

**Bundesministerium für Bildung und Forschung**

**Forschungsbericht/Abschlußbericht**

**Förderkennzeichen:** 03N1023B9

**Projektträger:** NMT

**Thema:**

*Strukturierung und Charakterisierung elektronischer Quantenbauelemente*

**von:**

*Cand.-Phys. A. Grabowski, Dipl.-Phys. Ch. Stief, Dipl.-Phys. H. Zhang  
und  
Prof. Dr. U. Hartmann*

*Universität des Saarlandes  
Postfach 15 11 50  
D-66041 Saarbrücken*

**Projektleiter:** *Prof. Dr. U. Hartmann*

*Februar 2000*

## Inhalt

	Seite
1. Aufgabenstellung	3
2. Voraussetzung für die Durchführung des Vorhabens	4
3. Planung und Ablauf	4
4. Bisheriger wissenschaftlicher und technischer Stand	5
4.1 Tieftemperatur-Rastertunnelspektroskopie	5
4.2 Erzeugung von Nanostrukturen mittels des Rastertunnelmikroskopes	7
4.3 Erzeugung von Nanostrukturen mittels des Rasterkraftmikroskopes	8
4.4 Elektronenstrahlolithographie	8
5. Kooperationen im Rahmen des Teilprojektes	9
6. Wissenschaftlich-technische Ergebnisse	9
6.1 Aufbau eines Tieftemperatur-Ultrahochvakuum-Rastertunnelmikroskopes	9
6.2 Rastertunnelmikroskopisch generierte metallische Nanostrukturen	19
6.3 Erzeugung von Nanostrukturen mittels Rasterkraftmikroskopie und Bruchkontakten	31
6.4 Bauelementherstellung durch Kombination von Elektronenstrahlolithographie und Rasterkrafttechniken	50
7. Wissenschaftlich-technische Verwertbarkeit	55
8. Generelle Fortschritte innerhalb des Arbeitsgebietes	56
9. Literatur	58
10. Publikationen, Tagungsbeiträge und Patente	65

## 1. Aufgabenstellung

Elektronische Quantenbauelemente sind von großer Bedeutung für zukünftige Anwendungen in der Informationstechnologie, aber auch in der allgemeinen Konsumelektronik. Sie erlauben nicht nur eine dramatisch erhöhte Integrationsdichte aufgrund ihrer verminderten geometrischen Dimensionen, sondern auch gänzlich neue Schaltungskonzepte und damit letztendlich funktionale Eigenschaften. Neben den spezifischen Materialparametern sind von wesentlicher Bedeutung für die Funktionalität eines quantenelektronischen Bauelementes diejenigen Eigenschaften, die durch die reduzierten Abmessungen des Bauelementes initiiert werden. Der zu erreichende charakteristische Größenbereich des Bauelementes ergibt sich dabei grundsätzlich daraus, daß die Bauelementeabmessungen vergleichbar mit charakteristischen physikalischen Längenskalen sein müssen. Relevante Längenskalen sind etwa die de-Broglie-Wellenlänge, die supraleitende Kohärenzlänge, die Spindiffusionslänge oder auch die mittlere freie Weglänge. Da bislang praktisch alle elektronischen Applikationen letztendlich auf einer Kontrolle der jeweils relevanten elektrischen Ladung basieren und erst in jüngster Zeit auch der Elektronenspin als relevante physikalische Größe diskutiert wird, ist auch für elektronische Quantenbauelemente zunächst einmal von besonderer Bedeutung das Phänomen der Ladungs- und Energiequantisierung. Auf die technische Realisierung und analytische Charakterisierung diskreter Energieniveaus einerseits und quantisierter Ladungszustände andererseits konzentrieren sich die wesentlichen applikationsnahen quantenelektronischen Strategien.

Unter dem Gesichtspunkt der Applikationsnähe muß neben der Erforschung der relevanten physikalischen Wirkmechanismen auch die Entwicklung von Technologien zur Realisierung entsprechender quantenelektronischer Ansätze von zentraler Bedeutung sein. Da es sich naturgemäß in jedem Fall um die Konzeption sehr kleiner Bauelementestrukturen handelt, sind also Konzepte zum Herstellen geeigneter Nanostrukturen im Mittelpunkt des Interesses. Hier ist grundsätzlich zu unterscheiden zwischen Bottom-up-Ansätzen und Top-down-Ansätzen. Bottom-up-Ansätze, bei denen die funktionalen Baueinheiten entweder Moleküle oder auch Cluster sind, führen unter Nutzung von Selbstorganisations- und gegebenenfalls Autoreproduktionsmechanismen zur Realisierung komplexer Bauelemente-Ensembles. Bei den Top-down-Ansätzen müssen geeignete Methoden zur Reduzierung der charakteristischen Bauelementeabmessungen, ausgehend von typischen Mikrosystem-Bauelementen entwickelt werden. Hier dürften insbesondere Mix-and-match-Technologien derjenige Weg sein, der letztendlich eine Anbindung der Nanostrukturen an die Außenwelt ermöglicht.

Gegenstand des vorliegenden Projektes ist es, einfache funktionale Bauelemente oder Bauelementkomponenten unter Verwendung von Rastersondenverfahren herzustellen und in bezug auf ihre quantenelektronische Funktionalität zu charakterisieren. Dabei steht nicht im Mittelpunkt die Evaluation der Sinnhaftigkeit des jeweiligen Herstellungskonzeptes für eine

potentielle Massenproduktion der entsprechenden Bauelemente, sondern vielmehr die Entwicklung möglichst einfacher und kostengünstiger Verfahren zum Herstellen von Prototyp-Bauelementen, deren Funktionalität unter dem Gesichtspunkt eines möglichen Einsatzes in der industriellen Fertigung zu bewerten ist. Dabei ist zunächst irrelevant, ob es sich um ein Bottom-up- oder Top-down-Verfahren oder um eine Kombination aus beiden Ansätzen handelt. Von zentralem Interesse für das vorliegende Projekt ist in jedem Fall die Eignung der zugrunde liegenden physikalischen Wirkmechanismen und der grundlegenden herstellungstechnischen Gesichtspunkte für eine potentielle Weiterentwicklung hin zu einer industriellen Applikation.

## **2. Voraussetzungen für die Durchführung des Vorhabens**

Innerhalb der Arbeitsgruppe bestehen seit vielen Jahren Erfahrungen in Konzeption und Anwendung von Rastersondenverfahren unter den unterschiedlichsten Umgebungsbedingungen. Die Arbeitsgruppe verfügt ferner über Methoden und Erfahrungen bei der Deposition der unterschiedlichsten metallischen Filme einschließlich ferromagnetischer und supraleitender Schichten. Darüber hinaus wurden während der Laufzeit des Projektes die Elektronenstrahlithographie und Standard-Reinraumtechnologien implementiert und erfolgreich gerade auch hinsichtlich der Zielsetzungen im vorliegenden Projekt eingesetzt. Die infrastrukturellen Voraussetzungen für die Durchführung des vorliegenden Vorhabens werden abgerundet durch die Verfügbarkeit einer Reihe von elektronischen und sonstigen Charakterisierungsmöglichkeiten, insbesondere auch über einen großen Temperaturbereich. Gerade die Kombination der spezifischen Erfahrungen im Einsatz von Rastersondenverfahren bei der Herstellung dünner Schichten und im Bereich der Strukturierung dünner Schichten war ein außerordentlich vorteilhafter Gesichtspunkt bei der erfolgreichen Durchführung des vorliegenden Projektes. Sowohl die personelle Zusammensetzung der Arbeitsgruppe als auch die infrastrukturelle Ausstattung und in nicht zu unterschätzendem Maße die Vernetzung mit einer Vielzahl weiterer Arbeitsgruppen im Umfeld stellten zusätzlich eine solide Basis für das recht ambitionierte Projekt dar.

## **3. Planung und Ablauf**

In der Phase der Antragstellung wurde das Projekt in bezug auf die zusätzlich benötigte sächliche Infrastruktur, den Personalbedarf und die benötigte Zeit zur Durchführung konsequent geplant. Innerhalb der zu beschaffenden Geräteinfrastruktur stellte neben einer Reihe kleinerer spezieller Meßinstrumente eine Apparatur zum Betrieb eines UHV-Cryo-Tunnelmikroskops den zentralen Aspekt dar. Die wesentlichen cryo- und vakuumtechnischen Komponenten dieser Anlage mußten auf der Basis der in der Arbeitsgruppe erstellten Ge-

samtkonzeption bei spezialisierten Herstellern in Auftrag gegeben werden. Darüber hinaus mußten innerhalb der Arbeitsgruppe mit erheblichem Aufwand der universitätseigenen Werkstätten viele elektronische und mechanische Komponenten insbesondere hinsichtlich des realisierten Rastertunnelmikroskops speziell gefertigt werden. Es sollte nicht unterschätzt werden, daß ein wesentlicher Teil des Projektes in der Tat in der Realisierung von Komponenten für eine zielgerichtete komplexe und moderne Meßtechnik bestand. Unter besonderer Würdigung dieses Aspektes erfolgte auch die Auswahl des zusätzlich für das Projekt benötigten wissenschaftlichen Personals. Nach Beschaffung der wesentlichen meßtechnischen Komponenten, bedauerlicherweise mit einigen zeitlichen Verzögerungen und Rückschlägen, wurden die im folgenden ausführlich beschriebenen analytischen Untersuchungen in Form mehrerer Subprojekte im wesentlichen parallel vorangetrieben. Von vornherein war dabei vorgesehen, das Projekt gleichsam als „Machbarkeitsstudie“ aufzufassen und eine Vielzahl technisch neuartiger Ansätze aufzuzeigen anstatt eine Vielzahl von Proben auf der Basis nur weniger Ansätze detailliertest zu analysieren. Insbesondere der Machbarkeitsaspekt wurde im Ablauf des Projektes in befriedigender Weise gewürdigt, was nicht zuletzt auch anhand eines während der Projektlaufzeit erteilten Patentes mit konkreter industrieller Applikationsmöglichkeit deutlich wird. Viele Teilergebnisse, die als Resultate des vorliegenden Projektes zu bewerten sind, werden zu einer Fülle sekundärer, spezifisch ausgerichteter Forschungsprojekte in der Zukunft führen, die zum Teil in direkter bilateraler Kooperation mit der Industrie erfolgen werden.

#### **4. Bisheriger wissenschaftlicher und technischer Stand**

##### **4.1 Tieftemperatur-Rastertunnelspektroskopie**

Die Entwicklung des Rastertunnelmikroskops (Scanning Tunneling Microscope, STM) [Bin82b] erfolgte primär zur spektroskopischen Untersuchung einer Festkörperoberfläche. Aus Messungen der Spannungsabhängigkeit des Tunnelstromes läßt sich die energieabhängige Elektronenzustandsdichte der Probenoberfläche hinsichtlich ihrer lateralen Variation mit atomarer Auflösung abbilden. Die Rastertunnelspektroskopie (Scanning Tunneling Spektroskopie, STS) hat dadurch einen wesentlichen Vorteil gegenüber anderen oberflächenempfindlichen Spektroskopien, wie z.B. Photoelektronenspektroskopie (PES) und inverse Photoelektronenspektroskopie (IPES) [Ber 86] oder Infrarotspektroskopie. Ergebnisse aus PES bzw. IPES stellen Mittelwerte über große Oberflächenbereiche dar. Viele physikalische und chemische Phänomene sind jedoch durch kleine Strukturen, wie Fremdatome, Defekte, Domängrenzen oder Stufen usw. bestimmt.

Durch STS-Experimente bei tiefen Temperaturen wird eine bessere laterale Auflösung aufgrund der verringerten thermischen Anregung erzielt. Bei tiefen Temperaturen ist auch die

thermische Verschmierung der einzelnen Zustände nahezu ausgefroren, d.h. die Beobachtung von engen Energiebänden bzw. -lücken wird erst möglich. Nicht zuletzt werden energieabhängige Störungen der Experimente, wie z.B. die Diffusion von Adatomen über die Oberfläche, stark vermindert, wodurch die Reproduzierbarkeit von Experimenten erhöht wird [Ber98].

Mit STS werden die Elektronen aus Zuständen, die sich in einem Energiebereich von einigen eV um das Fermi-niveau befinden, detektiert. Da dieser Energiebereich typisch für die charakteristischen und gut lokalisierten Zustände einer Halbleiteroberfläche ist, wurden die frühesten STS-Untersuchungen an Halbleitern durchgeführt. Hierbei lassen sich die Energielücke, Defektzustände und die lokale Zustandsveränderung durch Adsorbate [Ham88, Wol88] sowie die lokale elektronische Struktur verschiedener Atome in der Einheitszelle der rekonstruierten Oberfläche von Heterohalbleitern beobachten [Bec85, Ham86, Tro86, Fee87].

Ein aussichtsvoller Anwendungsbereich der STS ist die Untersuchung von supraleitenden Eigenschaften. STS bietet die Möglichkeit, die Energielücke eines Supraleiters lokal zu detektieren [Kir87, Hes90]. Ein exzellentes Ergebnis demonstrierten Hess et. al. [Hes89, Hes92], indem sie Abrikosov-Flußliniengittern in dem Supraleiter  $2H-NbSe_2$  unter verschiedenen äußeren magnetischen Feldern deutlich abbildeten. Über andere interessante Untersuchungen an Supraleitern berichtet die Arbeitsgruppe von Eigler [Yaz97]. Hier wurden lokale Effekte von magnetischen Verunreinigungen (Mn,Gd) in dem Supraleiter Nb detektiert. Es wurde gezeigt, daß in einem Bereich vom Durchmesser einiger Atome um die magnetischen Adatome Zustände innerhalb der Energielücke existieren, d. h., daß die Existenz magnetischer Adatome die lokale Zustandsdichte der supraleitende Oberfläche in der Nähe der Adatome verändert.

Auch eine Vielzahl von Arbeiten an Hochtemperatur-Supraleitern wurden in den vergangenen Jahren durchgeführt. Als Ergebnis kann man feststellen, daß die Supraleitung hauptsächlich in den  $CuO_2$ -Schichten lokalisiert ist. Andere Oxidschichten, wie z.B. BiO in  $Bi-CaSrCuO$  [Tan89, Tan90] oder BaO in  $YBa_2Cu_3O_7$  [Che89], verhalten sich halbleitend. Die halbleitende Schicht verhindert direkte Messung an Energielücken der Supraleiter, da diese Schicht oft an der Oberfläche liegt. Es gibt bisher noch keine gut reproduzierbaren Ergebnisse in dieser Hinsicht. Das Problem liegt auch darin, daß die supraleitenden Eigenschaften sehr vom Sauerstoffgehalt abhängen. Im Vakuum und an der Oberfläche kann jedoch leicht Sauerstoffverlust auftreten.

Noch zu erwähnen zur Tieftemperatur-STs sind die in neuester Zeit viel beachteten Untersuchungen von Effekten durch Adatome [Cro93a,b] oder Stufen [Dav91, Has93, Hör94, Li97] auf metallischen Oberflächen. Es handelt sich hier um direktes Abbilden stehender Elektronenwellen auf der Oberfläche, die durch Streuung der Elektronenwellen an Punktdefek-

ten oder Stufen entstehen. Die Ergebnisse stimmen quantitativ mit dem Modell des zweidimensionalen Elektronengases überein [Cro93a,Dav91]. Durch einfaches Abmessen der Wellenlänge stehender Wellen bei unterschiedlicher Tunnelspannung läßt sich die Dispersionsrelation der Oberflächenzustände bestimmen [Li97]. Li et. al. berichteten über Messungen der lokalen Zustandsdichte eines magnetischen Adatoms auf einer Ag (111)-Oberfläche, wobei der Kondo-Effekt beobachtet wurde [Li98a]. Auch spektroskopische Abbildungen einer sechseckigen Ag-Insel, Durchmesser einige nm, auf Ag(111) [Li98b] zeigten komplexe Muster. Dieses Ergebnis läßt sich durch die Eigenzustände eines sechseckigen Potentialtopfes erklären.

## 4.2 Erzeugung von Nanostrukturen mittels des Rastertunnelmikroskops

Seit seiner ersten Vorstellung im Jahre 1982 durch Binnig und Rohrer [Bin82a] wurde das Rastertunnelmikroskop kontinuierlich weiterentwickelt. Neben der reinen Abbildung stand schon kurz nach seiner Entwicklung auch die gezielte lokale Modifikation von Oberflächen im Mittelpunkt des Interesses. Die hohe laterale Auflösung des STM gestattet es dabei sogar, einzelne adsorbierte Atome beliebig auf einer geeigneten Oberfläche anzuordnen [Eig90]. Somit stellt das STM ein geeignetes Werkzeug zur Modifikation von Oberflächen dar. Über das Verschieben von Atomen hinaus bietet es weitere Möglichkeiten zur gezielten Veränderung von Oberflächen und deren Eigenschaften: Deposition von Sondenmaterial über Feldemission auf der Oberfläche [Abr86, Bec87, Mam90], Kratzen – d. h. mechanisches Strukturieren [McC87] und lokales Aufschmelzen der Oberfläche durch Erhöhung des Energieübertrags durch die tunnelnden Elektronen (Fowler-Nordheim-Regime) [Sta91]. Bei allen Arten der Modifikation wird ein charakteristischer Parameter der Abbildung über einen Schwellwert hinaus erhöht.

Eine weitere Möglichkeit der Modifikation besteht in der anodischen Oxidation von geeigneten Metallfilmen mit der STM-Sonde als Kathode [Gor95, Sug93]. Halbleitermaterialien lassen sich auf diese Weise ebenfalls strukturieren [Day93, Dag90]. Als Filmmaterialien eignen sich hierbei Ti [Mat96], Nb [Shi98], Ta [Thu90] etc. Mit dieser Methode ist es möglich vollständige Einzelelektronen (*Single Electron Tunneling*, SET)-Baulemente aus einem Film heraus herzustellen [Mat96]. Elektronische Quantenbaulemente können ebenfalls auf der Basis von Halbleiterproben durch Oxidation unter der STM-Sonde hergestellt werden [Sno94]. Aufgrund der hohen lateralen Auflösung des STM ist es mit dieser Strukturierungsmethode möglich, SET-Baulemente herzustellen, die bereits bei Raumtemperatur charakteristische Einzelelektroneneffekte zeigen [Mat96, Shi98].

### 4.3 Erzeugung von Nanostrukturen mittels des Rasterkraftmikroskops

Ebenso wie das STM zeichnet sich das Rasterkraftmikroskop (*Atomic Force Microscope*, AFM) [Bin86a] durch eine hohe laterale Auflösung aus. Im Gegensatz zum STM können mit dem AFM auch nichtleitende Proben untersucht und damit auch strukturiert werden [Sta92]. Besonders gut geeignet zur Strukturierung mit dem AFM sind vor allem relativ weiche Materialien, wie z. B. Polymere [Jun92] oder auch dünne Goldfilme [Sch95]. Das Erzeugen von Eindrücken mit dem AFM wird ebenfalls zu lokalen Härtemessungen eingesetzt [Per94]. Durch die Verwendung von leitfähigen Biegeelementen im AFM können, genau wie mit STM, Halbleiter oder metallische Filme [Sno95, Avo97] anodisch oxidiert werden. Zur Herstellung von Nanostrukturen bieten sich sowohl AFM als auch STM aufgrund ihrer hohen lateralen Auflösung gleichermaßen an. Das AFM hat hier gegenüber dem STM den Vorteil, daß keine Anforderungen an die Leitfähigkeit der Proben gestellt werden müssen. Dadurch bietet das AFM die Möglichkeit, Vorstrukturen, die mit konventionellen Herstellungsverfahren – z. B. optische Lithographie – erzeugt wurden, weiter zu prozessieren um damit in den Bereich der Quanteneffekte aufgrund der lateralen Strukturabmessungen vorzudringen.

### 4.4 Elektronenstrahlolithographie

Die Elektronenstrahlolithographie (ESL) ist ein Verfahren, das es erlaubt, mit Hilfe einer Lackbelichtung und anschließendem Aufbringen von Metallen bzw. Ätzen des Untergrundes Strukturen von einer Größe bis hinab zu 3 nm zu erzeugen [Cum96].

Die ersten Versuche mit entsprechenden Systemen wurden in den späten 60ern gemacht. Es wird zunächst auf die zu beschreibende Oberflächen ein elektronenstrahlempfindlicher Lack (in den meisten Fällen **Poly-Methyl-Methacrylat** (PMMA) [Bro81]) aufgebracht, welcher anschließend mit Hilfe eines Elektronenstrahls an vordefinierten Stellen belichtet wird. Im dritten Prozeßschritt wird mit einem chemischen Lösungsmittel der Lack an den belichteten Stellen entfernt. Durch die so hergestellte Maske kann z. B. ein Metallfilm auf den freiliegenden Stellen des Substrates deponiert werden. Im letzten Prozeßschritt (*Lift off*) wird der nicht belichtete Lack mit dem darüberliegenden Metallfilm abgelöst.

Durch die Streuung der einfallenden Elektronen sowohl im Lack als auch im darunterliegenden Substrat werden auch Bereiche des Lackes außerhalb der vordefinierten Stellen belichtet, wodurch die laterale Auflösung limitiert wird. Diesen Effekt bezeichnet man als Proximity-Effekt [Cha75]. Durch geeignete rechnergestützte Korrekturverfahren kann der Effekt ausgeglichen werden [z. B. Ma81]. Daneben kann der Effekt durch Verwendung geringerer Strahlenergien bei der Belichtung ( $< 2$  keV) umgangen werden [Sch97, Ste96].

Der Einsatz der ESL in der Massenproduktion kleiner Strukturen (laterale Abmessungen  $< 100$  nm) war lange Zeit nicht möglich, da der Waferdurchsatz eines seriellen Verfahrens, wie der ESL, um Größenordnungen zu gering ist. Die Verwendung von Masken für die ESL scheiterte an der thermischen Verzerrung der Masken aufgrund der Aufheizung durch Elektronenabsorption [Sie99]. Auch durch die Entwicklung neuer Photolacke [Uch98] zur Verkleinerung der Belichtungszeit und damit zur Erhöhung des Waferdurchsatzes konnte keine hinreichende Beschleunigung des Prozesses erzielt werden.

Die ESL wird aus diesem Grund z. Zt. nur zur Herstellung von Masken für optische Lithographieverfahren bzw. im Labormaßstab eingesetzt. Neue Ansätze zur Maskenbelichtung mit ESL (SCALPEL, *SCattering with Angular Limitation Projection Electron Lithography* [Wat95, Har96]) befinden sich z. Zt. noch im Versuchsstadium. Das SCALPEL-Verfahren beruht auf einer definierten Streuung der Elektronen durch die Maske an Stelle der Absorption, wodurch das Problem der Maskenaufheizung umgangen wird. Mit Hilfe dieses Verfahrens gelang es bereits, Strukturen mit einer Linienbreite von 80 nm herzustellen [Har96]. Weitere Möglichkeiten stellen *multicolumn*- und *multisource*-Verfahren dar, in denen die Belichtung durch eine Vielzahl von parallelen Elektronenstrahlen erfolgt [Lo95, McC97].

## **5. Kooperationen im Rahmen des Projektes**

Das Projekt beruhte im wesentlichen auf den von vornherein geplanten engen Kooperationen mit denjenigen Geräteherstellern, die durch die Konzeption der benötigten Gerätekomponten intensiv mit eingebunden wurden und auch mit Erkenntnissen aus dem Projekt beliefert wurden. Darüber hinaus gab es bezüglich spezifischer Detailfragen Kooperationen im üblichen Umfang mit einer Reihe öffentlicher Forschungseinrichtungen und Firmen aus dem In- und Ausland.

## **6. Wissenschaftlich-technische Ergebnisse**

### **6.1 Aufbau eines Tieftemperatur-UHV- Rastertunnelmikroskopes**

Ziel des hier vorzustellenden Projektteils war der Entwurf und Bau eines STM, das im Ultrahochvakuum (UHV) und in einem Temperaturbereich von Raumtemperatur bis nahe zum Helium-Siedepunkt mit atomarer Auflösung betrieben werden kann. Beim Entwurf eines Rastertunnelmikroskopes sind drei wichtige Faktoren, nämlich mechanische Schwingungen, thermische Drift und elektrisches Rauschen, zu beachten, die eine sinnvolle Messung des Tunnelstromes und eine stabile Abbildung stören.

Mechanische Schwingungen lassen sich hauptsächlich durch Verwenden schwingungsdämpfender Systeme und durch Erhöhung der Resonanzfrequenz des Mikroskopes verringern. Zur Entkopplung der Anlage von Gebäudeschwingungen (ca. 10-100 Hz) wird die gesamte UHV-Kammer auf druckluftbetriebenen Dämpfungselementen mit einer Eigenresonanz kleiner als 2 Hz gelagert.

