rho_b / (2\pi(s - s_0))} \right]^{-1} + C \quad (10.6)$$

$$R_{4P}^{noneq.}(x) = \left[ \chi_{2D}(x - x_0) \frac{\pi}{\rho_s \ln(2)} + \frac{1}{A \cdot \exp(-bs_{3D}^{eq.}(x - x_0)) + \rho_b / (2\pi s_{3D}^{eq.}(x - x_0))} \right]^{-1} + C' \quad (10.7)$$

mit der Definition von  $\chi_{2D}(x)$  und  $s_{3D}^{eq.}(x)$  aus den Gleichungen 9.27 und 9.28.

Die Konstanten  $A$  und  $b$  in der Exponentialfunktion werden aus den Simulationen von Matthias Wunde entnommen bzw. extrapoliert und sind für die jeweilige Dotierung fest. Um zunächst nur einen Parameter zu fitten, wurde  $\rho_b$  ersetzt durch den gemessenen spezifischen Volumenwiderstand der Probe. Zusätzlich wurde der systematische Messfehler der Abstandsmessung ( $s_0$  bzw.  $x_0$ ) gleich Null gesetzt. Ein solches Fitergebnis ist in Abbildung 64 zu sehen. Deutlich ist hier die Nichtübereinstimmung der Fitfunktion mit den Messwerten zu erkennen. Besonders das Verhalten vom spezifischen Volumenwiderstand  $\rho_b$ , welches ab etwa  $20 \mu\text{m}$  zu sehen sein sollte (siehe Abbildung 49), stimmt nicht mit den Messwerten überein. Ein Messoffset von ca.  $25 \text{ k}\Omega$  würde einen besseren Fit zulassen wäre jedoch völlig unphysikalisch. Auch ein deutlich größerer Volumenwiderstand  $\rho_b$  würde die deutlich zu großen Widerstände für größere Abstände erklären. Dies ist nach Messungen mit dem Mikroprober auszuschließen. Da es keine Gründe gab, weshalb sich die Daten von der Fitfunktion unterschieden, musste das Modell hinterfragt werden und somit die Fitfunktion angepasst werden.

Eine erste Lösung des Problems zeichnete sich ab, nachdem der Vierpunktwidestandsverlauf von verschiedenen dotierten Proben untersucht wurde. Abbildung 65 zeigt den Wi-

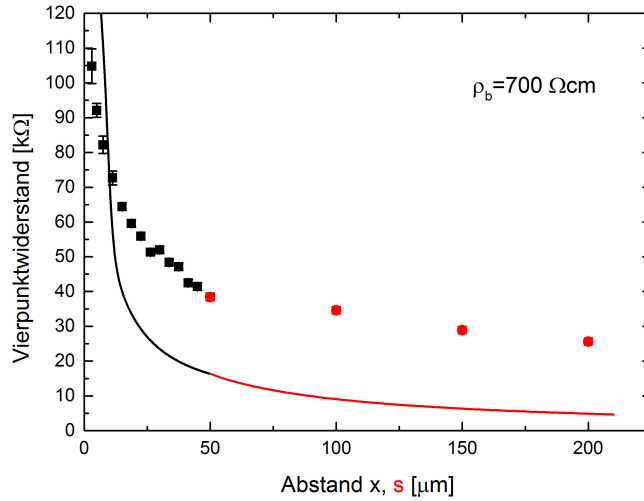


Abb. 64: Anpassung der Daten mit Hilfe der Fitfunktionen 10.6 und 10.7

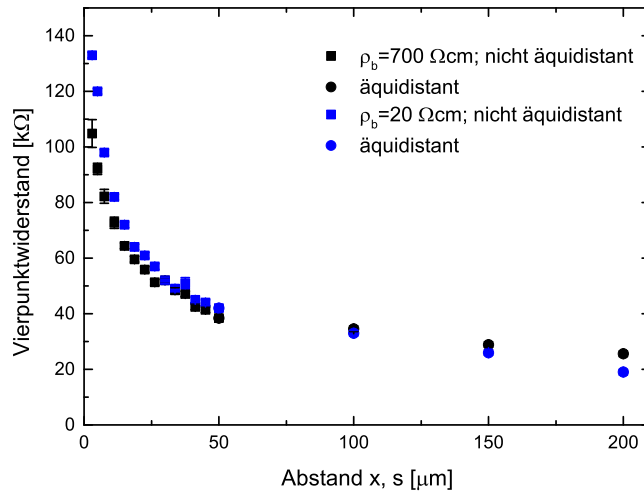
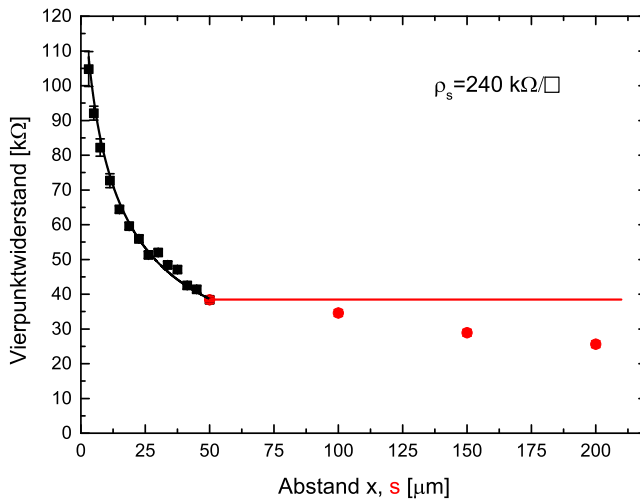
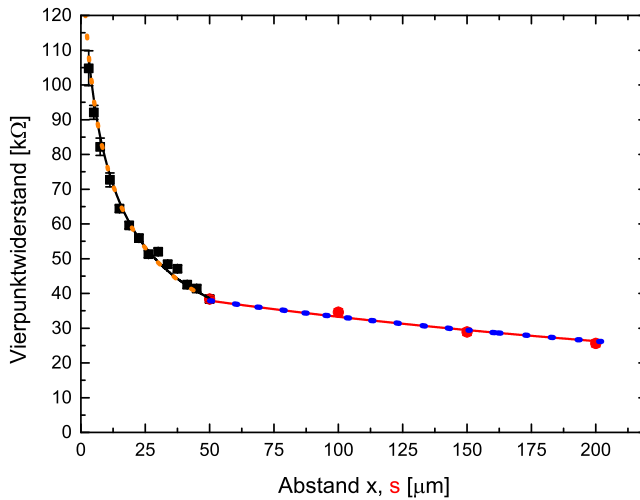


Abb. 65: Vierpunktwiderstandsverlauf zweier Si(111)-7×7 rekonstruierter Proben mit  $\rho_b = 700 \Omega\text{cm}$  (schwarz) und  $\rho_b = 20 \Omega\text{cm}$  (blau)



**Abb. 66:** Fit der Daten mit der Fitfunktion für den zweidimensionalen Vierpunkt widerstandsverlauf (Gleichung 9.32)



**Abb. 67:** Abwechselndes fitten des spezifischen Oberflächenwiderstands  $\rho_s$  und des Volumenwiderstands  $\rho_b$ ; die orangen und blauen Symbole enthalten die Raumladungszone

derstandsverlauf zweier Si(111)-7×7 rekonstruierter Proben mit unterschiedlichen Dotierungen. Da die Volumenleitfähigkeit der Probe P<sub>20</sub> 35 mal höher ist als die Volumenleitfähigkeit der Probe P<sub>700</sub> sollte der Volumenanteil des Vierpunktwiderstandes um diesen Faktor kleiner sein. Dies gilt im Besonderen für den Bereich, der vom Volumen dominiert sein sollte (Abstände größer als 20 µm). In Abbildung 65 ist zu sehen, dass der Vierpunkt-widerstandsverlauf beider Proben nahezu identisch ist. Beachtet man, dass es auf Grund des in Kapitel 4.1.2 beschriebenen optischen Mikroskops zur Bestimmung der Spitzenposition einen systematischen Messfehler des Abstands von bis zu 5 µm gibt, kann man sogar von zwei Deckungsgleichen Widerstandsverläufen ausgehen. Diese Beobachtung lässt nur eine Schlussfolgerung zu. Es gibt keinen bzw. lediglich einen geringen Stromfluss durch das Volumen und die Raumladungszone, sondern nur durch die Oberfläche.

Da es nach den gerade gezeigten Daten keinen bzw. lediglich einen geringen Stromfluss durch das Volumen der Probe gibt, werden die Daten zunächst nur mit dem Verlauf des Vierpunkt-widerstands für eine reine Oberflächenleitfähigkeit gefittet (Gleichung 9.27). Ein solcher Fit ist in Abbildung 66 zu sehen. Der hieraus erhaltene spez. Oberflächen-widerstand beträgt 240 kΩ/□. Hierbei ist eine sehr gute Übereinstimmung der Fitfunktion mit den Daten bis einem Abstand von 50 µm zu erkennen. Für größere Abstände nimmt der gemessene Vierpunkt-widerstand ab, anstatt wie für einen Stromfluss, der ausschließlich durch eine zweidimensionale Schicht erfolgt, konstant zu bleiben. Eine mögliche und naheliegende Erklärung wäre ein zusätzlicher kleiner Stromfluss, welcher nicht durch die Oberfläche sondern durch das Siliziumvolumen geht. Da der Vierpunkt-widerstand durch das Volumen mit größer werdenden Abständen kleiner wird, könnte dies eine mögliche Erklärung sein. Daher wurden die äquidistanten Datenpunkte, mit Einsetzung des bereits erhaltenen spezifischen Oberflächen-widerstands, mit dem kombinierten Vierpunkt-widerstandsverlaufs  $R_{4p}^{eq.}$  (Gleichung 10.8) gefittet. Dieser ist Gleichung 10.6 ohne den Raum-ladungszonen-widerstand.

$$R_{4p}^{eq.}(s) = \left[ \frac{\pi}{\rho_s \ln(2)} + \frac{1}{\rho_b / (2\pi(s - s_0))} \right]^{-1} + C \quad (10.8)$$

$$R_{4p}^{noneq.}(x) = \left[ \chi_{2D}(x - x_0) \frac{\pi}{\rho_s \ln(2)} + \frac{1}{\rho_b / (2\pi s_{3D}^{eq.}(x - x_0))} \right]^{-1} + C' \quad (10.9)$$

Der so erhaltene Wert für den spezifischen Widerstand des Volumens wurde danach nochmal im Fit für die nicht äquidistanten Abstände (Gleichung 10.9) eingesetzt und so der Gesamtfitt auf dessen Konsistenz überprüft. Das Ergebnis dieser Prozedur ist in Abbildung 67 zu sehen. Mit dieser Fitprozedur ist man in der Lage den gesamten Vierpunkt-widerstandsverlauf zu fitten. Fügt man zum Schluss die Raumladungszone aus den Gleichungen 10.6 und 10.7 hinzu, so sieht man in Abbildung 67 keine Änderung des Verlaufs des Vierpunkt-widerstandes. Aus diesem Grund werden im Folgenden die Daten nur mit der vereinfachten Fitfunktion (Gleichung 10.8 für äquidistante und Gleichung 10.9 für nicht äquidistante Kontaktabstände) gefittet. Dies macht die Fitprozedur zum Einen deutlich einfacher. Zum Anderen sind die Konstanten  $A, b$  aus Gleichung 9.33 für Siliziumproben mit größeren spezifischen Widerständen als 100 Ωcm nicht bekannt und müssten abgeschätzt werden.

### 10.4.3. Vorstellung und Interpretation der Messergebnisse

In diesem Kapitel werden alle Messergebnisse zur Bestimmung der Oberflächenleitfähigkeit der Si(111)-7×7 Oberfläche vorgestellt. Die folgenden Abbildungen (68-72) zeigen je einen Vierpunktwiderstandsverlauf der Proben P<sub>5</sub> bis P<sub>4100</sub>. Die hieraus und aus weiteren Messreihen erhaltenen Werte für den spezifischen Oberflächenwiderstand  $\rho_s$  und den spezifischen Volumenwiderstand  $\rho_b$  werden in Tabelle 5 zusammengefasst.

