

**GSI** *ii*

**GSI-93-34  
REPORT  
SEPTEMBER 1993  
ISSN 0171-4546**

**RASTERTUNNELMIKROSKOPIE AN TECHNISCHEN  
OBERFLÄCHEN**

R. STEPHAN

(Doktorarbeit, GH Kassel)

Gesellschaft für Schwerionenforschung mbH  
Postfach 110552 · D-64220 Darmstadt · Germany



# Rastertunnelmikroskopie an technischen Oberflächen

Dissertation

zur Erlangung des  
Doktorgrades der Naturwissenschaften

vorgelegt beim  
Fachbereich Physik der  
Gesamthochschule Kassel

von

Roland Stephan

Kassel  
Mai 1993

Vom Fachbereich Physik der Gesamthochschule Kassel als Dissertation angenommen.

Dekan: Prof. Dr. R. Kassing

Gutachter: Prof. Dr. H. Gärtner, Prof. Dr. K. Röhl

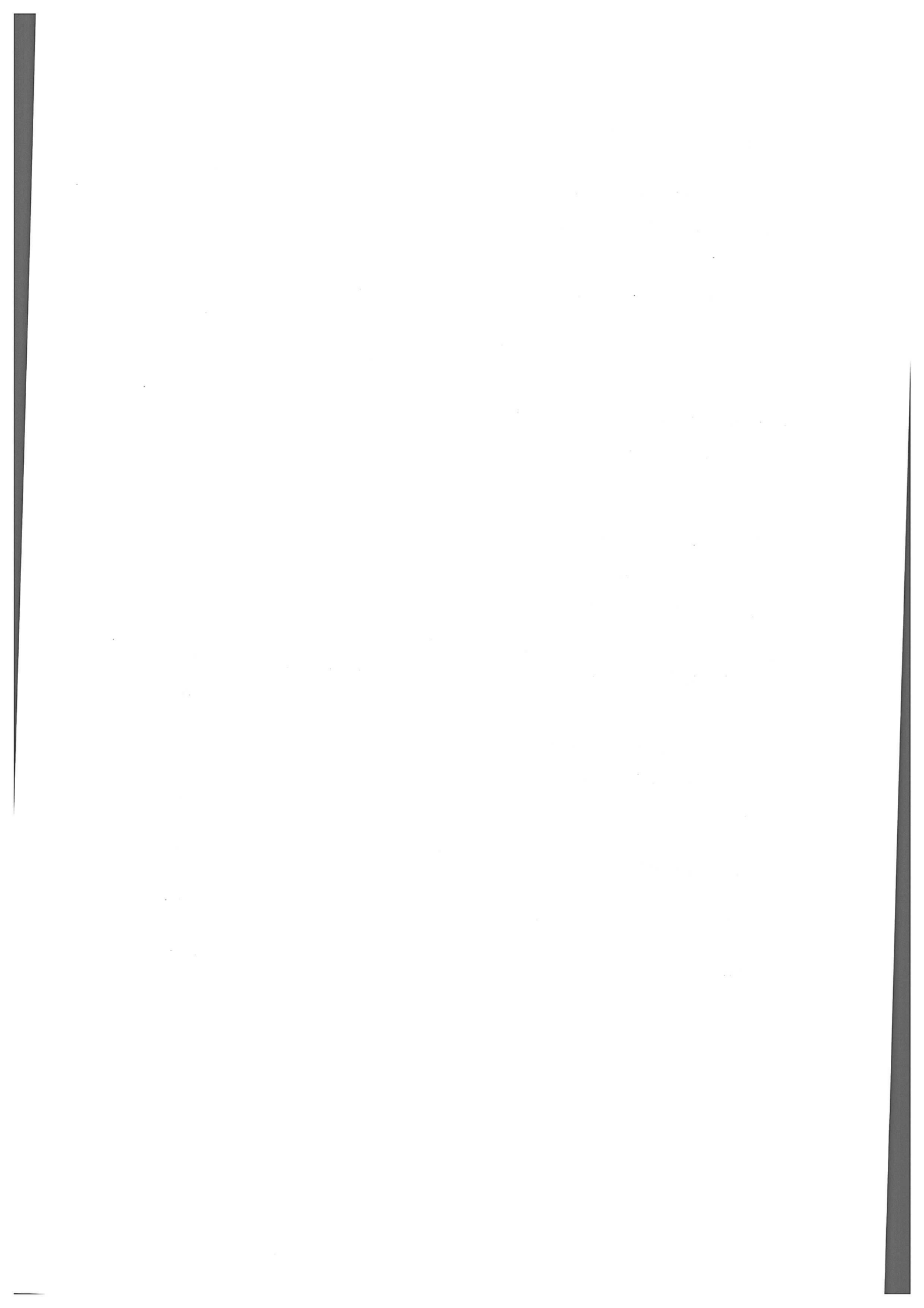
Datum der mündlichen Prüfung: 9. Juli 1993.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>I</b>	<b>Das Rastertunnelmikroskop</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Grundlagen der Rastertunnelmikroskopie</b>	<b>3</b>
2.1	Eindimensionales Modellsystem . . . . .	4
2.2	Transmissionsansatz . . . . .	5
2.3	Transferansatz . . . . .	7
2.4	Auflösung . . . . .	9
2.5	Barrierenhöhe . . . . .	10
2.6	Spektroskopie . . . . .	10
<b>3</b>	<b>Mechanischer Aufbau</b>	<b>12</b>
3.1	Anforderungen . . . . .	12
3.2	Rastertunnelmikroskop für technische Anwendungen . . . . .	13
3.2.1	Rastersystem . . . . .	13
3.2.2	Mechanische Grobverstellung . . . . .	16
3.2.3	Mechanische Dämpfung und Abschirmung . . . . .	16
3.3	RTM für hohe Auflösung . . . . .	19
3.4	Anmerkungen . . . . .	19
<b>4</b>	<b>Regelungselektronik</b>	<b>21</b>
4.1	Prinzip der Regelung . . . . .	21
4.2	Aufbau des Regelkreises . . . . .	24
<b>5</b>	<b>Computersteuerung</b>	<b>26</b>
5.1	Hardware . . . . .	26
5.2	Software . . . . .	26
5.3	Rastersteuerung . . . . .	27
5.4	Grobverstellung . . . . .	28

<b>6</b>	<b>Bildverarbeitung</b>	<b>30</b>
6.1	3D-Darstellung . . . . .	30
6.2	Darstellungsarten . . . . .	30
6.3	Programmfunktionen . . . . .	31
6.4	Optionen . . . . .	31
6.5	Filterung . . . . .	32
6.5.1	Filter im Ortsraum . . . . .	32
6.5.2	Filter im Frequenzraum . . . . .	36
6.6	Rauheitsermittlung . . . . .	38
<b>7</b>	<b>Spitzenpräparation</b>	<b>45</b>
<b>8</b>	<b>Testmessungen</b>	<b>49</b>
8.1	Technische Dimensionen . . . . .	49
8.2	Atomare Auflösung . . . . .	54
8.3	Fehler und Artefakte . . . . .	55
<b>II</b>	<b>Anwendungen</b>	<b>60</b>
<b>9</b>	<b>Ionenimplantation</b>	<b>61</b>
9.1	Interatomares Potential . . . . .	61
9.2	Kernbremsvermögen . . . . .	62
9.3	Elektronischer Energieverlust . . . . .	64
9.4	Erzeugung von Schäden . . . . .	66
9.5	Simulation . . . . .	67
9.6	Sekundäre Prozesse . . . . .	67
9.7	Verbesserung von Materialeigenschaften durch Ionenimplan- tation . . . . .	69
<b>10</b>	<b>Härtemessung</b>	<b>71</b>

<b>11 Ionenimplantiertes Titan</b>	<b>74</b>
11.1 Probenpräparation . . . . .	74
11.2 Meßergebnisse . . . . .	76
11.3 Ergebnisse der Rauheitsbestimmung . . . . .	82
11.4 Härtemessung . . . . .	84
11.5 Diskussion . . . . .	85
<b>12 Ionenimplantierter Graphit</b>	<b>87</b>
12.1 Meßergebnisse . . . . .	87
12.2 Diskussion . . . . .	92
<b>13 Titannitridschichten</b>	<b>94</b>
13.1 Strukturzonenmodell . . . . .	94
13.2 Eigenspannungen . . . . .	95
13.3 Probenpräparation . . . . .	98
13.4 REM-Messungen . . . . .	98
13.5 RTM-Messungen . . . . .	102
13.6 Röntgenuntersuchung . . . . .	105
13.7 Weitere Messungen . . . . .	105
13.8 Diskussion . . . . .	107
<b>14 Zusammenfassung</b>	<b>108</b>
<b>A Elastischer Zweierstoss</b>	<b>116</b>
<b>B Danksagung</b>	<b>120</b>



# 1 Einleitung

Die Erfindung der Rastertunnelmikroskopie durch Binnig und Rohrer, 1986 mit dem Nobelpreis für Physik gewürdigt, hat eine stürmische Entwicklung in Gang gesetzt. Das Faszinierende an dieser Erfindung war die Möglichkeit, die atomare Struktur von Festkörperoberflächen direkt abzubilden, und zwar mit relativ einfachen Mitteln.

Schon nach kurzer Zeit hat sich aus dem Rastertunnelmikroskop (RTM) eine ganze Klasse von Rastersondenmikroskopen entwickelt, bei denen die verschiedensten Wechselwirkungen zwischen Probe und einer speziellen Sonden spitze zur Messung von Oberflächeneigenschaften ausgenutzt werden (atomare, magnetische, elektrostatische Kräfte; optisches, akustisches Nahfeld).

Neben der Abbildung atomarer Strukturen, der Anwendung in der Oberflächenphysik, bietet sich das RTM jedoch auch zur Untersuchung größerer Strukturen an, wie sie im Bereich der technischen Physik auftreten.

Im Fachgebiet Experimentalphysik III von Prof. Dr. Gärtner an der Gesamthochschule Kassel beschäftigen wir uns vor allem mit Möglichkeiten, Oberflächen für Anwendungen des Maschinenbaus zu verbessern, insbesondere Härte und Verschleißfestigkeit zu erhöhen. Im Vergleich zur reinen Oberflächenphysik, die typischerweise Monolagen von Adsorbatatomen im Ultrahochvakuum untersucht, sind die Dimensionen hier andere. Hartstoffschichten können Dicken bis in den Bereich von Mikrometern aufweisen. Auch Strukturelemente der Mikrotechnik (z. B. von Optical Disks, die in dieser Arbeit untersucht wurden) liegen in diesem Bereich. Die Schichten werden meistens im Feinvakuum hergestellt und sollen an Luft untersucht werden.

Meine Aufgabe war es, ein RTM aufzubauen, das zur Untersuchung von technischen Oberflächen geeignet ist, also mit einem Rasterbereich, der diese Dimensionen bewältigen kann und einer zusätzlichen Grobverstellung, um verschiedene Stellen auf der Probe zu messen und vergleichen zu können, oder um besonders interessante Stellen wie lokale Schäden (z. B. Risse) oder aufgebrauchte Markierungen zu erreichen. Gleichzeitig ist es natürlich wünschenswert, auch atomare Auflösung zu erreichen. Diese unterschiedlichen Anforderungen müssen in der Konstruktion berücksichtigt werden.

Im ersten Teil der Arbeit werden die physikalischen Grundlagen (Kap. 2) und die technische Realisierung des Tunnelmikroskops dargestellt.