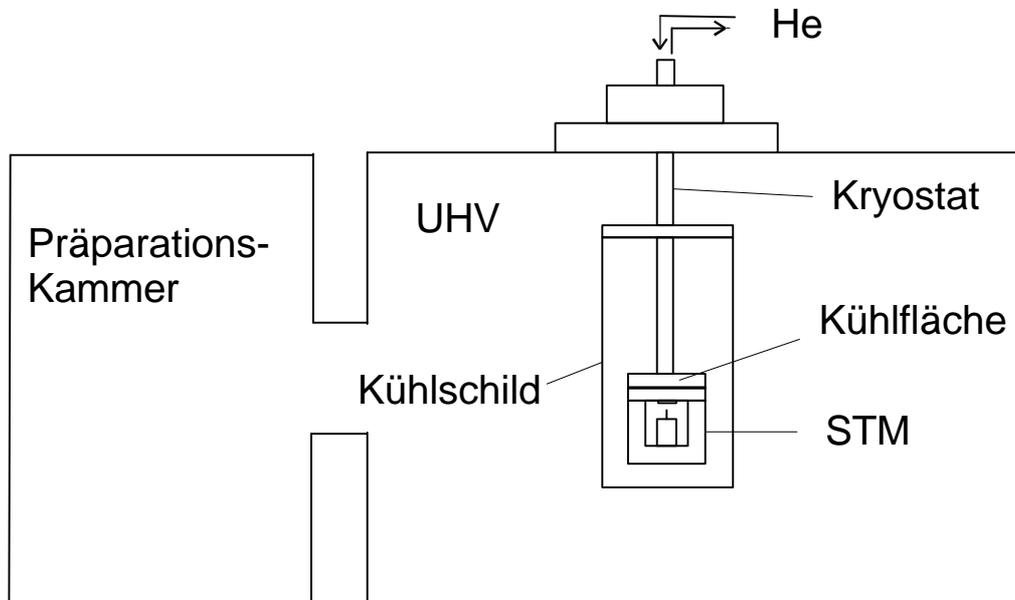


Abb. 6.1: Übersicht über das gesamte Tieftemperatur-UHV-STM.

Es wird ein kommerzielles UHV-System verwendet, das aus zwei Kammern besteht. Abbildung 6.1 zeigt schematisch den Aufbau der Apparatur. In den UHV-Kammern wird ein Druck von  $3 \times 10^{-10}$  mbar erreicht. Eine der Kammern, die im folgenden als Präparationskammer bezeichnet wird, ist mit einer Probenheizung, einer Ionenkanone zum Sputterätzen und einem Elektronenstrahlverdampfer zur Probenpräparation ausgerüstet. Darüber hinaus sind mehrere Gaseinlässe in die Präparationskammer integriert.

In die zweite Kammer wird das Mikroskop eingebaut. Das gesamte STM wird an die Kühlfläche eines LHe-Durchflußkryostaten montiert. Die Kühlfläche erreicht eine Temperatur von 3,8 K, wobei ein Cu-Kühlschild bei einer Temperatur von ca. 25 K für eine Strahlungsabschirmung sorgt. Die Wärmeankopplung des STM an die Kühlfläche erfolgt mittels einer Goldfolie. Dadurch wird erfahrungsgemäß der Temperaturverlust auf unter 2 K gehalten. Im Gasfluß befindet sich ein Behälter mit einem Volumen von ca. 27 Liter, der zur Reduktion mechanischer Schwingungen aufgrund des He-Gasflusses dient. Im folgenden soll das STM ausführlich beschrieben werden.

Für den Aufbau des Mikroskops ist in erster Linie zu beachten, daß nur UHV-taugliche, tieftemperaturbeständige und unmagnetische Materialien verwendet werden. Ebenso müssen die thermischen Eigenschaften der Materialien, wie z.B. Wärmeleitfähigkeit, spezifische Wärme und thermischer Ausdehnungskoeffizient, berücksichtigt werden.

Eine möglichst tiefe Temperatur wird durch den Einsatz guter Wärmeleiter erreicht. Daher wurde sauerstofffreies Kupfer für den Grundkörper des Mikroskops verwendet. Das STM wurde zum Erreichen kurzer Abkühlzeiten ( ca. 2 h ) so klein wie möglich gehalten. Dadurch sind auch die Anforderungen an die Schwingungsdämpfung erfüllt worden. Zur Vermeidung von Dejustage aufgrund thermischer Drift ist das STM symmetrisch aufgebaut.

Abbildung 6.2 zeigt ein Photo und eine detaillierte Zeichnung des STM. Die Außenwand des Kupferkörpers wird mechanisch poliert, so daß das Mikroskop äußere Strahlung weniger absorbiert.

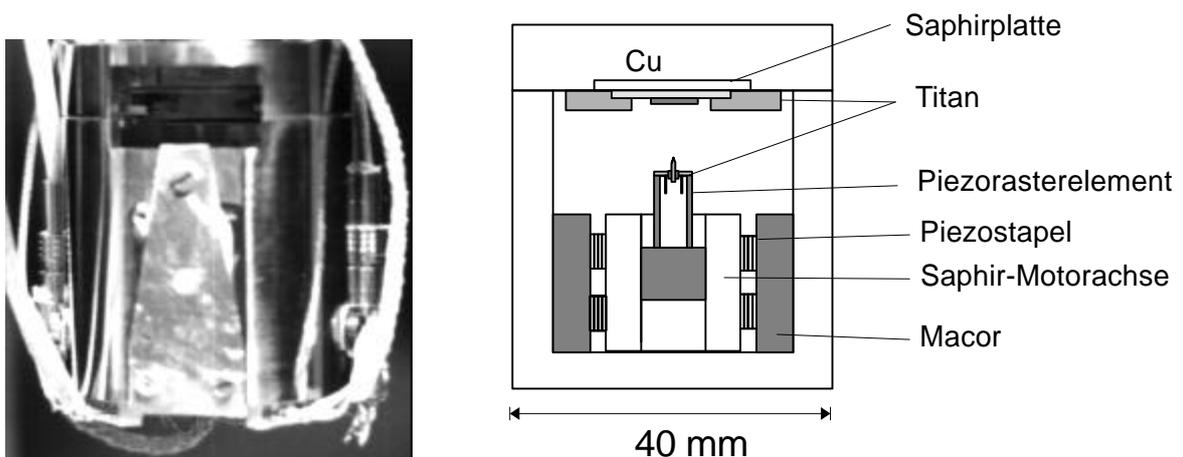


Abb. 6.2: Das verwendete Kryo-UHV-STM.

Das STM besteht im wesentlichen aus einem Probenhalter und einem Grobantrieb für die Rastereinheit, auf der die Sonde montiert ist. Der Probenhalter wird direkt an der Kühlfläche zum Kryostaten montiert, um eine effektive Abkühlung zu erreichen. Da auf der Probe die Tunnelspannung angelegt wird, muß der Probenteller von dem Kupferboden elektrisch isoliert sein. Dazu wird ein 1 mm dickes Saphirplättchen auf dem Kupfer mit einem Silberleitkleber [Epo] angeklebt, so daß auch eine gute Wärmeleitung gewährleistet ist. Aufgrund der günstigen thermischen und magnetischen Eigenschaften wird Titan als Halterungsmaterial verwendet. Die Feder zum Befestigen des Probentellers auf dem Saphirplättchen besteht aus Kupfer-Beryllium, da dieses Material bei tiefen Temperaturen noch über ausreichend Elastizität verfügt. Vier Schrauben aus Cu-Ni (10%) befestigen den Ti-Halter und die Feder auf dem

Kupferboden. Für die notwendige elektrische Isolierung gegen den STM-Körper wird ein UHV- und tieftemperaturtauglicher Kunststoff eingesetzt. Auf dem Saphirplättchen wird ein Rh-Fe-Thermoelement zur Temperaturmessung neben dem Probenteller montiert.

Die Grobannäherung der Spitze an die Probe erfolgt durch einen piezoelektrischen Schrittmotor, der eine lineare Bewegung von maximal ca. 6 mm durchführt. Kern des Schrittmotors ist eine Saphirachse, die mit sechs Scherpiezostapeln in den Mikroskopkörper eingeklemmt ist [Ste98]. Der Grundkörper des Motors besteht aus Macor, um einerseits die Steifheit des Mikroskops zu gewährleisten, andererseits sind die thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Macor und der verwendeten Piezokeramik ( $7 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) [Pol86] nahezu gleich.

Die Anordnung der Piezostapel und der Motorachse wird in Abb. 6.3 dargestellt. Die Piezostapel bestehen aus vier 0,5 mm dicken quadratischen Piezoplättchen aus  $\text{Pb}(\text{ZrTi})\text{O}_3$  [Sta], die in entgegengesetzter Richtung polarisiert und mit dem Silberepoxy [Epo] miteinander verklebt sind. Die Konversion der Vierer-Stapel beträgt bei Raumtemperatur ca.  $20 \text{ \AA/V}$ .

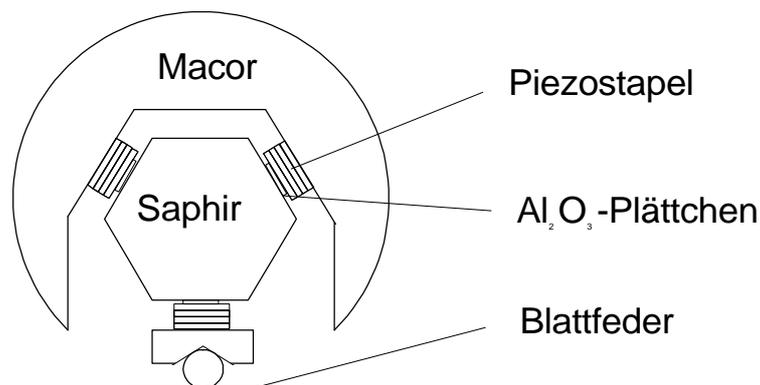


Abb. 6.3: Anordnung des Piezomotors (Ansicht von oben).

Zum Antrieb des Motors wird z. Zt. eine kommerzielle Elektronik verwendet, die eine Wechselspannung mit einer Frequenz von 1 kHz erzeugt. Die Spannungsform ist in Abb. 6.4 gezeigt. Man benutzt hier das Trägheitsverhalten der Motorachse, wenn die Piezos in einem schnell/langsam-Vorgang betrieben werden. Bei dem schnellen Vorgang rutschen die Piezos auf der Saphiroberfläche gleichzeitig, während sie bei dem langsamen Vorgang auf dem Saphir haften und der Saphir der Bewegung der Stapel folgt. Zur effektiven mechanischen Ankopplung der Piezostapel an den Saphir werden vier amorphe  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Plättchen auf die vier Piezostapel geklebt. Die höchste Geschwindigkeit des Motors beträgt bei Raumtemperatur ca. 0,5

mm/s. Die Schrittweite und damit die Geschwindigkeit lässt sich durch Änderung der Spannungsamplitude verändern.

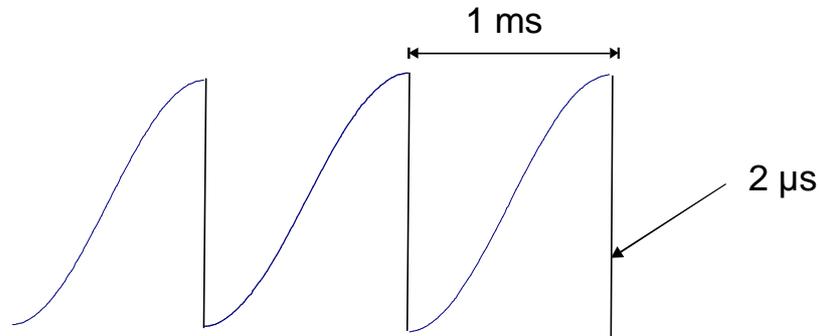


Abb. 6.4: An den Piezostapeln angelegte Spannung.

Ein Mikroskop mit atomarer Auflösung erfordert hochempfindliche und stabile Raster-elemente. Schon seit der Realisierung des ersten Rastertunnelmikroskops von Binnig und Rohrer [Bin82b] nutzt man den inversen piezoelektrischen Effekt bestimmter Materialien aus. Hierbei zeichnet sich der keramische ferroelektrische Stoff Bleizirkonattitanat -  $\text{Pb}(\text{ZrTi})\text{O}_3$  - durch seinen hohen Dielektrizitätskoeffizienten aus. Durch Anlegen einer elektrischen Spannung von 1 mV bis 1000 V lässt sich dieses Material in relativ kleinen Dimensionen von  $1/10$  Å bis einige  $\mu\text{m}$  verformen.

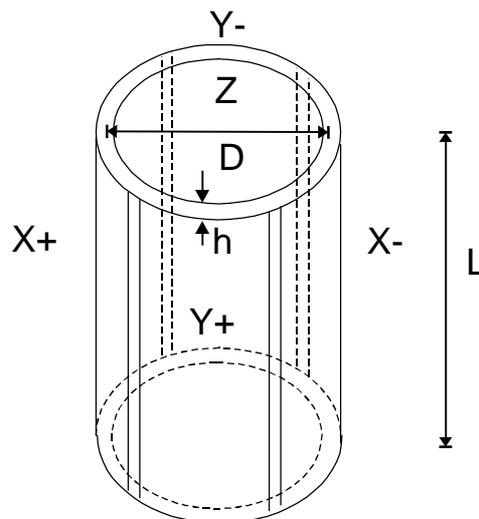


Abb. 6.5: Spannungspolarität an dem Piezoröhrchen.

Bei dem hier dargestellten STM wird ein Pb(ZrTi)O<sub>3</sub>-Röhrchen [Sta] verwendet. Piezöröhren zeichnen sich durch kleine Volumina und hohe Resonanzfrequenzen aus [Bin86b]. Die äußere Elektrode ist dabei in vier Segmente unterteilt. Im bipolaren Betrieb (siehe Abb. 6.5 ) benötigt man fünf Spannungssignale: X+, X-, Y+, Y-, Z. Die Signale X+ und X- bzw. Y+ und Y- sind jeweils Spannungen entgegengesetzter Polarität zur Rasterung in x- und y-Richtung. Die x- und y-Auslenkungen berechnen sich nach Chen [Che92] durch

$$\Delta X, \Delta Y = \frac{2\sqrt{2}d_{31}U_{x,y}L^2}{pDh} \quad . \quad (6.1)$$

Hierbei sind  $U_{x,y}$  die Spannung an der x- bzw. y-Elektrode,  $L$  die Länge des Röhrchens,  $h$  die Wandstärke und  $D$  das arithmetische Mittel des Innen- und Außen-durchmessers.  $d_{31}$  ist der piezoelektrische Koeffizient. Die z-Auslenkung erhält man durch

$$\Delta Z = \frac{d_{31}U_zL}{h} \quad . \quad (6.2)$$

$U_z$  ist die Spannung auf der z-Elektrode. Die Resonanzfrequenz läßt sich abschätzen nach [Ger59]

$$f_{res} = \frac{1}{2p} \sqrt{\frac{Ep(D_o^4 - D_i^4)}{20L^3(0,257p/4(D_o^2 - D_i^2)Lr + M)}} \quad . \quad (6.3)$$

Hierbei ist  $E$  der Young'sche Modul,  $D_o$ ,  $D_i$  der Außen- und Innendurchmesser,  $r$  die Dichte und  $M$  eine punktförmige Masse am freien Ende des Röhrchenpiezos.

Da eine Depolarisierungsfeldstärke bei dem Piezomaterial existiert, läßt sich der maximale Rasterbereich nicht beliebig durch Anlegen höherer Spannungen vergrößern. Aufgrund der Hysterese in der Spannung-Polarisations-Abhängigkeit des Piezomaterials muß das Piezöröhrchen im quasilinearen Bereich betrieben werden. Eine Vergrößerung des maximalen Rasterbereichs kann durch Verwendung eines längeren Röhrchens erreicht werden, wobei jedoch die Resonanzfrequenz des Röhrchens abnimmt.

Bei dem vorliegenden Aufbau wird ein Piezöröhrchen mit einer effektiven Länge von 10,8 mm und Innen- bzw. Außendurchmesser von 5,35 mm bzw. 6,35 mm ausgewählt. Der piezoelektrische Koeffizient  $d_{31}$  beträgt bei Raumtemperatur ca.  $-1 \times 10^{-10}$  m/V und bei 5 K ca.

$-0,33 \times 10^{-10} \text{ m/V}$ . So ergibt sich rechnerisch ein maximaler Rasterbereich von ca. 1050 nm bei einer Spannungsdifferenz von  $\pm 150 \text{ V}$  und ein maximaler Hub von 648 nm. Diese Werte sinken bei 5 K aufgrund der Temperaturabhängigkeit von  $d_{31}$  auf  $1/3$  ihrer Größe bei Raumtemperatur ab. Wegen der Maßgabe, vornehmlich spektroskopische Untersuchungen durchzuführen, wurde ein kurzes Piezoröhrchen gewählt. Dadurch bleibt auch die für STS notwendige Stabilität des STM gewährleistet. Die Resonanzfrequenz des Rastereinheit wurde durch Anlegen einer Wechselfspannung gemessen. Sie beträgt ca. 4,5 kHz.

An einem Ende des Piezoröhrchens befindet sich ein Spitzenhalter aus Macor, in dem zur elektrischen Kontaktierung der Sonde ein Titanröhrchen eingelassen ist. Eine Titanscheibe dient als Abschirmung zur Verringerung der kapazitiven Einkopplung der Piezo-Ansteuerungsspannung in das Signal der Sonde. Das andere Ende des Piezoröhrchens wird mit einem Macorzylinder als Fuß in die Saphir-Motorachse eingeklebt.

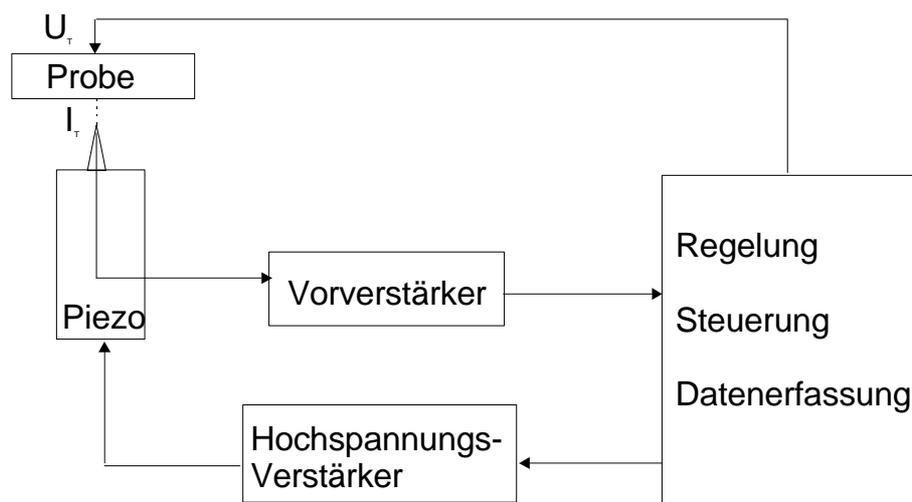


Abb. 6.6: Übersichtsplan der gesamten elektronischen Komponenten.

Ein Übersichtsplan der gesamten elektronischen Komponenten ist in Abb. 6.6 dargestellt. Zur Detektion des Tunnelstromes wird ein Strom-Spannung (I/U)-Konverter gebaut, der auch als Vorverstärker dient [Mie95]. Abbildung 6.7 zeigt den Schaltplan des Vorverstärkes, der sich in drei Stufen unterteilen läßt. Die erste Stufe (vgl. Abb. 6.7a) ist ein I/U-Wandler mit einem Konvertierungsfaktor von  $10^8 \text{ V/A}$ . Durch eine Phasenkompensation wegen der Kapazität in der Eingangsleitung nimmt die Verstärkung ab 1 kHz ab. Dies wird durch eine Nachverstärkung in der zweiten Stufe (vgl. Abb. 6.7b) kompensiert. Die Bandbreite erhöht sich dadurch auf ca. 100 kHz. Die dritte Stufe (vgl. Abb. 6.7c) dient zur Kompensation der Zulei-

tungskapazität am Ausgang. Das verstärkte Signal wird an ein kommerzielles Datenerfassungssystem weitergegeben, das alle anderen für STS notwendigen Aufgaben übernimmt.

Das STM wurde bei tiefen Temperaturen mit einer auf Glas sputterdeponierten Goldschicht als Probe getestet. Die Temperatur an der Probe konnte bis hinunter zu 6,7 K in einer Abkühlzeit von ca. 2 Stunden erreichen. Die Temperaturschwankung innerhalb der Versuchsdauer von ca. 6 Stunden erwies sich als kleiner als 0,01 K.

Der maximale Rasterbereich beträgt bei 6,7 K nach Kalibrierung ca. 350 nm x 350 nm, der Hub 210 nm. Zur Beobachtung thermischer Drift wurden zwei topographische Bilder der Goldschicht unter gleichen Meßparametern aber mit einem Zeitintervall von ca. 2 h aufgenommen. Die Ergebnisse sind in Abb. 6.8 dargestellt. Der Rasterbereich beträgt 200 nm x 200 nm. Man sieht, daß die thermische Drift vernachlässigbar ist.

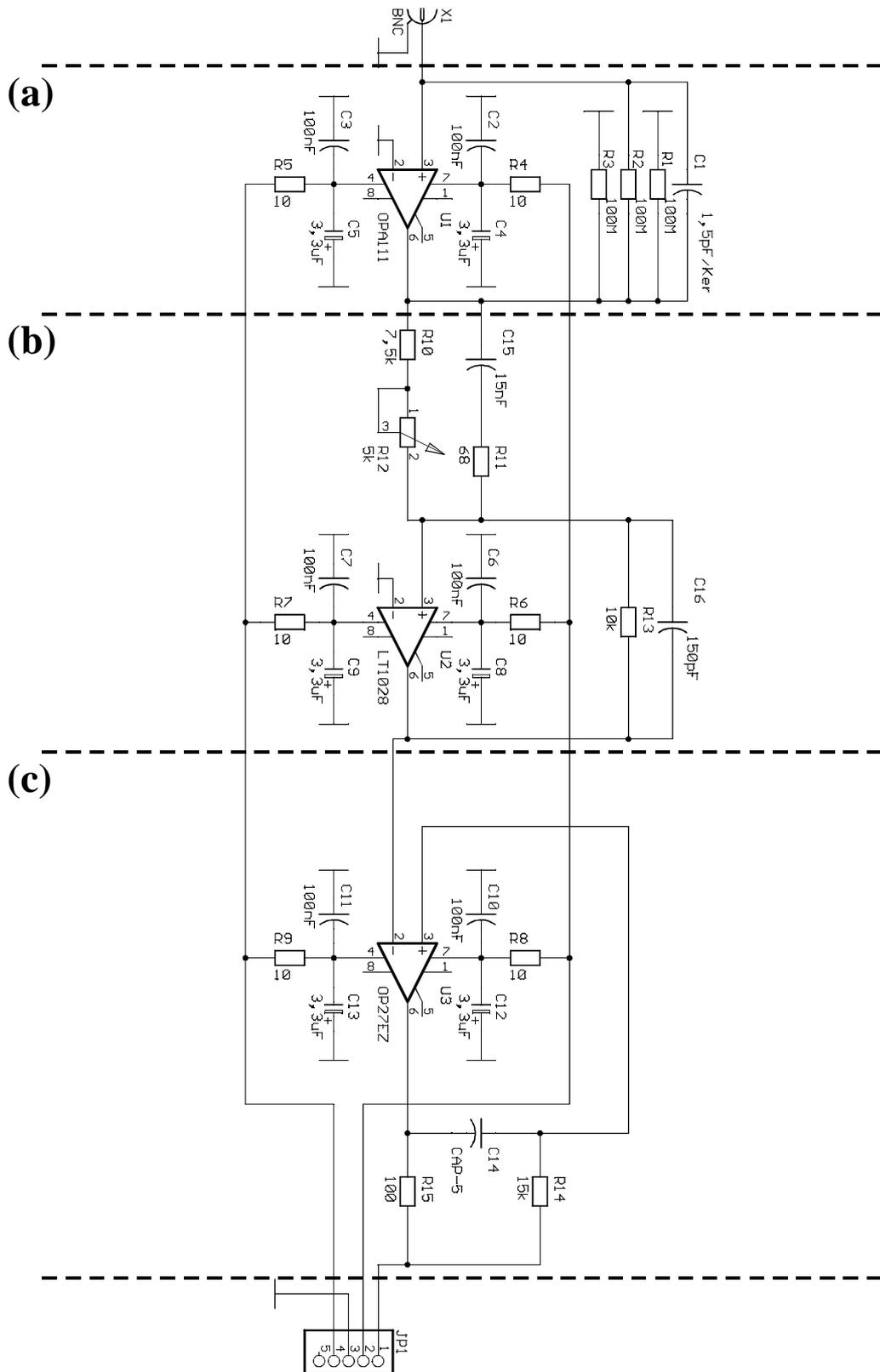


Abb. 6.7: Vorverstärker mit einer Grenzfrequenz von 100 kHz

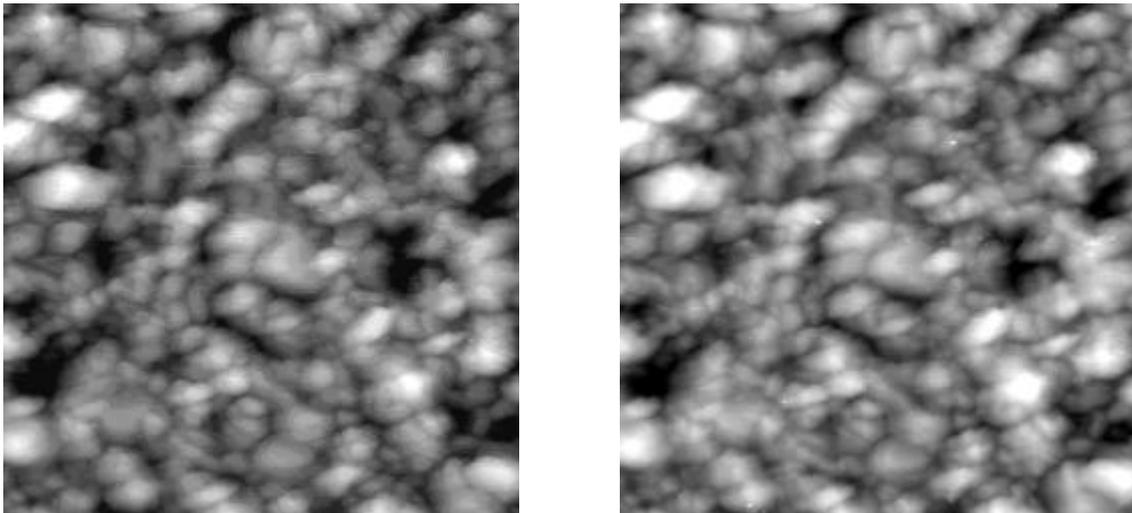


Abb. 6.8: Zwei topographische Aufnahmen der Goldschicht, aufgenommen in einem Zeitintervall von 2 Stunden;  $U_T$ : 0,5 V;  $I_T$ : 0,1 nA, Rasterbereich: 200nm x 200 nm,  $T=6,7$  K.