	$\rho_b^{gem.} [\Omega cm]$	$\alpha$ -Faktor	$\rho_s [k\Omega/\square]$	$\sigma_s [S/\square \cdot 10^{-6}]$
P <sub>5</sub>	2650 ± 1500	0,002 ± 0,001	577 ± 40	1,7 ± 0,1
P <sub>20</sub>	4080 ± 4080	0,005 ± 0,005	277 ± 22	3,6 ± 0,3
P <sub>700</sub>	13400 ± 700	0,052 ± 0,003	263 ± 23	3,8 ± 0,3
P <sub>2000</sub>	20700 ± 4500	0,10 ± 0,02	246 ± 8	4 ± 0,1
P <sub>4100</sub>	15500 ± 12500	0,3 ± 0,2	325 ± 90	3 ± 0,9

**Tab. 5:** Zusammenfassung aller Messergebnisse zur Bestimmung der spezifischen Oberflächenleitfähigkeit von Si(111)-7×7

Es fällt auf, dass die spezifische Leitfähigkeit des Volumens oft nur sehr ungenau bestimmt werden kann und diese Werte sehr weit von den realen Werten liegen. Nach der jetzigen Annahme liegt dies vor allem daran, dass der injizierte Strom fast ausschließlich durch die Oberfläche fließt. Somit ist es nicht möglich mit dieser Messung den spezifischen Volumenwiderstand zu bestimmen. Daher wird hier ein  $\alpha$ -Faktor definiert (Gleichung 10.10), welcher das Verhältnis aus realem und gemessenem spezifischem Volumenwiderstand ist. Somit ist der  $\alpha$ -Faktor ein Wert für die Abkopplung des Volumens von der Oberfläche. Ist  $\alpha = 1$ , so ist der gemessene Volumenwiderstand gleich dem realen Volumenwiderstand. In diesem Fall ließen sich die Daten mit dem Modell von Matthias Wunde erklären. Ist hingegen  $\alpha = 0$ , so ist die Si(111)-7×7 Oberfläche völlig elektrisch vom Volumen entkoppelt und es gäbe keinen Stromfluss durch Dieses.

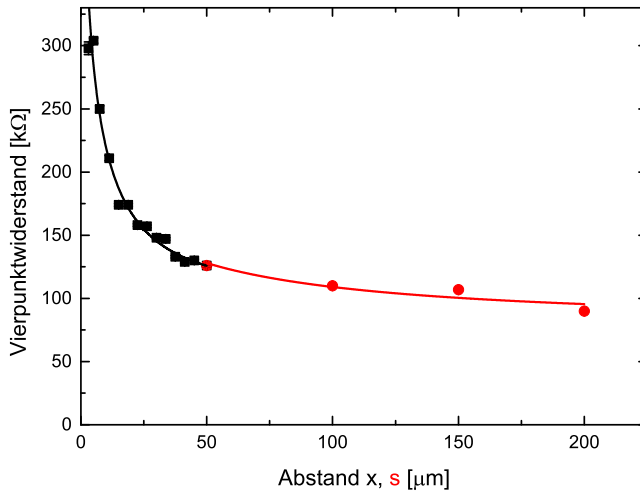
$$\alpha = \frac{\rho_b^{real}}{\rho_b^{gem.}} \quad (10.10)$$

Wie in Tabelle 5 zu sehen ist nimmt der  $\alpha$ -Faktor keinen konstanten Wert für verschiedene Proben an. Es ist lediglich der Trend zu erkennen, dass für Proben mit höheren

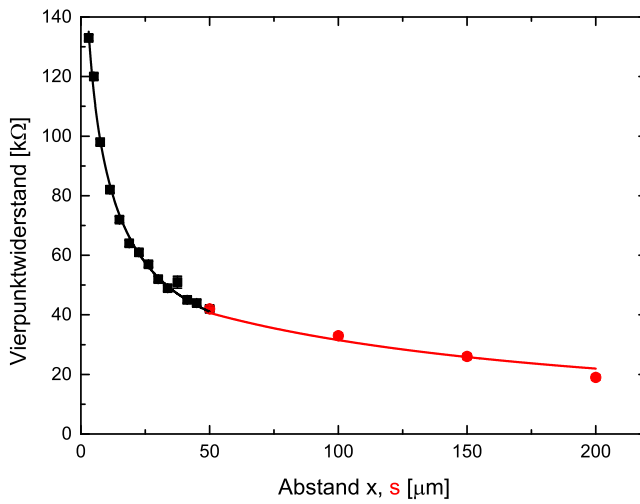
spezifischen Widerständen der  $\alpha$ -Faktor zunimmt.

Dagegen lässt sich der spezifische Oberflächenwiderstand gut bestimmen. Bis auf die Proben P<sub>5</sub> und P<sub>4100</sub> weisen alle Proben einen spezifischen Oberflächenwiderstand von  $260 \pm 20 \text{ k}\Omega/\square$  auf. Auch bei einer Messreihe der Probe P<sub>4100</sub> wurde ein spezifischer Oberflächenwiderstand von  $236 \text{ k}\Omega/\square$  gemessen. Die gemessene Abweichung der zweiten P<sub>4100</sub> und der P<sub>5</sub> Probe können unter anderem durch zusammengelaufene Stufenkanten erklärt werden, da davon auszugehen ist, dass ein solcher Defekt der Oberfläche eine Erhöhung des Widerstands zur Folge hat. Dies und der generelle Einfluss von Stufenkanten auf die Leitfähigkeit der Oberfläche konnte zu diesem Zeitpunkt noch nicht gemessen werden. Abbildung 73 zeigt die gemessenen spezifischen Oberflächenwiderstände als Funktion des spezifischen Volumenwiderstandes  $\rho_b$ . Zur Bestimmung von  $\rho_s$  wurde der gewichtete Mittelwert gebildet. Dabei wurde der Wert für den spezifischen Oberflächenwiderstand der P<sub>5</sub> Probe nicht berücksichtigt. Der spezifische Oberflächenwiderstand der Si(111)-7×7 Oberfläche beträgt hiernach  $251 \pm 7 \text{ k}\Omega/\square$ , woraus sich eine spezifische Oberflächenleitfähigkeit Selbiger von  $4,0 \pm 0,1 \mu\text{S}/\square$  ergibt. Dies entspricht sehr gut den Ergebnissen von Marie D'angelo [39]. Hiermit ist die spezifische Leitfähigkeit der Si(111)-7×7 Oberfläche um einen Faktor von ca.  $4 \cdot 10^{10}$  größer als nähme man eine 3 Å dicke Schicht undotiertes Silizium [53] an und nur um einen Faktor 3000 kleiner als würde man eine solch dicke Schicht Gold nehmen [53]. Zum Vergleich mit der bismutterminierten Si(111) Oberfläche leitet die 7×7 Rekonstruktion lediglich 40 mal schlechter. Die Leitfähigkeit der 7×7 Oberfläche ist vergleichbar mit 3 Å dicken Schicht von einer  $7,5 \text{ m}\Omega\text{cm}$  dotierten Siliziumprobe. Aus diesen Vergleichen kann man die Größe der Si(111)-7×7 Oberflächenleitfähigkeit mit der eines metallischen Leiters vergleichen.

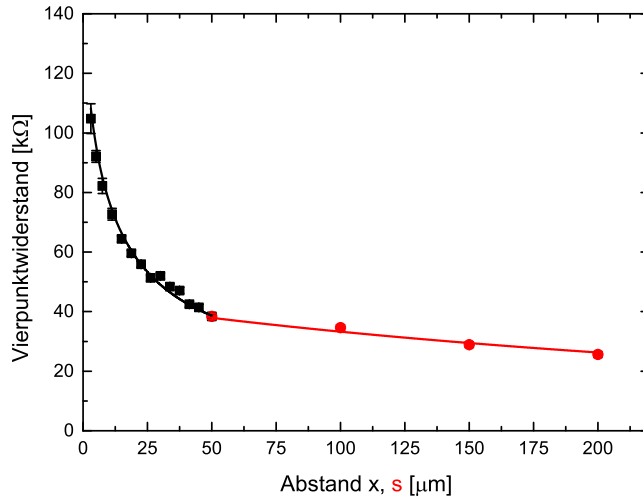




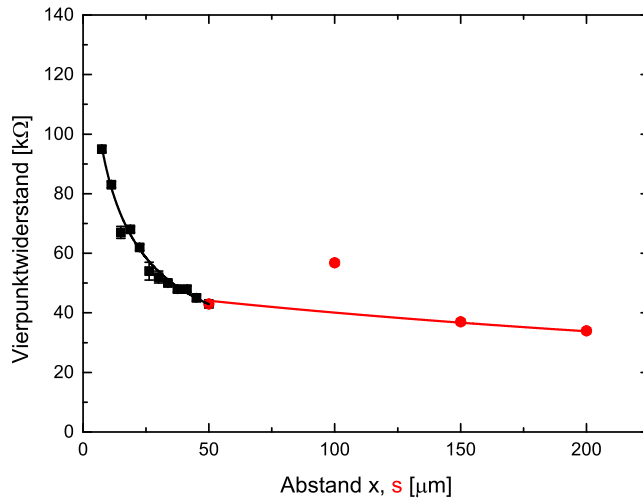
**Abb. 68:** Vierpunkt Widerstandsverlauf der  $P_5$  Probe;  $\rho_s = 576 k\Omega/\square$ ,  $\rho_b = 2650 \Omega cm$



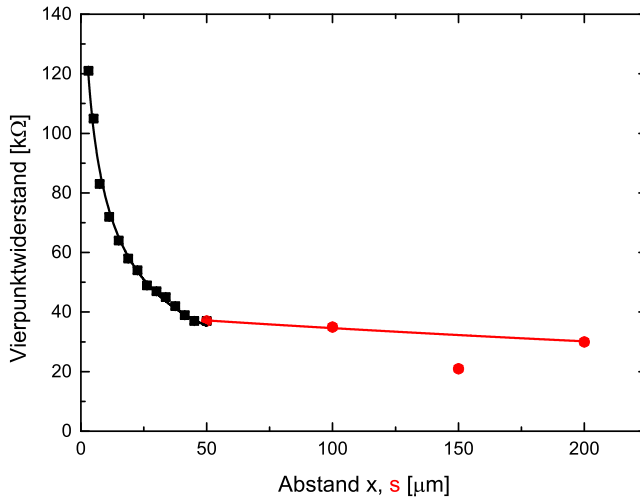
**Abb. 69:** Vierpunkt Widerstandsverlauf der  $P_{20}$  Probe;  $\rho_s = 255 k\Omega/\square$ ,  $\rho_b = 4080 \Omega cm$



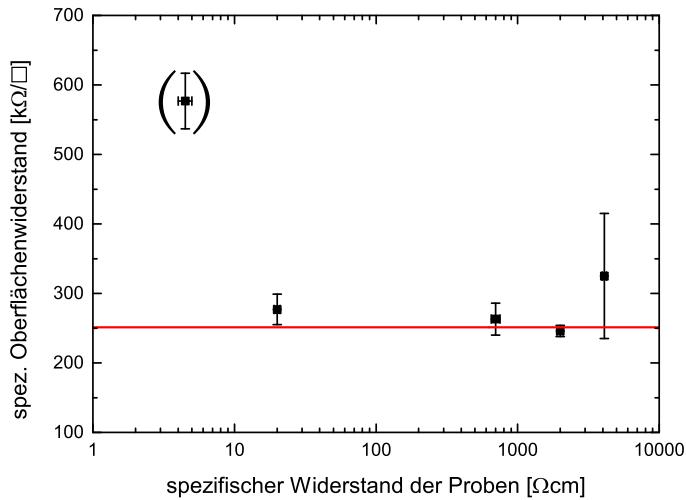
**Abb. 70:** Vierpunkt Widerstandsverlauf der P<sub>700</sub> Probe;  $\rho_s = 240 \text{ k}\Omega/\square$ ,  $\rho_b = 13400 \text{ }\Omega\text{cm}$



**Abb. 71:** Vierpunkt Widerstandsverlauf der P<sub>2000</sub> Probe;  $\rho_s = 236 \text{ k}\Omega/\square$ ,  $\rho_b = 16200 \text{ }\Omega\text{cm}$



**Abb. 72:** Vierpunkt Widerstandsverlauf der  $P_{4100}$  Probe;  $\rho_s = 236 \text{ k}\Omega/\square$ ,  $\rho_b = 27900 \Omega\text{cm}$



**Abb. 73:** Gemessener spez. Oberflächenwiderstand der verschiedenen Si(111)- $7\times 7$  Proben; rot: gewichteter Mittelwert der spez. Oberflächenwiderstände mit Ausnahme vom ersten Datenpunkt;  $\rho_s = 251 \pm 7 \text{ k}\Omega/\square$

Weshalb wenig Strom durch das Volumen fließt kann bis jetzt nur vermutet werden. Eine mögliche Erklärung liefert Craig M. Polley et al. [54]. Sie sagen, dass nicht der Vierpunktwiderstand entscheidend für den Weg den der Strom nimmt ist, sondern der Zweipunktwiderstand zwischen den strominjizierenden Kontakten (Spitzen). Der Zweipunktwiderstand ist gegeben durch:

$$R_{2p}^b = \frac{\rho_b}{\pi} \left( \frac{1}{r} - \frac{1}{3s-r} \right) \quad (3D) \quad (10.11)$$

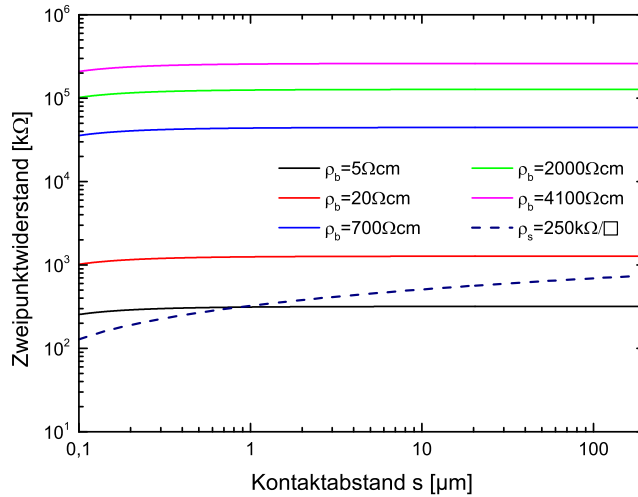
$$R_{2p}^s = \frac{\rho_s}{\pi} \ln \left( \frac{3s-r}{r} \right) \quad (2D) \quad (10.12)$$

Hierbei ist  $r$  der Kontaktradius und  $3s$  der Abstand zwischen den strominjizierenden Spitzen. Nimmt man einen realistischen Kontaktradius von 50 nm an und trägt den Zweipunktwiderstand  $R_{2p}$  gegen den Abstand  $s$  auf, so erhält man den in Abbildung 74 zu sehenden Verlauf des Zweipunktwiderstandes. Nimmt man weiterhin an, dass die Oberfläche komplett vom Volumen entkoppelt ist, sodass die Probe als eine Parallelschaltung von Oberflächenwiderstand und Volumenwiderstand angesehen werden kann, so kann der Strom durch die Oberfläche wie folgt berechnet werden.