Um die geschilderten komplementären Zielsetzungen zu erreichen, habe ich beide Wege beschritten. Zunächst wurde ein RTM für technische Anwendungen aufgebaut, das über einen großen Rasterbereich und zusätzliche Grobverstellung in drei Achsen verfügt. Danach wurde ein RTM für atomare Auflösung konstruiert, das einen einfachen, kompakten Aufbau und dadurch hohe Stabilität und Empfindlichkeit besitzt. Mit den hier gewonnenen Erfahrungen konnte schließlich auch die Konstruktion für technische Anwendungen

hohe Stabilität und Empfindlichkeit besitzt. Mit den hier gewonnenen Erfahrungen konnte schließlich auch die Konstruktion für technische Anwendungen so modifiziert werden, daß atomare Auflösung erreicht wurde. Der mechanische Aufbau ist in Kapitel 3 beschrieben.

Entsprechend dazu muß auch die Regelungselektronik durch einstellbare Regel- und Verstärkungsparameter an die unterschiedlichen Anforderungen angepaßt werden können (Kap. 4).

Der Computer ist inzwischen ein unverzichtbarer Bestandteil aller Rastersondenmethoden geworden. Er übernimmt zum einen die Steuerung der Messung und die Aufnahme der Meßdaten (Kap. 5), zum anderen die nachträgliche Bearbeitung und Präsentation der Daten. Weiterhin bietet sich die Möglichkeit, da das RTM ja eine echte dreidimensionale Messung der untersuchten Oberfläche liefert, auch eine quantitative Analyse der Topographie vorzunehmen. Hierbei habe ich mich an der bekannten technischen Rauheit orientiert und dieses Maß größenordnungsbezogen verwendet. Bildverarbeitung und Rauheitsanalyse sind in Kap. 6 dargestellt.

Als eigentliche Meßsonde ist die Spitze entscheidend für die Qualität der Messung. Während die atomare Spitzenstruktur nicht genau bekannt ist, läßt sich die Spitzenform, die für die Messung von rauhen, technischen Proben von Bedeutung ist, durch elektrochemisches Ätzen in der gewünschten Form präparieren. Diese Methode und die erzielten Ergebnisse stellt Kap. 7 vor.

Kap. 8 demonstriert anhand von Testmessungen an bekannten Strukturen den Rasterbereich und die Auflösung des RTMs sowie typische Fehler und Artefakte.

Im zweiten Teil der Arbeit werden Ergebnisse von Untersuchungen technischer Oberflächen mit dem RTM vorgestellt.

Die Ionenimplantation, das Einschießen hochenergetischer Ionen in den Festkörper, ist ein Verfahren, mit dem bei verschiedenen Materialien eine Härtesteigerung erzielt werden kann. Kap. 11 zeigt die Veränderungen der Oberflächentopographie von technischem Titan nach Implantation mit Krypton-Ionen in hoher Dosis, wobei die Veränderungen hier vor allem den  $\mu\text{m}$ -Bereich betreffen.

In Kap. 12 wird dagegen der Effekt einzelner Einschüsse auf atomarer Ebene nachgewiesen. Hierzu wurde Graphit als Probe verwendet.

Als letztes Beispiel wird im dreizehnten Kapitel die Anwendung des RTMs auf dünne Schichten dargestellt. Untersucht wurde hier der Einfluß der Substrattemperatur (Stahl) auf die Eigenschaften magnetronzerstäubter Titanitridschichten.

## Teil I

## Das Rastertunnelmikroskop

## 2 Grundlagen der Rastertunnelmikroskopie

Das Rastertunnelmikroskop (RTM), zu Beginn der achtziger Jahre von Binnig und Rohrer [Bi 86] entwickelt, benutzt eine feine Spitze als Meßsonde. Diese bringt man bis auf den Abstand von etwa einem halben Nanometer an die Probe heran. In diesem Bereich besteht eine endliche Wahrscheinlichkeit für die Elektronen, mittels des quantenmechanischen Tunneleffekts von der Spitze auf die Probe zu gelangen oder umgekehrt. Handelt es sich bei Spitze und Probe um Leiter und legt man zwischen beiden eine kleine Spannung an, so fließt ein kontinuierlicher Tunnelstrom, der als Meßsignal ausgenutzt werden kann. Abb. 2.1 zeigt den prinzipiellen Aufbau eines RTMs. Die Spitze wird mit einem piezoelektrischen Feinversteller rasterförmig über die Probe gefahren. Die Z-Auslenkung wird dabei durch einen geeigneten Regelkreis so nachgeregelt, daß der Tunnelstrom immer konstant bleibt (Konstantstrommodus). Das Regelsignal wird gleichzeitig vom Computer aufgenommen und in Bilddaten umgesetzt. Bei atomar glatten Proben ist es auch möglich, die

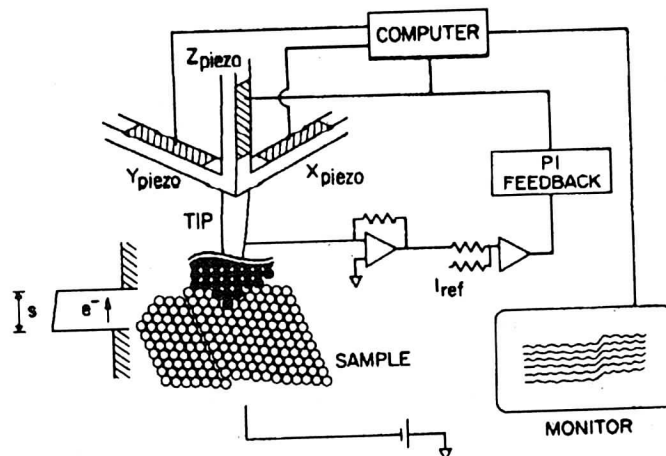


Abbildung 2.1: Schematischer Aufbau eines RTMs [Ku 89]

Z-Auslenkung konstant zu halten und beim Rastern die Variation des Tunnelstroms als Meßsignal aufzunehmen (Konstanthöhenmodus).

## 2.1 Eindimensionales Modellsystem

Die wichtigsten Charakteristika des Tunnelkontakts können schon aus der Betrachtung der eindimensionalen Potentialbarriere abgeleitet werden (s. z.B. [Sc 85]), wie in Abb. 2.2 skizziert.

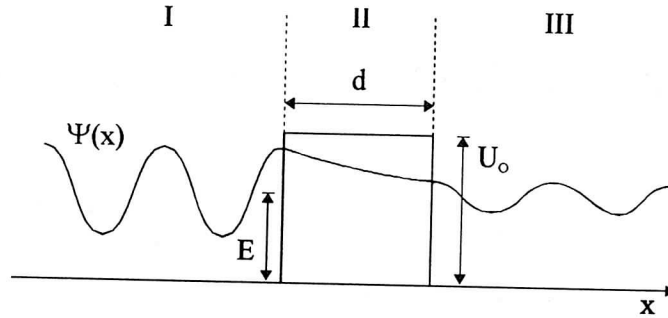


Abbildung 2.2: Tunneleffekt an der eindimensionalen Potentialbarriere

Die Schrödingergleichung für die frei beweglichen Elektronen in den Gebieten I und III lautet:

$$\frac{d^2\psi}{dx^2} + \frac{2m}{\hbar^2}E\psi = 0 \quad (2.1)$$

und im Gebiet II mit der Potentialbarriere  $U_0$  der Breite  $d$ :

$$\frac{d^2\psi}{dx^2} + \frac{2m}{\hbar^2}(E - U_0)\psi = 0. \quad (2.2)$$

Die Lösungen sind von der Form

$$\psi = \alpha e^{ikx} + \beta e^{-ikx}, \quad (2.3)$$

wobei

$$k_1 = k_3 = k = \frac{1}{\hbar}\sqrt{2mE} \quad (2.4)$$

im Gebiet I und III und

$$k_2 = \kappa = \frac{i}{\hbar}\sqrt{2m(U_0 - E)}, \quad (2.5)$$

für  $E < U_0$ , im Gebiet II.

Die Berechnung der Koeffizienten  $\alpha$  und  $\beta$  folgt unter der Bedingung der Stetigkeit von Wellenfunktion und erster Ableitung an den Grenzpunkten der drei Bereiche. Als Voraussetzung soll gelten, daß die Welle von links mit der Intensität 1 einläuft und im Gebiet III nicht mehr reflektiert wird, also  $\alpha_1 = 1$  und  $\beta_3 = 0$ . Der Durchgangskoeffizient  $D$ , das Verhältnis der Intensitäten von durchgehender zu einfallender Welle, vereinfacht sich damit zu

$$D = \frac{|\alpha_3|^2}{|\alpha_1|^2} = |\alpha_3|^2. \quad (2.6)$$

Mit

$$\alpha_3 = \frac{4k\kappa e^{ikd}}{(k + \kappa)^2 e^{-i\kappa d} - (k - \kappa)^2 e^{i\kappa d}} \quad (2.7)$$

ergibt sich nach Umformung

$$D = \frac{4k^2\kappa^2}{(k^2 + \kappa^2)^2 \sinh^2 \kappa d + 4k^2\kappa^2}. \quad (2.8)$$

Mit der Näherung  $\sinh^2 \kappa d \approx \frac{1}{4}e^{2\kappa d}$  und unter Vernachlässigung des zweiten Terms im Nenner läßt sich  $D$  schreiben als

$$D = g \cdot e^{-2\kappa d} = g \cdot e^{-2/\hbar \sqrt{2m(U_0 - E)}d}, \quad (2.9)$$

wobei

$$g = \frac{16k^2\kappa^2}{(k^2 + \kappa^2)^2}. \quad (2.10)$$

Als wesentliches Charakteristikum erscheint also eine mit dem Abstand  $d$  exponentiell abfallende Tunnelwahrscheinlichkeit. Für ein beliebig geformtes Potential läßt sich der Ausdruck für  $D$  mit der WKB-Näherung erweitern zu

$$D = \exp \left[ -\frac{2}{\hbar} \int_{x_0}^{x_0+d} \sqrt{2mU(x) - E} dx \right], \quad (2.11)$$

unter Vernachlässigung des Vorfaktors, der von der Größenordnung 1 ist.

## 2.2 Transmissionsansatz

Der Transmissionsansatz geht von der oben aufgezeigten Vorstellung der Transmission eines Elektrons durch die Potentialbarriere aus und erweitert sie auf die dreidimensionale Betrachtung zweier Festkörper. Im folgenden werden die Festkörper jeweils durch ein in einem Kasten eingeschlossenes freies Elektronengas repräsentiert (Abb. 2.3).