Abbildung 6.9 zeigt einen Linescan. Die vertikale Auflösung lässt sich danach auf ca. 0,5 Å abschätzen.

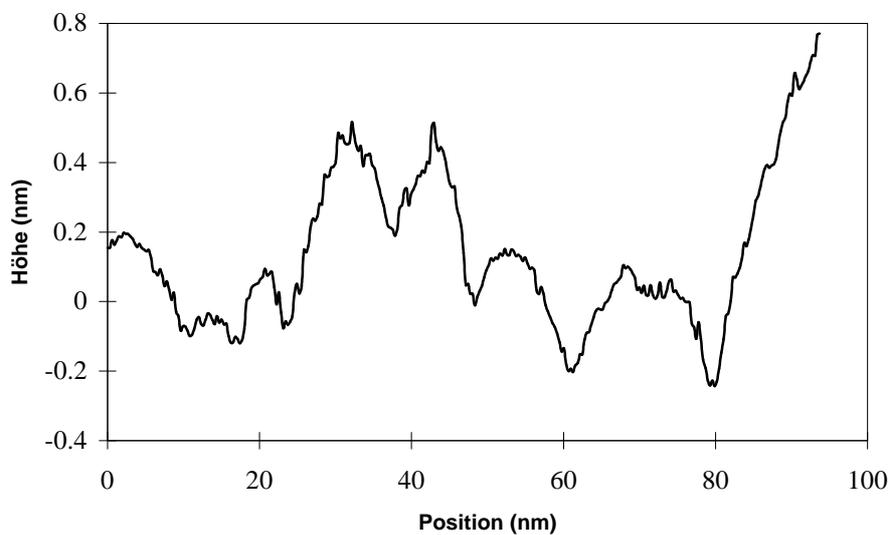


Abb. 6.9: Rasterprofil aus Abb. 6.8.

Abbildung 6.10 zeigt zwei an gleicher Stelle aufgenommene I(U)-Kennlinien. Die Reproduzierbarkeit der spektroskopische Messungen ist deutlich sichtbar

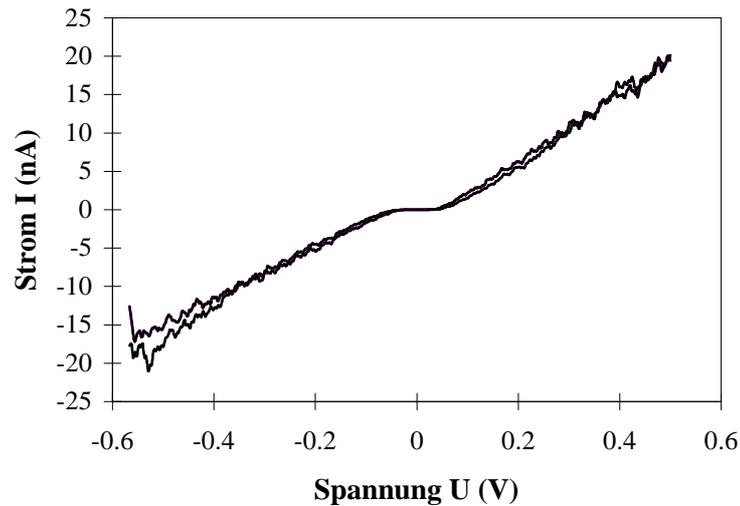


Abb. 6.10: Strom-Spannungs-Kennlinie an der Goldschicht aus Abb. 6.8 bei einer Temperatur  $T=6,7\text{ K}$ .

## 6.2 Rastertunnelmikroskopisch generierte metallische Nanostrukturen

Im Bereich der Modifikationen mit STM konnten mehrere vielversprechende Resultate verzeichnet werden. Zum einen konnten dünne Ag-Filme sowie Co-Filme auf Si-Substraten modifiziert werden [Hod96, Web97]. Andererseits wurden mit Feldemission von der Sonde nm-große Strukturen auf Graphit und Al(111)-Oberflächen erzeugt und durch lokale Spektroskopie charakterisiert [Web97]. Dabei wurden am System Au/HOPG überraschende Transportphänomene beobachtet.

Zunächst sollen die Ergebnisse zur Strukturierung metallischer Filme auf Si vorgestellt werden. Als Substrate wurden einerseits (2x1)-rekonstruierte bzw. H-terminierte Si(100)-Oberflächen für die Strukturierung dünner Ag-Filme, andererseits (7x7)-rekonstruierte Si(111)-Oberflächen für die Strukturierung dünner Co-Filme verwendet. Die Strukturierung dünner Metallfilme auf Halbleitersubstraten wurde mit STM vorgenommen, um anschließend an den Strukturierungsprozeß eine Charakterisierung der lokalen elektronischen Struktur der erzeugten Modifikationen vornehmen zu können.

Zuerst wurden Ag-Filme auf zwei verschiedenen präparierten Si(100)-Substraten deponiert, wobei Abhängigkeiten in der Struktur der aufgewachsenen Filme vom präparierten Substrat beobachtet werden. Auf einem (2x1)-rekonstruierten Si(100)-Substrat wachsen Ag-Filme (111)-orientiert auf, wobei sich aufgrund der vierzahligen Symmetrie des Substrates zwei um  $90^\circ$  gegeneinander rotierte Domänen ausbilden. Im Gegensatz dazu wachsen Ag-Filme auf

einem H-terminierten Si(100)-Substrat polykristallin auf. Mit zunehmender Filmdicke wird bei diesen Filmen ein durch Koaleszenz von Ag-Inseln induzierter Übergang von einzelnen, getrennten Inseln zu einer vollständig vernetzten Struktur beobachtet.

Mit STM wurden anschließend verschiedene Ag-Filme strukturiert, wobei unterschiedliche Strukturen in Form von Punkten oder Strichen realisiert wurden. Die typische Größe der mit STM geschriebenen Strukturen liegt zwischen 50 und 500 nm, wobei sich charakteristische Abhängigkeiten von Tunnelstrom, Tunnelspannung und auch von der Schreibgeschwindigkeit ergeben. Abbildung 6.11 zeigt Punktstrukturierungen eines 20 nm dicken Ag-Filmes auf einem Si(100)(2x1)-Substrat für verschiedene Spannungen im Bereich von 2 bis 10 V.

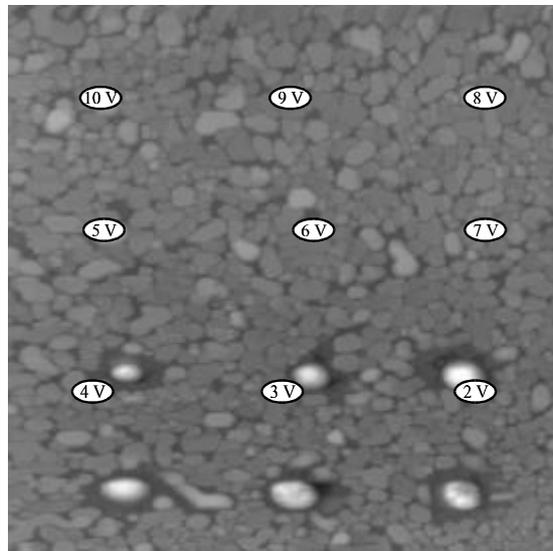


Abb. 6.11: STM-Abbildung ( $2,5 \mu\text{m} \times 3 \mu\text{m}$ ) von Punktstrukturierungen eines 20 nm dicken Ag-Films auf einem Si(100)(2x1)-Substrat für Spannungen im Bereich von 2 bis 10 V. Der Tunnelstrom betrug 3 nA.

Wie in Abb. 6.11 zu erkennen, nimmt die erzeugte Strukturbreite mit zunehmender Spannung zu, wobei erst ab einer gewissen Schwellenspannung von etwa 4 V eine Modifikation beobachtet wurde. Diese Beobachtung konnte ebenfalls beim Schreiben von Linien verifiziert werden (Abb. 6.12).

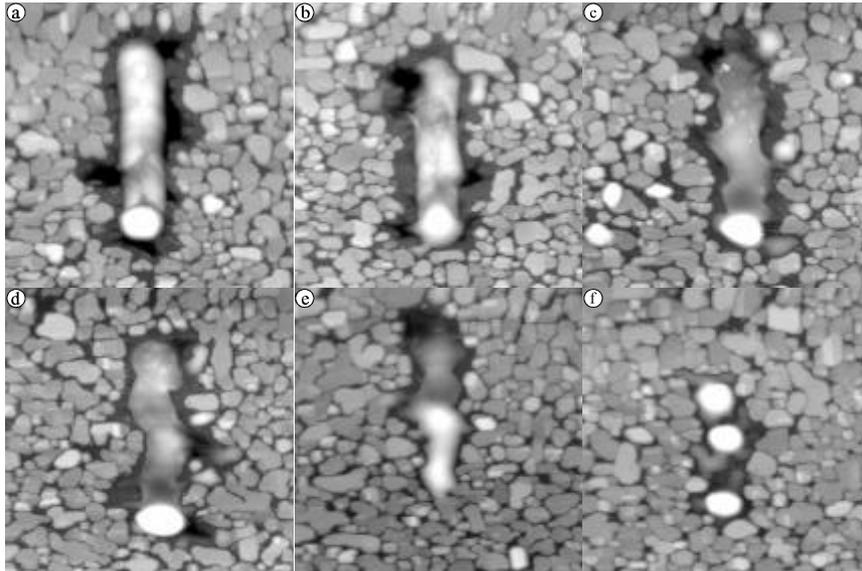


Abb. 6.12: STM-Abbildung ( $1,4 \mu\text{m} \times 1,4 \mu\text{m}$ ) von Linienstrukturierungen eines 20 nm dicken Ag-Filmes auf einem  $\text{Si}(100)(2 \times 1)$ -Substrat für Spannungen im Bereich von 4 bis 9 V. Der Tunnelstrom betrug 3 nA, die Schreibgeschwindigkeit betrug 750 nm/min.

Eine analoge Beobachtung konnte bei Variation des Tunnelstromes im Bereich von 0,03 bis 30 nA gemacht werden, wobei die Spannung auf einem konstanten Wert von 7 V gehalten wurde und die Schreibgeschwindigkeit 750 nm/min betrug. Selbst für so kleine Tunnelströme wie 0,03 nA konnte noch eine deutliche Modifikation des Ag-Filmes beobachtet werden, wobei hier keine durchgehende Linie, sondern eine Linienform, zusammengesetzt aus mehreren modifizierten Strukturen, erreicht wurde. Eine Variation der Schreibgeschwindigkeit bei einer festen Spannung von 7 V und einem Strom von 3 nA zeigte nahezu keinen Unterschied in den modifizierten Bereichen, was diesen Parameter vernachlässigbar macht.

Der zugrunde liegende Prozeß ist ein spitzeninduzierter Aufschmelzprozeß, durch den sich beliebige geometrische Strukturen erzeugen lassen. Im Gegensatz zu anderen Nanomodifikationstechniken, die lediglich oberflächennahe Bereiche erfassen, wird hier die vollständige Filmdicke erfaßt, wobei sogar bei einer hinreichenden Leistungseinkopplung in die Filme das Halbleitersubstrat selbst modifiziert werden kann. Die Beeinflussung des Si-Substrates äußert sich darin, daß sich lokal ein Ag/Si-Eutektikum bildet, das dazu verwendet werden kann, einige 10 nm breite und tiefe Gräben in das Si-Substrat zu schreiben (Abb. 6.13).

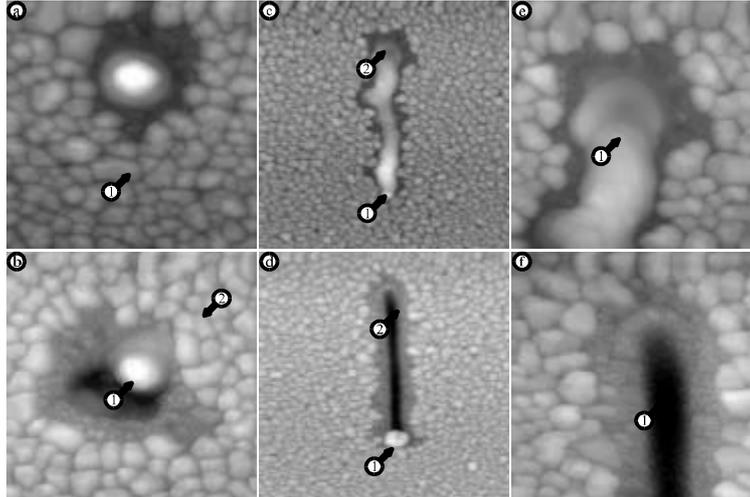


Abb. 6.13: Punkt- und Linienstrukturierungen eines 20 nm dicken Ag-Filmes auf einem H-terminierten Si(100)-Substrat zur Untersuchung von Eutektikumbildung und Verdampfungseffekten (Spannung 5 V, Strom 50 nA). (a) 5 s Wechselwirkungsdauer, (b) 300 s Wechselwirkungsdauer, (c) Schreibgeschwindigkeit 750 nm/min, (d) Schreibgeschwindigkeit 75 nm/min, (e) unterer Bereich von Bild (c) und (f) unterer Bereich von Bild (d). Die Bildgrößen sind (a), (b) 500 nm x 500 nm, (c), (d) 1,4  $\mu\text{m}$  x 1,4  $\mu\text{m}$  und (e), (f) 450 nm x 450 nm.

Rastertunnelspektroskopische Untersuchungen (STS), die sowohl an sauberen Substraten als auch an unmodifizierten und modifizierten Ag-Filmen vorgenommen wurden, lassen Unterschiede in der lokalen Zustandsdichte der Materialien erkennen. Die Bandlücke des Si-Substrates konnte verifiziert werden. STS-Untersuchungen an verschiedenen dicken Ag-Filmen (20 und 120 nm) auf Si-Substraten zeigen, daß schon für Filmdicken von 20 nm ein metallischer Charakter, d.h. eine endlich Steigung um den Spannungsnullpunkt, beobachtet wird. Dies wurde auch schon von anderen Autoren zur Identifizierung metallischer Abscheidungen auf Silizium genutzt [Ase92]. Ausgehend von einer konstanten Zustandsdichte bei Metallen sollten STS-Messungen an sauberen Metallen einen linearen I(V)-Verlauf zeigen. Für geringe Spannungen in einem Bereich von etwa  $\pm 0,5$  V trifft dies zu, jedoch für höhere Spannungen zeigt sich ein nichtlinearer Verlauf. Die Kennlinien sind symmetrisch, in Ausnahmefällen wurde eine geringe Asymmetrie beobachtet. Ein asymmetrischer Kennlinienverlauf hängt zunächst von der Dotierung des verwendeten Halbleitersubstrates ab. Andererseits könnte dies auch auf das Vorhandensein von Oberflächenzuständen zurückzuführen sein [Kai88, Gim87]. Die am Ag/Si-System aufgenommenen Kennlinien lassen keine eindeutige Klärung der Ursache dieser Asymmetrie, die in einer Schottky-Barriere zwischen Si-Substrat und Ag-Film oder auch im Vorhandensein lokaler Oberflächenzustände liegen kann, zu. Speziell bei Ag-Filmen wurde von anderen Autoren eine starke Empfindlichkeit von STS auf Verunreinigungen gefunden, die zum Teil auf Kontaminationen der Sonde zurückgeführt werden konnten [Kon95]. Sondenkontaminationen wiederum können durch eine in-situ Präparation an einer anderen Stelle solcher Filme entfernt werden. Wesentlich schwieriger zu handhaben sind Kontamina-

tionen der Filme, die nach einigen Stunden beobachtet wurden und auch an anderen Systemen, insbesondere Al(111)-Oberflächen, beobachtet werden. STS-Messungen, die an modifizierten Strukturen vorgenommen wurden, zeigen ebenfalls für höhere Spannungen einen nichtlinearen Kennlinienverlauf und einen linearen Kennlinienverlauf für niedrige Spannungswerte nahe Null. Abschließend zu diesem Teilbereich bleibt zu bemerken, daß keine eindeutige Klärung darüber erzielt werden konnte, ob die Nichtlinearität der I(V)-Kennlinien durch Verunreinigungen oder das Si-Substrat verursacht wurde.

Neben den Untersuchungen zum Strukturierungsverhalten dünner Ag-Filme auf präparierten Si(100)-Oberflächen wurden erste Experimente zu Oberflächenmodifikationen dünner Co-Filme auf Si(111)(7x7)-Oberflächen mit STM durchgeführt, wobei deutliche Unterschiede zum Modifikationsverhalten von Ag-Filmen auf Si-Substraten festgestellt wurden, die nicht dem Einfluß des Substrates zugeordnet werden.

Zunächst wurden saubere Si(111)(7x7)-Oberflächen präpariert, deren Oberflächenqualität zuerst mit STM charakterisiert wurde. Daran anschließend wurden Co-Filme auf den Substraten deponiert, wobei mittlere Filmdicken von 3 - 4 nm erreicht wurden. Abbildung 6.14 zeigt ein Übersichtsbild einer Co/Si(111)(7x7)-Oberfläche [Abb. 6.14 (a)], wobei deutlich noch die Stufenstruktur des Si-Substrats zu erkennen ist. Abbildung 6.14 (b) zeigt einen kleineren Bildbereich, wobei Co-Inseln von 2 bis 5 nm Durchmesser zu erkennen sind.

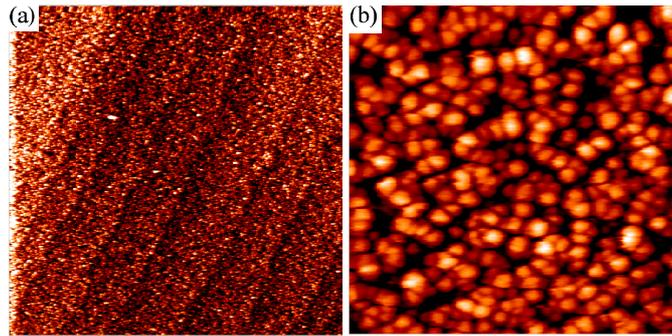


Abb. 6.14: STM-Bilder einer Co/Si(111)(7x7)-Oberfläche. (a) Übersichtsaufnahme ( $1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m}$ ) und (b) kleinerer Bildausschnitt ( $100\ \text{nm} \times 100\ \text{nm}$ ), in dem Co-Inseln von ca. 2 bis 5 nm Durchmesser zu erkennen sind.

Anschließend wurde versucht, die so präparierten Co-Filme analog zu den oben vorgestellten Modifikationen an Ag-Filmen zu strukturieren. Zunächst wurden Punktmodifikationen versucht, wobei zuerst die Modifikationsspannung variiert wurde. Beginnend mit einer Spannung von 4 V wurden Spannungsschritte von 0,5 V gewählt und die Oberfläche zwischenzeitlich immer abgebildet. Der Strom wurde für die Modifikationen auf Werte zwischen 0,5 und 5 nA erhöht. Es zeigte sich, daß erst für Spannungen ab 4 V eine Modifikation des Co-Filmes beobachtet werden konnte. Abbildung 6.15 zeigt eine mit STM vorgenommene Punktmodifikation, die eine Größe von ca. 10 nm besitzt. Für die beschriebenen Parameter konnten solche Strukturen einigermaßen reproduzierbar erzeugt werden, wobei jedoch sehr häufig ein Verlust in der Abbildungsqualität der Spitze beobachtet wurde. Der Verlust der Abbildungsqualität kann mit der Fähigkeit der Sonde, Co-Filme zu modifizieren, korreliert werden. Wurde mit einer Sonde, die zur Modifikation verwendet wurde und eine schlechtere Abbildungsqualität zeigte, ein erneuter Modifikationsversuch durchgeführt, wurden bei sonst gleichen Parametern für Spannungen bis zu 8 V keine Modifikationen mehr beobachtet.

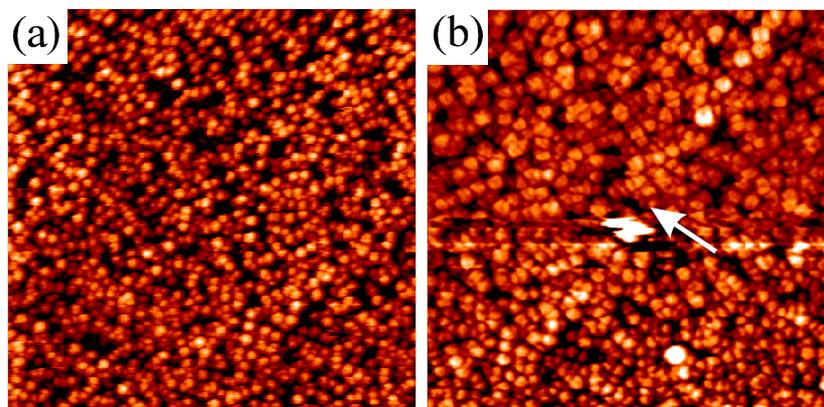


Abb. 6.15: STM-Aufnahmen einer Co/Si(111)(7x7)-Oberfläche ( $200\ \text{nm} \times 200\ \text{nm}$ ). (a) Vor und (b) nach Modifikation bei einer Spannung von 6 V und einem Strom von 0,3 nA (Regelkreis schwingend). Der modifizierte Bereich ist ca. 10 nm groß (Pfeil).

Es zeigte sich, daß es im Vergleich zur Modifikation dünner Ag-Filme erheblich schwieriger war, nm-große Punktmodifikationen auf Co-Filmen zu erzielen. Für geringere Spannungen und Ströme wurde in den meisten Fällen keine Strukturierung der Co-Filme beobachtet. Wie auch für Nanomodifikation von Ag-Filmen wird die Strukturierung von Co-Filmen als lokales Aufschmelzen gedeutet. In beiden Fällen liegt die mittlere Leistung, die sich aus Tunnelspannung und -strom abschätzen läßt, während der Modifikationen im Bereich von  $10^{-7}$  bis  $10^{-8}$  W. Eine Abschätzung des Wärmeflusses ergibt mit diesen Werten lediglich eine Temperaturerhöhung von wenigen mK, was signifikant geringer ist als die zum Schmelzen für Ag (ca. 1240 K) bzw. für Co (ca. 1760 K) notwendige Temperatur. Die beobachteten Modifikationen lassen sich daher nur so deuten, daß es während der Modifikation kurzzeitig zu einem Ohm'schen Kontakt zwischen Spitze und Probe kommt, der einen kurzen, aber sehr hohen Stromfluß von einigen 10 mA ermöglicht. Dabei ist zu beachten, daß das lokale Aufschmelzen ein zur Feldverdampfung der Sonde konkurrierender Prozeß ist. Daß es sich bei den erzeugten Strukturen jedoch um lokal aufgeschmolzene Bereiche und nicht um Strukturen handelt, die von der STM-Sonde auf der Oberfläche deponiert wurden, kann anhand der Profile der erzeugten Strukturen verifiziert werden. Dabei wird in den meisten Fällen eine Vertiefung um die erzeugten Strukturen beobachtet, was bei von der Sonde deponiertem Material nie beobachtet werden kann.

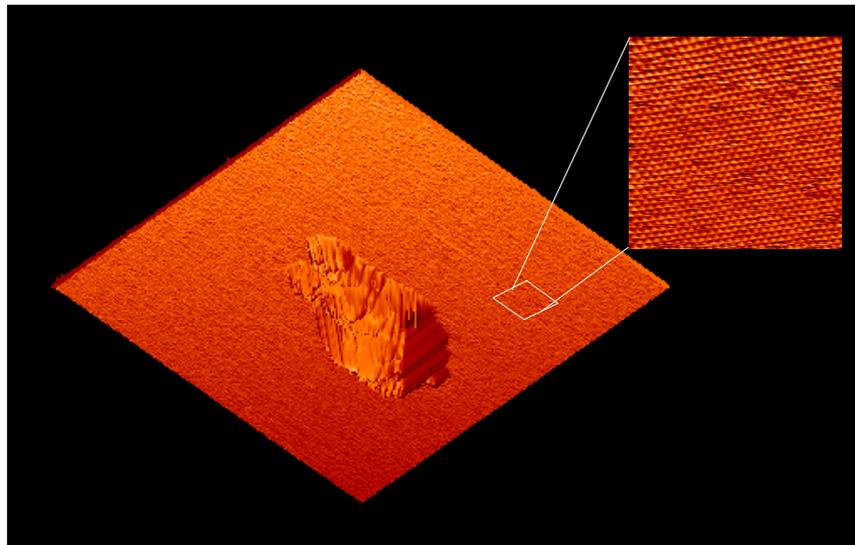
Für Ag-Filme führt das oben beschriebene Vorgehen in einem weiten Parameterbereich zu den beobachteten Modifikationen, während ähnliche Versuche für Co-Filme nur zum Erfolg führten, wenn die für die Modifikationen mit STM üblicherweise verwendeten Parameter (typisch einige V und einige nA) in ihren Grenzbereichen verwendet wurden. Ein Grund dafür könnte in der, im Vergleich zu Ag, sehr hohen Schmelztemperatur von Co liegen, weswegen sich bei gleicher Leistungseinkopplung Co-Filme erheblich schlechter modifizieren lassen.