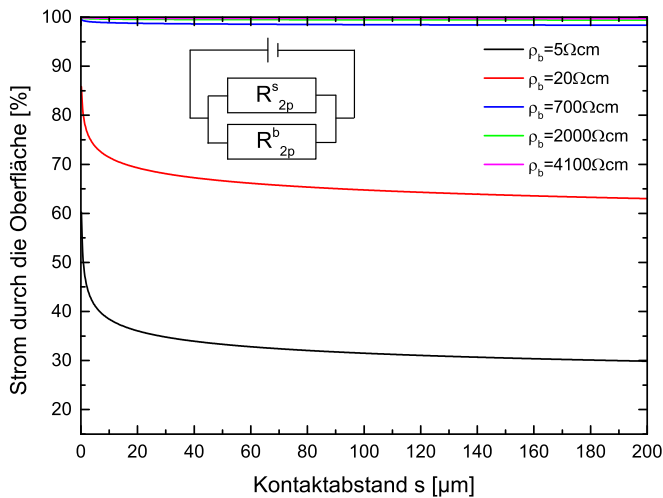
$$I_{Oberfl.} = I_{ges.} \left( 1 + \frac{R_{2p}^s}{R_{2p}^b} \right)^{-1} \quad (10.13)$$

Abbildung 75 zeigt wie viel Prozent des Stroms für die jeweilige Probe durch die Oberfläche fließt. Hierbei fällt auf, dass für die Proben mit einem spezifischen Widerstand größer als 700 Ωcm mehr als 95 % des Stroms durch die Oberfläche fließt. Lediglich bei den stärker dotierten Proben  $P_5$  und  $P_{20}$  fließt ein signifikanter Teil des Stroms durch das Volumen. Dies erklärt auch, weshalb die Oberflächenleitfähigkeit der Probe  $P_5$  schlechter zu bestimmen war und rechtfertigt die Nichtberücksichtigung dieses Wertes für die Mittlung der Oberflächenleitfähigkeit (siehe Abbildung 73). Wichtig ist, dass man mit Hilfe dieses Ansatzes erklären kann, weshalb die Widerstandsmessreihen nur oberflächensensitiv und nicht volumensensitiv waren. Es besteht jedoch kein Zusammenhang zum oben eingeführten  $\alpha$ -Faktor, da dieser aus den gemessenen Vierpunktwiderständen hervorgeht.

Ein Schwachpunkt der bisherigen Überlegungen ist, dass es keinen Stromfluss zwischen der Oberfläche und dem Volumen gibt. Der Strom der durch das Volumen fließt wird bislang nur an den Kontaktpunkten ins Volumen injiziert. Um den Stromfluss zwischen der Oberfläche und dem Volumen zu berücksichtigen wurde der Verlauf des Vierpunktwiderstandes analytisch berechnet. Hierfür wurde ein Schichtsystem bestehend aus drei Schichten angenommen. Jede der drei Schichten hat einen konstanten spezifischen Widerstand. Dieser wurde für die Oberflächenschicht und für die Volumenschicht als bekannt und somit fest vorausgesetzt. Die spezifische Leitfähigkeit und die Dicke der Übergangsschicht ist variabel. Die vier Kontakte kontaktieren lediglich die Oberfläche und besitzen einen Kontaktradius von 10 nm. Abbildung 76 zeigt diesen Aufbau. Mein Dank gilt an dieser Stelle Dr. Helmut Soltner vom ZEA-1 des Forschungszentrum Jülich. Er erstellte die analytische Lösung dieses Problem. Leider kann man mit diesem Modell den gemessenen



**Abb. 74:** Verlauf des Zweipunkt Widerstandes für die 5 gemessenen Siliziumproben und die Oberfläche in Abhängigkeit des äquidistanten Kontaktabstandes

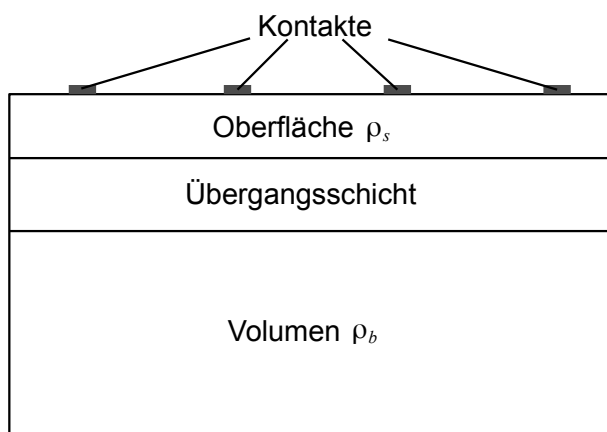


**Abb. 75:** Strom durch die Oberfläche im Verhältnis zum Gesamtstrom in %

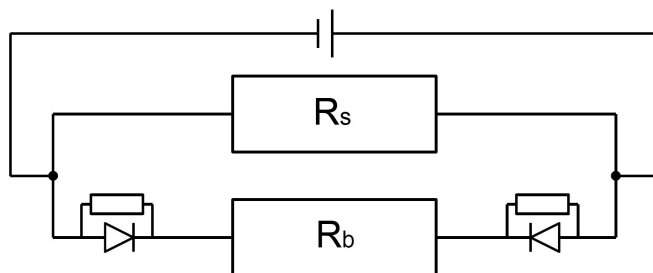
Verlauf des Vierpunktwidestandes nicht wiedergeben. Dies kann unter anderem daran liegen, dass die Übergangsschicht keine konstante Leitfähigkeit besitzt. Die Leitfähigkeit der Übergangsschicht kann vom Abstand zur Oberfläche abhängen. Daher müssen in Zukunft weitere theoretische Ansätze verfolgt werden, um ein größeres Verständnis über die Übergangsschicht zu erhalten.

Ein Ersatzschaltbild, welches sowohl die Messdaten als auch das Verhalten des Zweipunktwidestandes erklärt ist in Abbildung 77 zu sehen. Dieses erklärt auch den in Abbildung 62 nichtlinearen Verlauf der V/I-Kurve. Hierbei wird der Übergangsschichtwiderstand durch zwei Dioden mit je einem dazu parallel geschalteten Nebenschlusswiderstand ersetzt. Die Dioden sollen hier einen nichtlinearen Widerstand symbolisieren. Eine mögliche Ursache eines solchen Widerstandes ist der Metall-Halbleiter Übergang von Spitze und Probe. Hierdurch könnte eine Schottky-Diode entstehen. Hierbei sind die Dioden so angebracht, dass sich eine Diode immer in Sperrrichtung befindet. Daher ist der Stromfluss durch die Größe des Nebenschlusswiderstand parallel zur gesperrten Diode begrenzt. Dies würde erstens erklären, dass wenig Strom durch das Volumen fließt. Zweitens erklärt es die große Variation des gemessenen spezifischen Volumenwiderstands, da zu vermuten ist, dass der Nebenschlusswiderstand abhängig vom Kontakt der jeweiligen Spitze ist. Da sich Dieser von Messreihe zu Messreihe ändern kann, ist die große Variation erklärbar. Und drittens kann der Verlauf der V/I-Kurven erklärt werden. Beim Anlegen größerer Spannungen kann der Strom durch die geschlossene Diode „durchbrechen“. Dies würde eine spontane Änderung des Widerstands zur Folge haben. Somit würde der gemessene Gesamtwiderstand kleiner, welches durch das Abknicken der V/I-Kurve wiedergegeben wird. Jedoch ist auch in diesem Schaltbild die Oberfläche völlig vom Volumen entkoppelt.

Zusammenfassend bleibt festzuhalten, dass die Si(111)-7×7 Oberfläche eine spezifische Leitfähigkeit von  $4,0 \pm 0,1 \mu\text{S}/\square$  besitzt. Das gezeigte Ersatzschaltbild kann die gemessenen Daten erklären, bedarf jedoch weiterer theoretischer Simulationen. Diese würden auch dem Verständnis helfen, weshalb die rekonstruierte Oberfläche stark vom Volumen entkoppelt ist. Antworten hierzu kann nur die Berücksichtigung der Bandstruktur vom Siliziumfestkörper über die Raumladungszone hin zur Oberfläche liefern. Diese theoretischen Berechnungen müssen besonders in Hinblick auf die Vierpunktmessungen noch geleistet werden, sodass hier keine genauere Aussage getroffen werden kann.



**Abb. 76:** Schichtmodell zur analytische Berechnung des Vierpunktwiderstandes



**Abb. 77:** Ersatzschaltbild für die Si(111)-7×7 rekonstruierte Probe

## 10.5. Die Abhängigkeit des Si(111)-7×7 Vierpunktwidestands vom Absenken der Spitzen

In den bisherigen Messergebnissen konnten nur Oberflächenleitfähigkeiten nachgewiesen werden. Die Leitfähigkeit des Volumens konnte in beiden Fällen nicht gemessen werden. Um ein konsistentes Gesamtbild von den Messungen an den Si(111) Proben zu erhalten widmen sich die folgenden beiden Kapitel mit der Fragestellung, wie der spez. Widerstand des Volumen einer Si(111) Probe mit dem Multispitzen-STM gemessen werden kann.

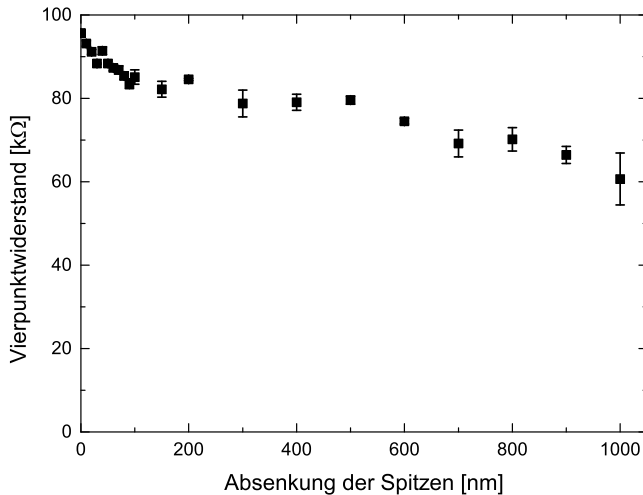
Zunächst steht weiterhin die Frage im Raum warum es nicht möglich war das 1/s-Verhalten des Volumenwiderstands zu messen. Dies steht im direkten Widerspruch zu bereits gemessenen Vierpunktwideständen von Siliziumproben. Zwei Beispiele hierfür sind die Veröffentlichungen von C. Polley et al. [54] und von S. Hasegawa et al. [55]. Hier wird in beiden Fällen das 1/s-Verhalten des Vierpunktwidestands gemessen.

Einer der hier nicht bekannten Größen ist die Kraft mit der die Spitzen auf die Siliziumoberfläche gedrückt wurden. Aus diesem Grund wird sich in diesem Kapitel mit einer Messreihe beschäftigt in der Vierpunktwidestand in Abhängigkeit vom Absenken der STM-Spitzen in die Siliziumprobe gemessen wurde. Hierfür wurden die Spitzen in äquidistanten Abstand von  $50\text{ }\mu\text{m}$  zueinander gebracht. Danach wurden die strominjizierenden Spitzen um  $10 - 1000\text{ nm}$  aus dem Tunnelkontakt abgesenkt. Die potentialmessenden Spitzen wurden immer nur soweit abgesenkt, dass eine Potentialmessung möglich war. Weiterhin sei erwähnt, dass die angegebenen Absenkungen die Werte der Piezoausdehnung sind. Da eine Verformung der Spitzen aller Voraussicht nach auftritt, ist das Absenken nicht mit der Eindringtiefe in die Probe gleichzusetzen. Gemessen wurde an der Probe P<sub>5</sub>, da der Unterschied im Vierpunktwidestand am größten zu erwarten war, falls der Strom in das Volumen injiziert werden könnte. Abbildung 78 zeigt den gemessenen Vierpunktwidestand in Abhängigkeit der Absenkung der strominjizierenden Spitzen. Auffällig sind gleich mehrere Details.