Zur Berechnung des Tunnelstroms müssen die Durchgangskoeffizienten  $D$  aller besetzten  $k$ -Werte aufsummiert werden. Jeder einzelne Wert wird gewichtet mit der Frequenz mit welcher ein Elektron auf die Grenzfläche trifft. Dieser Wert ergibt sich einfach aus der entsprechenden Gruppengeschwindigkeit  $v_x$  in  $x$ -Richtung pro Einheitslänge, wobei

$$v_x = \frac{1}{\hbar} \frac{\partial E}{\partial k_x}. \quad (2.12)$$

Zwischen den beiden Elektroden sei die Spannung  $V$  angelegt, welche das Fermi-Niveau der rechten Seite um  $eV$  erniedrigen soll. Ein (elastischer) Tunnelprozeß z. B. von links nach rechts kann nur stattfinden, wenn ein besetztes Niveau der Energie  $E$  in Elektrode 1 ein unbesetztes Niveau der gleichen

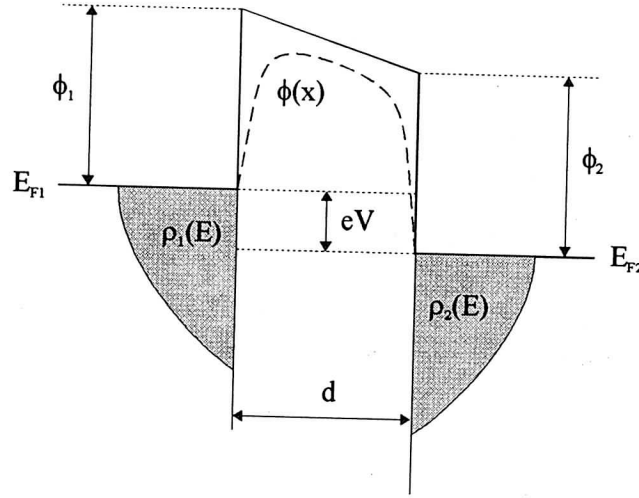


Abbildung 2.3: Tunnelkontakt zweier Festkörper.  $\phi(x)$  skizziert den Einfluß der Bildladung auf den Potentialverlauf

Energie in Elektrode 2 vorfindet. Die Besetzung wird von der Fermi-Funktion  $f(E)$  beschrieben. Für die Tunnelstromdichte  $J$  von links nach rechts folgt damit:

$$J_{12} = \frac{2e}{(2\pi)^3} \iiint d^2 k_t dk_x \left( \frac{1}{\hbar} \frac{\partial E}{\partial k_x} \right) D(E_x, V) f(E) [1 - f(E + eV)] \quad (2.13)$$

Die y- und z-Komponente des k-Vektors sind hierbei zu  $k_t$  zusammengefaßt. Der Übergang zu einer Integration über die Energie erfolgt mit

$$dk_x = \frac{1}{\hbar v_x} dE_x$$

und

$$d^2 k_t = (2\pi)^2 \rho_t dE_t,$$

wobei

$$\rho_t = \frac{m}{2\pi\hbar^2}$$

die (zweidimensionale) transversale Zustandsdichte bedeutet. Damit wird

$$J_{12} = \frac{2e\rho_t}{h} \iint D(E_x, V) f(E) [1 - f(E + eV)] dE_x dE_t \quad (2.14)$$

und

$$J_{21} = \frac{2e\rho_t}{h} \iint D(E_x, V) f(E + eV) [1 - f(E)] dE_x dE_t \quad (2.15)$$

Der Gesamtstrom  $J$  ergibt sich aus der Differenz der gegeneinander laufenden Einzelströme.

$$J = \frac{2e\rho_t}{h} \iint D(E_x, V) [f(E) - f(E + eV)] dE_x dE_t \quad (2.16)$$

Betrachten wir das System am absoluten Nullpunkt, so erstreckt sich das Integral nur über eine Schale der Breite  $E_F - eV$  am Rand der Fermi-Kugel. Es läßt sich nun schreiben in der Form:

$$J(V) = \frac{2e\rho_t}{h} \left[ \int_{E_F - eV}^{E_F} D(E_x, V) dE_x + \int_0^{E_F - E_x} dE_t + \int_0^{E_F - eV} D(E_x, V) dE_x + \int_{E_F - eV - E_x}^{E_F - E_x} dE_t \right] \quad (2.17)$$

und, nach Ausführung der transversalen Integration,

$$J(V) = \frac{2e\rho_t}{h} \left[ eV \int_0^{E_F - eV} D(E_x, V) dE_x + \int_{E_F - eV}^{E_F} D(E_x, V) (E_F - E_x) dE_x \right]. \quad (2.18)$$

Mit der mittleren Barrierenhöhe  $\bar{\phi}$

$$\bar{\phi} = \frac{1}{d} \int_{x_0}^{x_0+d} \phi(x) dx \quad (2.19)$$

läßt sich  $D$  nach der WKB-Methode in guter Näherung schreiben als

$$D = \exp \left[ -A \sqrt{E_F + \bar{\phi} - E_x} d \right], \quad (2.20)$$

wobei

$$A = (2/\hbar)(2m)^{1/2}. \quad (2.21)$$

Damit ergibt sich für die Tunnelstromdichte  $J$  für  $V > \phi/e$  nach Simmons [Si 63]:

$$J = \frac{e}{2\pi\hbar d^2} \left[ (\bar{\phi} - eV/2) \exp(-A(\bar{\phi} - eV/2)^{1/2} d) - (\bar{\phi} + eV/2) \exp(-A(\bar{\phi} + eV/2)^{1/2} d) \right] \quad (2.22)$$

$A$  hat den Wert  $1,025(\text{eV})^{-1/2} \text{\AA}^{-1}$ ,  $\bar{\phi} = (\phi_1 + \phi_2)/2$ , die Austrittsarbeit liegt bei Metallen im Bereich von etwa 4 eV.

Für kleine Spannungen  $V$  kann die Gleichung vereinfacht werden:

$$J = \left( \frac{e^2}{\hbar} \right) \left( \frac{A\bar{\phi}^{1/2}}{8\pi^2} \right) \left( \frac{V}{d} \right) \exp(-A\bar{\phi}^{1/2} d) \quad (2.23)$$

und zeigt dann eine ohmsche Charakteristik.

### 2.3 Transferansatz

In dem auf Bardeen zurückgehenden Transfer-Ansatz werden Spitze und Probe als unabhängige Systeme betrachtet, der Tunnelkontakt als kleine

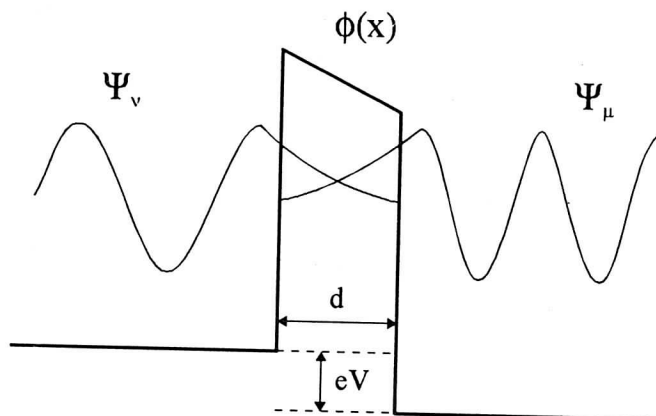


Abbildung 2.4: Tunnelkontakt im Transferansatz

Störung, der durch eine Transfer-Hamiltonfunktion dargestellt wird. Die Wellenfunktionen werden so normiert, daß sie auf der Gegenelektrode gerade gleich Null sind (s. Abb. 2.4).

Um die Verhältnisse beim RTM richtig zu beschreiben, müssen die spezifischen räumlichen Gegebenheiten, also die sehr schmale Spitze, die den Tunnelstrom auf einen kleinen Bereich konzentriert, berücksichtigt werden. Da die exakte Spitzenform jedoch nicht genau bekannt ist, wird die Tunnelgeometrie oft durch ein Kugelpotential als Spitze angenähert (s. Abb. 2.5). Diesen Ansatz benutzen Tersoff und Hamann [Te 85] und berücksichtigen außerdem nur s-förmige Wellenfunktionen der Spitze.

Der Tunnelstrom  $I$  in eine Richtung läßt sich mit dem Transfer-Ansatz schreiben als

$$I = \frac{2\pi e}{\hbar} \sum_{\mu,\nu} f(E_\mu) [1 - f(E_\nu + eV)] |M_{\mu\nu}|^2 \delta(E_\mu - E_\nu), \quad (2.24)$$

wobei  $M_{\mu\nu}$  das Tunnelmatrixelement zwischen Zuständen  $\psi_\mu$  der Spitze und der Oberfläche  $\psi_\nu$  ist. Dieses ist gleich dem Integral der Stromdichte über eine Fläche  $S$  im Tunnelspalt:

$$M_{\mu\nu} = \frac{\hbar^2}{2m} \int dS \cdot (\psi_\mu^* \nabla \psi_\nu - \psi_\nu \nabla \psi_\mu^*) \quad (2.25)$$

und weist ebenso wie der Durchgangskoeffizient  $D$  die exponentielle Abstandsabhängigkeit auf. Der Gesamttunnelstrom läßt sich in diesem Ansatz analog Gl. (2.16) in der Form

$$I \propto \int_{-\infty}^{\infty} \rho_p(E + eV) \rho_s(E) |M(E)|^2 [f(E) - f(E + eV)] dE \quad (2.26)$$

schreiben. Im Gegensatz zum Transmissionsansatz entfällt hier die Wichtung mit der Gruppengeschwindigkeit der freien Elektronen, und Hierbei bezeichnet  $\rho_p$  die Oberflächenzustandsdichte der Probe und  $\rho_s$  die Zustandsdichte

## 2.4 Auflösung

der Spitze pro Einheitsvolumen. Da sich die Wellenfunktion der Spitze ortsabhängig nicht verändert, reduziert sich das Matrixelement auf die Amplitude der Wellenfunktion der Probe am Ort der Spitze  $\vec{r}_0$ . Im Falle kleiner Spannung und Temperatur ergibt sich für den Tunnelstrom:

$$I \propto V \rho_p(\vec{r}_0, E_F) \rho_s(E_F). \quad (2.27)$$

Der Strom ist also proportional der lokalen Zustandsdichte am Fermi-Niveau. Die Messungen des RTMs geben die Konturen konstanter Zustandsdichte der Oberfläche wieder.

## 2.4 Auflösung

Mit dem Modell der halbkugelförmigen Spitze läßt sich die laterale Auflösung  $L_{eff}$  abschätzen.  $L_{eff}$  ist der Durchmesser eines Kreises, der bei konstanter Stromdichte  $j(R=0)$  von demselben Tunnelstrom durchflossen wird wie der gesamte Spitze-Probe-Kontakt [Ga 86] (s. Abb. 2.5):

$$\pi \left( \frac{L_{eff}}{2} \right)^2 j(R=0) = \int_0^\infty \pi R^2 j(R) dR \quad (2.28)$$