Neben lokalen Strukturierungen im STM unter der Tunnelspitze wurden erste Versuche zur Felddeposition von STM-Sonden durchgeführt. Als Substrate wurde einerseits hochorientiertes pyrolitisches Graphit (HOPG) und andererseits einkristallines Al(111) verwendet. Ziel dieser Untersuchungen war es, zunächst nm-große Strukturen mittels Feldverdampfung von der Tunnelspitze zu erzeugen und diese dann hinsichtlich ihrer elektrischen Transporteigenschaften zu charakterisieren. Die experimentellen Untersuchungen zum elektrischen Transport werden durch Simulationen und Rechnungen unterstützt.

Für erste Vorversuche wurden relativ inerte Materialien, die leicht zu deponieren sind, ausgesucht, wobei auch auf inerte Substrate Wert gelegt wurde. Das erste hier vorgestellte System ist daher Au/HOPG, das sich hinsichtlich seiner elektronischen Eigenschaften als gänzlich neuartig erwiesen hat. Zahlreiche flankierende Experimente an ex situ präparierten Strukturen verifizieren die beobachteten Resultate [Web97]. Die Untersuchungen wurden zur

Vermeidung von Kontaminationen, was sich insbesondere als wichtig für lokale spektroskopische Charakterisierungen erwiesen hat, im UHV durchgeführt.

Die HOPG-Oberflächen wurden mit der üblichen „Klebestreifenmethode“ gereinigt, wobei dabei atomar glatte, zumeist durch monoatomare Stufen getrennte Oberflächen entstehen und anschließend in die UHV-Kammer eingeschleust. Sie wurden im UHV dann bei ca. 450 K geheizt und ins STM transferiert. Als Sonden wurden zunächst mechanisch präparierte sowie geätzte Au-Spitzen verwendet. Bevor Spitzenmaterial auf den Oberflächen deponiert wurde, wurde eine geeignete Stelle auf der Oberfläche ausgewählt. Bei festen Tunnelströmen von typisch 10 nA wurde die Tunnelspannung dann sukzessive, beginnend bei 3 V, auf Werte bis zu 10 V variiert. Abbildung 6.16 zeigt eine Au-Struktur, die mittels Feldverdampfung von der Tunnelspitze auf der HOPG-Oberfläche deponiert wurde. Das Teilbild zeigt atomare Auflösung auf HOPG.



*Abb. 6.16: STM-Abbildung (500 nm x 500 nm) einer HOPG-Oberfläche, auf die durch Feldverdampfung bei 9 V ein Au-Dot deponiert wurde. Das Teilbild zeigt atomare Auflösung im Umfeld der Nanostruktur.*

Der Au-Dot hat eine laterale Ausdehnung von 200 nm und eine Höhe von 20 nm. Bei Verwendung geätzter Au-Sonden lassen sich derartige Dots mehr oder weniger reproduzierbar herstellen, während Felddeposition von mechanisch präparierten Sonden seltener erfolgreich war. Dies hängt mit der lokalen Geometrie der Sonde zusammen, die im Falle mechanisch präparierter Sonden erheblich undefinierter ist als für geätzte Sonden. Eine Sonde mit einem geringen Krümmungsradius läßt bei gleichen Parametern, wie z.B. Strömen und Abständen, erheblich höhere Felder zu als eine Sonde mit hohem Krümmungsradius.

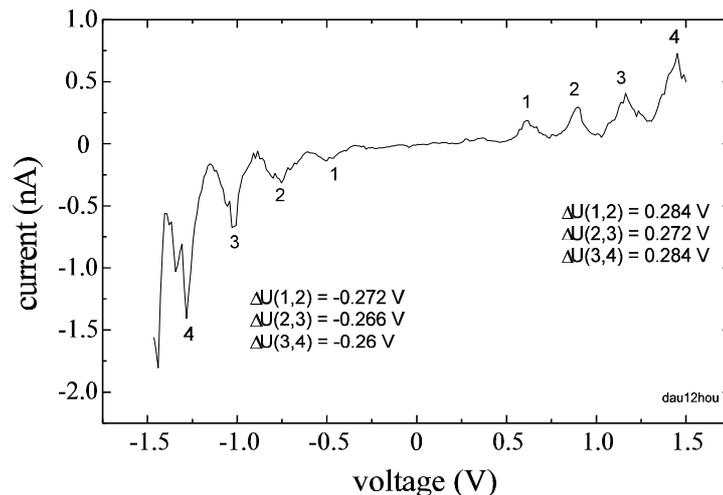


Abb. 6.17:  $I(V)$ -Kennlinie an dem in Abb. 6.16 gezeigten Au-Dot.

An den erzeugten Strukturen wurden lokale spektroskopische Untersuchungen durchgeführt. Alle gefundenen  $I(V)$ -Kennlinien sind nichtlinear, wobei sowohl für positive als auch für negative Potentiale bis zu fünf charakteristische Peaks in einem Potentialbereich von  $\pm 1.5$  V und daher negative differentielle Widerstände (NDR) beobachtet werden können (Abb. 6.17). Die Peaks haben dabei charakteristische Abstände von ca. 260 mV. Werden kleinere Strukturen (ca. 25 bis 30 nm) von der Sonde auf der Oberfläche deponiert, zeigt sich ebenfalls diese charakteristische Peakstruktur, wobei hier die charakteristischen Abstände der Peaks einen anderen Wert annehmen.

Solch ein Verhalten wurde unabhängig auf mehreren so präparierten Proben beobachtet, wobei Wert darauf gelegt wurde, für die Messungen auch verschiedene Sonden (Au, Pt, Pt/Ir) zu verwenden, um Artefakte durch die abbildenden Sonden auszuschließen. Analog zur Deposition von Au auf HOPG-Oberflächen wurden während der Messungen mit Pt-Sonden auch kleine Pt-Dots (ca. 3 nm) auf HOPG erzeugt, wobei sich dies nicht sehr reproduzierbar durchführen ließ. Die Pt-Dots zeigen dabei ebenfalls charakteristische Strukturen in den  $I(V)$ -Kennlinien, wobei neben peakartigen Strukturen auch Stufenstrukturen gefunden wurden. Das bei der Felddeposition von Au und Pt beobachtete unterschiedliche Verhalten könnte eine Ursache in den für Au und Pt signifikant unterschiedlichen Bindungsenergien haben [Kon95].

Die an den durch Feldverdampfen von der STM-Sonde erzeugten Nanostrukturen und die daran gemessenen  $I(V)$ -Kennlinien stellen einen gänzlich neuen Befund an Metall/(Halb)-Metall-Systemen dar. Die  $I(V)$ -Kennlinien, die bei Raumtemperatur gemessen wurden, zeigen dabei ein an einem solchen System noch nicht beobachtetes Verhalten, was bisher lediglich an mesoskopischen halbleitenden Strukturen, die resonantes Tunneln zeigen, bei Temperaturen im mK-Bereich beobachtet wurde [z.B. Tan88].

Gundlach-Oszillationen, die eine Interferenz von Elektronen an einer hohen Barriere darstellen, werden im Feldemissionsbereich (d.h. üblicherweise für hohe Potentiale) beobachtet und sind in ihrer Amplitude gedämpft. Dies kann für die vorliegenden Experimente ausgeschlossen werden, da zum einen Feldemission ausgeschlossen werden kann, was durch Bestimmung der mittleren Barrierenhöhe mit STM an diesen Proben bestätigt wurde. Zum anderen sind die in den  $I(V)$ -Kennlinien gefundenen Maxima nicht gedämpft, sondern zeigen ein konträres Verhalten. Weder für saubere HOPG- noch Au-Oberflächen wird ein solches Verhalten beobachtet. Es scheint sich daher um einen Effekt zu handeln, der einzig durch die Grenzfläche Au/HOPG bestimmt wird, d.h. der elektronische Transport wird durch diese Grenzfläche dominiert. Möglich ist eine Interkalation von Au in HOPG, wodurch eine modifizierte Grenzschicht entsteht. Die Vorstellung einer Interkalation wird dadurch unterstützt, daß eine Verschiebung des Fermi-Niveaus ähnlicher Größenordnung wie auch bei anderen Interkalationsverbindungen von HOPG [Wei92] im System Au/HOPG beobachtet werden kann (Abb. 6.18) [Web97].

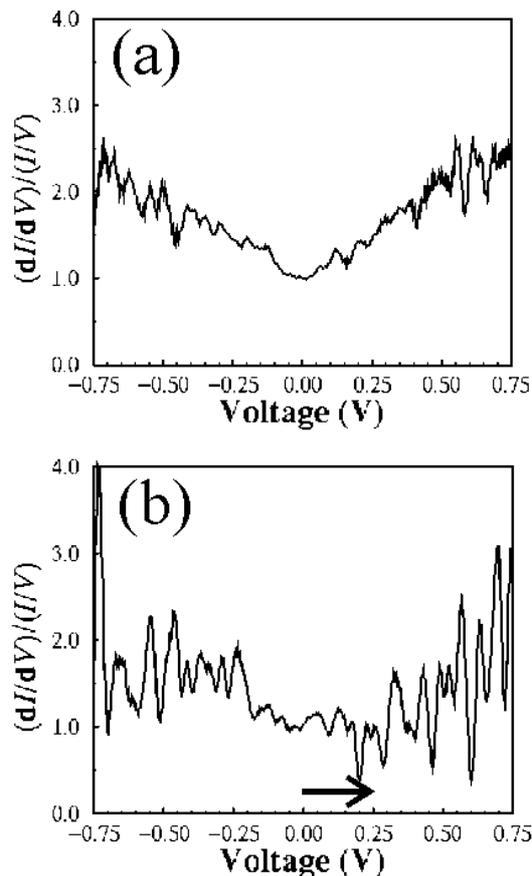


Abb. 6.18: Logarithmische Ableitung des Tunnelstromes für (a) sauberes HOPG ( $E_F$  bei  $V = 0$ ) und (b) Au/HOPG, das gegenüber sauberem HOPG deutlich eine Verschiebung des Fermi-Niveaus zeigt.

Das vorliegende System ist durch zweidimensionale Au-Anordnungen gekennzeichnet. Aus den gefundenen Peakabständen lassen sich aus einfachen Rechnungen sehr kleine 2d-Au-

Inseln von 1 bis 2 nm Durchmesser abschätzen. Eine mögliche Erklärung des NDR könnte resonantes Tunneln sein, wofür jedoch wie in Halbleiter-Heterostrukturen eine hinreichend breite Bandlücke vorhanden sein muß, was durch STM-Experimente nicht bestätigt werden kann. Interkalation kann jedoch die Bandstruktur drastisch beeinflussen, was aus Rechnungen und Messungen anderer Gruppen [Wei92, Hol83] hervorgeht. Die hier wahrscheinlichste Erklärung dieser Phänomene ist resonantes Tunneln durch Zwischenzustände.

Die an den durch Feldverdampfen erzeugten Nanostrukturen beobachteten Resultate wurden in flankierenden Experimenten an durch Sputtern auf HOPG deponierten Au-Inseln bestätigt. Es bleibt dabei noch durch andere Methoden, wie z. B. Photoelektronenspektroskopie und auch Modeling zu untersuchen, wie sich die Bandstruktur im System Au/HOPG verhält.

Des weiteren wurden Al(111)-Oberflächen im UHV präpariert und mittels LEED, AES und STM zunächst hinsichtlich ihrer Oberflächeneigenschaft charakterisiert [Web97]. LEED und AES zeigten eine weitgehend saubere Oberfläche. Im STM wurde dann die Topographie der Proben untersucht. Es zeigte sich, daß die Al(111)-Oberfläche selbst auf einem Maßstab von nur 100 nm sehr rauh erscheint, wobei die Oberfläche aus hügelartigen Strukturen zusammengesetzt ist, die sich durch Messungen auf einem noch kleineren Maßstab als Al(111)-Stufen (monoatomare oder Vielfachstufen) identifizieren lassen. Abbildung 6.19 zeigt eine Übersichtsaufnahme sowie ein kleineres Oberflächengebiet einer Al(111)-Oberfläche, wobei in einem kleinen Bildausschnitt einzelne Bereiche sichtbar sind, auf denen Al-Atome zu erkennen sind.

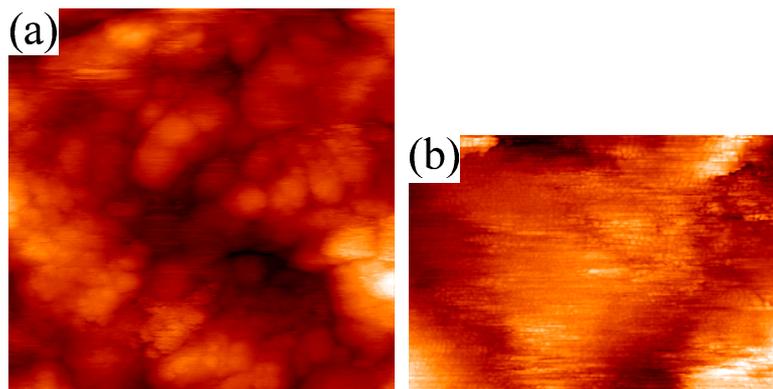


Abb. 6.19: STM-Aufnahme einer Al(111)-Oberfläche. (a) Übersichtsaufnahme (100 nm x 100 nm) und (b) kleinerer Bildausschnitt (25 nm x 17 nm) mit atomarer Auflösung.

Auf dieser Oberfläche werden Terrassen mit lediglich 5 bis 10 nm Breite gefunden. Die Oberflächenmorphologie ließ sich auch nicht durch mehrwöchiges Präparieren verbessern, was ständig durch LEED/AES und STM verifiziert wurde. I(V)-Kennlinien, die am sauberen Metall aufgenommen wurden, zeigen zunächst den für Metalle charakteristischen linearen

Verlauf, der jedoch mit zunehmender Meßdauer in einen nichtlinearen Verlauf übergeht. Selbst unmittelbar nach Präparation wurden an einigen Stellen auf der Oberfläche schon nichtlineare Kennlinien beobachtet. Der Übergang von metallischen (linearen) Kennlinien zu nichtlinearen Kennlinien mit zunehmender Meßzeit ist auf Kontaminationen der Al(111)-Oberfläche zurückzuführen und wurde auch schon für Ag-Filme beobachtet [Hod96].

Da jedoch das Ziel dieser Untersuchungen eine elektronische Charakterisierung von Dots ist, die durch Feldverdampfung von der STM-Sonde auf Metall/Metalloxid-Schichten deponiert werden, wurde diese Al-Oberfläche im weiteren gezielt oxidiert. Dazu wurde in situ  $O_2$ -Gas in die UHV-Kammer eingelassen, wobei 0,1 bis 2 Monolagen  $O_2$  auf der Al(111)-Oberfläche adsorbiert wurden. Es zeigt sich in den STM-Aufnahmen die auch schon von anderen Autoren [Win88] beobachtete Nukleation kleiner Sauerstoffinseln, die im STM als Vertiefung erscheinen. Die typischen Abmessungen dieser Inseln liegen zwischen 5 und 10 nm. Es wurden auch dicke Oxidschichten, die ca. 4 Monolagen oder auch ca. 4 nm Dicke umfaßten, hergestellt. Abbildung 6.20 zeigt einen Vergleich zwischen einer an einer frisch präparierten Al(111)-Oberfläche aufgenommenen I(V)-Kennlinie und einer Kennlinie, die an einer etwa  $300 \text{ nm}^2$  großen Sauerstoffinsel auf Al(111) aufgenommen wurde.

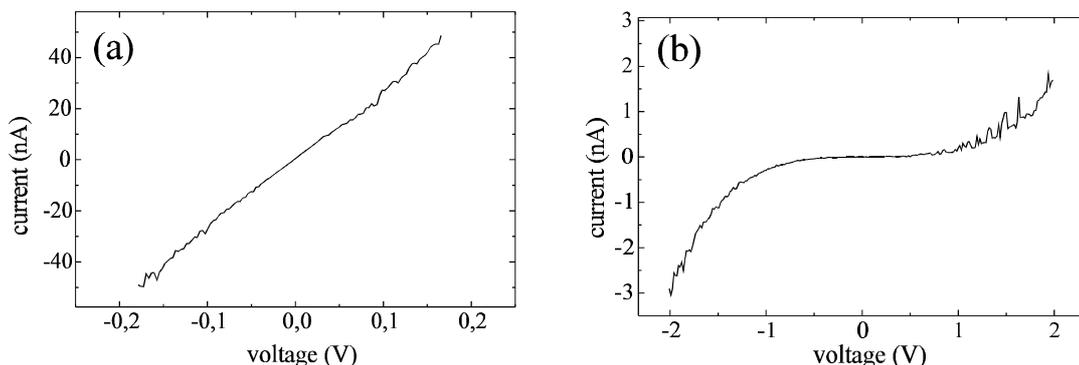


Abb. 6.20: I(V)-Kennlinien (a) einer frisch präparierten Al(111)-Oberfläche und (b) einer etwa  $300 \text{ nm}^2$  großen Sauerstoffinsel auf Al(111).

Ein Vergleich zwischen diesen beiden Kennlinien unterschiedlich prozessierter Oberflächen zeigt zunächst erwartungsgemäß im Falle der frisch präparierten Al(111)-Kennlinie eine metallische, d.h. lineare I(V)-Charakteristik. Selbst auf einer frisch präparierten Al(111)-Oberfläche wurden an verschiedenen Probenorten unterschiedliche I(V)-Charakteristika gefunden. Es wurden nicht nur lineare I(V)-Kennlinien gemessen, sondern auch nichtlineare I(V)-Kennlinien, wie sie z.B. in Abb. 6.20 (b) für eine Sauerstoffinsel gefunden wurde. Dies deutet auf einen Kontaminationseffekt hin, da auch die AES-Spektren noch eine geringe Sauerstoff- bzw. Kohlenstoffbedeckung zeigten. Nach längerer Meßdauer wurden dann, wie oben schon erwähnt, keine metallischen Kennlinien mehr beobachtet.

Auf die so prozessierte Al(111)-Oberfläche wurden nun sofort nach ihrer Oxidation durch Feldverdampfung aus der STM-Sonde kleine, metallische Dots deponiert. An dem so mittels STM erzeugten Metall/Oxid/Metall-Kontakt sollten direkt daran anschließend Untersuchungen zum Einzel-Elektronen-Tunneln durchgeführt werden. Abbildung 6.21 zeigt eine STM-Aufnahme einer oxidierten Al(111)-Oberfläche, auf der Au-Dots von der STM-Sonde deponiert wurden. Die Dots haben typische Durchmesser von 20 bis 40 nm und Höhen von 12 bis 15 nm.

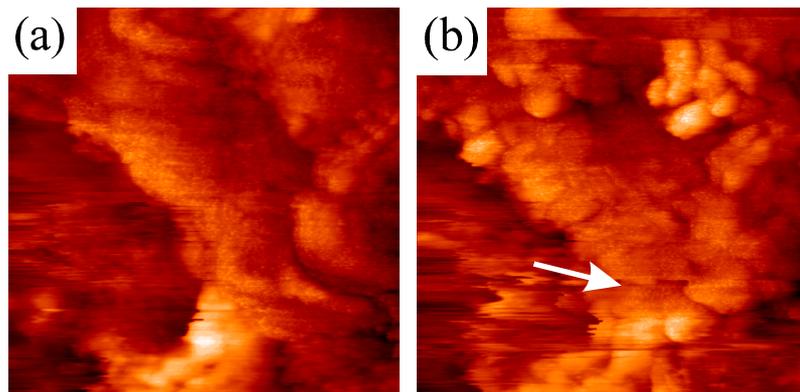


Abb. 6.21: STM-Aufnahmen ( $400 \text{ nm} \times 400 \text{ nm}$ ) einer oxidierten Al(111)-Oberfläche (a) vor und (b) nach Abscheiden von Au-Dots durch Feldverdampfung von der STM-Sonde (Pfeil).

An den so erzeugten Strukturen konnten bisher keine überzeugenden  $I(V)$ -Kennlinien aufgenommen werden. Die aufgenommenen Kennlinien zeigen vielfältige Strukturen, die bisher noch nicht interpretiert werden konnten. In den meisten Fällen zeigten sich nichtlineare  $I(V)$ -Kennlinien ähnlich der in Abb. 6.20 (b) gezeigten, die aus einer Coulomb-Barriere aufgrund des hergestellten Doppelkontaktes resultieren könnten. Grundsätzlich ist es schwierig, wie oben schon erwähnt, die durch die Sonde erzeugten Strukturen auf der sehr rauhen Oberfläche eindeutig zu identifizieren und anschließend zu spektroskopieren.

### 6.3 Erzeugung von Nanostrukturen mittels Rasterkraftmikroskopie und Bruchkontakten

Ebenso wie das STM bietet sich ein Rasterkraftmikroskop (AFM) [Bin86a] aufgrund der ebenfalls hohen Ortsauflösung zur Herstellung nanoskopischer Strukturen an. Der Abbildungsmechanismus beruht hierbei auf der Kraft zwischen einer als Spitze ausgeformten Sonde am Ende eines Biegeelementes und der Probe. Dadurch ergeben sich nahezu keine Bedingungen an die Eigenschaften der zu untersuchenden bzw. zu strukturierenden Proben.

Im vorliegenden Teilprojekt wurden unterschiedliche Ansätze der Strukturierung mit AFM untersucht. Zum einen können Probenoberflächen mechanisch verändert werden, indem

die abbildende Kraft über einen Schwellwert hinaus erhöht wird [z. B. *Sta92*]. Dieser Modus wird im folgenden statischer Modus genannt. Eine weitere Möglichkeit stellt das „Hämmern“ mit der Sonde auf die Probenoberfläche dar [*Jun92, Sta92*]. Dieser Modus der Strukturierung wird im folgenden dynamischer Modus genannt. Durch Erweiterung des verwendeten AFM können geeignete Materialien ebenso elektrochemisch verändert werden [z. B. *Mat97*].

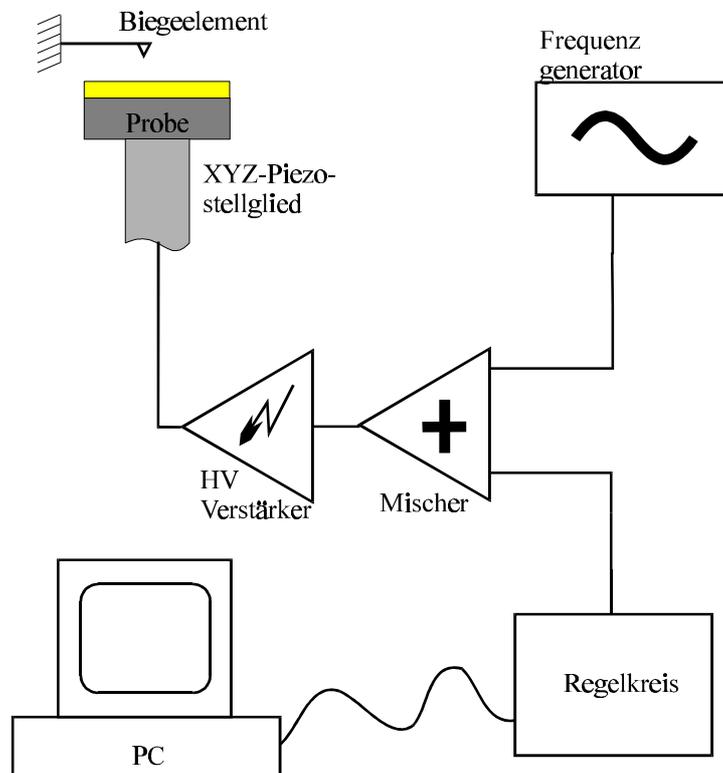


Abb. 6.22: Blockschaltbild des Versuchsaufbaus zur mechanischen Strukturierung von Gold- und PMMA-Filmen.

Den prinzipiellen Aufbau zur mechanischen Strukturierung von Gold- und PMMA-Filmen zeigt Abb. 6.22 [*Jun91, Sti98*]. Das Ausgangssignal des AFM-Regelkreises kann mit dem Signal eines Frequenzgenerators gemischt werden. Dieses gemischte Signal wird nun auf den Hochspannungsverstärker, der das Z-Piezoelement ansteuert, gegeben. Für Strukturierungen im statischen Modus bleibt der Ausgang des Frequenzgenerators auf Massepotential. Während der dynamischen Modifikation wird der Regelkreis ausgeschaltet um ein Ausregeln des Frequenzsignals zu verhindern. Der Regelkreis gewährleistet in diesem Modus nur einen konstanten Abstand zwischen dem Nulldurchgang der Biegeelementschwingung und der Probenoberfläche.