1. Mit zunehmendem Absenken der strominjizierenden Spitzen nimmt der Vierpunktwidestand leicht ab.
2. Der Vierpunktwidestand erreicht auch nach einem Absenken von einem Mikrometer nicht den für eine Volumenleitfähigkeit erwarteten Wert von  $159\text{ }\Omega$ . Dies ist der erwartete Vierpunktwidestand einer Probe mit einem spezifischen Widerstand von  $5\text{ }\Omega\text{cm}$  bei einem Probenabstand von  $50\text{ }\mu\text{m}$  (siehe: Gleichung 9.34).
3. Die Absenkung der Spitzen um  $10\text{ nm}$  verringert den Vierpunktwidestand bis zu  $10\text{ k}\Omega$ . Dies kann z.B. Ausreißer innerhalb von Messreihen erklären, da der Anpressdruck der Kontakte über die Messreihe variieren kann.

Da selbst mit weiterem Absenken der Spitzen mit dem KoalaDrive um  $10\text{ }\mu\text{m}$  der Vierpunktwidestand zwar weiter abgesenkt werden konnte, jedoch den erwarteten Volumenwiderstand nicht erreichte, lag die Vermutung nahe, dass die Spitzen unter  $45^\circ$  nicht





**Abb. 78:** Vierpunktstand in Abhängigkeit zum Absenken der Spitzen;  
Probe P<sub>5</sub>;  $R_{4p}^b$  sollte für diese Spitzengeometrie und diese Probe 159 Ω  
groß sein

genügend Kraft aufbauen konnten um tief genug in die Probe zu drücken, so dass Strom ins Volumen injiziert wird. Aus diesem Grund wurden die Spitzen senkrecht ins Multispitzen Rastertunnelmikroskop eingebaut. Dies hat den Nachteil, dass der Apex der Spitzen nicht zu sehen ist und dass der minimale Abstand zwischen zwei Spitzen dem Spitzendrahtdurchmesser von 250 μm beträgt. Zudem musste hierfür die UHV-Kammer belüftet werden, welches zu einer Oxidation der Probe führte. Daher bezieht sich diese Messreihe nicht auf die gleiche Probenoberfläche.

Dennoch konnte durch diesen Messaufbau ein Vierpunktstand von ca. 100 Ω gemessen werden, welches für die Messung des spezifischen Volumenwiderstands spricht. Hierfür war allerdings ein Absenken der strominjizierenden Spitzen von mehr als 10 μm erforderlich. Dies zeigt vor allem, dass prinzipiell Vierpunktstände des Siliziumvolumens mit dem Multispitzen-STM gemessen werden können.

Zur weiteren Überprüfung der These, dass die 7×7 Oberfläche lediglich schwach elektrisch an den Volumen gekoppelt ist, musste ein Weg gefunden werden, eine nichtrekonstruierte Si(111) Oberfläche herzustellen. Dies wurde bereits in Kapitel 8.3 beschrieben. Die Ergebnisse werden im folgenden Abschnitt analysiert und diskutiert.

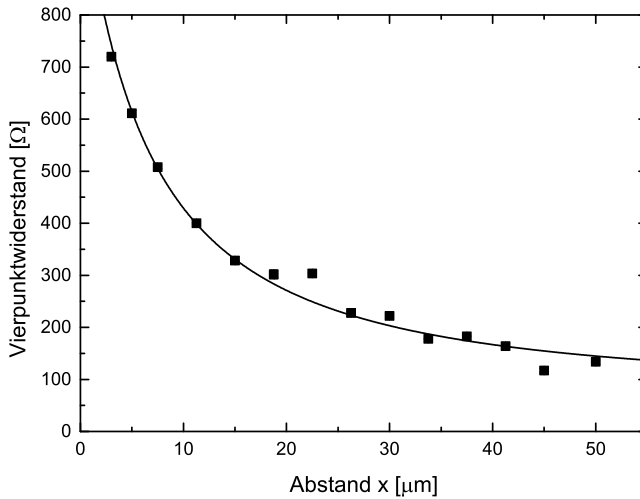
## 10.6. Messungen des Vierpunktwiderstands an einer nichtrekonstruierten und wasserstoffterminierten Si(111) Oberfläche

In diesem Kapitel soll schließlich geklärt werden, ob die Vierpunktmessung mit diesem Multispitzen-STM nur oberflächensensitiv oder auch der spezifische Volumenwiderstand von Silizium gemessen werden kann. Zur Bestimmung des spezifischen Volumenwiderstands einer Si(111) Probe wurde die Probe, wie bereits in Kapitel 8.3.1 beschrieben, wasserstoffterminiert und diese Terminierung im UHV weggeheizt. Gemessen wurde im nicht äquidistanten Messmodus bis zu Abständen von  $50\text{ }\mu\text{m}$ . Als erste Probe wurde eine  $P_5$  Probe verwendet. Hierbei viel ein deutlich geringerer Vierpunktwiderstand von weniger als einem  $\text{k}\Omega$  auf. Dieser konnte nur gemessen werden, indem ein Strom von mehr als  $10\text{ }\mu\text{A}$  injiziert wurde. Der gemessene Vierpunktwiderstandsverlauf, welcher in Abbildung 79 zu sehen ist, wurde sowohl mit einem zwei- bzw. dreidimensionalen Verlauf angefügt (Gleichungen 9.32, 9.34). Hierbei liegt der dreidimensionale Verlauf sehr gut über den Datenpunkten. Auch die Kombination aus zwei und dreidimensionalem Verlauf (Gleichung 10.8) gibt lediglich für sehr hohe spezifische Oberflächenwiderstände  $\rho_s > 100\text{ M}\Omega/\square$  die Daten wieder. Dies spricht für eine reine Volumenleitfähigkeit ohne Oberflächenzustand.

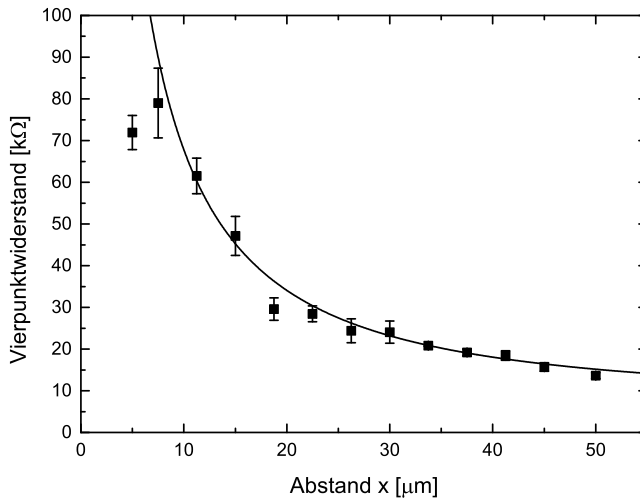
Aus dem Fit der Datenpunkte kommt ein spezifischer Widerstand  $\rho_b$  von  $5 \pm 0,5\text{ }\Omega\text{cm}$  und eine Verschiebung auf der x-Achse von  $7 \pm 0,5\text{ }\mu\text{m}$  heraus. Die Übereinstimmung des spezifischen Widerstands ist sowohl mit der Spezifikation der Probe als auch mit dem gemessenen spezifischen Widerstand mit dem Mikroprober gegeben. Die Verschiebung der Messkurve um  $7 \pm 0,5\text{ }\mu\text{m}$  auf der x-Achse, lässt sich durch eine verbogene Spitze erklären. Hierdurch war es nicht möglich den exakten Kontaktpunkt zu bestimmen. Da dieser Ablesefehler immer der Gleiche ist, ist die Kurve um  $7 \pm 0,5\text{ }\mu\text{m}$  auf der x-Achse nach links verschoben.

Eine weitere Messreihe wurde an einer wasserstoffterminierten Si(111) Probe durchgeführt. Hierbei wurde die Probe wie oben präpariert. Jedoch wurde der 30 minütige Heizzyklus auf  $600\text{ }^\circ\text{C}$  weggelassen. Als Probe wurde die Probe  $P_{700}$  ausgewählt. Dies sollte zeigen, falls die Wasserstoffterminierung eine Verringerung des Widerstands zur Folge hat, das dies durch die geringe Leitfähigkeit der Probe gemessen werden könnte. Abbildung 80 zeigt den Vierpunktwiderstandsverlauf dieser Probe. Der aus dieser Messreihe erhaltene spezifische Volumenwiderstand liegt mit  $500 \pm 50\text{ }\Omega\text{cm}$  am unteren Ende der Spezifikation und neben dem gemessenen Wert von  $700 \pm 50\text{ }\Omega\text{cm}$  vom Mikroprober. Dies kann vor allem daran liegen, dass nur wenig Strom in die Probe injiziert werden konnte und dieser nicht stabil war. Demnach war es sehr schwer einen Vierpunktwiderstand zu bestimmen, welches die großen Fehlerbalken und die Streuung einiger Punkte zeigt. Jedoch konnte auch hier der spezifische Volumenwiderstand der Probe in etwa gezeigt werden. Einen Einfluss der Wasserstoffterminierung oder eine zweidimensionale Leitfähigkeit war nicht festzustellen.

Zusammenfassend bleibt festzuhalten, dass der spezifische Volumenwiderstand  $\rho_b$  sowohl an einer nicht rekonstruierten Si(111) als auch an einer wasserstoffterminierten



**Abb. 79:** Vierpunkt Widerstandsverlauf der nichtrekonstruierten Si(111)-1×1 P<sub>5</sub> Probe; Die Fitfunktion ergibt einen dreidimensionalen Verlauf mit einem spezifischen Volumenwiderstand von  $5 \pm 0,5 \Omega\text{cm}$  und einem Messfehler des Abstands  $x_0$  von  $7 \pm 0,5 \mu\text{m}$



**Abb. 80:** Vierpunkt Widerstandsverlauf der nichtrekonstruierten wasserstoffterminierten Si(111) P<sub>700</sub> Probe; Die Fitfunktion ergibt einen dreidimensionalen Verlauf mit einem spezifischen Volumenwiderstand von  $500 \pm 50 \Omega\text{cm}$  und einem Messfehler des Abstands  $x_0$  von  $0,5 \pm 0,5 \mu\text{m}$

Si(111) Probe sehr gut gemessen werden kann. Daher kann das Multispitzen-STM auch zur Bestimmung des spezifischen Widerstands einer unbekannten Proben eingesetzt werden, falls die Kontaktierung der Probe mit den Spitzen gut funktioniert.



---

## 11. Zusammenfassung

Im Rahmen der Arbeit wurde die Funktionsweise eines Needlesensors als Aktuator für ein Multispitzen-Rasterkraftmikroskop gezeigt. Um die Positionierung der vier Spitzen in einem Punkt realisieren zu können, muss der Sensor in einem Winkel von  $45^\circ$  zur Oberfläche eingebaut werden. Hierdurch traten Fragen auf, wie z.B. ob unter diesen Bedingungen das Abbilden der Oberfläche möglich ist. Da diese Fragestellungen zum größten Teil von der Federkonstanten und den Eigenfrequenzen der Spitze, welche am Sensor befestigt ist, abhängt, wurden Finite Elemente Rechnungen zur Bestimmung dieser durchgeführt. Das Ergebnis zeigte, dass die Eigenfrequenz der Spitzen im Bereich der Eigenfrequenz des Sensors liegen. Damit konnte eine Kopplung zwischen Sensor und Spitze nicht ausgeschlossen werden. Auch Aufnahmen zeigten, dass es durchaus möglich ist mit einem Needlesensor unter  $45^\circ$  atomare Stufenkanten aufzulösen. Jedoch ist die Qualität der Bilder deutlich schlechter und der Aufwand atomare Stufenkanten aufzulösen um einiges größer als bei einem senkrecht eingebauten Sensor. Zudem sind nur etwa 50 % der Sensoren zum Scannen zu gebrauchen, da entweder "Snap to contact" auftritt oder durch die Eigenfrequenz der Spitze, diese in Schwingung versetzt wird und somit das Abbilden der Oberfläche unmöglich wird. Mit dem bis zu diesem Zeitpunkt benutzten Herstellungsverfahren der Spitzen mit Anbringung an den Needlesensor ist eine Veränderung der Spitzengeometrie sehr schwer möglich. Daher muss hinsichtlich der Herstellung der Spitzen weitere Entwicklungsarbeit geleistet werden.

Ein weiteres Thema dieser Arbeit war die Charakterisierung und Weiterentwicklung eines am Peter Grünberg Institut 3 des Forschungszentrum Jülich entwickelten Multispitzen-Rastertunnelmikroskops. Zunächst wurde das STM unter Luft getestet. Fehler in Software und Elektronik konnten so schnellstmöglich beseitigt werden. Die Aufstellung in einem schwingungsgedämpften Raum sollte das STM von Bodenschwingungen entkoppeln. Wichtige Erkenntnisse aus diesem Aufbau sind die Drifteigenschaften und die sehr gute Leistungsfähigkeit des Multispitzen-Rastertunnelmikroskops. Aus den Driftmessungen geht hervor, dass die totale Drift des STMs nach 18 Stunden  $1,6 \text{ \AA}/\text{min}$  beträgt. Nach 6 Stunden ist bereits mit einer totalen Drift von weniger als  $4 \text{ \AA}/\text{min}$  zu rechnen. Somit ist die Drift vergleichbar mit einer Omicron VT SPM Anlage [30], welche ein Ein-Spitzen-STM beinhaltet.