$L_{eff}$  entspricht damit der Halbwertsbreite der lateralen Stromdichteverteilung, die eine Gaußfunktion darstellt, und läßt sich näherungsweise bestimmen als [Te 85]

$$L_{eff} \simeq \frac{\pi}{2} \sqrt{\frac{r_s + d}{\kappa}}. \quad (2.29)$$

Hierbei ist  $r_s$  der Spitzenradius,  $d$  der Tunnelabstand und  $\kappa$  gleich  $1/\hbar \sqrt{2m\phi}$ . Für die vertikale Auflösung  $\Delta d$  bei einer sinusförmigen Korrugation (Welligkeit) der Oberflächenzustandsdichte mit der Amplitude  $h/2$  und der Periodenlänge  $a$  (s. Abb. 2.5) ergibt sich nach [St 84]

$$\Delta d = \exp[-\pi^2(r_s + d)/(\kappa a^2)] h, \quad (2.30)$$

Mit Gl. 2.29 folgt:

$$\Delta d = \exp \left[ -4 \frac{L_{eff}^2}{a^2} \right] h_s. \quad (2.31)$$

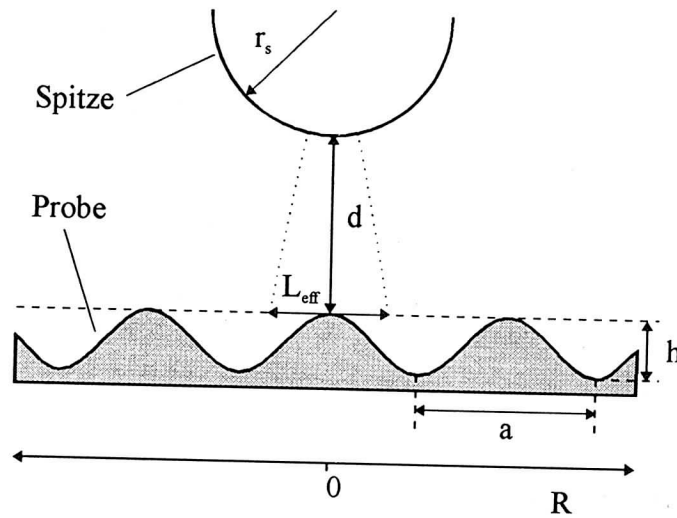


Abbildung 2.5: Zum Auflösungsvermögen des RTMs

## 2.5 Barrierenhöhe

Die im Transmissionsterm  $D$  auftretende mittlere Barrierenhöhe  $\bar{\phi}$  ist im allgemeinen sehr viel kleiner als die Austrittsarbeit. Hierfür ist vor allem die durch das elektrische Feld der Spitze induzierte Bildladung verantwortlich (s. Abb. 2.3). Meßtechnisch läßt sich die Barrierenhöhe durch Modulation des Tunnelabstands  $z$  gewinnen. Aus Gl. (2.23) folgt:

$$\frac{-\partial(\ln I)}{\partial z} \propto \sqrt{\bar{\phi}} + \frac{1}{2\sqrt{\bar{\phi}}} \frac{\partial \bar{\phi}}{\partial z} z, \quad (2.32)$$

wobei logarithmische Terme von  $z$  vernachlässigt sind und vereinfacht angenommen wurde, daß der Tunnelstrom nur in  $z$ -Richtung fließt. Für die Praxis läßt sich

$$\bar{\phi} \propto \left( \frac{\partial(\ln I)}{\partial z} \right)^2 \quad (2.33)$$

als Maß verwenden. Allerdings darf der Einfluß der Topographie nicht völlig vernachlässigt werden.

## 2.6 Spektroskopie

Bei einer endlichen Spannung  $V$  tragen auch Elektronen aus Energiezuständen unterhalb des Fermi-Niveaus zum Tunnelstrom bei. Nimmt man die Zustandsdichte  $\rho_S$  der Spitze als konstant an, so wird der Tunnelstrom

$$I \propto \int_{E_F - eV}^{E_F} \rho_P(\vec{r}_0, E) D(E, V) dE, \quad (2.34)$$

wobei  $D(E, V)$  den jeweiligen Transmissionskoeffizienten darstellt und  $\rho_P$  die Zustandsdichte der Probe. Daraus folgt

$$dI/dV \propto \rho_P(\vec{r}_0, V) D(V). \quad (2.35)$$

Aus der Abhängigkeit von  $dI/dV$  von  $V$  kann also ein spektroskopisches Maß für die lokale Zustandsdichte an der Oberfläche gewonnen werden. Um die exponentielle Abhängigkeit von  $D(V)$  zu eliminieren, ist es sinnvoll,  $d \ln |I|/d \ln V$  als Meßgröße aufzunehmen [Ch 87].

## 3 Mechanischer Aufbau

### 3.1 Anforderungen

Um atomare Auflösung mit dem RTM zu erreichen, muß der mechanische Aufbau eine sehr hohe Stabilität aufweisen. Die atomaren Korrugationen von Oberflächen liegen in der Größenordnung von  $1 \text{ \AA}$ , bei Metallen sogar nur einige zehntel  $\text{\AA}$ . Daraus ergibt sich eine wünschenswerte Stabilität in Normalenrichtung von  $0,01 \text{ \AA}$  und in lateraler Richtung von  $0,1 \text{ \AA}$ , bei einem Atomdurchmesser von wenigen  $\text{\AA}$ . Auf der anderen Seite ist es wichtig, insbesondere zur Untersuchung technischer Oberflächen, einen möglichst großen Rasterbereich, in der Größenordnung von einigen  $\mu\text{m}$ , und eine entsprechend große Normalenauslenkung (ca.  $1 \mu\text{m}$ ) zur Verfügung zu haben, um auch größere Strukturen untersuchen zu können.

Die mechanische Grobverstellung muß die Spitze aus dem Abstand von einigen mm bis auf Tunnelabstand an die Probe heranbringen und in ihrem Auflösungsbereich mit dem des Rastersystems überlappen, der anzustrebende Wert liegt bei  $0,1 \mu\text{m}$ . Für technische Oberflächen ist es sinnvoll, auch in lateraler Richtung eine Grobverstellung im mm-Bereich zu haben, um makroskopische Strukturen und Inhomogenitäten auf der Probe zu untersuchen.

Für den mechanischen Aufbau gilt die Regel, daß die Spitzen-Proben-Verbindung so kurz und kompakt wie möglich sein sollte. Gleichzeitig muß jedoch die Möglichkeit bestehen, zumindest in Z-Richtung eine Grobverstellung durchzuführen, um Spitze und Probe anzunähern. Hier gibt es verschiedene Realisierungsmöglichkeiten. In dieser Arbeit wurden durch Mikrometerschrauben getriebene Verschiebetische verwendet.

Um die komplementären Anforderungen hinsichtlich hoher Auflösung und Stabilität einerseits und hoher Dynamik und Flexibilität andererseits zu bewältigen, wurden zwei Konstruktionslinien mit unterschiedlichen Schwerpunkten verfolgt:

1. RTM für technische Oberflächen mit großem Rasterbereich und X,Y,Z-Grobverstellung
2. RTM für atomare Auflösung, kompakte Konstruktion lediglich mit Z-Grobannäherung

## 3.2 Rastertunnelmikroskop für technische Anwendungen

### 3.2.1 Rastersystem

Bei dieser Konstruktion ist das Rastersystem als Dreibein ausgeführt. Das Prinzip wurde aus [Br 88] übernommen. Die X,Y-Rasterbewegung wird von zwei Piezostellelementen in Stapelbauweise ausgeführt, die einen kleinen Tisch bewegen, auf dem die Probe befestigt ist. Vier 1 mm dicke Stäbe, die mit der Platte und dem Boden verschweißt sind, bilden die Beine des Tisches. Durch die Piezoauslenkung wird die Tischkonstruktion elastisch verschoben. Mit den verwendeten Piezoelementen konnte eine maximale Auslenkung von rund  $13 \mu\text{m}$  bei einer angelegten Spannung von 150 V erreicht werden (Abb. 3.1).

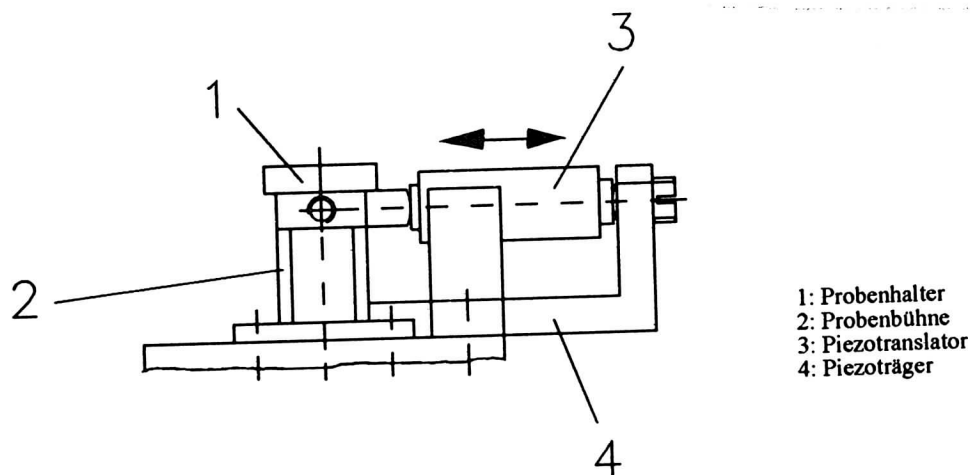


Abbildung 3.1: X,Y-Rasterung

Die Z-Bewegung wird nur von der Sondenspitze durchgeführt. Als Antrieb wird ein System aus zwei Piezoelementen verwendet. Zur Grobverstellung dient ein Stellelement in Stapelbauweise, der auch in lateraler Richtung verwendet wird; zur Feinverstellung ein Piezoelement in Röhrenform. Zur Kopplung der beiden Piezoelemente gibt es mehrere Möglichkeiten. Abb. 3.2 zeigt die Verbindung über ein Wippensystem. Diese Ausführung ist sehr stabil, besitzt jedoch den Nachteil, daß eine Ausdehnung von Piezo 1 um eine Länge  $l$  auch eine Verschiebung der Spitze in lateraler Richtung um einen Betrag  $l \frac{e}{a}$  erfolgt. Verwendet man diesen Piezo zum Regeln, so weist das Bild also eine gewisse Verzerrung auf. Daher wurde als weitere Möglichkeit eine Anordnung entwickelt, bei der der Träger mit dem Piezoröhrchen geradlinig verschoben wird. Der Träger sitzt dabei auf einem dünnen Blech, das durch die Bewegung von Piezo 1 elastisch gedehnt wird (Abb. 3.3).