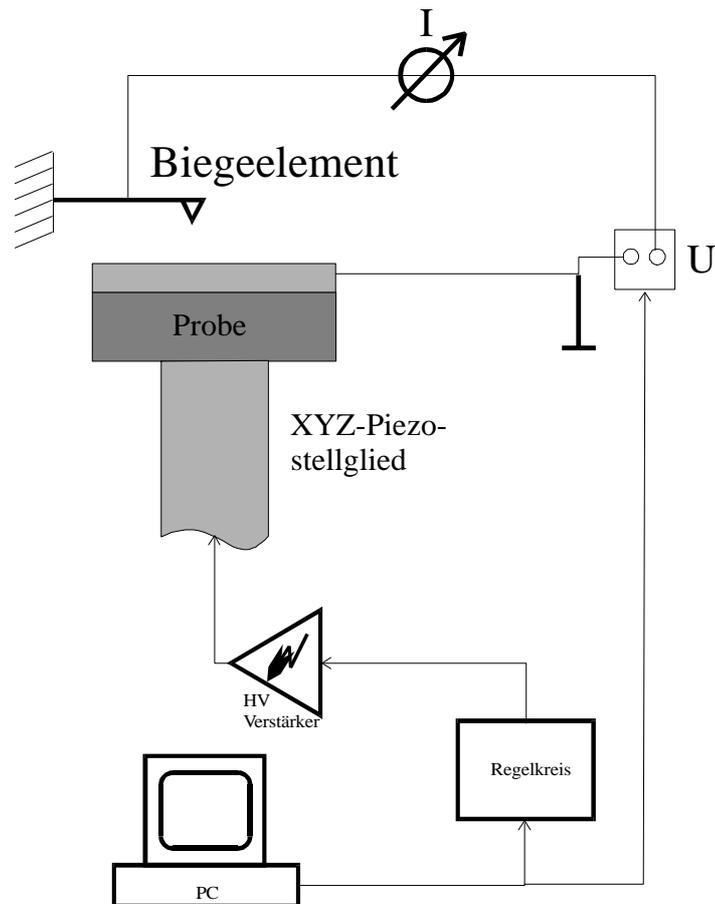


Abb. 6.23: Blockschaltbild zur anodischen Oxidation von Metallfilmen mit AFM.

Abbildung 6.23 zeigt den experimentellen Aufbau zur elektrochemischen Strukturierung von Probenoberflächen. Hierbei wird im Kontaktabbildungsmodus des AFM zusätzlich eine Spannung an das in diesem Fall leitfähige Biegeelement des AFM angelegt. Hierbei befindet sich die Probe auf Massepotential. Durch den unter Umgebungsbedingungen immer an der Probenoberfläche adsorbierten Wasserfilm wird auf diese Weise eine lokal stark begrenzte galvanostatische Zelle erhalten (vgl. Abb. 6.24).

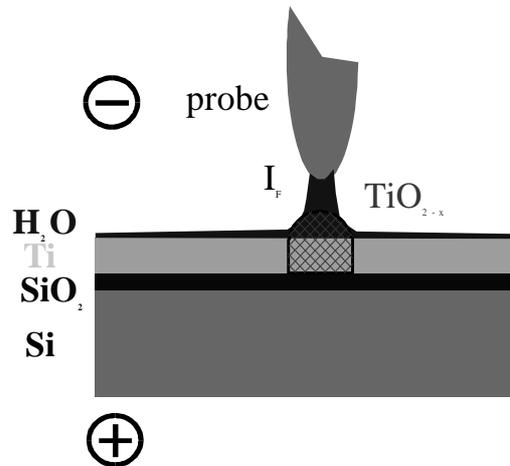


Abb. 6.24: Prinzip der anodischen Oxidation mit AFM.

Wie in Abb. 6.24 schematisch dargestellt, können verschiedene Materialien, z. B. Ti, Nb, Ta u. ä., mit Hilfe des oben beschriebenen AFM-Aufbaus lokal anodisch oxidiert werden [Mat97]. An der Kathode, die in diesem Aufbau durch die Sondenspitze realisiert wird, erfolgt dabei folgende chemische Reaktion:



An der Anode, der Probenoberfläche, wird das Metall (z. B. Ti) entsprechend



oxidiert.

Im vorliegenden Teilprojekt wurden ca. 100 nm dicke PMMA-Resistfilme auf Si/SiO<sub>2</sub> im statischen Modus modifiziert. Darüber hinaus wurde die Strukturierung von dünnen Goldfilmen sowohl im statischen als auch im dynamischen Modus untersucht. Die Goldfilme hatten eine Dicke zwischen 20 nm und 200 nm und wurden entweder über Sputterdeposition oder durch Evaporation auf Glas- und Si/SiO<sub>2</sub>-Substraten hergestellt. Als Vorbereitung zur Bauelementeherstellung durch eine weiter unten - vgl. Abschn. 6.4 - beschriebene *Mix-and-Match*-Technologie wurde die lokale anodische Oxidation dünner Ti-Filme mit dem AFM untersucht. Die Ti-Filme wurden dabei durch Sputterdeposition auf Glas- und Si/SiO<sub>2</sub>-Substraten hergestellt. Sie hatten eine Dicke zwischen 5 und 10 nm.

Die Strukturierung der Resistfilme erfolgte durch eine Erhöhung der Auflagekraft auf Werte oberhalb von 50 nN. Es zeigte sich hier, analog zur weiter unten beschriebenen Strukturierung von Au-Filmen, eine deutliche Abhängigkeit der Strukturabmessungen (lateral und vertikal) von der aufgewendeten Maximalkraft. In Abb. 6.25 sind zwei AFM-Aufnahmen eines Resistfilms gezeigt, der durch Anlegen zweier unterschiedliche Maximalkräfte mechanisch strukturiert wurde.

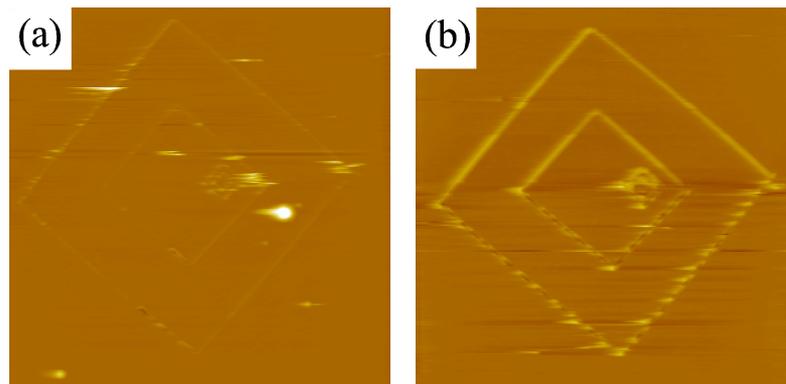


Abb. 6.25: AFM-Aufnahme eines mittels AFM strukturierten Resistfilms für zwei unterschiedliche Auflagekräfte. (a) 50 nN ( $18,4 \mu\text{m} \times 18,4 \mu\text{m}$ ) und (b) 150 nN ( $20 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$ ).

Es wurden dabei in einem einzigen Lithographieprozeß rautenförmig ineinander angeordnete Linien geschrieben. Die beiden größeren Rauten sind zentrisch angeordnet, während zwei kleinere Rauten exzentrisch angeordnet wurden. Durch eine derartige Anordnung erhält man im wesentlichen Informationen über die minimal möglichen Abstände nanolithographisch hergestellter Strukturen.

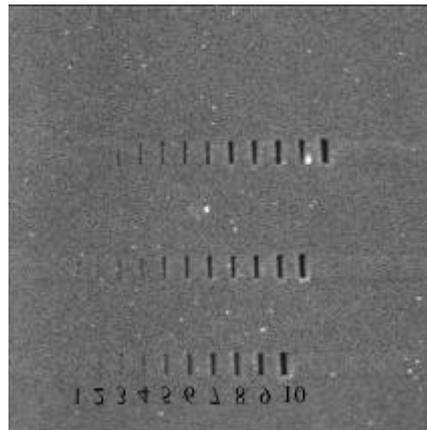
Für eine kleine Auflagekraft von ca. 50 nN sind auf der ursprünglich sehr glatten Resistoberfläche die rautenförmigen Strukturen zu erkennen (vgl. Abb. 6.25 (a)). Entgegen der Erwartung, Vertiefungen zu sehen, werden Erhöhungen von ungefähr 0,5 nm beobachtet. Die Breite der erzeugten Linien beträgt ca. 250 nm und der Abstand der beiden inneren Linien zueinander ca. 350 nm. In einer weiteren Abbildung mit einer geringfügig höheren Kraft waren in sehr kleinen Bereichen Vertiefungen zu erkennen, die von Materialauswürfen flankiert wurden. Darüber hinaus wurden größere Bereiche zusätzlichen Materials auf der Oberfläche gefunden, das wahrscheinlich von der Spitze auf der Oberfläche deponiert wurde. Dies wurde während der Strukturierungsversuche oft beobachtet, wobei keine Möglichkeit gefunden wurde, diese undefinierten Depositionsprozesse zu verhindern. Zur besseren Charakterisierung des Prozesses wurden weitere Strukturierungen an anderen Probenorten, die den typisch glatten Resistfilm zeigten, vorgenommen, wobei die Maximalkraft weiter erhöht wurde. Deutlich ist wiederum die rautenförmig angeordnete Linienstruktur zu erkennen [Abb. 6.25 (b)]. Auf-

fällig ist der Unterschied im Erscheinungsbild der Linien. Im unteren Bildbereich sind die schon oben beschriebenen Erhebungen zu erkennen, während die Linienstrukturen im oberen Bildbereich dadurch gekennzeichnet sind, daß sie im Verlauf der Linie abwechselnd Vertiefungen (ca. 3 nm tief) sowie Erhebungen zeigen. Die Erhebungen sind im wesentlichen dem im Linienbereich entfernten Material zuzuordnen. Die Höhe der Materialauswürfe beträgt einige nm im Verlauf der großen Linienstrukturen bis zu 25 nm im Bereich der kleinen Linienstrukturen. Bei weiterer Erhöhung der aufgewendeten Kraft werden die Strukturen tiefer und breiter, wobei gleichzeitig der Materialauswurf ein Erkennen und Charakterisieren der geschriebenen Strukturen nahezu verhindert. Die Verbreiterung der Gräben läßt sich auf ein tieferes Eindringen der Sonde in den Film bei Erhöhung der Kraft zurückführen. Wie bei allen AFM-basierenden Strukturierungen ist die Sondengeometrie von entscheidendem Einfluß.

Anhand der in Abb. 6.25 gezeigten Ergebnisse werden mehrere Probleme der Resiststrukturierung mit AFM deutlich. Zunächst ist ein Unterschied in den erzeugten Strukturen in den beiden Bildbereichen von Abb. 6.25 (b) auf die Art der Sondenstellung zur Rasterrichtung während der Strukturierung zurückzuführen. Dies sollte sich dadurch vermeiden lassen, daß die Struktur in zwei Teilschritten mit um 90° gedrehten Rasterrichtungen geschrieben wird. Der Wechsel in der Abbildungsqualität von Abb. 6.25(a) kann auch durch an der Sonde haftendes Resistmaterial zustande kommen, das während der Rasterung von der Sonde entfernt wird und auf der Probenoberfläche zu liegen kommt. Wesentlich größere Probleme bei der definierten AFM-Strukturierung von PMMA-Filmen stellen zum einen das von der Sonde auf der Oberfläche unkontrollierte Deponieren von Resistmaterial dar, zum anderen die schlechte Zugänglichkeit der beiden kleinen Rautenstrukturen infolge der hohen Materialauswürfe in diesem Bereich.

Die Strukturierung der Goldfilme erfolgte sowohl im statischen als auch im dynamischen Modus. Im statischen Modus wurde die Auflagekraft der Sondenspitze auf dem Goldfilm dabei in einem Bereich zwischen 100 nN und 1600 nN variiert. Des Weiteren wurde die Abhängigkeit der erzeugten Strukturen von der Schreibgeschwindigkeit, also von der Geschwindigkeit der Sondenspitze im Film untersucht. Eine signifikante Abhängigkeit der entstandenen Strukturen von der Schreibgeschwindigkeit in einem Bereich zwischen 100nm/s und 1000 nm/s konnte nicht festgestellt werden.

Zur Bestimmung eines Schwellwertes, oberhalb dessen der Goldfilm bleibend verformt werden kann, wurden Linienfelder aus 10 Linien geschrieben, wobei die Kraft zwischen je zwei Linien erhöht wurde. Abbildung 6.26 zeigt drei nacheinander erzeugte Linienfelder wobei die Kraft, mit der die einzelnen Linien geschrieben wurden in der Tabelle neben der Abbildung angegeben ist.



Linie	Kraft (nN)
1	300
2	400
3	500
4	600
5	700
6	800
7	900
8	1000
9	1200
10	1600

Abb. 6.26: AFM-Bild ( $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$ ) eines mit AFM mechanisch modifizierten Au-Filmes, wobei die Auflagekraft von links nach rechts (siehe Tabelle) erhöht wurde.

Erst ab einer Auflagekraft von 400 nN ist eine Linie in dem Film zu erkennen. Mit steigender Kraft steigt von da ab auch die Tiefe der entstandenen Linien von 0 bis 20 nm. Die Breite der Linien steigt in linearem Verhältnis zu deren Tiefe. Dieses letzte Ergebnis ist darauf zurückzuführen, daß die Form der Linie die geometrische Form der Sondenspitze widerspiegelt. Dieses Ergebnis ist aus allen Strukturierungen mittels Rastersondentechniken bekannt [Sta92].

Beim Auftragen der Linientiefe, welche der Eindringtiefe der Sondenspitze in den Film entspricht, gegen die aufgewendete Kraft ergibt sich ein wurzelförmiger Verlauf, welcher sich befriedigend mit dem Hertz-Modell [Her82] beschreiben läßt (vgl. Abb. 6.27).

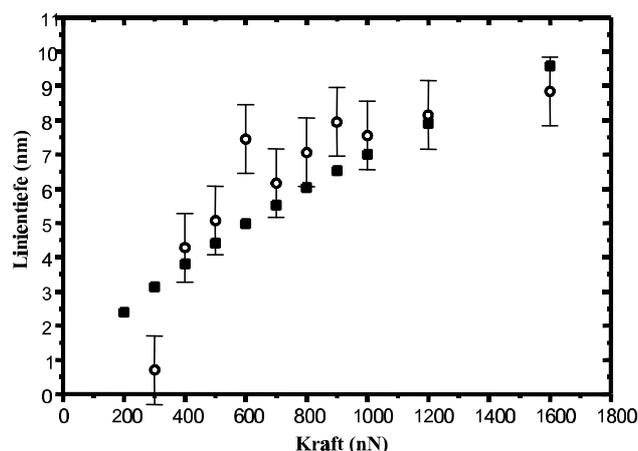


Abb. 6.27: Linientiefe in Abhängigkeit von der aufgewendeten Auflagekraft aus Abb. 6.26. Die Quadrate zeigen einen Fit mit einer  $F^{2/3}$ -Abhängigkeit.

Im dynamischen Modus der Modifikation wurden ebenfalls die Linienbreiten und Linientiefen gemessen. Entgegen dem statischen Fall zeigte sich eine lineare Abhängigkeit zwischen den beiden Größen, die auf die geometrische Form der Spitze zurückzuführen ist. Es wurde auch eine Abhängigkeit der Strukturgrößen vom verwendeten Substratmaterial festgestellt. Dies ergibt sich ebenfalls aus der Tatsache, daß die mechanischen Eigenschaften des Substrats die Messung ab einer Eindringtiefe von mehr als 10 % der Schichtdicke beeinflussen [Per94, Bue65].

Die maximale Kraft im dynamischen Fall der Strukturierung wird als die Kraft definiert, die sich durch Multiplikation der Anregungsamplitude des Biegeelementes mit seiner Federkonstanten ergibt. Bei den dynamischen Strukturierungsversuchen wurden Maximalkräfte zwischen 1 und 28  $\mu\text{N}$  verwendet.

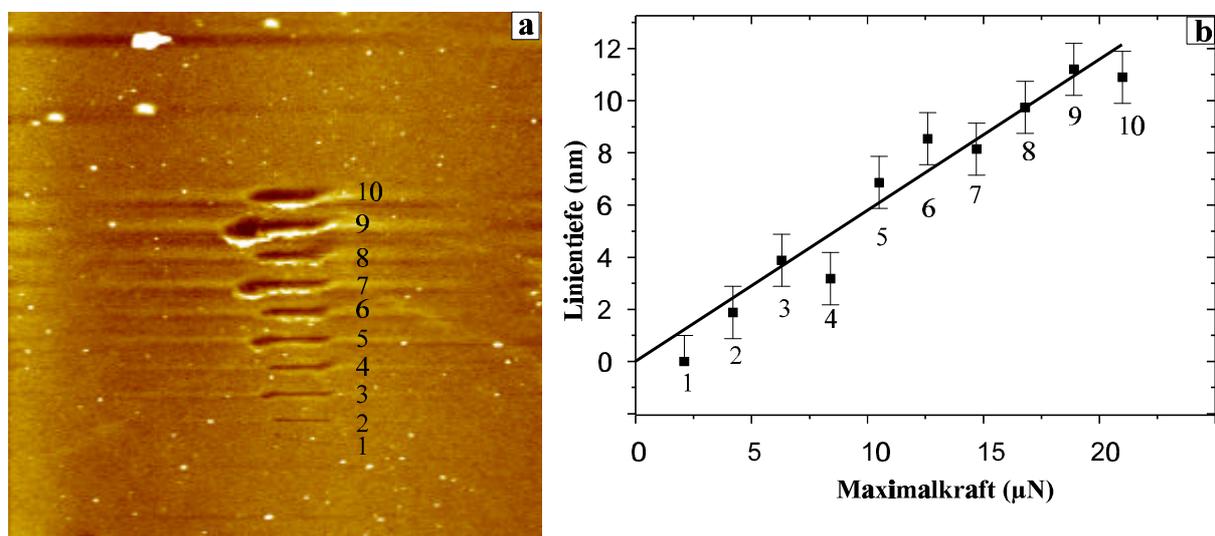


Abb. 6.28: (a) Durch periodische Modulation der Kraft ( $f = 50 \text{ Hz}$ ) erzeugtes Linienfeld, Bildgröße  $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$ . (b) Linientiefe in Abhängigkeit von der Maximalkraft zusammen mit einer linearen Regression der Meßwerte (Linie).

Auf allen Filmen wurde ein linearer Zusammenhang zwischen der Amplitude der SONDENSCHWINGUNG und der Linientiefe gefunden. Abbildung 6.28(a) zeigt ein Linienfeld aus 10 Linien, wobei die durch das Biegeelement ausgeübte Maximalkraft von unten nach oben um jeweils  $2,1 \mu\text{N}$  steigt. In Abb. 6.28(b) ist die Linientiefe in Abhängigkeit von der Maximalkraft aufgetragen. Ebenso wie im statischen Fall ergeben sich auch hier zwei Schwellwerte für die Kraft. Der erste Schwellwert, ab dem bleibende Strukturen in den Filmen erzeugt werden, liegt für die Filme auf Glas und  $\text{Si/SiO}_2$  bei einer maximalen Kraft von 2 bis  $6 \mu\text{N}$ , der zweite zwischen  $2,7$  und  $15 \mu\text{N}$ . Die große Streuung dieser Werte erklärt sich, wie bereits erwähnt, mit der unbekanntem Struktur der Goldfilme an den zu strukturierenden Stellen und mit dem Einfluß des Substratmaterials auf die Strukturierung.

Die lineare Abhängigkeit der Linientiefe von der Maximalkraft läßt sich klassisch aus der Berechnung der resultierenden Amplitude eines Massepunktes verstehen, der zu erzwungenen Schwingungen im Au-Film angeregt wird. Die Kraft  $F_C$ , welche die Sonde über das Biegeelement auf die Probe ausübt, ist

$$F_C = DZ_0 \cos(\omega t), \quad (6.6)$$

wobei  $D$  die Federkonstante des Biegeelementes und  $Z_0$  die anregende Amplitude ist. Die Antwort  $F_G$  des Systems Au-Film/Substrat auf diese ausgeübte Kraft ist dann

$$F_G = K\sqrt{R}Z^{\frac{3}{2}} + I\dot{Z}, \quad (6.7)$$

mit  $K$  als effektivem Kompressionsmodul des Systems und  $I$  als Reibungskoeffizienten des Au-Filmes. Der zweite Term auf der rechten Seite von Gl. (6.7) berücksichtigt die plastischen Eigenschaften des Au-Filmes. Da sich Film und Sonde im dynamischen Gleichgewicht befinden, ergibt sich folgende Bewegungsgleichung für die Sonde:

$$m_s\ddot{Z} + I\dot{Z} + K\sqrt{R}Z^{\frac{3}{2}} = DZ_0 \cos(\omega t), \quad (6.8)$$

wobei  $m_s$  die Masse der Sonde ist. Es gilt

$$m_s = \frac{D}{\omega_0^2}, \quad (6.9)$$

mit  $\omega_0$  als Resonanzfrequenz des Biegeelementes.

Die Lösung von Gl. (6.8) erfolgte numerisch. Es ergeben sich für Anregungsfrequenzen  $f$  im Bereich zwischen 0 und 1000 Hz periodische Lösungen. Das Verhältnis zwischen anregender und resultierender Amplitude der Sonde im Film beträgt ca.  $6 \cdot 10^{-3}$  für kleine Frequenzen und fällt monoton mit steigender Frequenz bis auf ca.  $1 \cdot 10^{-4}$ . Dieser Abfall erfolgt durch eine Abhängigkeit der Form  $1/f$  (vgl. Abb. 6.29). Zu einer festen Frequenz ergibt sich somit ein linearer Zusammenhang zwischen der Anregungsamplitude und der Amplitude der Sonde im Au-Film. Aufgrund der plastischen Eigenschaften des Au-Filmes kann die Amplitude im Film als Tiefe der entstandenen Linien interpretiert werden.

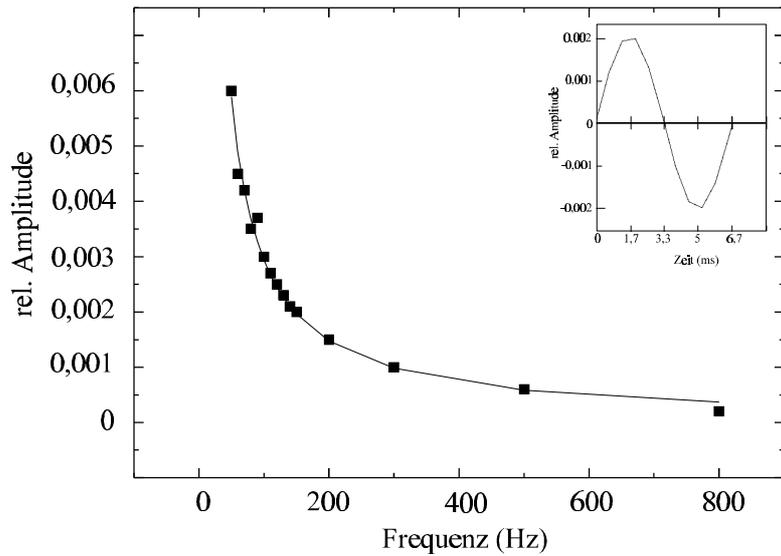


Abb. 6.29: Relative Amplitude der Sonde im Film in Abhängigkeit von der Anregungsfrequenz. Das kleine Bild zeigt eine Periode der numerischen Lösung von Gl. (6.8) für  $f=150$  Hz. Die Linie stellt eine Anpassung an die Meßwerte dar.

Den Schwellwert für das Auslösen von Gold aus dem Film kann diese einfache Überlegung nicht erklären, ebensowenig den absoluten Wert der Linientiefen. Der Grund hierfür ist einerseits, daß die in Gl. (6.8) enthaltenen (effektiven) Materialkonstanten  $K$  und  $I$  lokal sehr unterschiedlich sein können, da die Größe der Sonde mit der Größe der Körner des Goldfilms vergleichbar ist. Eine weitere Limitierung des Modells stellt die Tatsache dar, daß die Sonde sich nur während eines Bruchteils einer Periode der anregenden Schwingung im Film befindet.

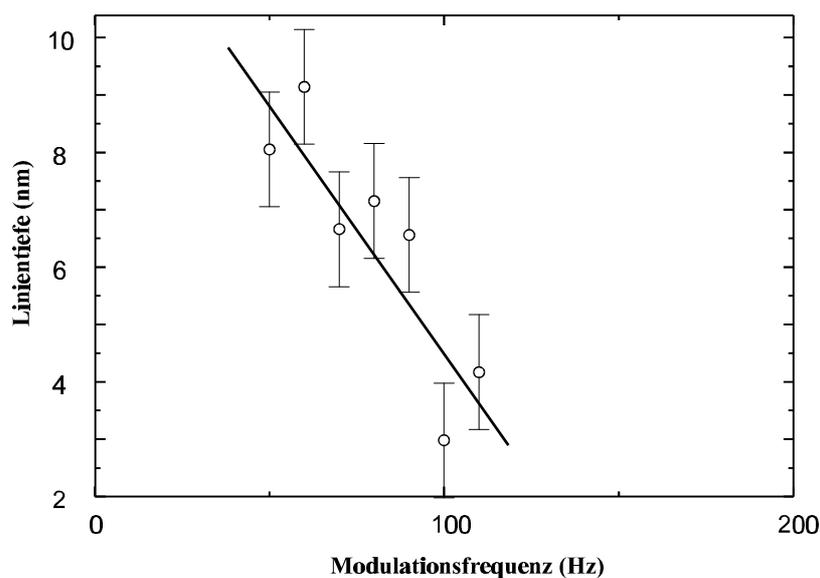


Abb. 6.30: Linientiefe in Abhängigkeit von der Modulationsfrequenz bei einer Maximalkraft von  $9,5 \mu N$ .