STM-Aufnahmen der Pt(100) Oberfläche lassen bereits an Luft atomare Stufenkanten und die Rekonstruktion der Oberfläche erkennen. Hieraus war es möglich die Kalibrierung der Piezokonstanten durchzuführen. Des weiteren konnten Widerstände mit Hilfe der Vierpunktmethode bestimmt werden.

Versuche zur akustischen Ankopplung der Anlage brachte das Ergebnis, dass der schwingungsgedämpfte Raum sehr schlecht akustisch isoliert war und dass besonders die Frequenzen, die eine stehende Welle im Raum bilden, verstärkt wurden. Auf Grund dieser Resultate wurden Änderungen am Raum bzw. im Wartungsbereich durchgeführt, welche diese Ankopplung jetzt minimieren.

Zur Untersuchung der elektrischen Eigenschaften von Siliziumproben wurde das STM

an eine UHV-Anlage angeschlossen. Hierdurch musste die Funktionsweise des KoalaDrives hergestellt werden, da dieser im Vakuum zunächst nicht zuverlässig funktionierte. Mehrere Versuchsreihen lösten das Problem, indem die Federn des Drives und das Material des Stabs angepasst wurden.

Die Messungen der elektrischen Leitfähigkeit von verschiedenen Siliziumproben und Oberflächen brachte zum Teil überraschende Ergebnisse. Als erstes wurde die elektrische Leitfähigkeit von bismutterminierten  $\text{Si}(111)-\sqrt{3} \times \sqrt{3}$  Proben gemessen. Hieraus ging hervor, dass die Oberfläche sehr gut leitend ist und dass der injizierte Strom ausschließlich durch die Oberfläche geht. Die spezifische Oberflächenleitfähigkeit der bismutterminierten  $\text{Si}(111)-\sqrt{3} \times \sqrt{3}$  Oberfläche wurde mit  $(0,16 \pm 0,07) \text{ m}\Omega^{-1}/\square$  bestimmt welches einem spez. Oberflächenwiderstand von  $(6 \pm 2,5) \text{ k}\Omega/\square$  entspricht. Damit ist diese Oberfläche so leitfähig als ob man eine 3 Å dicke Bismutschicht mit der Volumenleitfähigkeit von Bismut annähme. Daher kann man bei der bismutterminierten  $\text{Si}(111)-\sqrt{3} \times \sqrt{3}$  Oberfläche von einer metallisch leitenden Oberfläche sprechen.

Die Messungen an der  $\text{Si}(111)-7 \times 7$  rekonstruierten Oberfläche ergaben eine große Überraschung. Es stellte sich heraus, dass die Oberflächenzustände zu einem großen Teil von dem Siliziumvolumen entkoppelt sind. Dies bedeutet, dass auch hier der überwiegende Teil des injizierten Stroms durch die Oberfläche fließt und nur ein geringer Teil in das Volumen. Diese überraschende Tatsache machte es schließlich einfach, die spezifische Oberflächenleitfähigkeit der  $\text{Si}(111)-7 \times 7$  rekonstruierten Oberfläche zu messen. Diese ist unabhängig von der Volumendotierung und beträgt  $(4,0 \pm 0,1) \mu\Omega^{-1}/\square$  welches einem spez. Oberflächenwiderstand von  $(251 \pm 7) \text{ k}\Omega/\square$  entspricht. Somit ist die Leitfähigkeit der  $7 \times 7$  Oberfläche lediglich 40 mal kleiner als die Leitfähigkeit der bereits beschriebenen bismutterminierten  $\text{Si}(111)-\sqrt{3} \times \sqrt{3}$  Oberfläche.

Zum Abschluss dieser Arbeit wurde die Leitfähigkeit von einer wasserstoffpassivierten  $\text{Si}(111)-1 \times 1$  und der nichtrekonstruierten  $\text{Si}(111)$  Probe bestimmt. Hier konnte, wie erwartet, keine Oberflächenleitfähigkeit festgestellt werden. Dagegen wurde im Bereich der Messfehler die spezifische Volumenleitfähigkeit der Proben gemessen.

---

## 12. Ausblick

Mit dem hier beschriebenen Multispitzen-Rastertunnelmikroskop können noch weitere interessante Messungen durchgeführt werden. In Bezug auf diese Arbeit bieten sich vor allem Messungen an Bismutschichten an. Bismutschichten, welche bei Raumtemperatur auf eine Si(111)- $7\times 7$  Oberfläche aufgedampft werden, wachsen je nach Dicke in unterschiedlichen Strukturen [56]. Interessant wäre es die Abhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit von diesen Strukturen zu bestimmen und welche Unterschiede zur bismutterminierten Oberfläche auftreten.

Weiterhin sollte die Fragestellung nach dem Grund der teilweise vom Volumen entkoppelten Si(111)- $7\times 7$  Oberfläche nachgegangen werden. Hierfür müssen neue Modelle entwickelt und evtl. durch Messungen überprüft werden. Auch die Fragestellung wie groß der Einfluss von Stufenkanten auf die Oberflächenleitfähigkeit ist, wäre sehr interessant und kann zu neuen Erkenntnissen führen. Diese Messungen werden jedoch nur mit Hilfe eines SEM zur Positionierung der Spitzen möglich sein, da nur so ein Spitzenabstand von weniger als  $1\text{ }\mu\text{m}$  kontrolliert erreicht werden kann. Dies ist notwendig, weil eine Terrasse nur einige 100 nm breit ist.

Ein großer Schritt hin zur verbreiteten Nutzung der Mikroskope wird der Umbau von einem Multispitzen-STM in ein Multispitzen-AFM sein. Hierdurch wird es möglich sein Halbleiterbauteile elektrisch zu vermessen und so charakterisieren zu können. Dieser Umbau ist bereits in Planung.

Es wird spannend zu sehen sein, ob und wie viel Einfluss in Zukunft Multispitzen-STMs bzw. AFMs zur elektrischen Charakterisierung von Nanostrukturen haben werden. Das Potential, um den Schritt von reiner Grundlagenforschung hin zur industriellen Forschung und Qualitätssicherung zu gehen, ist gegeben. Ob dieser Schritt gelingt wird vor allem an der Bedienbarkeit, der Zuverlässigkeit und an den Kosten solch komplexer Apparaturen liegen. Gerade an den ersten beiden Punkten wird noch einiges an Optimierung stattfinden müssen.





## Abbildungsverzeichnis

1.	Schematische Darstellung der Funktionsweise eines Rastertunnelmikroskops	8
2.	Aufbau und Funktionsweise des KoalaDrives[11]	9
3.	Aufbau eines KoalaDrive Einspitzen-Rastertunnelmi-kroskops[14]	10
4.	Schematische Darstellung des Ätzprozesses	11
5.	Rasterelektronenmikroskopaufnahme von 4 STM-Spitzen	12
6.	Tunnelbarriere	14
7.	Model einer Regelschleife	16
8.	Vergleich verschiedener Reglertypen	16
9.	Foto eines Needlesensors	18
10.	Skizzen zur AFM-Spitzenpräparation	20
11.	Schematische Darstellungen des Aufbaus einer PLL	21
12.	Das Lennard-Jones-Potential	23
13.	Darstellung Spitze/Probe	24
14.	Schematische Näherung der Kräfte durch Federn	25
15.	Abbildung des Lennard-Jones-Potential	26
16.	Verwendete Spitzengeometrien[24]	28
17.	Resonanzfrequenzen der STM-, bzw. AFM-Spitze	28
18.	Steifigkeit der Spitzen in Abhängigkeit der Länge	29
19.	AFM: Topographie mit Needlesensor unter 45°	31
20.	AFM: Topographie und Stromsignal	32
21.	Vergleich zwischen einer Zwei- und Vierpunktmessung	35
22.	Das Multispitzen-Rastertunnelmikroskop	36
23.	Die verschiedenen Koordinatensysteme im Überblick	37
24.	Schaltskizze einer Vierpunktmessung [14]	38
25.	Funktionsweise der DIO-Verstärkerplatine	40
26.	Aufbau der UHV-Kammer [27]	42
27.	Zeichnung des neuen Probentransfersystems	44
28.	Pt(100) Oberfläche	46
29.	Drift des Multispitzen-Rastertunnelmikroskops	48
30.	Driftmessung	49
31.	Akustisches und elektrisches Rauschen	51
32.	Testprobe mit vier STM-Spitzen	54
33.	V/I-Kurve eines SMD-Widerstandes	55
34.	Die Nanodrahtprobe	56
35.	SEM-Aufnahmen des karbonbeschichteten Stabs; Bildgröße: 1 mm × 1 mm; Inlay: 100 $\mu\text{m}$ × 100 $\mu\text{m}$	58
36.	Optischer Vergleich der unterschiedlich behandelten Oberfläche von Spritzenkanülen	60
37.	SEM-Aufnahmen von der Bohrerrohlingoberfläche und der Oberfläche des Röhrchens	61
38.	Ausschnitte einer oxidierten Kanüle nach Funktionstest im UHV	63
39.	Die Diamantstruktur	66

40.	Schematische Darstellung der Si(111)-7×7 Rekonstruktion . . . . .	67
41.	Aufnahmen der Si(111)-7×7 Oberfläche . . . . .	69
42.	Darstellung der beiden Phasen der Bismutterminierung . . . . .	70
43.	Skizzen Herleitung des spezifischen Widerstands . . . . .	73
44.	Verlauf des Vierpunktwiderstandes für dreidimensionale Proben . . . . .	77
45.	Abstandsabhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit von der Oberfläche . .	78
46.	Stromdichte durch das Siliziumvolumen . . . . .	79
47.	Ersatzschaltbild für den in simulierten Widerstandsverlauf. . . . .	80
48.	Vierpunktwiderstandsverlauf in Abhängigkeit vom äquidistanten Kontaktabstand . . . . .	80
49.	Oberflächen-, Raumladungszonen- und Volumenanteil im Verlauf des Vierpunktwiderstands. . . . .	81
50.	Spitzenanordnung zur Messung des Oberflächenleitfähigkeit von Si(111)-7 × 7	82
51.	Vergleich Abstand $x$ mit $s_{3D}^{eq}$ und Verlauf des zweidimensionalen Korrekturterms $1/\chi_{2D}$ . . . . .	84
52.	Verlauf des Vierpunktwiderstandes in Abhängigkeit von $x$ mit $s = 50 \mu\text{m}$ .	84
53.	Die ausgegebenen Spannungsrampen, gemessenen Ströme und Spannungsdifferenzen eines Vierpunktspektrums . . . . .	89
54.	Vierpunktspektrum einer bismutterminierten Siliziumprobe . . . . .	90
55.	Messfehler bei der Strom- und Potentialmessung einer Vierpunktmessung. .	92
56.	Vergleich der Daten mit einem zwei- bzw. dreidimensionalen Verhalten . .	94
57.	Anhäufung von Stufenkanten . . . . .	94
58.	Vierpunktwiderstandsverlauf der bismutterminierten Si(111) Probe ( $\rho_b = 4100 \Omega\text{cm}$ ) . . . . .	96
59.	Vierpunktwiderstandsverlauf der bismutterminierten Si(111) Probe ( $\rho_b = (2000 \pm 100) \Omega\text{cm}$ ) . . . . .	96
60.	Vierpunktwiderstandsverlauf der bismutterminierten Si(111) Probe ( $\rho_b = (20 \pm 2) \Omega\text{cm}$ ) . . . . .	97
61.	Si(111)-7 × 7 . . . . .	100
62.	V/I-Spektrum der 7×7 rekonstruierten P <sub>700</sub> Probe; rot: Steigung des Graphen im Ursprung; Abstand $x=30 \mu\text{m}$ und $s=50 \mu\text{m}$ . . . . .	101
63.	V/I-Spektrum um den Ursprung . . . . .	101
64.	Anpassung der Daten mit Hilfe der Fitfunktionen 10.6 und 10.7 . . . . .	103
65.	Vierpunktwiderstandsverlauf zweier Si(111)-7×7 rekonstruierten Proben mit $\rho_b = 700 \Omega\text{cm}$ (schwarz) und $\rho_b = 20 \Omega\text{cm}$ (blau) . . . . .	103
66.	Fit der Daten mit der Fitfunktion für den zweidimensionalen Vierpunkt-widerstandsverlauf (Gleichung 9.32) . . . . .	104
67.	Abwechselndes fitten von $\rho_s$ und $\rho_b$ . . . . .	104
68.	Vierpunktwiderstandsverlauf der P <sub>5</sub> Probe . . . . .	108
69.	Vierpunktwiderstandsverlauf der P <sub>20</sub> Probe . . . . .	108
70.	Vierpunktwiderstandsverlauf der P <sub>700</sub> Probe . . . . .	109
71.	Vierpunktwiderstandsverlauf der P <sub>2000</sub> Probe . . . . .	109
72.	Vierpunktwiderstandsverlauf der P <sub>4100</sub> Probe . . . . .	110
73.	spez. Oberflächenwiderstand der Si(111)-7×7 Oberfläche . . . . .	110