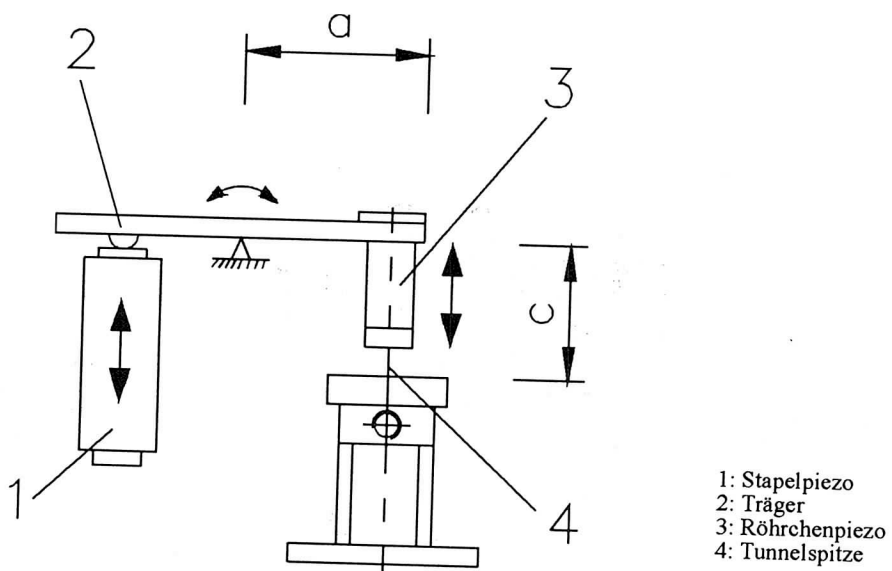


Abbildung 3.2: Wippenprinzip

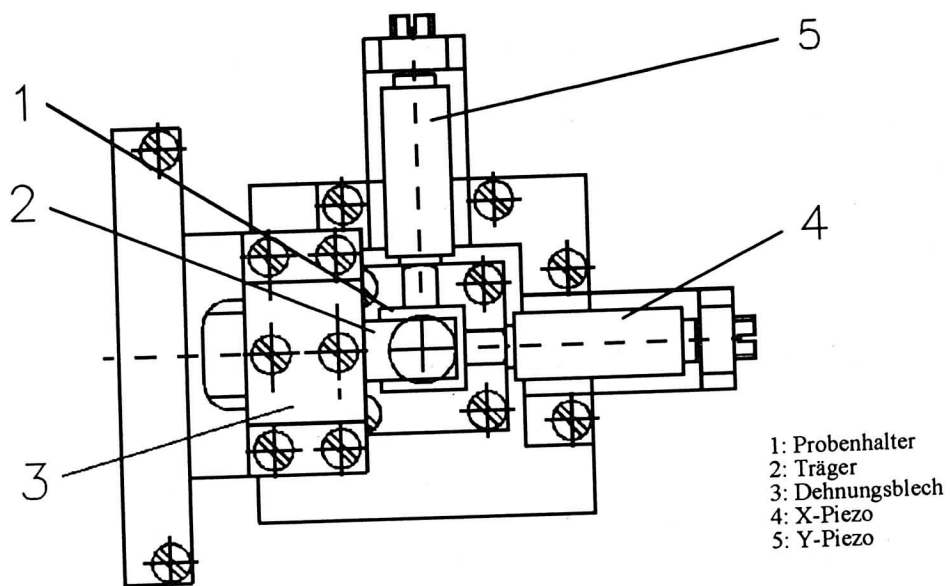
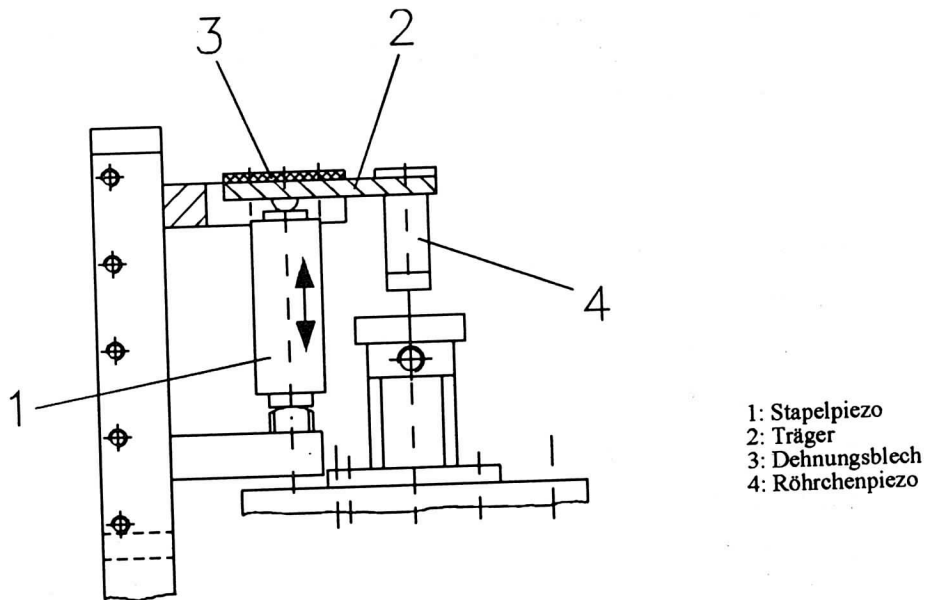


Abbildung 3.3: Dehnungsblechprinzip, oben: Seitenansicht, unten: Draufsicht

### 3.2.2 Mechanische Grobverstellung

Die mechanische Grobverstellung wurde auf der Basis von Mikrometergetriebenen Verschiebetischen entwickelt. Abb. 3.4 zeigt die Z-Grobverstellung, an dem das Piezo-Spitzen-System befestigt ist. Um ein Aufnehmen von mechanischen Störungen dieses relativ großen Aufbaus zu vermeiden, ist der Z-Versteller an einem Gestell befestigt, der den senkrechten Aufbau abstützt. Der Probenstisch sitzt auf einem X,Y-Verschiebetisch, mit dem die laterale

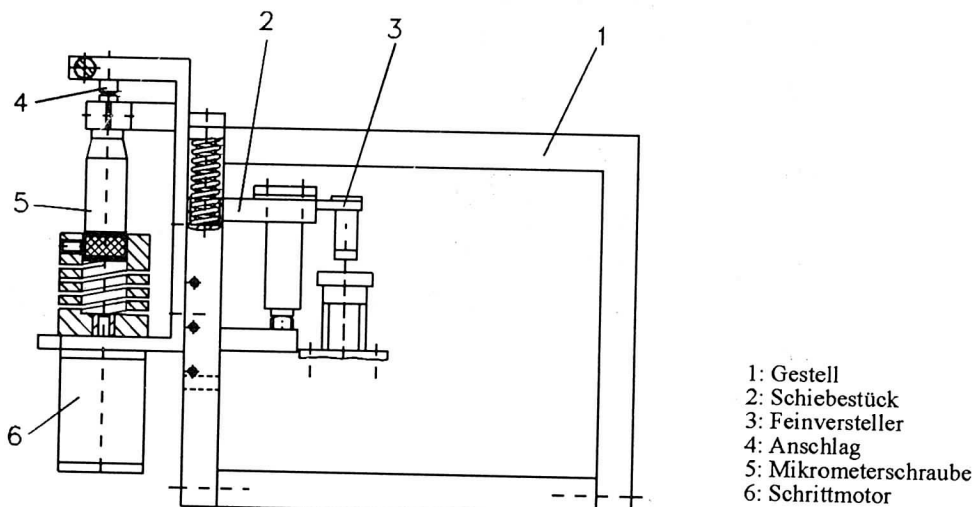


Abbildung 3.4: Z-Grobverstellung

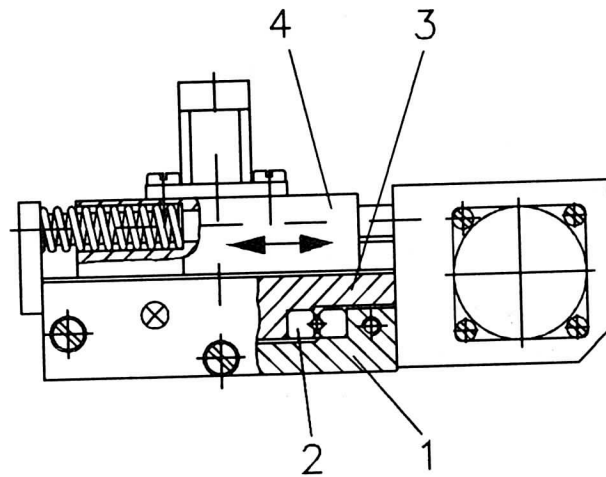
Grobverstellung ausgeführt werden kann (Abb. 3.5).

Für alle Mikrometerschrauben wurde eine Schrittmotorankopplung vorgesehen. Abb. 3.6 zeigt den Gesamtaufbau des RTMs auf einem Dämpfungsstapel.

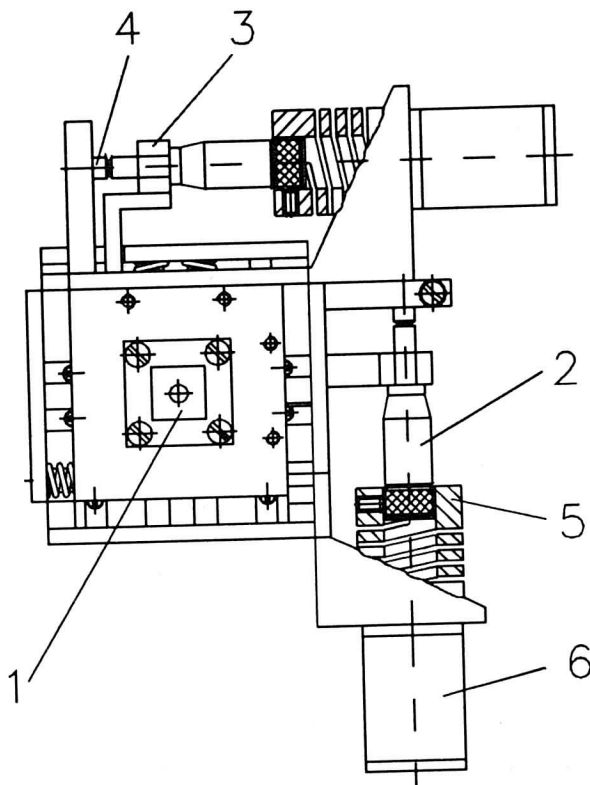
### 3.2.3 Mechanische Dämpfung und Abschirmung

Eine Hauptstörfaktor bei den empfindlichen RTM-Messungen ist die Übertragung von Boden- und Luftschall, vor allem tieffrequenten Gebäudeschwingungen, aus der Laborumgebung auf das Gerät. Gegenüber dem Vorläufermodell, das eine freistehende Z-Grobverstellung besaß, brachte vor allem das Rahmengestell (Abb. 3.4) einen deutlichen Gewinn an Stabilität. Durch die zweiseitige Befestigung wird ein Schwingen des Z-Aufbaus und damit eine Bewegung von Spitze gegen Probe verhindert. Trotz des relativ großen Gesamtaufbaus konnte dadurch auch mit diesem RTM atomare Auflösung erreicht werden.

Ein anderes Problem ist die Anregung von Eigenschwingungen, die sich aus dem Regelungsvorgang ergeben. Die Mechanik ist hier meist der begrenzende



- 1: Grundplatte
- 2: Führungseinheit
- 3: X-Schiebestück
- 4: Y-Schiebestück



- 1: Probenhalter
- 2: Mikrometerschraube
- 3: Ausleger für Mikrometerschraube
- 4: Anschlag
- 5: Wendelkupplung
- 6: Schrittmotor

Abbildung 3.5: XY-Grobverstellung, oben: Seitenansicht, unten: Draufsicht

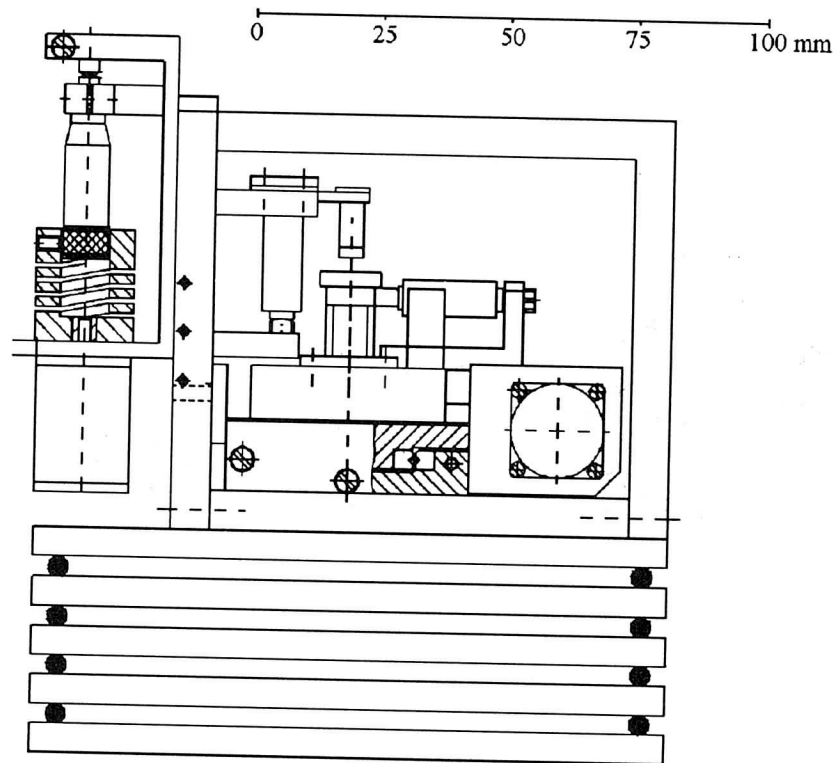


Abbildung 3.6: Gesamtaufbau des RTMs mit Dämpfungsstapel (Seitenansicht)

Faktor. Um ein Schwingen zu vermeiden, sollte eine möglichst hohe mechanische Resonanzfrequenz angestrebt werden. Die Resonanzfrequenz wurde ermittelt, indem der Stapelpiezo mit einer Wechselspannung zum Schwingen angeregt und am Röhrchenpiezo die erzeugte Wechselspannungsamplitude gemessen wurde. Beim Wippensystem trat die erste Resonanz bei 3 kHz, beim Dehnungsblech bei 1 kHz auf. Beim RTM für hohe Auflösung wurde auf ähnliche Weise eine Resonanzfrequenz von 3,3 kHz gemessen.