Die Abhängigkeit der Linientiefe von der Frequenz bei vorgegebener Maximalkraft ist in Abb. 6.30 gezeigt. Die Linientiefe nimmt mit steigender Frequenz im gezeigten Bereich nahezu linear ab, wie es aus der numerischen Lösung von Gl. (6.8) erwartet wird.

Mittels der Abhängigkeit der Linientiefe von der Modulationsfrequenz  $f$  läßt sich nun auch die Größe der beiden Schwellwerte im dynamischen Fall der Modifikation erklären. Der Schwellwert für die Strukturierung liegt bei den Filmen auf Glas und Si/SiO<sub>2</sub> bei einer Maximalkraft von 2,1  $\mu\text{N}$  für  $f = 50$  Hz und steigt bis auf 4,2  $\mu\text{N}$  für  $f = 800$  Hz. Das Auslösen von Material erfolgt bei diesen Filmen ab einer Maximalkraft von 8,4  $\mu\text{N}$  für  $f = 60$  Hz bzw. 21  $\mu\text{N}$  für  $f = 800$  Hz. Das Ansteigen dieser Schwellwerte mit der Frequenz ist der Abnahme der Linientiefe mit der Frequenz äquivalent.

Ein weiterer Parameter für die dynamische Modifikation von Au-Filmen ist die Geschwindigkeit, mit der sich die Sonde entlang der Probenoberfläche bewegt. Wenn eine Linie durch eine Abfolge von einzelnen Aufschlägen der Sonde auf die Probenoberfläche entsteht, sollten ab einer gewissen Geschwindigkeit der Sonde in der XY-Ebene keine Linien mehr entstehen, sondern nur noch einzelne Löcher. Folgende einfache Überlegung kann dafür herangezogen werden: Die Sonde bewegt sich in Z-Richtung sinusförmig über der Probe. In der unteren Halbperiode dringt sie in die Probe ein und hinterläßt eine Folge von Nanoindentationen. Ist die Entfernung zwischen diesen geringer als der Durchmesser der Sonde, entsteht eine Linie, da die einzelnen Abdrücke ineinander übergehen. Bewegt sich die Sonde in lateraler Richtung aber so schnell, daß sie sich in der oberen Halbperiode der Schwingung um mehr als ihren Durchmesser lateral fortbewegt, so entsteht nur noch eine Abfolge von Löchern. Wird die Geschwindigkeit nun weiter gesteigert, so müßte die Sonde während der unteren Halbperiode sogar kurze Linien in der Probenoberfläche hinterlassen. Diese entstehen dadurch, daß die Sonde aufgrund der lateralen Geschwindigkeit durch den Film bewegt wird. Die Anzahl der Kontakte der Spitze mit der Probe in Abhängigkeit von der Modulationsfrequenz  $f$  und der Lateralgeschwindigkeit  $v_x$  läßt sich folgendermaßen bestimmen: Die Bewegung der Sonde in Z-Richtung mit der Amplitude  $Z_0$  ist

$$Z(t) = Z_0 \sin(\omega t). \quad (6.10)$$

Die Bewegung der Sonde in X-Richtung mit der Geschwindigkeit  $v_x$  beträgt

$$X(t) = v_x t. \quad (6.11)$$

Die Zeit, während der sich die Sonde während einer Periode ohne Kontakt zur Probe fortbewegt, beträgt

$$\Delta t = \Delta t_1 + \Delta t_2 = \frac{e}{f}, \quad (6.12)$$

wobei  $\Delta t_1$  die Zeit ist, die zwischen dem Beginn der Periode der Schwingung mit der Frequenz  $f$  und dem Auftreffen der Sonde auf der Probe vergeht, und  $\Delta t_2$  die Zeit ist, die zwischen dem Ablösen der Sonde von der Probe und dem Ende der Schwingungsperiode vergeht.  $e$  trägt der Tatsache Rechnung, daß die Sonde sich nicht während der gesamten unteren Halbperiode im Kontakt mit der Probe befindet. Es gilt  $\frac{1}{2} < e < 1$ . Damit ergibt sich

$$\Delta X = e \frac{v_x}{f} \quad (6.13)$$

für die Strecke, welche sich die Sonde ohne Kontakt zur Probe fortbewegt. Die Anzahl des Auftreffens der Spitze ist nun die gesamte zurückgelegte Strecke dividiert durch diese Strecke  $\Delta X$ . Löcher entstehen für den Fall, daß

$$v_x > \frac{2}{e} fR. \quad (6.14)$$

Die Zusammenhänge sind in Abb. 6.31 zu sehen. Als Substrat wurde bei diesem Film Glimmer verwendet.

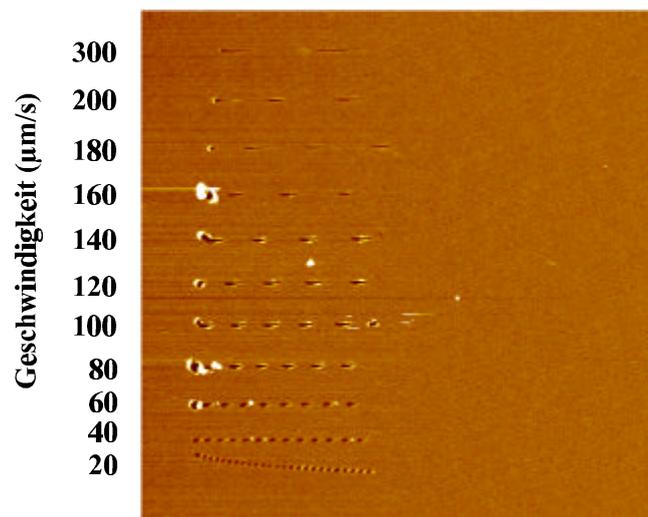


Abb. 6.31: Linien, die mit einer Modulationsfrequenz von 200 Hz und einer Maximalkraft von  $4,4 \mu\text{N}$  in einem Film auf Glimmer mit in Linienrichtung variierender Geschwindigkeit erzeugt wurden. Die Bildgröße ist  $29,5 \mu\text{m} \times 29,5 \mu\text{m}$ .

Die Abbildung zeigt eine Serie von Linien, die alle mit derselben Modulationsfrequenz und -amplitude bei verschiedenen Geschwindigkeiten in Linienrichtung geschrieben wurden. Die Geschwindigkeit in der Richtung der Linien ist für jede Linie neben dem Bild angegeben. In Abb. 6.31 ist ebenso zu sehen, daß die Löcher wieder zu Linien entarten, wenn die Geschwindigkeit so groß wird, daß die Sonde während der unteren Halbperiode namhaft durch die Oberfläche bewegt wird.

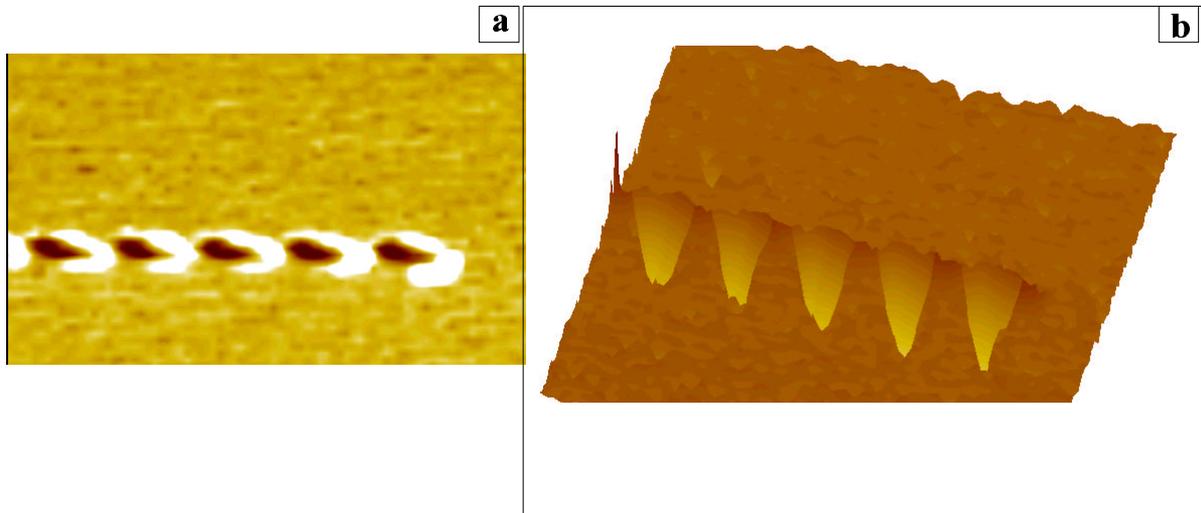


Abb. 6.32: (a) Ausschnitt aus der 140  $\mu\text{m/s}$ -Linie in Abb. 6.31. (b) Invertierte Darstellung von (a), welche die Geometrie der Spitze zeigt. Die Bildgrößen sind jeweils  $4,5 \mu\text{m} \times 4,5 \mu\text{m}$ .

In den hier vorgestellten Experimenten ist die Größe der entstandenen Strukturen nur von der Geometrie der Sonde abhängig. Abbildung 6.32(a) zeigt die Vergrößerung einer Lochfolge aus Abb. 6.31. In Abb. 6.32(b) ist die Topographie aus Abb. 6.32(a) zur Verdeutlichung invertiert dargestellt. Hier ist andeutungsweise die Geometrie der Sonde zu erkennen, wie sie auch aus der rasterelektronenmikroskopischen Aufnahme einer der verwendeten Sonden ersichtlich ist (vgl. Abb. 6.33).

*Abb. 6.33: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme einer zur Strukturierung verwendeten kommerziellen Sonde, bevor diese zur Strukturierung genutzt worden war.*

Die Ergebnisse dieser Untersuchungen dienen nun der Angabe eines Satzes von Strukturierungsparametern, um mikromechanisch oder lithographisch hergestellte Au-Leiterbahnen zu verjüngen und anschließend zu durchtrennen (vgl. Abb. 6.34). In den Trennungen können z.B. Au<sub>55</sub>-Cluster [Sch81] deponiert und auf diese Weise elektrisch kontaktiert werden [Sti98].

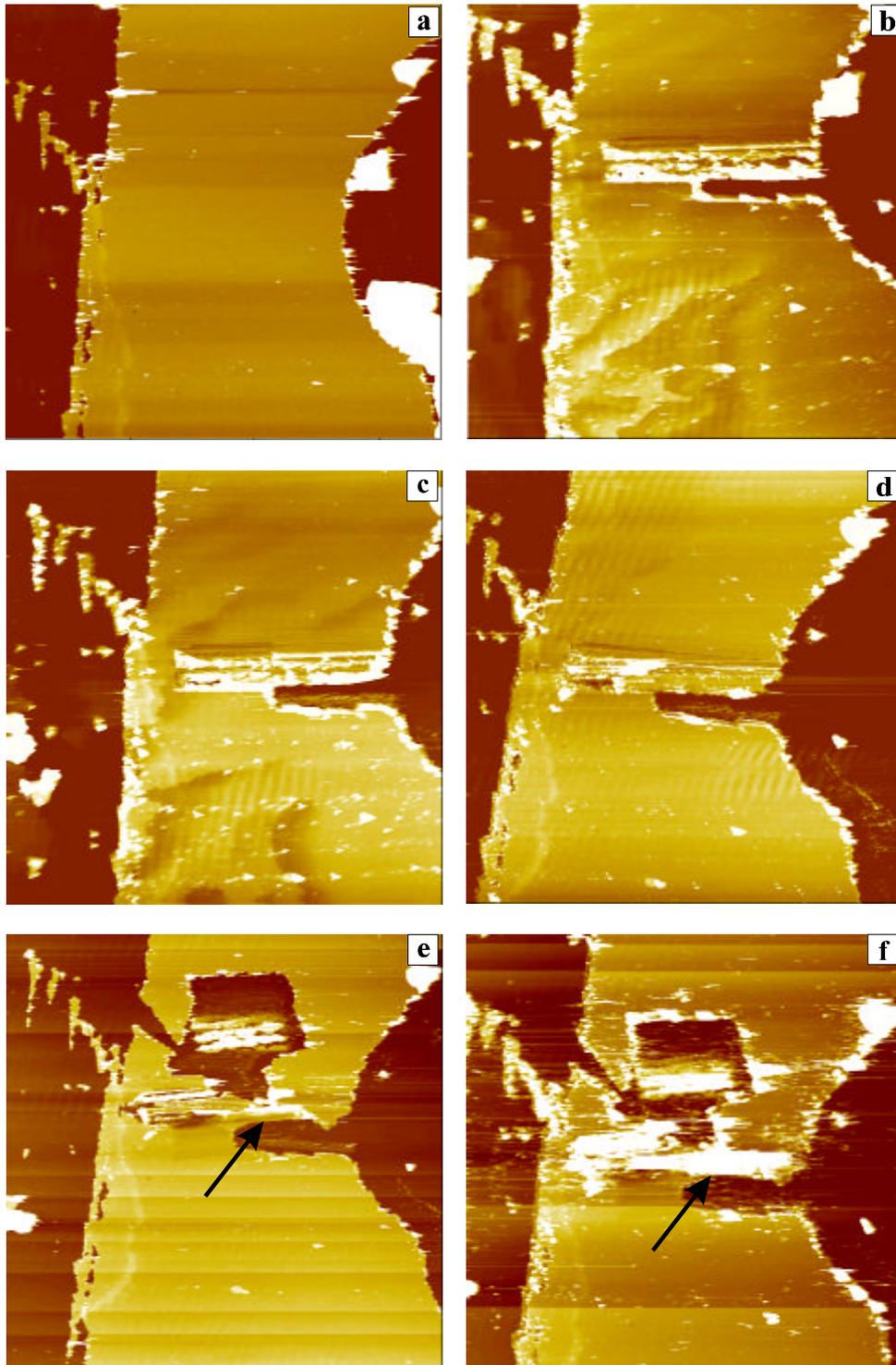


Abb. 6.34: (a)-(e) Sukzessives Ausdünnen einer mikromechanisch hergestellten Au-Leiterbahn auf Glas im dynamischen Modus der Modifikation. (f) Die fertig durchtrennte Leiterbahn (die Trennung verbirgt sich in dem Auswurf, siehe Pfeil). Die Bildgrößen sind jeweils  $70\ \mu\text{m} \times 70\ \mu\text{m}$ .

Eine weitere Möglichkeit zur Erzeugung dünner Spalte stellt die Verwendung eines mechanisch kontrollierbaren Bruchkontaktes (*mechanically controllable break junction, MCB*)

dar. Die Technik eignet sich zum Durchtrennen von Leiterbahnen [Mul92, Sti98] (vgl. Abb. 6.35) und anschließender Deposition von Clustern. Genau wie nach der Durchtrennung der Leiterbahnen mit AFM können somit die Cluster elektrisch kontaktiert und die gesamte Anordnung auf ihre Verwendung als Bauelemente hin untersucht werden.

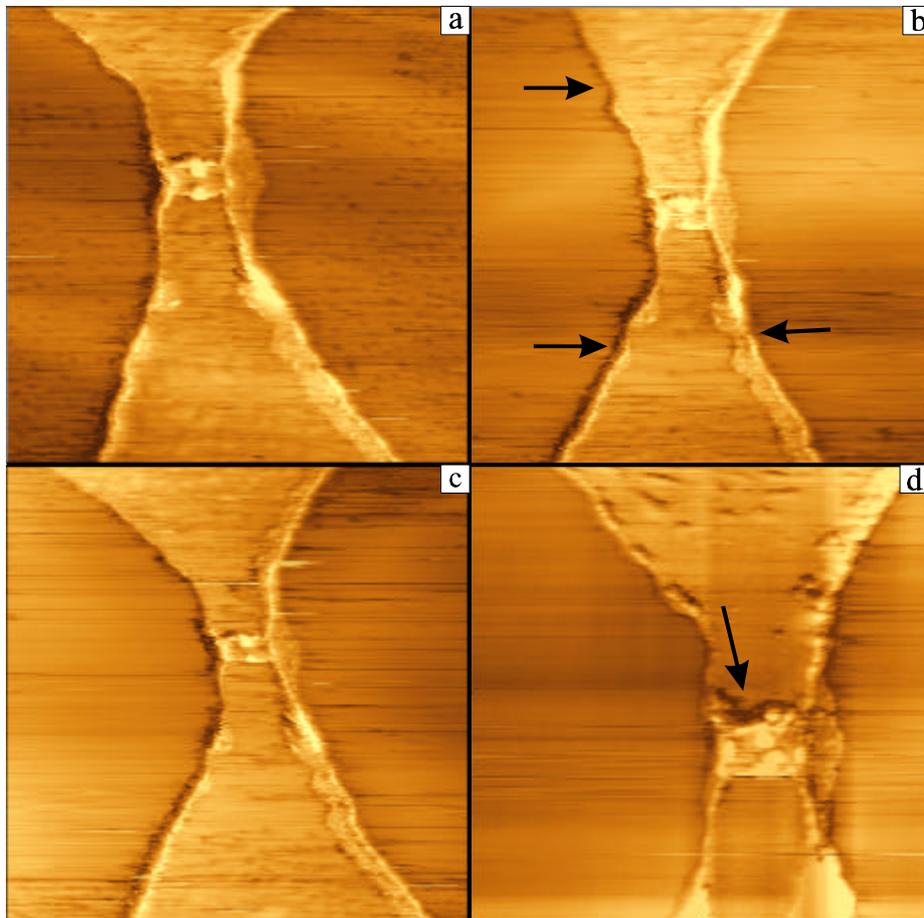


Abb. 6.35: AFM-Topographien einer lithographisch hergestellten Au-Brücke auf  $\text{SiO}_2/\text{Si}$  bei variierender Durchbiegung der Probe. (a) keine Durchbiegung (Bildgröße  $11 \mu\text{m} \times 11 \mu\text{m}$ ), (b)  $0,02 \text{ mm}$  (Bildgröße  $15 \mu\text{m} \times 15 \mu\text{m}$ ), (c)  $0,02 \text{ mm}$ ,  $30 \text{ min}$  später (Bildgröße  $15 \mu\text{m} \times 15 \mu\text{m}$ ) und (d)  $0,08 \text{ mm}$  (Bildgröße  $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$ ). Der Pfeil markiert einen Riß in der Brücke

Abbildung 6.35 zeigt das Entstehen eines Risses in einer Au-Leiterbahn auf  $\text{SiO}_2/\text{Si}$ . Bei vergleichsweise geringen Durchbiegungen der Probe (Abb. 6.35(b) und (c)) ändert die Brücke ihre Gestalt (vgl. Pfeile in Abb. 6.35(b)). Erst nach einer Durchbiegung von  $0,08 \text{ mm}$  senkrecht zur Probenoberfläche reißt die Brücke durch (vgl. Pfeil in Abb. 6.35(d)). In einen solchen Spalt können nun durch Aufschwemmen  $\text{Au}_{55}$ -Cluster deponiert werden. Die Breite der Spalte kann nun über die Auslenkung der Probe variiert werden [Sti98].

Unabhängig von der Herstellung der Spalte (AFM oder MCB) zeigte sich jedoch, daß dem Transport durch die Cluster Umlagerungen der Cluster im Spalt sowie Transport durch

Elektromigration von den Kanten des Spaltes überlagert ist (vgl. Abb. 6.36) [Bit95]. Damit ist eine Anwendung der auf die beschriebene Weise hergestellten Hybridbauelemente nur dann möglich, wenn die Cluster im Spalt fixiert werden können.

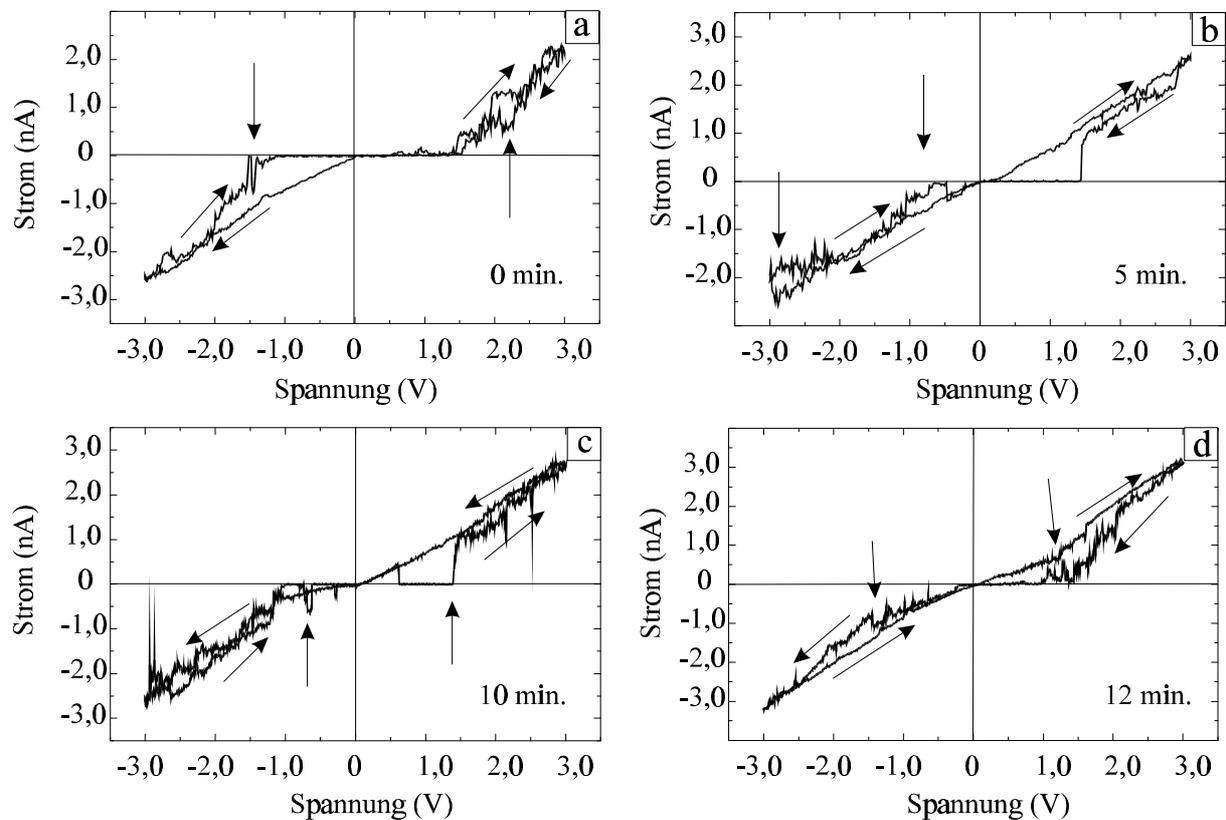


Abb. 6.36: Nacheinander aufgenommene Kennlinien einer durchtrennten Brücke mit  $Au_{55}$ -Clustern. In allen Kurven ist sowohl die steigende als auch die fallende Rampe aufgetragen. (a) direkt nach dem Bruch der Brücke, (b) 5 min. nach dem Bruch, (c) 10 min. danach und (d) 12 min. nach dem Bruch. Die schrägen Pfeile markieren die Durchlaufrichtung der Kennlinien, die geraden auftretende Instabilitäten.

Mechanisch stabilere Trennungen in metallischen Leiterbahnen lassen sich durch anodische Oxidation des Leiterbahnmaterials erzeugen. Die vorliegenden Untersuchungen beschränkten sich auf Ti-Leiterbahnen als Modellsystem. Es wurde die Abhängigkeit der Breite der entstehenden Oxidlinien von der zwischen Probe und Sondenspitze angelegten Spannung, der Auflagekraft der Sonde auf der Probe sowie der Schreibgeschwindigkeit untersucht. Die Schreibgeschwindigkeit entspricht hier der Zeit, die die Sonde über einem Punkt einer Linie verweilt. Diese Abhängigkeiten wurden sowohl in Form von Punktfeldern als auch von Linienfeldern untersucht, wobei zwischen zwei Punkten bzw. Linien jeweils einer der Parameter variiert wurde.

Abbildung 6.37(a) zeigt ein Punktfeld aus  $TiO_2$ , wobei sich die angelegte Spannung zwischen zwei Punkten jeweils um 0,5 V erhöht.