74.	Verlauf des Zweipunktwiderstandes . . . . .	112
75.	Strom durch die Oberfläche im Verhältnis zum Gesamtstrom in % . . . . .	112
76.	Schichtmodell zur analytische Berechnung des Vierpunktstandes . . . . .	114
77.	Ersatzschaltbild für die Si(111)-7×7 rekonstruierte Probe . . . . .	114
78.	Vierpunktstand in Abhängigkeit zum Absenken der Spitzen . . . . .	116
79.	Vierpunktstandsverlauf der nichtrekonstruierten Si(111) P <sub>5</sub> Probe . . . . .	118
80.	Vierpunktstandsverlauf der nichtrekonstruierten Si(111) P <sub>700</sub> Probe . . . . .	118
81.	Schaltplan der Elektronik des Strom-Spannungs-Verstärkers . . . . .	II
82.	Schaltplan der DIO-Verstärkerplatine . . . . .	IV
83.	Schaltplan der DIO-Verstärkerplatine . . . . .	VI

## Literatur

- [1] C. Gerber E. Weibel G. Binnig, H. Rohrer. Tunneling through a controllable vacuum gap. *Applied Physics Letters*, 40(2):178–180, 1982.
- [2] H. Rohrer G. Binnig. Scanning tunneling microscopy. *Helvetica Physica Acta*, 55:726–735, 1982.
- [3] Nobelprize.org. Press release: The 1986 nobel prize in physics, April 2013.
- [4] G. Binnig and C. F. Quate. Atomic force microscope. *PHYSICAL REVIEW LETTERS*, VOLUME 56:NUMBER 9, 1986.
- [5] D.M. Eigner and E.K. Schweizer. Positioning single atoms with a scanning tunnelling microscope. *Letters to Nature*, 344:524, 1990.
- [6] M. Bode. Spin-polarized scanning tunnelling microscopy. *REPORTS ON PROGRESS IN PHYSICS*, 66:523–582, 2003.
- [7] Gross et al. The Chemical Structure of a Molecule Resolved by Atomic Force Microscopy. *Science*, 325:1110, 2009.
- [8] C. Weiss et al. Imaging Pauli Repulsion in Scanning Tunneling Microscopy. *Physical Review Letters*, 105:086103, 2010.
- [9] Philipp Jaschinsky. *Kombinierte Rasterelektronen- und Mehr-Spitzen-Rastertunnelmikroskopie als Methode zur Ladungstransportmessung im Nanometerbereich*. PhD thesis, RWTH-Aachen, 2007.
- [10] Evgeniy Zubkov. *Aufbau einer Vierspitzen-Rastertunnelmikrosko / Rasterelektronenmikroskop-Kombination und Leitfähigkeitsmessungen an Silizid Nanodrähten*. PhD thesis, RWTH Aachen, 2013.
- [11] Peter Coenen Vasily Cherepanov and Bert Voigtländer. A nanopositioner for scanning probe microscopy: The koaladrive. *REVIEW OF SCIENTIFIC INSTRUMENTS*, 83:023703, 2012.
- [12] Hubertus Junker Stefan Korte Marcus Blab Vasily Cherepanov, Evgeny Zubkov and Bert Voigtländer. Ultra compact multitip scanning tunneling microscope with a diameter of 50 nm. *REVIEW OF SCIENTIFIC INSTRUMENTS*, 83:033707, 2012.
- [13] 4 Probe SPM Oxford Instruments. [www.omicron.de](http://www.omicron.de).
- [14] mProbes. [www.mprobes.com](http://www.mprobes.com).
- [15] Stefan Korte. SEM-Aufnahme entstanden während seiner Doktorarbeit.
- [16] J. Tersoff and D.R. Hamann. Theory and Application for the Scanning Tunneling Microscope. *Physical Review Letters*, 50:1998, 1983.

- [17] N. Pradeep D.S. Joag R.B. Sharma, A.D. Adsool. Adsorption studies of cobalt on tungsten (110), (100) and (111) planes by probe-hole field emission microscopy. *Applied Surface Science*, 94/95:177–185, 1996.
- [18] F J Giessible et al. Stability considerations and implementation of cantilever allowing dynamic force microscopy with optimal resolution: the qplus sensor. *Nanotechnology*, 15:79–86, 2004.
- [19] Y. Sugawara S. Morita R. Nishi, I. Hounda. Anoncontact atomic force microscope in air using a quartz resonator and the FM detection method. *Applied Physics A: Materials Science & Processing*, 72:93–95, 2001.
- [20] Seiji Heike and Tomihiro Hashizume. Atomic resolution noncontact atomic force/scanning tunneling microscopy using a 1 MHz quartz resonator. *Applied Physics Letters*, Vol.83No.17:3620, 2003.
- [21] Seiji Heike and Tomihiro Hashizume. Surface Potential Measurement by Atomic Force Microscopy Using Quartz Resonator. *Japanese Journal of Applied Physics*, 45:1996–1999, 2006.
- [22] Werner Schindler Philipp Hugelmann, Martin Hugelmann. Electrochemical nanoelectrodes for advanced investigations of nanostructures. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 612:131–139, 2008.
- [23] Richard Spiegelberg. Entwicklung einer leistungsfähigen Elektronik für Multispitzen-Rastersondenmikroskopie und Implementierung spezifischer Messmethoden zur Fehleranalyse an integrierten Schaltungen. will be published 2015.
- [24] Jörg Wolters vom ZAT; Forschungszentrum Jülich. Bestimmung der Eigenfrequenzen und der mechanischen Steifigkeit.
- [25] Walter D. Pilkey. *Stress, strain and structural matrices*. Wiley-Interscience, 1994.
- [26] Ireneusz Morawski and Bert Voigtländer. Simultaneously measured signals in scanning probe microscopy with a needle sensor: Frequency shift and tunneling current. *Review of scientific instruments*, 81:033703, 2010.
- [27] Konstantin Romanyuk. *Influence of the step properties on submonolayer growth of Ge and Si at the Si(111) surface*. PhD thesis, RWTH-Aachen, 2009.
- [28] Udo Linke Bert Voigtländer and H. Stollwerk. Preparation of bead metal single crystals by electron beam heating. *American Vacuum Society*, 23(6):1535, 2005.
- [29] Asawin Sinsarp et al. Local tunneling barrier height imaging of a reconstructed Pt(100) surface. *Applied Surface Science*, 237:583–588, 2004.
- [30] Martin Scheufens. Aufbau und Charakterisierung der Eigenschaften eines ultrakompakten Rastertunnelmikroskops für Messungen im UHV. Master’s thesis, RWTH Aachen, 2013.

- [31] Stefan Habicht. *Strained and Unstrained Silicon Nanowire-Array MOSFETs: Fabricated and Physical Analysis*. PhD thesis, RWTH Aachen, 2011.
- [32] Hubertus Junker. *Development of a four tip scanning tunneling microscope and charge transport measurements at GaAs-nanowires*. PhD thesis, RWTH Aachen, will be published 2015.
- [33] H.H. Weitering K. Yoo. Electrical conductance of reconstructed silicon surfaces. *Phys. Rev. B*, 65:115424, 2002.
- [34] T.M. Hansen J.W. Wells, J.F. Kallehauge and Ph. Hofmann. Disentangling Surface, Bulk, and Space-Charge-Layer Conductivity in Si(111)-(7x7). *Phys. Rev. Lett.*, 97:206803, 2006.
- [35] Phaedo Avouris Yukio Hasegawa, In-Whan Lyo. Measurement of surface state conductance using STM point contacts. *Surface Science*, 357-358:32–37, 1996.
- [36] Y. Wada Seiji Heike, S. Watanabe and T.Hashizume. Electron Conduction through Surface States of the Si(111)-(7x7) Surface. *Phys. Rev. Lett.*, 81:890, 1998.
- [37] I.Matsuda S. Hasegawa T. Tanikawa, K.Yoo and Y. Hasegawa. Nonmetallic transport property of the si(111)7x7 surface. *Phys. Rew. B*, 68:113303, 2003.
- [38] Ph. Hofmann and J. W. Wells. Surface-sensitive conductance measurements. *JOURNAL OF PHYSICS: CONDENSED MATTER*, 21:013003, 2009.
- [39] N. Miyata T. Hirahara M. D'angelo, K. Takase and S. Hasegawa. Conductivity of the Si(111)7x7 dangling-bond state. *Physical Review B*, 79:035318, 2009.
- [40] Matthias Wunde. Simulation des Ladungstransports in der Multi-Spitzen-Rastertunnelmikroskopie. Master's thesis, Universität zu Köln, 2012.
- [41] Shigeki Takahashi Kunio Takayanagi, Yasumasa Tanishiro and Mesaetsu Takahashi. Structure analysis of Si(111)-7x7 reconstructed surface by transmission electron diffraction. *Surface Science*, 164:367–392, 1985.
- [42] Ch. Gerber G. Binnig, H. Rohrer and E. Weibel. 7x7 Reconstruction on Si(111) Resolved in Real Space. *Physical Review Letters*, Vol.50No.2:120, 1983.
- [43] J. Steffle P. Sobotik I. Ost'adal J. Myslivecek, A. Strozecka and B. Voigtländer. Structure od the adatom electron band of the Si(111)-7x7 surface. *Physical Review B*, 73:161302, 2006.
- [44] W.K. Ford K.J. Wan, T. Guo and J.C. Hermanson. Initial growth of Bi films on a Si(111) substrate: Two phases of  $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$  low-energy-electron-diffraction pattern and their geometric structure. *Physical Review B*, Vol.44, No.7:3471, 1991.
- [45] B. Voigtländer N. Paul, H. Asaoka. Comparison between surfactant-mediated Bi/Ge/Si(111) epitaxy and Ge/Si(111) epitaxy. *Surface Science*, 564:187–200, 2004.

- [46] V. Cherepanov M. Kawamura, N. Paul and B. Voigtländer. Nanowires and Nanorings at the Atomic Level. *Physical Review Letters*, Vol.91, No.9:096102, 2003.
- [47] J. Myslivecek N. Paul, H. Asaoka and B. Voigtländer. Growth mechanisms in Ge/Si(111) heteroepitaxy with and without Bi as a surfactant. *Physical Review B*, 69:193402, 2004.
- [48] G. Materlik J. Zeysing G. Falkenberg T. Schmidt, J. Falta and R.L. Johnson. Bi: Perfect surfactant for Ge growth on Si(111)? *Applied Physics Letters*, Vol.74, No.10:1391, 1999.
- [49] Martin Lanius. Rastertunnelmikroskopische Messungen an Silizid-Nanostrukturen auf Si/SiO<sub>2</sub>. Master's thesis, RWTH Aachen, 2013.
- [50] Hans-Joachim Müssig Jarek Dabrowski. *Silicon Surface and Formation of Interfaces*. World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., 2000.
- [51] Dieter K. Schroder. *SEMICONDUCTOR MATERIAL AND DEVICE CHARACTERIZATION third edition*. Wiley-Interscience, 2006.
- [52] Justin Wells Edward Perkins, Lucas Barreto and Philip Hofmann. Surface-sensitive conductivity measurement using a micro multi-point probe approach. *Review of Scientific Instruments*, 84:033901, 2013.
- [53] Robert C. Weast. *Handbook of Chemistry and Physics*. CRC Press, 1998-1990.
- [54] Warrick R. Clarke Jill A. Miwa Justin W. Wells, Craig M. Polley and Michelle Y. Simmons. Microscopic four-point-probe resistivity measurements of shallow, high density doping layers in silicon. *Appl. Phys. Lett.*, 101:262105, 2012.
- [55] Shuji Hasegawa et al. Electrical conduction through surface superstructures measured by microscopic four-point probes. *Surface Review and Letters*, 10:963–980, 2003.
- [56] S. Yaginuma et al. Origin of flat morphology and high crystallinity of ultrathin bismuth films. *ScienceDirect*, 601:3593–3600, 2007.