Zur Entkopplung von äußeren mechanischen Störungen ist das RTM auf einem Stapel aus Metallplatten und Viton-Gummipuffern gelagert (Abb. 3.6). Diese Dämpfung erwies sich als ausreichend und praktikabel. Entscheidende Verbesserungen können hier nur durch erhöhten Aufwand, wie z.B. ein aktives Wirbelstromdämpfungssystem, erreicht werden. Der sinnvollere Weg ist jedoch, die inhärente Störempfindlichkeit des RTMs durch eine kompakte Konstruktion zu verbessern. Die ganze Apparatur steht auf einer ca. 7 cm dicken Steinplatte, die wiederum auf 50 cm dicken Styroporklötzen gelagert ist.

Zur Abschirmung gegen elektromagnetische Einstrahlung, insbesondere Netzbrummen, wurde das RTM mit einer geerdeten Haube aus Eisenblech abgedeckt.

### 3.3 RTM für hohe Auflösung

Parallel zur Anwendung auf technische Oberflächen wurde ein RTM entwickelt, bei dem hohe Auflösung und Stabilität im Vordergrund standen. Dieses besitzt lediglich eine Grobverstellung in Z-Richtung, um die Spitzen-Proben-Annäherung zu bewerkstelligen. Die Grobverstellung wurde wieder in der Form eines mikrometergetriebenen Verschiebetisches ausgeführt, der durch einen Schrittmotor bewegt werden kann. In einer Vorläuferversion dieser Konstruktion konnte der Antrieb auch mit einem einfachen Gleichstrommotor mit großer Untersetzung durchgeführt werden, der gepulst angesteuert wurde.

Die Rasterung wird hier von einem einzelnen Piezoröhrchen mit Vier-Quadranten-Elektrode ausgeführt (Abb. 3.7). Die Spitze zeigt in axiale Rich-

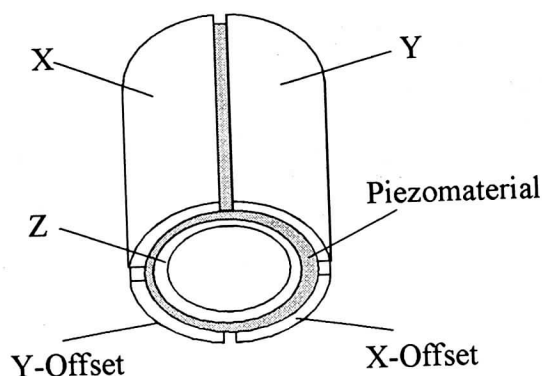


Abbildung 3.7: Röhrenscanner

tung. Die Röhren sind radial polarisiert und nutzen den Transversaleffekt aus. Legt man an die äußeren Elektroden gegenüber innen eine positive Spannung an, dehnt sich das Röhren in axialer Richtung aus. Wird nur eine einzelne der äußeren Elektroden angesteuert, so biegt sich das Röhren zur gegenüberliegenden Seite, wodurch eine Bewegung in radialer Ebene auftritt. Diese wird zum Rastern ausgenutzt. Die Z-Auslenkung (in axialer Richtung) erfolgt durch Anlegen einer negativen Spannung an die innere Elektrode gegenüber außen. Während zu Beginn der RTM-Entwicklung die Rastersysteme meistens als Dreibein ausgeführt wurden, hat sich inzwischen, aufgrund ihrer Kompaktheit und hohen Resonanzfrequenz, weitgehend die Röhrenform durchgesetzt. Abb. 3.8 zeigt den Aufbau dieses RTMs.

### 3.4 Anmerkungen

Die hier gezeigten Konstruktionen [Gü 92] stellen die neueste Entwicklung dar, die auf drei Vorläuferversionen zurückgeht. Mit diesen wurde auch

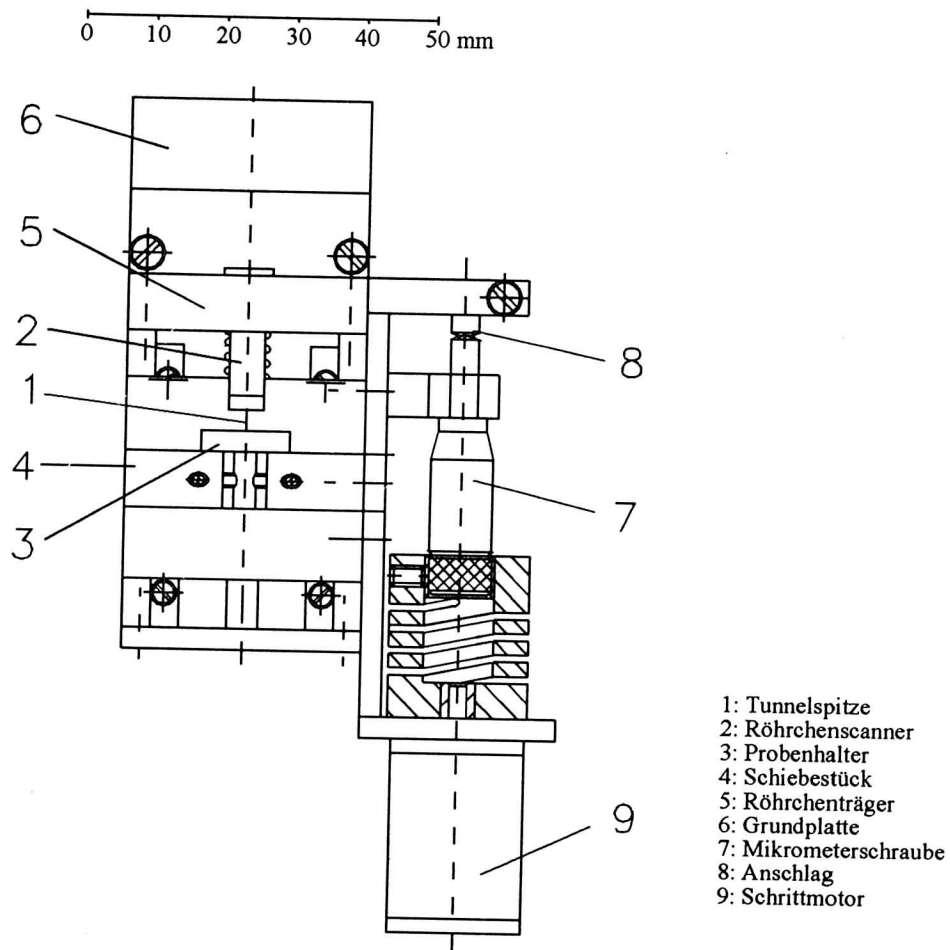


Abbildung 3.8: RTM für hohe Auflösung (Draufsicht)

der Großteil der hier vorgestellten Messungen durchgeführt. Die Neuentwicklungen weisen jedoch keine prinzipiellen Unterschiede gegenüber ihren Vorgängern auf, sondern lediglich Verbesserungen im Detail.

Die Probenbefestigung ist auf für REM gebräuchlichen Probenhaltern vorgesehen. Diese werden, ebenso wie die Spitze, durch Verschraubung befestigt und gleichzeitig kontaktiert. Damit ist ein einfacher und schneller Spitzen- und Probenwechsel möglich.

## 4 Regelungselektronik

### 4.1 Prinzip der Regelung

Der Regelkreis hat die Aufgabe, die Spitze in konstantem Abstand über der Oberfläche zu halten. Als Meßgröße hierzu dient der Tunnelstrom, der entsprechend auf einem konstanten Sollwert gehalten werden muß. Das Prinzip des Regelkreises besteht darin, aus der Differenz von Ist- und Sollwert ein Rückkopplungssignal zu erzeugen, das diese Differenz ausgleicht. Im einfachsten Fall wird die Regelabweichung mit einem bestimmten Verstärkungsfaktor negativ auf die Regelstrecke zurückgekoppelt. Man spricht in diesem Fall von einem Proportional- oder kurz P-Regler. Sei der Sollwert  $S$  und die Verstärkung  $g$ , so folgt für den Reglerausgang  $R$

$$R = g(S - R) \quad (4.1)$$

Ein P-Regler reagiert schnell auf eine Störung in der Regelstrecke, weist jedoch immer einen gewissen Regelfehler auf, wie aus der Umformung von Gl. 4.1 sofort hervorgeht.

$$\frac{S - R}{S} = \frac{1}{1 + g} \quad (4.2)$$

Der relative Regelfehler wird um so kleiner, je größer die Verstärkung  $g$  ist.

Um diese resultierende Differenz auszugleichen, wird dem P-Regler ein Integrierer oder I-Regler parallel geschaltet. Dieser hält quasi das momentane Regelsignal fest und addiert das neue Regelsignal dazu.

Um eine höhere Verstärkung auch bei hohen Frequenzen zu erreichen, kann noch ein Differenzierer oder D-Regler ergänzt werden. Hierdurch wird ein schnelleres Einschwingverhalten erreicht.

Bei realen Regelkreisen ist zu beachten, daß Verstärker eine mit der Frequenz zunehmende Phasenverschiebung  $\phi$  aufweisen. Beträgt die Phasenverschiebung  $\phi = -180^\circ$ , also Phasennacheilung um eine halbe Periode, so tritt Mitkopplung ein, und das System wird zum Schwingkreis. Ist bei dieser Frequenz die Verstärkung  $g \geq 1$  so entsteht eine ungedämpfte Schwingung. Macht man die Verstärkung allerdings zu klein, so wird der Regler unnötig langsam und kann der Oberflächenkontur nicht mehr folgen. Der Regler muß also so dimensioniert werden, daß sich ein optimales Einschwingverhalten ergibt. Die genaue Einstellung hängt von den Rahmenbedingungen ab. Eine übliche Vorgehensweise besteht darin, den Regler so einzustellen, daß für eine kritische Frequenz  $f_k$ , die eine Phasenreserve  $\alpha$  von  $60^\circ$  bis zur Mitkopplung besitzt, also bei einer Phasennacheilung von  $120^\circ$ , die Verstärkung  $g = 1$  gesetzt wird. Die Grenzfrequenz  $f_I$  des Integrators wird  $f_I \leq 0,1 f_k$  gewählt. Die Phasenreserve wird dadurch nur um ca.  $6^\circ$  reduziert [Ti 89].

Abb. 4.1 zeigt die Verstärkung und die Phase einer Strecke mit PI-Regler. Für einen I-Regler geht die Verstärkung gegen unendlich, wenn die Frequenz gegen Null geht.