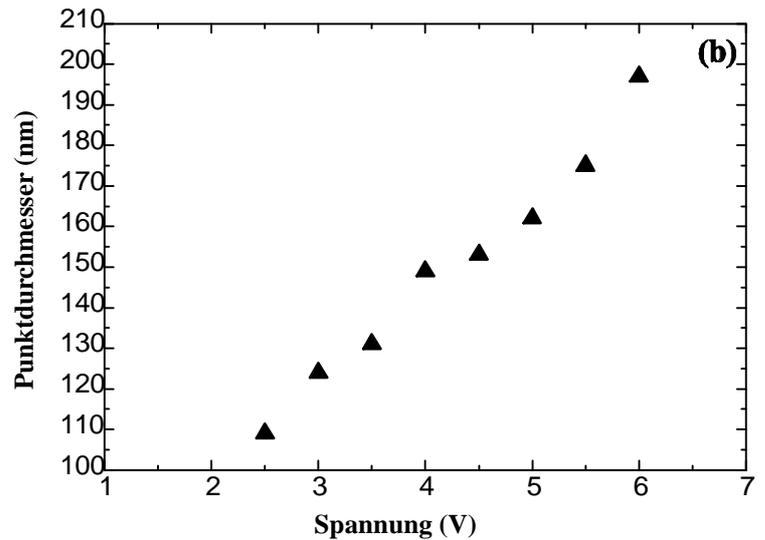
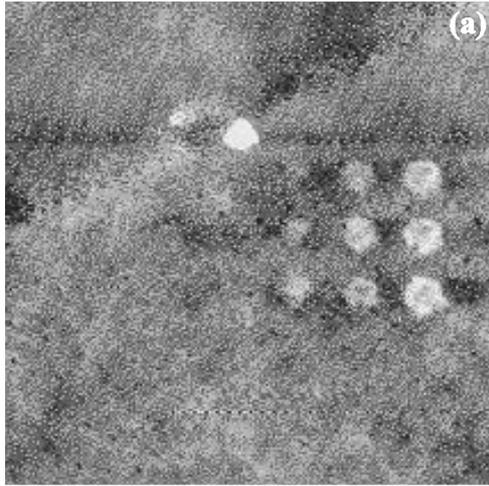


Abb. 6.37: (a) Punktfeld aus  $\text{TiO}_2$ , wobei die Spannung links oben beginnend jeweils um 0,5 V zuerst spalten- und dann zeilenweise steigt, Bildgröße  $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$ . b) Punktdurchmesser in Abhängigkeit von der angelegten Spannung für das Punktfeld aus (a).

Es ist deutlich eine Vergrößerung der Punktdurchmesser zu erkennen. Der erste Punkt (Mitte links in Abb. 6.37(a)) hat einen Durchmesser von 110 nm, der Durchmesser steigt mit der Spannung bis auf 200 nm. Der erste geschriebene Punkt ist in der Abbildung nicht zu sehen, die Spannung von 2 V reichte nicht aus um den Film zu oxidieren. Der Schwellwert für das Einsetzen der Oxidation der Ti-Filme liegt bei ca. 2,5 V. Dadurch ist auch die Vergrößerung der Punktdurchmesser mit steigender Spannung zu erklären. Das elektrische Feld in der Wasserkapillare zwischen Sonde und Probe ist durch die Form der Sonde stark inhomogen und direkt unter dem Sondenapex am größten. Je höher die von außen angelegte Spannung desto größer wird der Bereich, indem der Schwellwert zur Oxidation von Ti überschritten wird. Dieser Schwellwert des elektrischen Feldes liegt bei ungefähr  $10^7 \text{ V/cm}$ .

Abbildung 6.38(a) zeigt ein Punktfeld, in dem sich die Auflagekraft zwischen zwei Punkten erhöht. Es ist keine meßbare Vergrößerung der Punktdurchmesser im untersuchten Bereich zu erkennen (vgl. Abb. 6.38(b)), es entsteht jedoch eine immer größer werdende Vertiefung in der Mitte der Punkte mit steigender Auflagekraft. Diese Vertiefung resultiert aus einer Verdrängung des Wassers direkt unterhalb des Sondenapex mit steigender Kraft. Dadurch steht weniger Wasser zur Oxidation des Titans zur Verfügung.

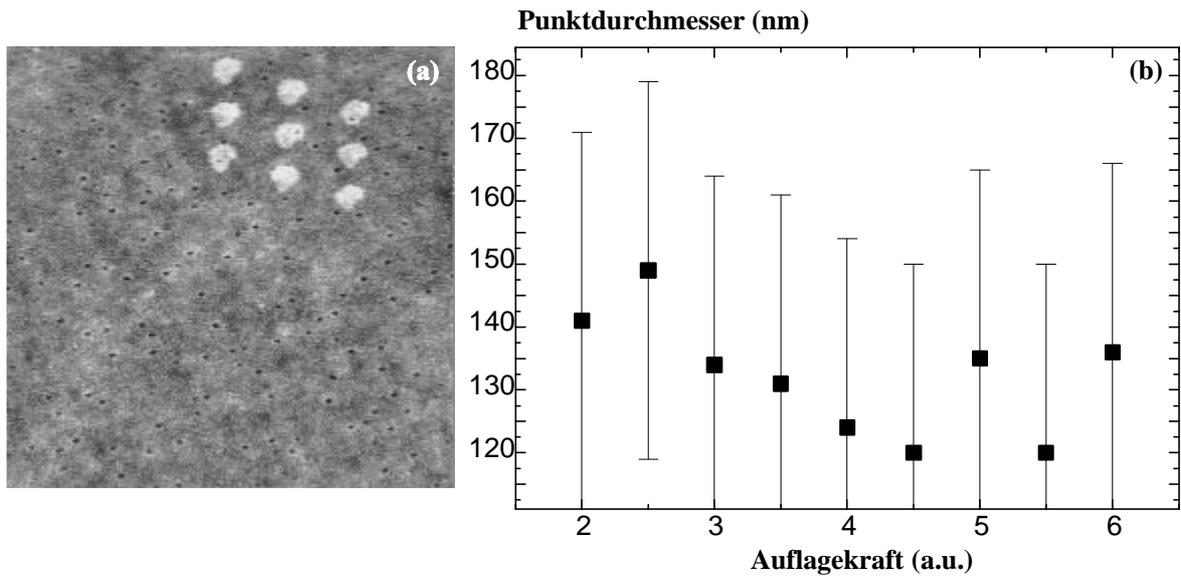


Abb. 6.38: (a) Punktfeld aus  $\text{TiO}_2$ . Die Auflagekraft erhöht sich dabei in der linken Spalte von oben nach unten und dann in den nächsten Spalten fortlaufend jeweils wieder von oben nach unten, Bildgröße  $2\ \mu\text{m} \times 2\ \mu\text{m}$ . (b) Punktdurchmesser in Abhängigkeit von der Auflagekraft für die Punkte aus (a).

In Abb. 6.39 sind drei  $\text{TiO}_2$ -Linien gezeigt, die mit unterschiedlicher Schreibgeschwindigkeit erzeugt wurden. Die Breite der Linien nimmt dabei mit steigender Geschwindigkeit von 70 nm bis auf 35 nm ab.

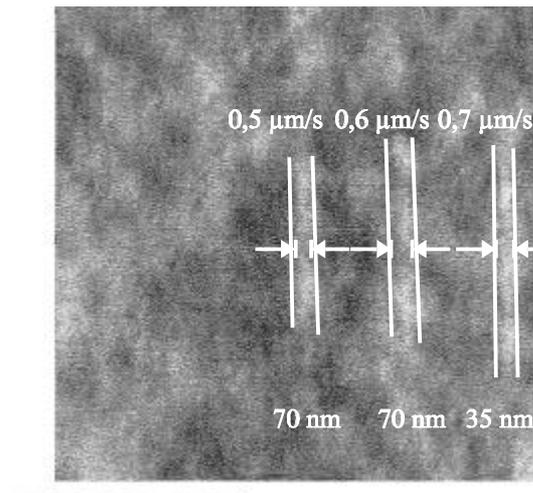


Abb. 6.39: Drei  $\text{TiO}_2$ -Linien, die mit verschiedenen Schreibgeschwindigkeiten erzeugt wurden. Die Bildgröße ist  $1,2 \mu\text{m} \times 1,2 \mu\text{m}$ .

Die Oxidation wurde in den hier gezeigten Messungen mit einer Kontaminationsspitze [Sch93] auf kommerziellen Si-Sonden durchgeführt. Wie bei jeder Strukturierung mit Hilfe der Rastersondentechniken zeigt sich auch hier ein starker Einfluß der Sondengeometrie auf die erzielbaren lateralen Strukturabmessungen [Sta92]. Mit Hilfe der in den beschriebenen Untersuchungen ermittelten Parameter ist es nun möglich, dünne Ti-Leiterbahnen zu durchtrennen, um letztendlich Quantenbauelemente herzustellen.

#### 6.4 Bauelementherstellung durch Kombination von Elektronenstrahlolithographie und Rasterkrafttechniken

Zur Erzeugung von SET-Speicherbauelementen wurde innerhalb dieses Teilprojektes eine Kombination aus konventioneller ESL und AFM-Lithographie verwendet [Gra00, Sti99].

In einem ersten ESL-Schritt werden nm-breite Leiterbahnen geschrieben. Dazu wurden Si/SiO<sub>2</sub>-Oberflächen mit einem elektronenstrahlempfindlichen Lack (PMMA) einer Dicke von ca. 100 nm beschichtet und anschließend mittels ESL entweder eine oder zwei gekreuzte Linien belichtet. Nach der Entwicklung des belichteten PMMA wurde mittels Sputterdeposition eine ca. 7 nm dicke Ti-Schicht aufgebracht. Anschließend wurde der verbleibende Resist einem *Lift-off*-Prozeß unterzogen. Im Idealfall entstehen Leiterbahnen aus Ti, die vollkommen ohne Resistrückstände sind.

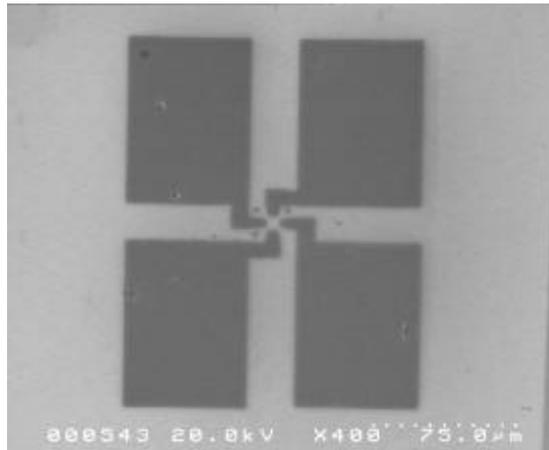


Abb. 6.40: SEM-Bild der Au-Kontaktflächen auf Si/SiO<sub>2</sub>. Die Größe der einzelnen Bondingpads ist ca. 65 µm x 90 µm, ihre Dicke ist 50 nm.

In einem zweiten ESL-Schritt wurden diese nm-dicken Leiterbahnen mit 65 µm x 90 µm-großen Kontaktpads an ihren Enden versehen, die zur konventionellen Kontaktierung dienen. Dazu werden die Ti-Leiterbahnen wiederum mit PMMA beschichtet und die Kontaktstruktur wird geschrieben. Nach der Entwicklung des belichteten PMMA wurde mittels Sputterdeposition eine ca. 50 nm dicke Au-Schicht aufgebracht. Die Strukturen wurden anschließend durch Bonden mit elektrischen Anschlüssen versehen. Abbildung 6.40 zeigt eine SEM-Aufnahme einer solchen Kontaktstruktur ohne Leiterbahnen.

In Abb. 6.41 ist eine vergrößerte SEM-Aufnahme eines Ti-Kreuzes dargestellt. Die Ti-Leiterbahnen haben eine Dicke von ca. 7 nm und eine Breite von ungefähr 1 µm.

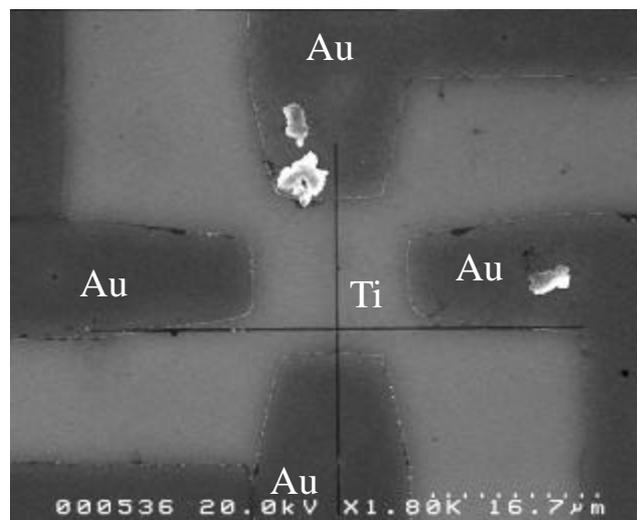


Abb. 6.41: Detaildarstellung zweier gekreuzter Ti-Leiterbahnen, die bereits mit Kontaktpads versehen sind. Die Dicke der Leiterbahnen beträgt ca. 7 nm.

Um die weitere Strukturierung der Leiterbahnen mittels AFM durchführen zu können und um die Funktionstüchtigkeit des späteren Bauelements zu gewährleisten, wurden sowohl die Leitfähigkeit als auch die Stabilität der Ti-Leiterbahnen gegenüber Elektromigration überprüft. Der hierzu verwendete Meßaufbau ermöglicht Transportuntersuchungen in einem Temperaturbereich von ca. 2,4 bis 300 K sowie in magnetischen Felder bis zu 5 T. Die hier vorgestellten I(V)-Kennlinien wurde jedoch innerhalb der Projektlaufzeit lediglich bei Raumtemperatur und ohne Anlegen eines Magnetfeldes aufgenommen.

Abbildung 6.42 (a) zeigt eine SEM-Aufnahme eines weiteren Ti-Kreuzes, wobei eine Leiterbahn im *Lift-Off*-Prozeß mit abgelöst wurde. In der Abbildung sind die Kontakte markiert, die für die Messung der in Abb. 6.42 (b) dargestellten I(V)-Kennlinie verwendet wurden.

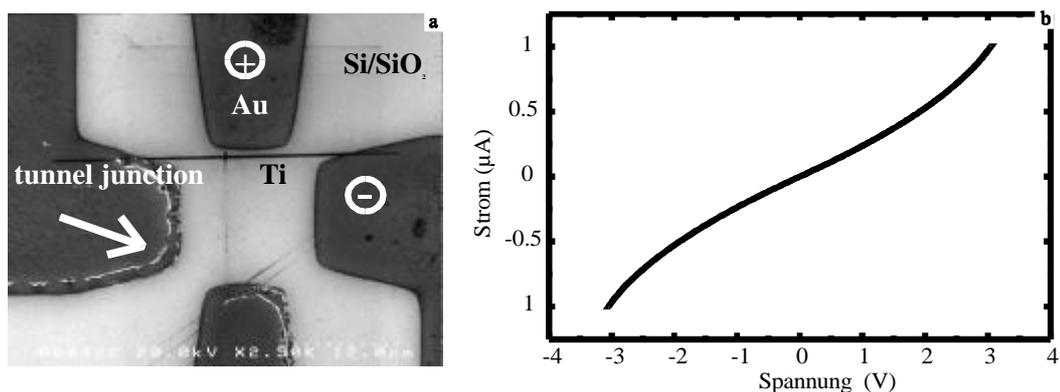


Abb. 6.42: (a) SEM-Aufnahme mit markierten Kontakten, die für die Messung der in (b) gezeigten I(V)-Kennlinie verwendet wurden.

Die I(V)-Kennlinien wurden aufgenommen, indem eine Stromrampe zwischen je zwei Kontakten angelegt und die resultierende Spannung gemessen wurde. Die Kennlinien zeigen alle einen mehr oder weniger linearen Verlauf, d.h. die Drähte inklusive ihrer Kontakte zeigen metallische Leitfähigkeit. Der gemessene Widerstand  $R_{\text{Au-Ti-Au}}$  beträgt ca. 3 k $\Omega$ . Die leichte Nichtlinearität, die in den Kennlinien beobachtet werden kann, ist auf zu große Streukapazitäten des verwendeten Meßaufbaus zurückzuführen. Zur Vermeidung störender Effekte wird daher zur Zeit ein weiterer Meßstand zur Charakterisierung der Transporteigenschaften der erzeugten Strukturen aufgebaut [Sti99]. Wurden zwischen dem in Abb. 6.42 (a) mit Tunnelkontakt markierten Au-Kontaktpad und einem der beiden anderen Kontakte I(V)-Kennlinien aufgenommen, zeigte sich ein stark nichtlinearer Verlauf mit einem linearen Kennlinienver-

lauf für kleine Spannungen und einem überproportionalen Stromanstieg für größere Spannungen. Dieses Ergebnis ist charakteristisch für eine Tunnelbarriere, die vermutlich aus Resistivstrukturen aus dem ersten *Lift-Off*-Prozeß resultiert.

Um ein einwandfreies Funktionieren der späteren Bauelemente in dem für ihren Betrieb typischen Arbeitsbereich zu gewährleisten, wurde ebenfalls die mechanische Stabilität der Strukturen bei hohen Stromdichten untersucht. Erst bei Strömen von 100 mA kommt es zu starken Elektromigrationseffekten, die zu einer Zerstörung der Ti-Leiterbahn führen und in der in Abb. 6.43 gezeigten SEM-Aufnahme deutlich zu sehen sind. Der resultierende Widerstand  $R_{\text{Au-Ti-Au}}$  hat von 3 k $\Omega$  auf ca. 10  $\Omega$  abgenommen. Die Experimente haben gezeigt, daß eine Zerstörung der Leiterbahnen erst in einem Bereich auftritt, der weit jenseits dessen liegt, was für den Betrieb von SET-Bauelementen typisch ist. Der Arbeitsbereich eines typischen SET-Bauelementes liegt bei einem Strom zwischen 100 pA und 1 nA für eine Spannung zwischen 0,2 und 1 V [Mat97].

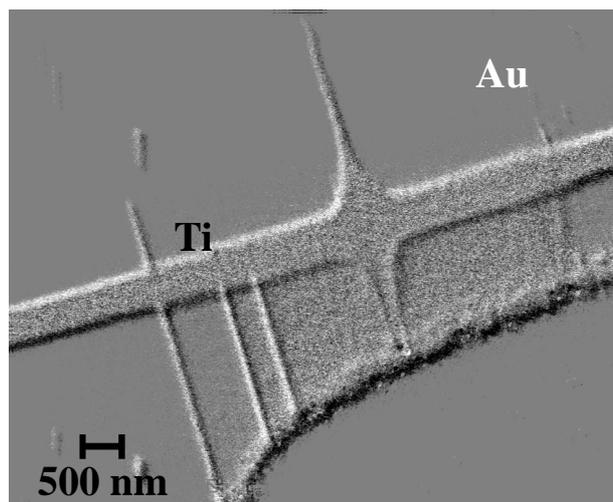


Abb. 6.43: SEM-Aufnahme der in Abb. 6.42 (a) gezeigten Ti-Leiterbahn, nachdem ein Strom von 100 mA durch die Leiterbahn geflossen ist.

Die weitere Strukturierung der Leiterbahnen erfolgte durch lokale anodische Oxidation mittels AFM. Die vorbereitenden Untersuchungen hierzu wurden bereits in Abschn. 6.3 beschrieben. Abbildung 6.44(a) zeigt eine 7nm dicke und 1,5  $\mu\text{m}$  breite Ti-Leiterbahn, die mittels des skizzierten Verfahrens unter Verwendung einer Kontaminationsspitze durchtrennt wurde. Die Breite des Schnittes beträgt an seiner engsten Stelle ca. 50 nm, an der breitesten Stelle ca. 140 nm. Die Transporteigenschaften wurden wiederum mit der oben beschriebenen Apparatur untersucht. Abbildung 6.44(b) zeigt eine I(V)-Kennlinie der Leiterbahn aus Abbildung 6.44(a).

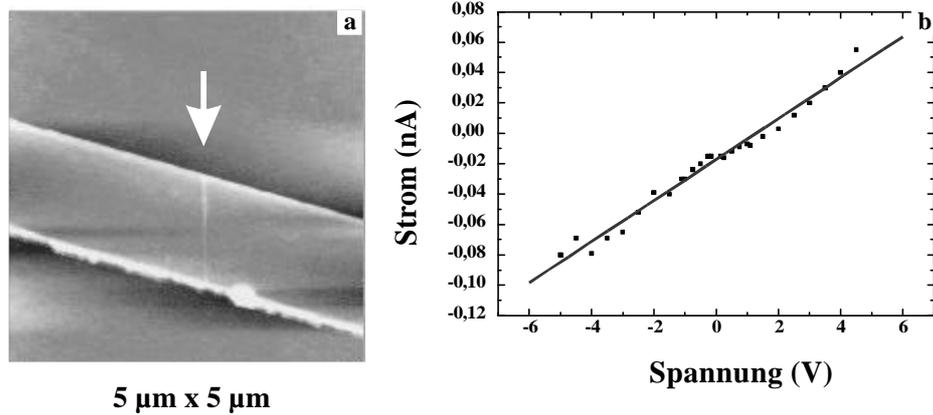


Abb. 6.44: (a) AFM-Aufnahme einer mittels anodischer Oxidation unter Verwendung einer Kontaminationsspitze durchtrennten Ti-Leiterbahn. (b)  $I(V)$ -Kennlinie der in (a) gezeigten Leiterbahn.

Die Kennlinie zeigt im untersuchten Bereich zwischen -6 V und 6 V einen nahezu linearen Verlauf. Die Leitfähigkeit beträgt ca. 13 pA/V. Trotz der Breite der Trennung von mindestens 50 nm deutet dieses Ergebnis auf eine Tunnelkontakt hin. Die Tunnelcharakteristik kann dabei nur über lokale Zustände innerhalb der Barriere zustande kommen.

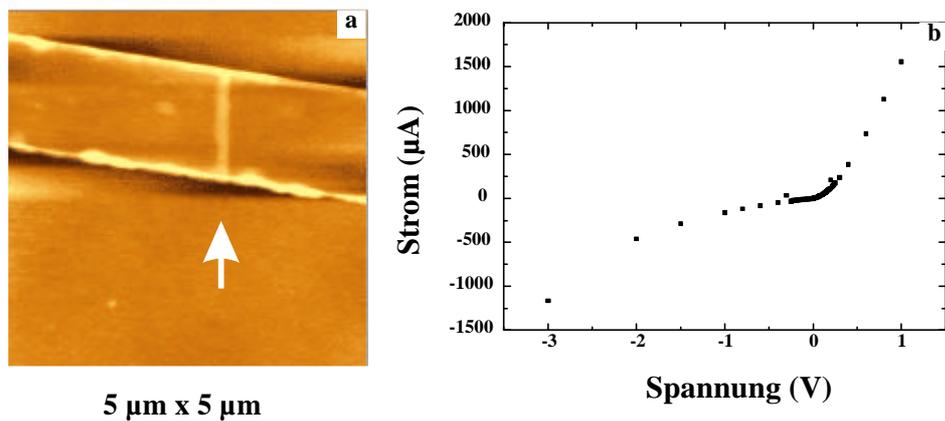


Abb. 6.45: (a) AFM-Aufnahme einer mittels anodischer Oxidation unter Verwendung einer kommerziellen Si-Sonde durchtrennten Ti-Leiterbahn. (b)  $I(V)$ -Kennlinie der in (a) gezeigten Leiterbahn.

Durch Verwendung einer nicht weiter prozessierten, kommerziellen Si-Sonde wurden breitere Durchtrennungen von Ti-Leiterbahnen erzeugt, wie in Abbildung 6.45(a) gezeigt. Abb. 6.45(b) zeigt eine  $I(V)$ -Kennlinie dieser durchtrennten Leiterbahn.

Die Leiterbahn in Abb. 6.45(a) ist 1,6  $\mu\text{m}$  breit und ca. 7 nm dick. Die Breite der Durchtrennung beträgt ca. 250 nm an der engsten und ca. 290 nm an der breitesten Stelle. Die Kennlinie zeigt eindeutig das Verhalten eines Metall-Halbleiter-Übergangs, wie für diese geometrischen Abmessungen der Leiterbahn bzw. des  $\text{TiO}_2$  zu erwarten ist.  $\text{TiO}_2$  ist ein Halbleiter mit einer Bandlücke von 3,03 eV [Gra72].

Die hier vorgestellten Ergebnisse schließen eine Verwendung von Ti-Leiterbahnen zur Herstellung von SET-Speicherbauelementen nicht grundsätzlich aus. Die mechanische Stabilität der Leiterbahnen gegenüber Elektromigration ist mehr als ausreichend. Der Transport durch die Oxidtrennungen der Leiterbahnen wird jedoch von den halbleitenden Eigenschaften des  $\text{TiO}_2$  beeinflusst, es handelt sich nicht um reine Tunnelbarrieren. Aufgrund dieses Ergebnisses sind weiterführende Experimente zur Klärung dieses Transportmechanismus notwendig [Gra00], um eine definitive Aussage über die Verwendbarkeit von rastersondentechnisch erzeugten Ti-Nanostrukturen als Grundlage für Speicherbauelemente treffen zu können. Ebenso werden andere Materialien zur Realisierung von Nanostrukturen, die mittels AFM erzeugt werden, in die Untersuchungen mit eingebunden.