## Anlagen

DIO	Funktion	DIO	Funktion
	Reserve:		Spitze 2:
31	Femto Verstärkung Bit 3	15	Femto Verstärkung Bit 3
30	Femto Verstärkung Bit 2	14	Femto Verstärkung Bit 2
29	Femto Verstärkung Bit 1	13	Femto Verstärkung Bit 1
28	Relais	12	Relais
	Probe:		Spitze 1:
27	Femto Verstärkung Bit 3	11	Femto Verstärkung Bit 3
26	Femto Verstärkung Bit 2	10	Femto Verstärkung Bit 2
25	Femto Verstärkung Bit 1	9	Femto Verstärkung Bit 1
24	Relais	8	Relais
	Spitze 4:		Eingänge:
23	Femto Verstärkung Bit 3	7	nicht genutzt
22	Femto Verstärkung Bit 2	6	nicht genutzt
21	Femto Verstärkung Bit 1	5	Überlastungs-LED Reserve
20	Relais	4	Überlastungs-LED Probe
	Spitze 3:		
19	Femto Verstärkung Bit 3	3	Überlastungs-LED Spitze 4
18	Femto Verstärkung Bit 2	2	Überlastungs-LED Spitze 3
17	Femto Verstärkung Bit 1	1	Überlastungs-LED Spitze 2
16	Relais	0	Überlastungs-LED Spitze 1

**Tab. 6:** DIO-Belegung

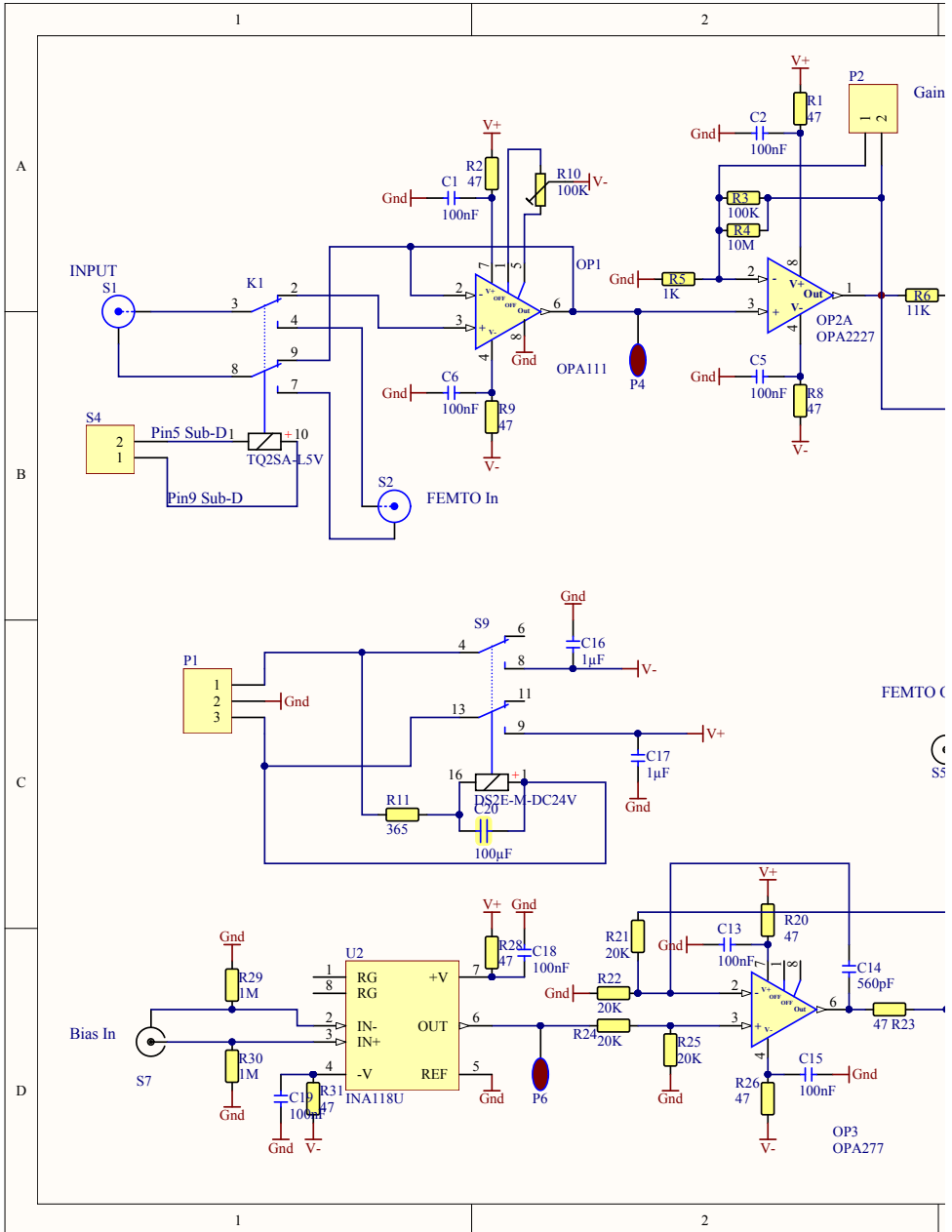
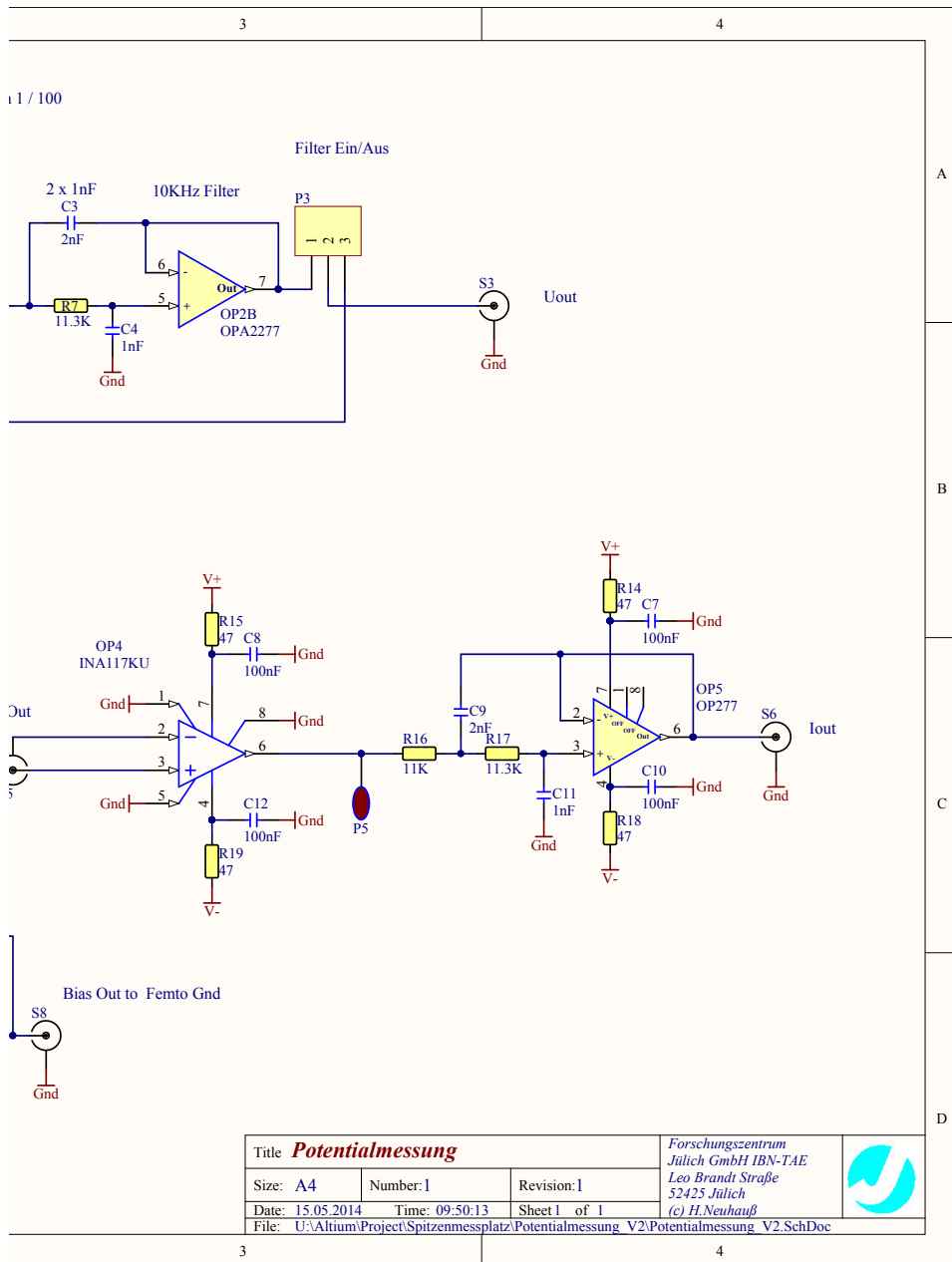