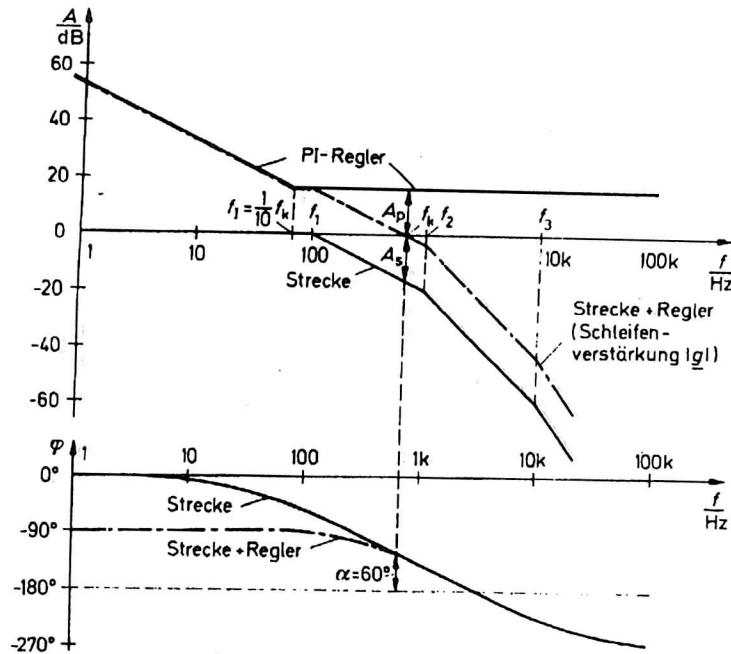


Abbildung 4.1: Bode-Diagramm eines PI-Reglers [Ti 89]

In Abb. 4.2 ist die Antwort des Regelkreises auf eine Sprungfunktion bei unterschiedlichen Regelparametern zu sehen.

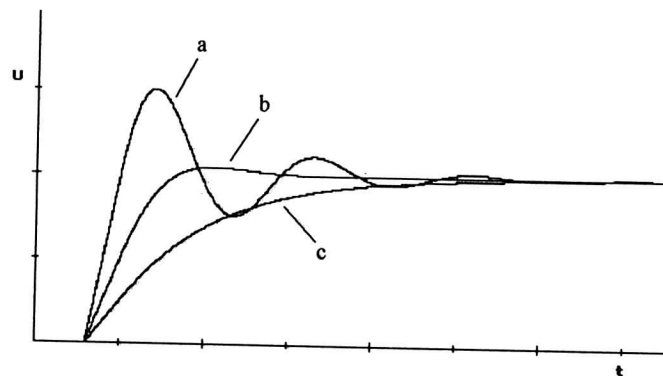


Abbildung 4.2: Sprungantwort eines PI-Reglers (Simulation), a: Phasenreserve zu klein, b: Phasenreserve optimal, c: Phasenreserve zu groß

Bei der Berechnung des Regelkreises müssen die Verstärkungsfaktoren oder allgemein die Übertragungsfunktionen aller Komponenten berücksichtigt werden.

Das RTM weist insbesondere eine nichtlineare Regelstrecke auf, nämlich eine exponentielle Abstandsabhängigkeit des Tunnelstroms und damit eine exponentielle Abhängigkeit vom Regelsignal. Durch Einfügen eines Logarithmierers kann die Regelstrecke linearisiert werden. Für kleine Abweichungen vom Regelsignal fällt die Nichtlinearität allerdings nicht ins Gewicht.

Der Piezoversteller benötigt aufgrund seiner mechanischen Trägheit einige Zeit, bis er auf ein Signal anspricht und bildet somit ein Totzeitglied. In Abb. 4.3 ist die Reaktion des Piezos auf einen Nadelimpuls zu sehen.

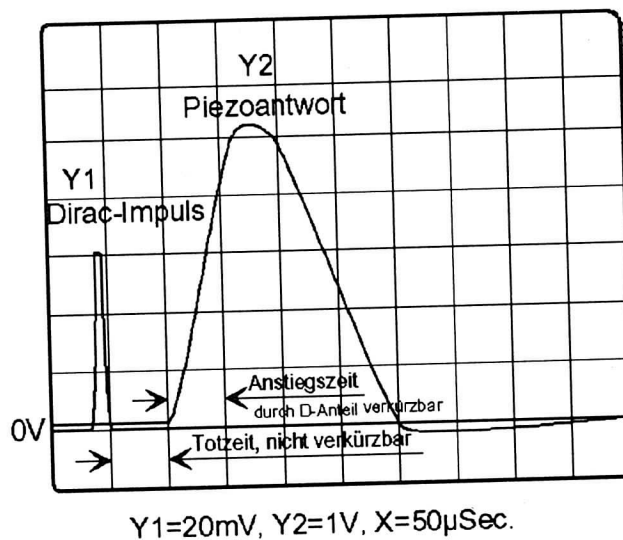


Abbildung 4.3: Totzeit des Piezos

Die Einstellung der Regelung ist als Optimierungsprozeß zu verstehen, der je nach Anwendungsfall unterschiedliche Gewichtungen haben kann. Die genaue Einstellung der Regelparameter muß anhand von Messungen vorgenommen werden. Es lassen sich zwei Strategien unterscheiden:

Für glatte Oberflächen mit atomarer Auflösung kann die Regelung "straff" eingestellt werden, also große Verstärkung, kleine Zeitkonstante. Die Oberflächenmodulation ist sehr gering und es treten nur niedrige Fourierkomponenten auf, die Korrugation kann als sinusförmig angesehen werden. Daher sind keine Überschwinger zu befürchten. Der Tunnelstrom wird sehr genau geregelt und die Regelung folgt exakt der lokalen Zustandsdichte. Der Logarithmierer kann hierbei weggelassen werden.

Für rauhe, technische Oberflächen wird die Regelung "weich" eingestellt (kleine Verstärkung, große Zeitkonstante). Es können große Variationen in der Topographie mit steilen Kanten auftreten, denen die Regelung, ohne überzuschwingen, folgen muß. Der Tunnelstrom kann sehr stark schwanken und wird nur im Mittel konstant gehalten, daher ist der Logarithmierer erforderlich.

## 4.2 Aufbau des Regelkreises

Abb. 4.4 zeigt ein vereinfachtes Schaltbild des analogen Regelkreises. Er be-

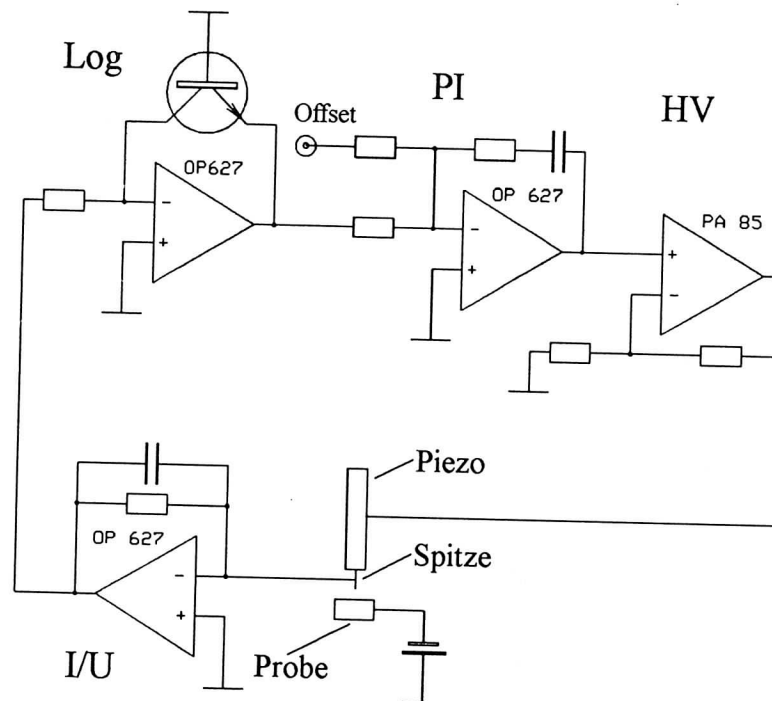


Abbildung 4.4: Schaltbild des Regelkreises

steht aus folgenden Komponenten:

Ein Strom-Spannungs-Wandler (I/U) wandelt das schwache Eingangssignal des Tunnelstroms (einige nA) in eine Spannung von einigen mV um. Hier wurde der Operationsverstärker OPA 627 von der Fa. Burr Brown mit FET-Eingangsstufe eingesetzt. Der Strom-Spannungs-Wandler ist direkt am RTM befestigt, um Störeinflüsse auf den Eingang gering zu halten. Bewährt hat sich hier außerdem eine einfache Abschirmung aus Mu-Metall.

Das Signal kommt anschließend in einen Logarithmierer (Log), um die exponentielle Abstandsabhängigkeit in eine lineare umzuwandeln. Der Logarithmierer wurde diskret aufgebaut, mit Transistoren als Rückkopplungsgliedern.

Der eigentliche Regler besteht aus einem Proportional- und einem Integralanteil (PI-Regler). Ein D-Regler ist optional zuschaltbar. Verstärkung und Zeitkonstante können variiert werden, um eine Anpassung an verschiedene Auflösungen und Rastergeschwindigkeiten vorzunehmen. Die Größe des Tunnelstroms wird mit dem Offset-Regler eingestellt. Der Regler besitzt einen invertierenden und einen nicht invertierenden Ausgang.

Zur Ansteuerung der Piezos wird das Reglersignal noch einmal verstärkt (HV). Als Verstärker wurden die Hochspannungsoperationsverstärker PA 85 der Fa. Apex eingesetzt. Der Verstärkungsfaktor ist über zweieinhalb Dekaden wählbar, die maximale Ausgangsspannung beträgt  $\pm 150$  V. Zusätzlich kann noch der Offset manuell oder über einen zusätzlichen Eingang eingestellt werden.

## 5 Computersteuerung

Zum flexiblen Betrieb des RTMs ist der Computereinsatz eine wichtige Voraussetzung. Der Computer erfüllt dabei drei Aufgabenbereiche:

- Steuerung der Messung
- Aufnahme und Speicherung der Meßdaten
- Weiterverarbeitung und graphische Darstellung der Daten

Die ersten beiden Punkte, Steuerung und Datenaufnahme, bilden hierbei eine Einheit. Dieser Bereich umfaßt die Verbindung des Rechners zur Außenwelt und die Abstimmung mit den experimentellen Parametern, z. B. Einstellen der Rastergeschwindigkeit.

Der letzte Punkt, die Bildverarbeitung, ist davon unabhängig. Die einmal gespeicherten Daten können von jedem geeigneten Programm weiterverarbeitet werden. Die Anforderungen an die Rechenleistung sind allerdings sehr groß, und komplexe Filteroperationen nehmen auch bei leistungsfähigen Maschinen eine gewisse Zeit in Anspruch. Daher ist es sinnvoll, möglichst zwei Rechner parallel zu verwenden, von denen einer, der mittleren Leistungsklasse, mit der Steuerung betraut wird, während die Off-Line Bildverarbeitung auf einem zweiten, möglichst leistungsfähigen Gerät, laufen kann.

### 5.1 Hardware

Als Steuerungsrechner stand ein IBM-kompatibler AT-286-Computer mit 2 MB Hauptspeicher, für die Bildverarbeitung ein AT-386 mit 4 MB zur Verfügung. Zur Datenaufnahme wurde eine handelsübliche Steckkarte mit A/D-Wandler verwendet. Die Auflösung des A/D-Wandlers beträgt 12 Bit (=4096 Schritte) bei einer Wandlungszeit von 7  $\mu$ s. Über einen Multiplexer können 16 Eingangskanäle ausgelesen werden, 4 davon können über Sample and Hold-Glieder gleichzeitig messen. Weiterhin stehen noch 16 digitale In/Out-Kanäle zur Verfügung. Die Datenausgabe wurde über eine weitere Karte durchgeführt, welche mit 4 12-Bit D/A-Wandlern bestückt ist. Das Triggersignal wird von einem Quarzoszillator über einen einstellbaren Teilerbaustein (8235) erzeugt. Diese Schaltung wurde auf einer separaten Experimentierkarte aufgebaut. Abb. 5.1 zeigt ein Blockschaltbild der gesamten Anlage.