## **7. Wissenschaftlich-technische Verwertbarkeit**

Wenn auch bislang kein Verfahren entwickelt werden konnte, von dem in Übereinstimmung aller Experten anzunehmen wäre, daß es ein zukünftiges Standard-Herstellungsverfahren für quantenelektronische Bauelemente wird, so hat doch das vorliegende Projekt, wie auch viele andere vergleichbare Ansätze mit dazu beigetragen, interessante Wege zumindest für das Herstellen von Prototyp-Bauelementen im Labormaßstab zu definieren. Nur die Verfügbarkeit kostengünstiger Verfahren, die es überall auf der Welt möglich machen, mit vergleichsweise geringem Aufwand quantenelektronische Strukturen herzustellen, ermöglichen die dezidierte Erforschung der vielfältigen physikalischen Wirkmechanismen und die parallele Optimierung derjenigen technologischen Ansätze, die sich am Ende als vielversprechend für die industrielle Produktion erweisen. Somit liegt der Hauptnutzen des vorliegenden Projektes nicht darin, unter Umständen einen Weg gefunden zu haben, der ein Patentrezept zur industriellen Herstellung quantenelektronischer Bauelemente zur Folge hätte, sondern vielmehr darin, einige Mix-and-match-Verfahren insbesondere auf der Basis von Elektronenstrahl- und Rastersondenlithographie dahingehend weiterentwickelt zu haben, daß die routinemäßige Herstellung und anschließende Charakterisierung bestimmter Quantenbauelemente auf Labormaßstab ohne allzu großen Aufwand und in reproduzierbarer Weise möglich ist.

Mit der Entwicklung eines Verfahrens zur Herstellung lokaler Interkalate auf Nanometerskala wurde allerdings ein Weg beschritten, der sich unter Umständen auch industriell als interessant erweisen könnte. Gerade hinsichtlich dieser potentiellen industriellen Verwertbarkeit ergab sich die Notwendigkeit, der Anmeldung von Schutzrechten eine Priorität vor einer umfassenden Publikation der Ergebnisse zu geben. Ein deutsches Patent wurde bereits erteilt. Europäische Schutzrechte wurden beantragt. Dies ist aus Sicht der Beteiligten als ein direkter Erfolg des vorliegenden Projektes einzuschätzen. Kleinere methodische und technische Optimierungen in bezug auf Probenpräparation sowie Konzeption und Betriebsmodi von Rastersondenmikroskopen erscheinen vielversprechend für die Implementierung in kommerziellen Geräten. Eine entsprechende Information steht den Rastersondenherstellern zur Verfügung.

## **8. Generelle Fortschritte innerhalb des Arbeitsgebietes**

Über Entwicklungen bei Tieftemperatur-UHV-STM wurde in den letzten drei Jahren kein beträchtlicher Fortschritt berichtet. Es gab zwar einige apparative Änderungen, die vorgestellten Systeme weisen aber immer noch Nachteile auf. Wehnes et al. [Weh98] haben einen Piezoschrittmotor konstruiert, der bei tiefen Temperaturen mit großer Zuverlässigkeit arbeitet. Das Antriebsprinzip ist das gleiche wie beim üblichen Reibungsschrittmotor [Ste98], wobei zur Befestigung der Motorachse anstatt einer Blattfeder eine magnetische Platte verwendet wird. Dadurch sind Untersuchungen an magnetischen oder supraleitenden Materialien aber von vornherein ausgeschlossen. Über eine weitere Entwicklung im Bezug auf die Schwingungsdämpfung berichten Wittneven et al. [Wit97], die einen in Sand getauchten, superisolierten  $^4\text{He}$ -Badkryostat verwenden. Die tiefste erreichbare Temperatur beträgt ca. 9 K. Beim Probenwechseln steigt die Temperatur des STM auf 45 K. Die Abkühlung von 45 K bis 9 K dauert ca. 3 - 4 Stunden. Pan et al. [Pan99] entwickelten ein auf einem  $^3\text{He}$ -Kühlschrank basierendes System, das ein Spalten der Probe bei tiefen Temperaturen zulässt. Das System erreicht eine Temperatur bis hinunter zu 240 mK, wobei die Abkühlzeit nicht angegeben ist. Bei 240 mK zeigte sich eine vertikale Auflösung besser als 0,5 pm und eine spektroskopische Auflösung besser als 20  $\mu\text{V}$ .

Im Bereich des Einzelelektronentunnelns konnte der Effekt bei Raumtemperatur erstmals im Projektzeitraum beobachtet werden [And96, Ish96, Mat96, Nak97]. Bis dahin wurde SET nur bei sehr tiefen Temperaturen ( $< 4\text{K}$ ) beobachtet. Für die Anwendung von SET in der Speichertechnologie sind jedoch nur Strukturen mit Kapazitäten im Zehntel-aF-Bereich von Interesse, da erst bei diesen Kapazitäten die Ladungsquantisierung bei Raumtemperatur beobachtbar und damit nutzbar wird. Erste Prototypen von SET-Speicherbauelementen auf Al-Basis sind bereits vorgestellt worden [Che97].

Das Augenmerk im Bereich der Transportphänomene durch nanoskalige Teilchen hat sich weg von Hybridstrukturen, also z. B. durch STM untersuchte Cluster auf Oberflächen oder durch Aufdampfen hergestellte Partikel zwischen vorstrukturierten Elektroden [Cos95, Kra93, Ral97], in die Richtung von Strukturen, die mit Hilfe von Rastersondentechniken hergestellt werden, entwickelt. Beispielhaft seien hier die Arbeiten von Matsumoto et al. [Mat96] und Shirakashi et al. [Shi98] genannt. Die für die Beobachtung von SET bei Raumtemperatur erforderliche Größe der Inseln zwischen den Zuleitungen werden in der letztgenannten Arbeit aber nur durch eine weitere thermische Oxidation der rastersondentechnisch hergestellten Strukturen erreicht. Matsumoto et al. [Mat96] verzichten auf eine solche Oxidation, erhalten aber nur Ströme im Bereich unter 1 pA. Diese Ströme sind nicht ausreichend um die SET-Transistoren wirklich anzuwenden. Trotz dieser Schwierigkeiten zeigen die beiden letztgenannten Arbeiten in eindrucksvoller Weise das Potential von Rastersondentechniken zur Herstellung nanoskaliger funktionaler Einheiten.

Daneben werden SET-Transistoren weiterhin durch Kombination verschiedener konventioneller Techniken, wie z. B. Elektronenstrahlolithographie und reaktives Ionenätzen [Ral97, Guo97] hergestellt und charakterisiert. Besonders herauszuheben sind auch die Arbeiten von D. L. Klein et al. [Kle97], die kolloidchemisch hergestellte CdSe-Cluster mit Hilfe von 1,6-HexanDiThiol zwischen zwei elektronenstrahlolithographisch hergestellten Kontaktfingern fixiert haben. Als Substrat wurde hochdotiertes Silizium verwendet, welches zusätzlich als Gateelektrode genutzt werden konnte. Ebenfalls elektronenstrahlolithographisch hergestellt wurde ein SET-Transistor aus Cr. Cr eignet sich zur Herstellung von SET-Bauelementen vor allem deshalb, weil die vergleichsweise niedrige Potentialbarriere zwischen  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  und anderen Materialien geometrisch breitere Oxidschichten bei gleichzeitig relativ geringem Tunnelwiderstand zulässt [Kuz96].

Mesoskopische Transportphänomene werden ebenfalls über die Erzeugung von Einatom-Punktkontakten [Kra93] untersucht. Zur Erzeugung solcher Punktkontakte wird ein Draht aus dem zu untersuchen Material mechanisch solange gedehnt bis er reißt. Während der Verlängerung des Drahtes wird seine Leitfähigkeit gemessen. Direkt vor dem Reißen besteht der Draht an seiner engsten Stelle nur noch aus einem einzigen bzw. einigen wenigen Atomen. Es ergeben sich stufenförmige Verläufe der Leitfähigkeit, wobei eine Stufe einem ganzzahligen Vielfachen von  $2e^2/h$  entspricht [Kra93, Cos95].

## 9. Literatur

- Abr85* D. W. Abraham, H. J. Mamin, E. Ganz und J. Clark, IBM J. Res. Dev. **30**, 493 (1986).
- Ase92* A. Asenjo, J.M. Gómez-Rodríguez und A.M. Baró, Ultramicroscopy **42-44**, 933 (1992).
- Avo97* P. Avouris, T. Hertel und R.Martel, Appl. Phys. Lett. **71**, 185 (1997)
- Bec85* R.S. Becker, J.A. Golovchenko, D.R. Hamann und B.S. Swartzentruber, Phys. Rev.Lett. **55**, 2032 (1985).
- Bec87* R. S. Becker, J. A. Golovchenko und B. S. Swartzentruber, Nature **325**, 419 (1987).
- Ber86* E. Bertel, R. Stockbauer und T.E. Madey, Surf. Sci. **141**, 355 (1984); B.M. Biber, S.L. Bernasek, Surf. Sci. **167**, 207 (1986); R. Konishi, S. Ikeda, T. Osaki und H. Sasakura, Jap. J. Appl. Phys. **29**, 1805 (1990).
- Ber98* R. Bernd, 29. IFF-Ferienkurs, Forschungszentrum Jülich (1998).
- Bin82a* G. Binnig und H. Rohrer, Helv. Phys. Act. **55**, 726 (1982).
- Bin82b* G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber und E. Weibel, Appl. Phys. Lett. **40**, 178 (1982).
- Bin86a* G. Binnig, Ch. Gerber und C. Quate, Phys. Rev. Lett. **56**, 930 (1986).
- Bin86b* G. Binnig und D.P.E. Smith, Rev. Sci. Instr. **57**, 1986 (1986).
- Bit95* L. Bitar, P. A. Serena, P. García-Mochales, N. García und Vi Thien Binh, Surf. Sci. **339**, 221 (1995).
- Bro81* A. Broers, J. Electrochem. Soc. **128**, 166 (1981).
- Bue65* H. Bueckle, *Micro-Hardness und ist Application* (Berliner Union, Stuttgart, 1965).

- Cha75* T. Chang, J. Vac. Sci. Tech. **12**, 1271 (1975).
- Che89* C.J. Chen und C.C. Tsuei, Solid State Commun. **71**, 33 (1989).
- Che92* C.J. Chen, Appl. Phys. Lett. **60**, 132 (1992).
- Che97* C.D. Chen, Y. Nakamura und J.S. Tsai, Appl. Phys. Lett. **71**, 2038 (1997).
- Cos95* J.L. Costa-Krämer, N. Garcia, P. Garcia-Mochalez, P.A. Serena, M.I. Marquéz und A. Correia, Phys. Rev. **B55**, 5416 (1995).
- Cro93a* M.F. Crommie, C.P. Lutz und D.M. Eigler, Nature **363**, 524 (1993).
- Cro93b* M.F. Crommie, C.P. Lutz und D.M. Eigler, Phys. Rev. **B48**, 2851 (1993).
- Cum96* S. Cumming, S. Thomas, S.P. Beaumont und J. M. R. Weaver, Appl. Phys. Lett. **68**, 322 (1996).
- Dag90* J.A. Dagata, J. Schneir, H.H. Harary, C.J. Evans, M.T. Postek und J. Bennet, Appl. Phys. Lett. **56**, 2001 (1990).
- Dav91* L.C. Davis, M.P. Everson, R.C. Jaklevic und W.D. Shen, Phys. Rev. **B43**, 3821 (1991).
- Day93* H. C. Day und D. R. Allee, Appl. Phys. Lett. **62**, 2691 (1993).
- Eig90* D. Eigler und E. K. Schweizer, Nature **344**, 524 (1990).
- Epo* Epo-Tek 417, Fa. Polytek.
- Fee87* R.M. Feenstra, J.A. Stroscio, J. Tersoff und A.P. Fein, Phys. Rev. Lett. **58**, 1192 (1987).
- Ger59* C.P. Germano, Inst. Radio Engineering **Juli-August 1959**, 96 (1959).
- Gim87* J.K. Gimzewski und R. Möller, Phys. Rev. **B36**, 1284 (1987).
- Gor95* A. E. Gordon, R.T. Fayfield, D.D. Litfin und T.K. Higman, J. Vac. Sci. Tech. **B13**, 2805 (1995).

- Gra00* A. Grabowski, laufende Diplomarbeit, Universität des Saarlandes (2000).
- Gra72* D. E. Gray (Hrsg.), *American Institute of Physics Handbook* (McGraw-Hill Book Company, New York, 1972) 3<sup>rd</sup> Edition.
- Guo97* L. Guo, E. Leobandung und S. Y. Chou, *Appl. Phys. Lett.* **70**, 850 (1997).
- Ham86* R.J. Hamers, R.M. Tromp und J.E. Demuth, *Phys. Rev. Lett.* **56**, 1972 (1986).
- Ham88* R.J. Hamers, *J. Vac. Sci. Tech.* **B6**, 1462 (1988).
- Ham88* R. J. Hamers, *J. Vac. Sci. Technol.* **B6**, 1462 (1988).
- Har96* L. Harriot, S.D. Berger, C. Biddick, M.I. Blakey, S.W. Bowler, K. Brady, R.M. Camarda, W.F. Connelly, A. Crocken, J. Custy, R. Dimarco, R.C. Farrow, J.A. Felker, L. Fetter, R. Freeman, L. Hopkins, H. A. Huggins, C.S. Knurek, J.S. Kraus, J.A. Liddle, M. Mkrtychan, A.E. Novembre, M.L. Peabody, R.G. Tarascon, H.H. Wade, W.K. Waskiewicz, G.P. Watson, K.S. Werder und D. Windt, *J. Vac. Sci. Tech.* **B14**, 3825 (1996).
- Has93* Y. Hasegawa und Ph. Avouris, *Phys. Rev. Lett.* **71**, 1071 (1993).
- Her82* H. Hertz, *J. Reine Angew. Math.* **92**, 152 (1882).
- Hes89* H.F. Hess, R.B. Robinson, R.C. Dyness, J.M. Valles Jr. und J.V. Waszczak, *Phys. Rev. Lett.* **62**, 214 (1989).
- Hes90* H.F. Hess, R.B. Robinson und J.V. Waszczak, *Phys. Rev. Lett.* **64**, 2711 (1990).
- Hes92* H.F. Hess, C.A. Murray und J.V. Waszczak, *Phys. Rev. Lett.* **69**, 2138 (1992).
- Hod96* U. Hodel, Diplomarbeit, Universität des Saarlandes (1996).
- Hol83* N.A.W. Holzwarth, S.G. Louie, und S. Rabi, in: *Intercalated Graphite* (M.S. Dresselhaus, G. Dresselhaus, J.E. Fischer und M.J. Moran, eds.), *Mat. Res. Soc. Proc.* **20**, 107 (1983).

- Hör94* G. Hörmundinger, Phys. Rev. **B49**, 13897, (1994).
- Ish96* H. Ishikuro, T. Fuji, T. Saraya, G. Hashiguchi, T. Hiramoto und T. Ikoma, Appl. Phys. Lett. **68**, 3585 (1996).
- Jun92* T. A. Jung, A. Moser, H.j. Hug, D. Brodbeck, R. Hofer, H. R. Hidber und U. D. Schwarz, Ultramicroscopy **42-44**, 1446 (1992).
- Kai88* W.J. Kaiser, L.D. Bell, M.H. Hecht und F.J. Grunthner, J. Vac. Sci. Technol. **A6**, 529 (1988).
- Kir87* J.R. Kirtley, S.I. Raider, R.M. Feenstra und A.P. Fein, Appl. Phys. Lett. **50**, 1607 (1987).
- Kle97* D.L. Klein, R. Roth, A.K.L. Lim, A.P. Alivisatos und P.L. McEuen, Nature **389**, 1 (1997).
- Kon95* S. Kondo, S. Heike und Y. Wada, J. Appl. Phys. **78**, 155 (1995).
- Kra93* J.M. Krams, C.J. Muller, I.K. Yanson, Th.C.M. Govaert, R. Hesper und J.M. van Ruitenbeek, Phys. Rev. **B48**, 14721 (1993).
- Kuz96* L.S. Kuzmin, Y.A. Pashkin, A.N. Tavkelidze, F.-J. Ahlers, T. Weinmann, D. Quenter und J. Niemeyer, Appl. Phys. Lett. **68**, 2902 (1996).
- Li97* J.T. Li, W.-D. Schneider und R. Berndt, Phys. Rev. **B56**, 7656 (1997).
- Li98a* J.T. Li, W.-D. Schneider, R. Berndt und R. Delley, Phys. Rev. Lett. **80**, 2893 (1998).
- Li98b* J.T. Li, W.-D. Schneider, R. Berndt und S. Crampin, Phys. Rev. Lett. **80**, 3332 (1998).
- Lo95* C. Lo, M. Rooks, M. Isaacson und H. Craighead, J. Vac. Sci. Tech. **B13**, 812 (1995).
- Ma81* S. Ma, M. Parikh und W. Ward, J. Vac. Sci. Tech. **19**, 1275 (1981).
- Mam90* H. J. Mamin, P. H. Guethner und D. Rugar, Phys. Rev. Lett. **65**, 2418 (1990).

- Mat95* K. Matsumoto, S. Takahashi, M. Ishii, M. Hoshi, A. Kurokawa, S. Ichimura und A. Undo, Jpn. J. Appl. Phys. **34**, 1387 (1995).
- Mat96* K. Matsumoto, M. Ishii, K. Segawa, Y. Oka, B.J. Vartanian und J.S. Harris, Appl. Phys. Lett. **68**, 34 (1996).
- Mat97* z.B. K. Matsumoto, Proc. IEEE **85**, 612 (1997).
- McC87* M. A. McCord und R. F. W. Pease, Appl. Phys. Lett. **50**, 569 (1987).
- McC97* M. A. McCord, J. Vac. Sci. Tech. **B15**, 2125 (1997).
- Mie95* F. Mielke, Diplomarbeit, RWTH Aachen und FZ Jülich GmbH (1995).
- Mul92* C. J. Muller, J. M. van Ruitenbeek und L. J. de Jongh, Physica C **191**, 485 (1992).
- Nak97* A. Nakajima, T. Futatsugi, K. Kosemura, T. Fukano und N. Yokoyama, Appl. Phys. Lett. **70**, 1742 (1997).
- Pan99* S. H. Pan, E. W. Hudson und J. C. Davis, Rev. Sci. Instrum. **70**, 1459 (1999).
- Per94* G. Persch, Ch. Born und B. Utesch, Appl. Phys. A **59**, 29 (1994).
- Pol86* D.W. Pohl, IBM J. Res. Develop. **30**, 417 (1986).
- Ral97* D.C. Ralph, C.T. Black und M. Tinkham, Phys. Rev. Lett. **78**, 4087 (1997).
- Rob98* A. P. G. Robinson, R. E. Palmer, T. Tada, T. Kanayama und J. A. Preece, Appl. Phys. Lett. **72**, 1302 (1998).
- Sch81* G. Schmid, R. Pfeil, R. Boese, F. Bundermann, S. Meyer, G. H. M. Calis und J. W. A. van der Velden, Chem. Ber. **114**, 3634 (1981).
- Sch93* K. Schiffmann, Nanotechnology **4**, 163 (1993).
- Sch95* H.W. Schumacher, B. Kracke und B. Damaschke, Thin Solid Films **264**, 268 (1995).

- Sch97* K.-D. Schock, F.E. Prins, S. Strähle und D.P. Kern, J. Vac. Sci. Tech. **B15**, 2323 (1997).
- Shi98* J.I. Sharakashi, K. Matsumoto, N. Miura, M. Konagai, J. Appl. Phys. **83**, 5567 (1998).
- Sie99* Richard Sietmann, c't 2/1999, 82 (1999).
- Sno94* E. S. Snow und P.M. Campbell, Appl. Phys. Lett. **64**, 1932 (1994).
- Sno95* E. S. Snow und P. M. Campbell, Science **270**, 1639 (1995).
- Sta* Staveley Sensors Inc., East Hartford, CT, USA, Typ EBL#4.
- Sta91* U. Stauffer, L. Scundella, H. Rudin, H.-J. Güntherodt und N. Garcia, J. Vac. Sci. Technol. B **9**, 1389 (1991).
- Sta92* U. Stauffer in: *Scanning Tunneling Microscopy* (R. Wiesendanger und H.-J. Güntherodt Eds.), Springer Series in Surface Sciences **28**, Springer, Berlin 1992) 2. Aufl.
- Ste98* R. Steinkampf, Diplomarbeit, Universität des Saarlandes (1998).
- Sti98* Ch. Stief, Diplomarbeit, Universität des Saarlandes (1998).
- Sti99* Ch. Stief, laufende Dissertation, Universität des Saarlandes (1999).
- Sug93* H. Sugimura, T. Uchida, N. Kitamura und H. Masuhara, Appl. Phys. Lett. **63**, 1288 (1993).
- Tan88* M. Tanaka, W. Mizutani, T. Nakashizu, N. Morita, S. Yamazaki, H. Bundo, M. Ono und K. Kajimura, J. Microsc. **152**, 183 (1988).
- Tan89* M. Tanaka, T. Takahashi, H. Katayama-Yoschida, S. Yamazaki, M. Fujinami, Y. Okabe, W. Mizutani, M. Ono und K. Kajimura, Nature **339**, 691 (1989).
- Tan90* M. Tanaka, S. Yamazaki, M. Fujinami, T. Takahashi, H. Katayama-Yoschida, W. Mizutani, K. Kajimura und M. Ono, J. Vac. Sci. Technol. **A8**, 475 (1990).

- Thu90* T. Thundat, L.A. Nagahara, P.I. Oden, S.M. Lindsay, M.A. George und W.S. Glausinger, J. Vac. Sci. Tech. **A8**, 3537 (1990).
- Tro86* R.M. Tromp, R.J. Hamers und J.E. Demuth, Phy. Rev. **B34**, 1388 (1986).
- Uch98* S. Uchino, J. Yamamoto, S. Migitaka, K. Kojima, M. Hashimoto und H. Shiraishi, J. Vac. Sci. Tech. **B16**, 3684 (1998).
- Und96* R. P. Undres, T. Bein, M. Dorogi, S. Feng, J.I. Henderson, C.P. Kubiak, W. Mahoney, R.G. Osifchin und R. Reifenberger, Science **272**, 1323 (1996).
- Wat95* P. Watson, S. Berger, J. A. Liddle und W. K. Waskiewicz, J. Vac. Sci. Tech. **B13**, 2504 (1995).
- Web97* U. Weber, Diplomarbeit, Universität des Saarlandes (1997).
- Weh 98* D. Wehnes, J. Meier, J. Classen und C. Enss, Appl. Phys. **A66**, 41 (1998).
- Wei92* J. Weis, R.J. Haug, K. von Klitzing und K. Ploog, Phys. Rev. **B46**, 12837 (1992).
- Win88* J. Wintterlin, Dissertation, FU Berlin (1988).
- Wit97* C. Wittneven, R. Dombrowski, S. H. Pan und R. Wiesendanger, Rev. Sci. Instrum. **68**, 3806 (1997).
- Wo95* C.Wo, W. Lo, M. Rooks, M. Isaacson, H. Craighead und A. Novembre, J. Vac. Sci. Tech. **B13**, 2980 (1995).
- Wol88* R. Wolkow und Ph. Avouris, Phys. Rev. Lett. **60**, 1049 (1988).
- Yaz97* Ali Yazdani, B.A. Jones, C.P. Lutz, M.F. Crommie und D.M. Eigler, Science **275**, 1767 (1997).

## 10. Tagungsbeiträge, Publikationen und Patentanmeldungen

### Tagungsbeiträge:

U. Memmert, U. Hodel und U. Hartmann

Lokale Modifikation von dünnen Ag-Filmen auf Si(100) mit dem Rastertunnelmikroskop  
DPG-Frühjahrstagung, Münster, 17.-21.3.1997

U. Weber, R. Houbertz und U. Hartmann

Scanning tunneling spectroscopy on small metal islands on oxidized Al(111)  
STM '97, Hamburg, 20.-25.7.1997

R. Houbertz, U. Weber und U. Hartmann

Scanning tunneling spectroscopy on Au thin film structures deposited on HOPG  
STM '97, Hamburg, 20.-25.7.1997

G. Kann, R. Houbertz und U. Hartmann

Aufbau eines Tieftemperatur-Rastertunnelmikroskops für Untersuchungen im UHV  
DPG-Frühjahrstagung, Regensburg, 23.-27.3.1998

U. Weber, R. Houbertz und U. Hartmann

Untersuchungen zum elektronischen Transport in Au/HOPG Heterostrukturen  
DPG-Frühjahrstagung, Regensburg, 23.-27.3.1998

Ch. Stief, A. Grabowski, R. Houbertz und U. Hartmann

Electron-beam and AFM lithography for generating mesoscopic structures  
Interdisciplinary Symposium for Young Scientists, Essen, 11.-13.1.1999

R. Houbertz, U. Weber und U. Hartmann

Formation of quantum devices by generating local intercalation compounds – negative differential resistance of gold on graphite  
Interdisciplinary Symposium for Young Scientists, Essen, 11.-13.1.1999

Ch. Stief, A. Grabowski, R. Houbertz und U. Hartmann

Nanostrukturierung von Titanfilmen mittels Rasterkraftmikroskopie  
DPG-Frühjahrstagung, Münster, 22.-26.3.1999

### Veröffentlichungen:

U. E. Volmar, U. Weber, R. Houbertz, and U. Hartmann, Appl. Phys. **A66**, S735 (1998).

R. Houbertz, U. Weber, and U. Hartmann, Appl. Phys. **A66**, S149 (1998).

U. E. Volmar, U. Weber, R. Houbertz and U. Hartmann, Physica **B240**, 38 (1997).

U. Memmert, U. Hodel, and U. Hartmann, Proc. NANO IV Conf., Beijing, China, 1996; J. Vac. Sci. Technol. **B15**, 1364 (1997).

Patent:

R. Houbertz, U. Weber und U. Hartmann

Verfahren und Methoden zur Herstellung räumlich begrenzter Interkalatstrukturen

Nr. PT1.1517 (1997)