Abb. 81: Schaltplan der Elektronik des Strom-Spannungs-Verstärkers



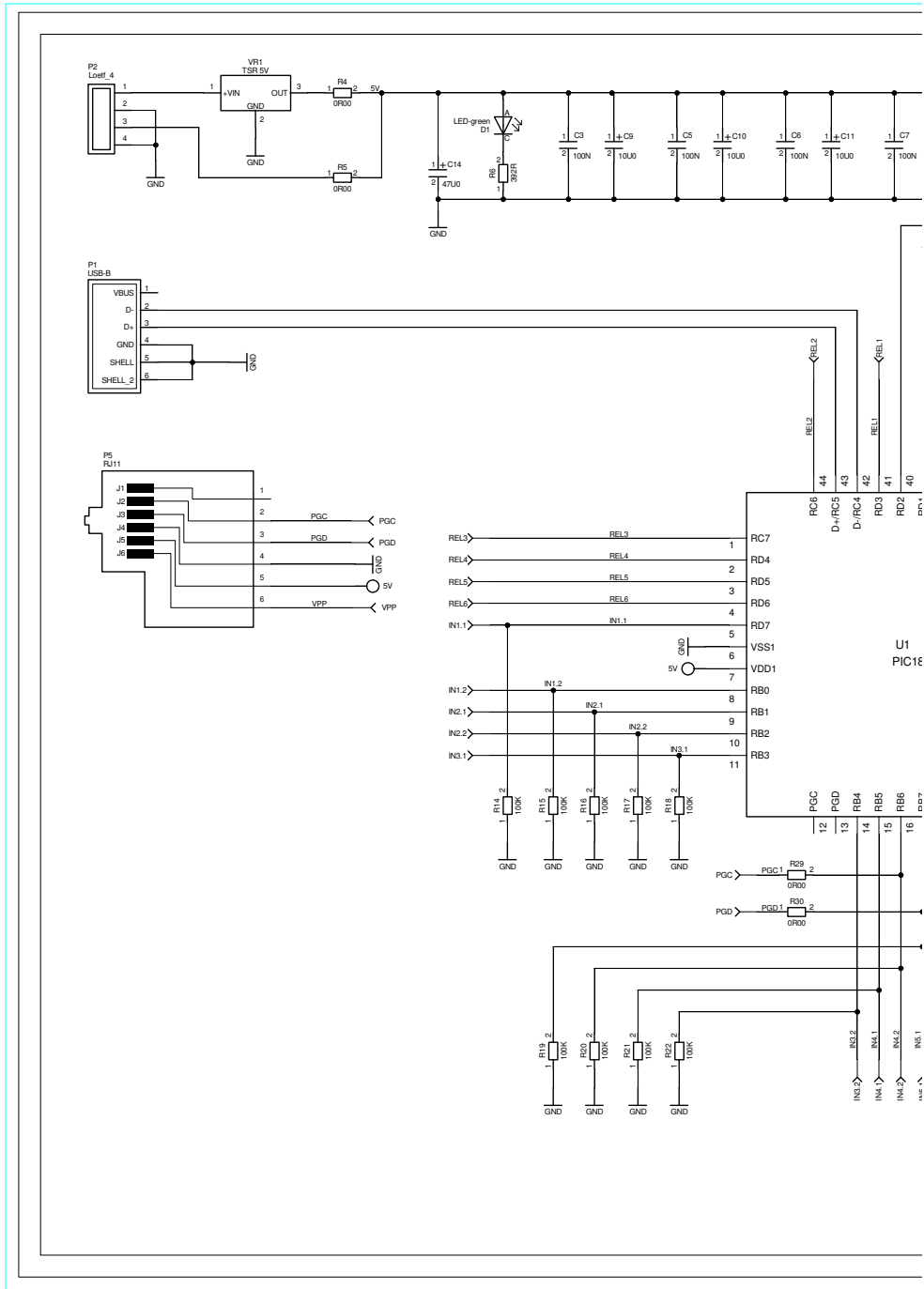


Abb. 82: Schaltplan der DIO-Verstärkerplatine



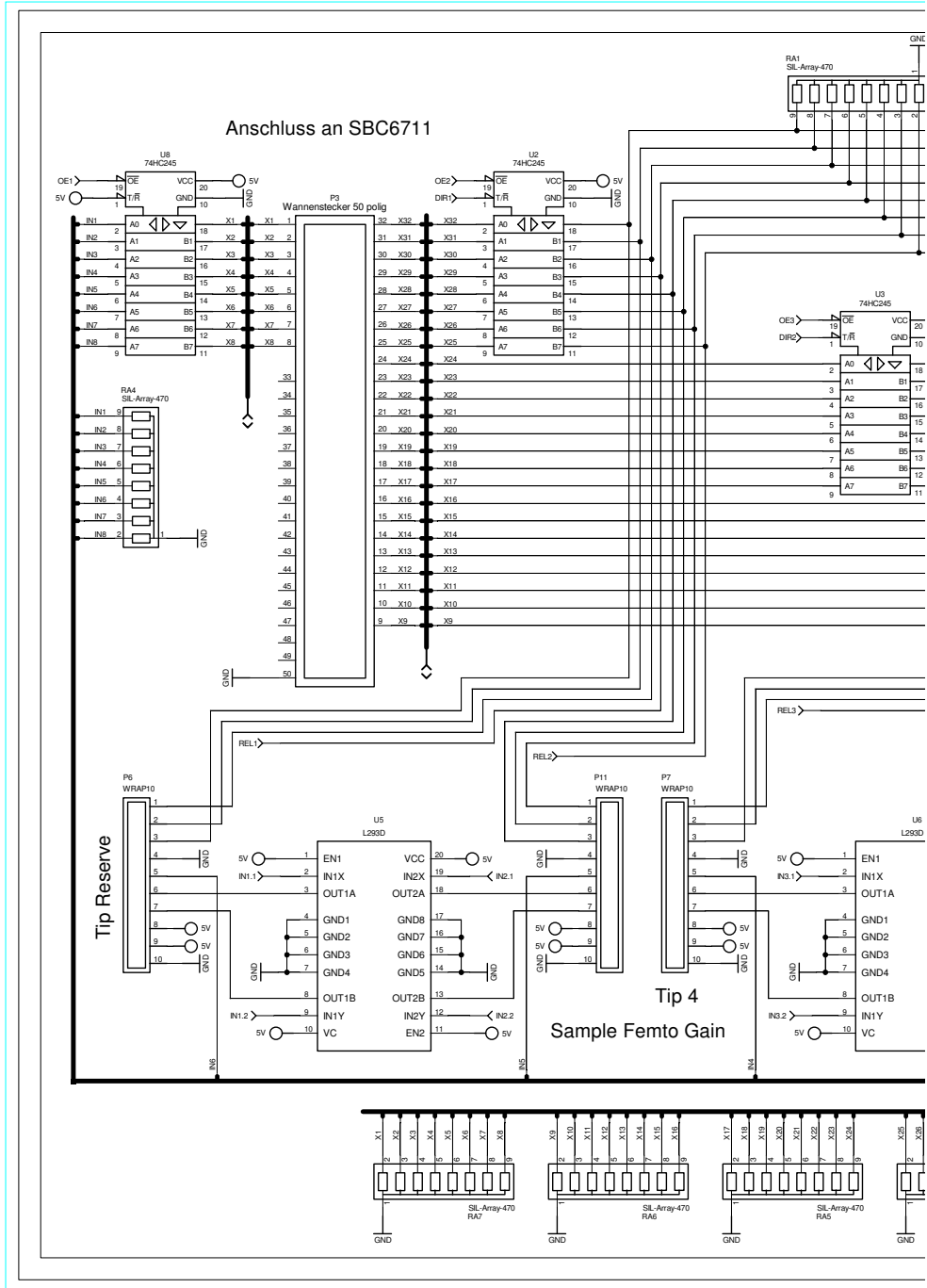
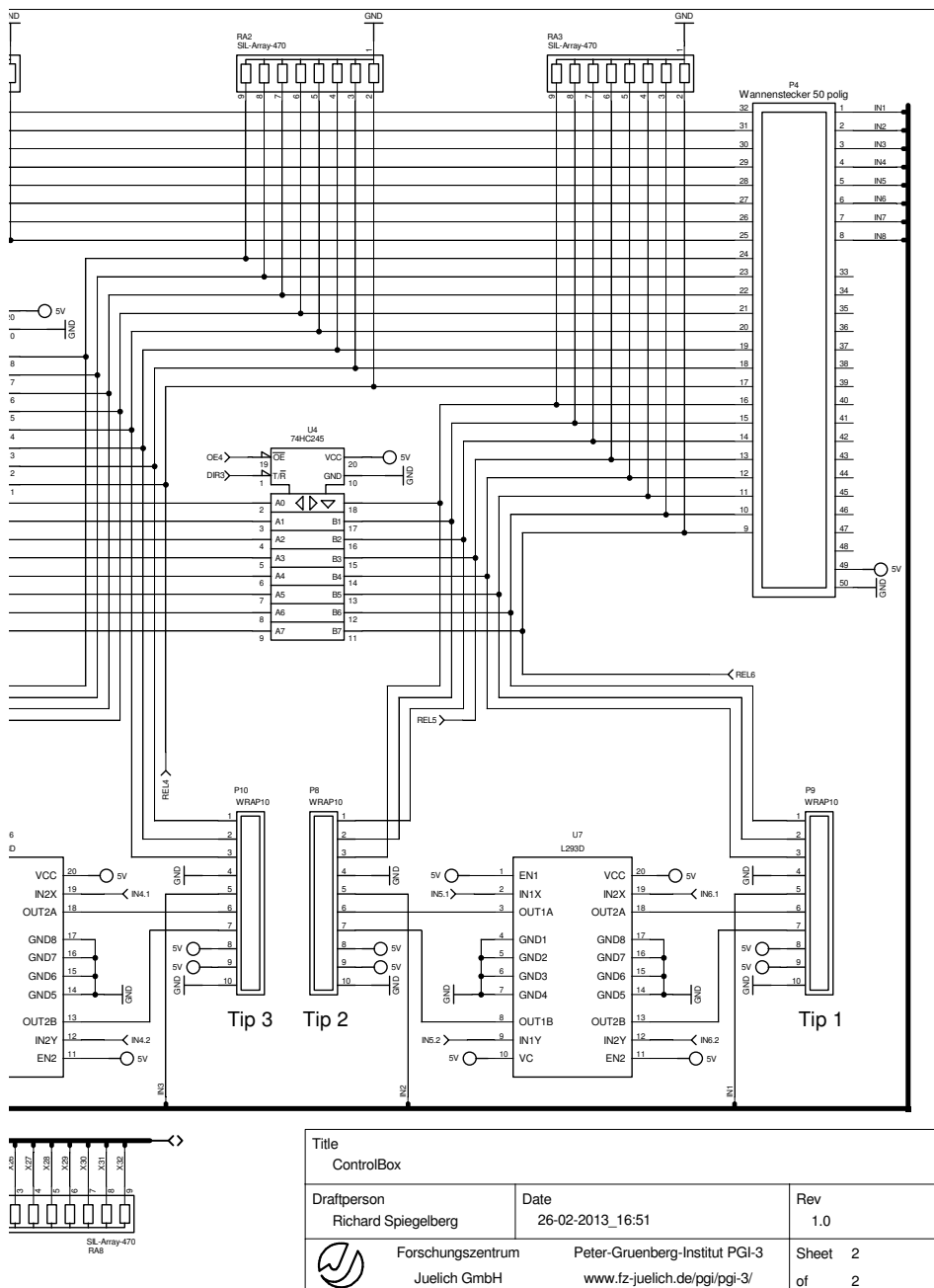


Abb. 83: Schaltplan der DIO-Verstärkerplatine







---

## Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei folgenden Personen recht herzlich bedanken, die zum Erfolg und Abschluss dieser Arbeit maßgeblich beigetragen haben.

Besonderer Dank gilt an dieser Stelle meinem Betreuer und Doktorvater Herrn **Prof. Dr. Bert Voigtländer**. Die anregende Diskussionen und Hilfestellungen haben maßgeblich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

Mein Dank gilt auch Herrn **Prof. Dr. Stefan Tautz** für die Möglichkeit in seinem Institut diese Arbeit anzufertigen.

Herzlichen Dank auch Herrn **Prof. Dr. Markus Morgenstern**, zur Bereitschaft als zweiter Gutachter diese Arbeit zu bewerten.

Des weiteren Danke ich:

**Dr. Vasily Cherepanov, Dipl.-Ing. Franz-Peter Coenen** und **Helmut Stollwerk** für die technische Hilfe im Laborbetrieb und nette Gespräche über die Arbeit hinaus.

Dem Gastwissenschaftler **Dr. Ireneusz Morawski** für technische Hilfe und Ideen im Labor.

**Dr. Gerhard Meyer** von IBM Zürich für die schnelle Weiterentwicklung der Software sowie Behebung von Softwarebugs.

Den Doktoranden unserer Arbeitsgruppe **Dr. Stefan Korte, Hubertus Junker, Richard Spiegelberg, Felix Lüpke** und **Sven Just** für die wissenschaftlichen, sowie technischen Diskussionen.

Dem Diplomstudenten **Matthias Wunde**, der die theoretische Vorarbeit für die Vierpunktmessungen an Silizium geleistet hat.

**Martin Lanius** für die Präparation der wasserstoffpassivierten Proben und interessanten Pausengespräche.

Und bei allen Doktorraden, Diplom-, Master-, und Bachelorstudenten des **PGL-3** für das tolle Arbeitsklima, welches zu einer Erhöhung meines Kaffeekonsums in den Pausen führte.

**Claudia Steufmehl** für die Einarbeitung im SEM.

Der Elektronikwerkstatt, insbesondere bei Herrn **Dipl.-Ing. Holger Neuhauf** und **Daniel Hellenbrandt** für die Umsetzung und Reparatur der elektronischen Komponenten.

Der **mechanischen Werkstatt** für die schnelle Realisierung von Bauteilen.

Bei **Dr. Sebastian Standop** und meiner Schwester **Sonja Blab** für das Korrekturlesen dieser Arbeit.

Besonderer Dank gilt meinen Eltern **Maria** und **Peter Blab** für die Unterstützung während meines kompletten Bildungswegs.

Dank auch meinen Schwiegereltern **Marietta** und **Béla Hauler** für die Unterstützung die wir erhalten.

Zu guter Letzt möchte ich mich bei meiner Frau **Renate** bedanken, auf deren Unterstützung ich mich immer verlassen kann und die ich über alles schätze und liebe.

Band / Volume 80

**Identifizierung von artifiziellen Liganden eines in Nanodiscs  
inkorporierten integralen Membranproteins**

M. Pavlidou (2014), 106 pp

ISBN: 978-3-89336-942-3

Band / Volume 81

**Interdomain Functional Dynamics of Phosphoglycerate Kinase  
Studied by Single-Molecule FRET**

M. Gabba (2014), v, 179 pp

ISBN: 978-3-89336-943-0

Band / Volume 82

**Silizium Nanoribbon Feld-Effekt Transistoren zur Kopplung  
an elektroaktive Zellen**

M. Jansen (2014), xvi, 181 pp

ISBN: 978-3-89336-944-7

Band / Volume 83

**Microscopic description of the inverse Faraday effect  
at subpicosecond time scales**

D. Popova (2014), 183 pp

ISBN: 978-3-89336-962-1

Band / Volume 84

**Neutron Scattering**

Lectures of the JCNS Laboratory Course held at Forschungszentrum Jülich  
and at the Heinz Maier-Leibnitz Zentrum Garching

edited by Th. Brückel, G. Heger, D. Richter, G. Roth and R. Zorn (2014),

ca. 360 pp

ISBN: 978-3-89336-965-2

Band / Volume 85

**Neutron Scattering**

Experiment Manuals of the JCNS Laboratory Course held at Forschungszentrum  
Jülich and at the Heinz Maier-Leibnitz Zentrum Garching

edited by Th. Brückel, G. Heger, D. Richter, G. Roth and R. Zorn (2014),

ca. 195 pp

ISBN: 978-3-89336-966-9

Band / Volume 86

**Development and Characterization of a Microfluidic Magnetic  
Oscillation Reactor for Enzymes**

D. Jussen (2014), xxi, 131 pp

ISBN: 978-3-89336-974-4

Band / Volume 87

**Submolecular imaging with single particle atomic force sensors**

G. Kichin (2014), 140 pp

ISBN: 978-3-89336-976-8

Band / Volume 88

**Multiscale Multimodel Simulation of Micromagnetic Singularities**

C. Andreas (2014), xix, 188 pp

ISBN: 978-3-89336-983-6

Band / Volume 89

**Ab initio description of transverse transport due to impurity scattering in transition-metals**

B. C. Zimmermann (2014), 164 pp

ISBN: 978-3-89336-985-0

Band / Volume 90

**Ladungstransport durch Graphenschichten und GaAs-Nanodrähte untersucht mit einem Multispitzen-Rastertunnelmikroskop**

S. Korte (2014), 96 pp

ISBN: 978-3-89336-990-4

Band / Volume 91

**6th Georgian-German School and Workshop in Basic Science**

A. Kacharava (Ed.) (2014), CD

ISBN: 978-3-89336-991-1

Band / Volume 92

**Ab initio investigations of  $\pi$ -conjugated-molecule-metal interfaces for molecular electronics and spintronics**

M. Callsen (2014), viii, 155 pp

ISBN: 978-3-89336-992-8

Band / Volume 93

**Ladungstransportmessungen an Si(111) Oberflächen mit einem Multispitzen-Rastertunnelmikroskop**

M. Blab (2014), iv, 132, X pp

ISBN: 978-3-89336-997-3

Weitere **Schriften des Verlags im Forschungszentrum Jülich** unter  
<http://wwwzb1.fz-juelich.de/verlagextern1/index.asp>