### 5.2 Software

Steuerungs- und Bildverarbeitungsprogramm wurden in Turbo-Pascal unter MS-DOS geschrieben [Tr 89]. Weiterhin wurden zusätzliche Treiber für die

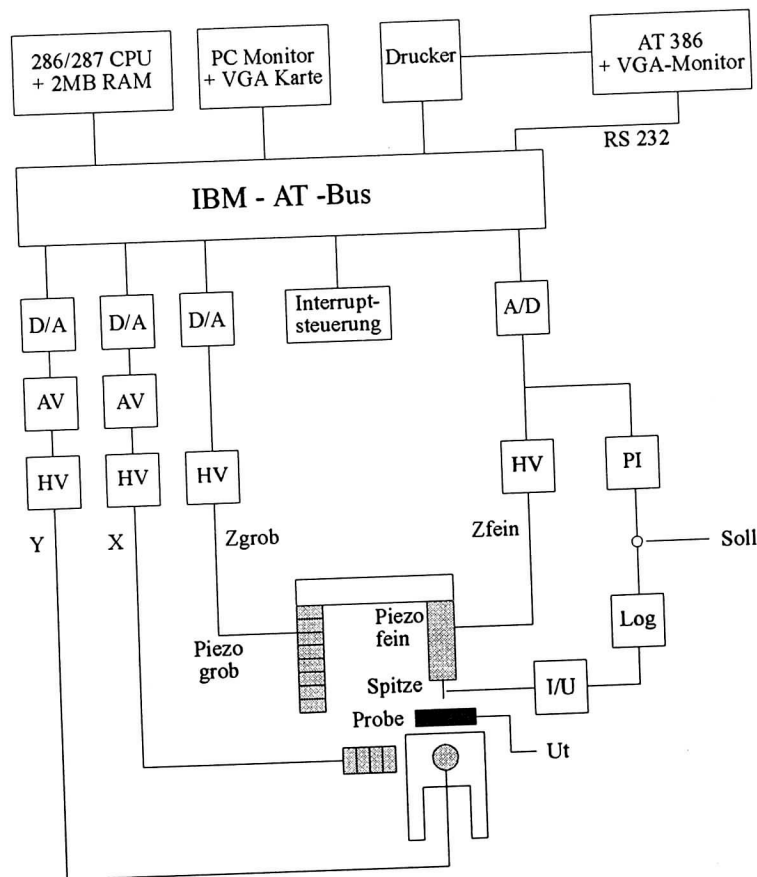


Abbildung 5.1: Blockschaltbild der gesamten Anlage

Hochlagerung der Daten in den erweiterten Speicher, für die Bildschirmdarstellung mit 256 Farben bzw. 64 Graustufen und für die Grafikausgabe auf dem Drucker verwendet.

Eine Messung wird in Form von zwei Files abgespeichert:

- Ein Datenfile, das die eigentlichen Meßwerte als 16 Bit Integer-Werte enthält
- Ein Parameterfile, das dokumentarische Angaben und die Meßparameter enthält.

### 5.3 Rastersteuerung

Die Steuerung hat die Aufgabe, die Spitze rasterförmig über die Probe zu führen und bei jedem Rasterpunkt einen Datenwert aufzunehmen. Die Rasterbewegung muß gleichmäßig erfolgen, um ein sicheres Nachregeln der Spitze zu gewährleisten. Die Rastergeschwindigkeit soll einstellbar sein. Diese

Anforderungen können auf relativ einfache Weise durch die Verwendung eines externen Oszillators mit Frequenzteiler und Interruptsteuerung erfüllt werden. Der Ausgang des Teilers steuert dabei direkt einen Hardwareinterrupt auf dem PC-Bus an. Bei jedem Interruptsignal wird eine Datenaufnahmeroutine aufgerufen, die im wesentlichen folgende Schritte ausführt:

- Inkrementieren der Rasterzählung
- Ausgabe der Rasterwerte über D/A-Wandler
- Triggerung einer A/D-Wandlung
- Einlesen und Abspeichern eines Wertes vom A/D-Wandler

Weiterhin beinhaltet die Routine noch logische Abfragen bezüglich Zeileneinde, Scanende und Vorlauf/Rücklauf. Es wird immer eine Zeile vor- und zurückgefahren und dann der Zeilenindex erhöht. Die Daten für ein Bild werden immer nur in einer Richtung aufgenommen, i. a. nur im Vorlauf, da die Piezoelemente kein völlig lineares Verhalten aufweisen. Das von den D/A-Wandlern kommende, treppenartige Rastersignal muß anschließend, besonders bei großen Rasterbereichen, durch eine Anstiegsverzögerung (AV) in eine glatte Rampe verwandelt werden, um eine gleichmäßige laterale Bewegung der Spitze zu ermöglichen. Mit diesem Steuerungsverfahren konnte eine maximale Datenaufnahmefrequenz von ca. 10 kHz erzielt werden. Eine höhere Geschwindigkeit wäre durch eine Implementierung der Interruptroutine in Assembler möglich.

Im Benutzermenü sind u. a. folgende Scanparameter einstellbar:

- Scanfrequenz
- Auflösung: 128·128 oder 256·256 Punkte pro Bild
- Vertauschen der X- und Y-Richtung
- Simultane Datenaufnahme eines zweiten Kanals, z. B. für Materialkontrast
- Datenaufnahme auch im Rücklauf

#### 5.4 Grobverstellung

Zur Bewegung der Schrittmotoren wurde eine kommerzielle Steuerung verwendet, die vom Rechner lediglich ein Richtungsbit und ein Taktsignal erfordert. Eine automatische Grobverstellung ist vor allem für die Z-Achse sinnvoll. Um eine Tunnelmessung durchführen zu können, muß die Tunnelspitze

#### 5.4 Grobverstellung

zunächst aus dem Abstand von der Größenordnung mm bis auf etwa einen nm an die Probe herangefahren werden. Bei einer manuellen Grobannäherung kann es sehr leicht passieren, daß die Spitze gegen die Oberfläche stößt und unbrauchbar wird. Mit einer motorisierten Z-Achse läßt sich auf einfache Weise eine automatische Grobannäherung der Spitze an die Probe durchführen. Dabei tastet sich zunächst der Z-Piezo vor, bis Tunnelkontakt eintritt oder die maximale Auslenkung erreicht ist. Im letzteren Fall wird der Piezo wieder zurückgefahren und die Grobverstellung ein Stück vorwärts bewegt, das kleiner als die maximale Piezoauslenkung sein muß. Danach wird wieder der Piezo ausgelenkt usw., bis schließlich die Tunnelposition erreicht ist.

Statt eines Schrittmotors konnte auch ein einfacher Gleichstrommotor mit großer Untersetzung problemlos eingesetzt werden. Bei Anlegen der Steuerungspannung in einem entsprechend kurzen Zeitintervall ließ sich eine quasi schrittweise Bewegung mit einer Schrittweite von ca. 100 nm erzielen.

## 6 Bildverarbeitung

Zur Weiterverarbeitung der aufgenommenen Meßdaten wurde ein Bildverarbeitungsprogramm entwickelt. Hiermit können die Daten gefiltert und in verschiedener Form graphisch dargestellt werden.

### 6.1 3D-Darstellung

Um eine realistische Vorstellung der untersuchten Oberfläche zu bekommen, ist es wichtig eine korrekte dreidimensionale Anschauung der Meßwerte zu erhalten. Mit Hilfe der entsprechenden Skalierungsfaktoren kann aus den Meßwerten die reale Gestalt der Oberfläche rekonstruiert werden. Der Algorithmus beinhaltet folgende Schritte:

- Erzeugung eines 3D-Zahletripels  $(x,y,z)$  durch Multiplikation eines Meßwertes  $Z(X,Y)$  mit den entsprechenden Skalierungsfaktoren
- Multiplikation mit der 3D-Rotationsmatrix
- Projektion auf eine Betrachtungsebene in beliebiger Entfernung
- Skalierung auf die Größe des Bildschirms, bzw. Bildschirmausschnitts

Das Bild kann durch Veränderung der Rotationswinkel von verschiedenen Blickpunkten betrachtet werden. Die relativen Skalierungsfaktoren der einzelnen Achsen können verändert werden, so daß z. B. die Z-Ausdehnung bei sehr glatten Oberflächen verstärkt werden kann. Durch Veränderung des Abstands der Betrachtungsebene kann ein Übergang von der Parallel- zur Zentralprojektion und einer perspektivischen Darstellung erzielt werden.

### 6.2 Darstellungsarten

Es stehen vier verschiedene Darstellungsarten zur Verfügung:

- Liniendarstellung, wobei unsichtbare Linien verdeckt werden (Hidden Line)
- Netzdarstellung
- Falschfarbendarstellung: jedem Flächenelement wird entsprechend seinem Z-Wert eine Farbe aus einer frei wählbaren Palette zugeordnet.
- Beleuchtungsdarstellung: jedem Flächenelement wird ein Helligkeitswert entsprechend seiner Winkellage zu einer beliebig positionierbaren Beleuchtungsquelle zugeordnet

(Beispiele s. auch Kap. "Testmessungen") Zusätzlich ist eine kombinierte Darstellung zweier Bildkanäle, z.B. von Topographie und Materialkontrast, als Kombination von Gitter und Falschfarbendarstellung möglich.

### 6.3 Programmfunktionen

Das Programm besitzt eine an modernen Standards orientierte, menügeführte Benutzeroberfläche, die eine leichte Bedienung ermöglicht.

Da das Bearbeiten und Zeichnen der Daten einige Zeit in Anspruch nehmen kann, wurden einige Möglichkeiten der Zwischenspeicherung vorgesehen, um einen schnellen Vergleich verschiedener Datensätze zu ermöglichen, ohne daß die Berechnungen erneut durchgeführt werden müssen:

- Auf dem Bildschirm können vier verschiedene Datensätze gleichzeitig dargestellt werden.
- Der Ausgangsdatsatz und die durch Filterung veränderten Datensätze werden auf Festplatte zwischengespeichert und können über ein Auswahlmenü wieder aufgerufen werden.
- Die graphischen Ergebnisse der Bearbeitung können als Bilddateien, auch serienweise, abgespeichert und im Bitmap-Format an andere Graphikprogramme übergeben werden.

### 6.4 Optionen

- Eine Schräglage der Oberfläche kann zur Kontrastverbesserung eliminiert werden (s. Abb. 6.1)
- Es können verschiedene Farbübergänge ausgewählt werden oder im dreidimensionalen (Rot,Gelb,Blau) Farbraum definiert werden. Es sind auch nichtlineare z.B. logarithmische Z-Wert  $\rightarrow$  Farbwert Zuordnungen möglich, die besonders bei der Darstellung von Spektren nützlich sind (s. Abb. 6.4).
- Bei Bildern mit geringer Anzahl von Bildpunkten kann zur Verbesserung des optischen Eindrucks die Auflösung durch lineare Interpolation verdoppelt werden.
- Die X- und Y-Richtung kann durch Anpassung an ein Polynom bis fünften Grades nichtlinear skaliert werden. Hiermit lassen sich die durch den Hystereseeffekt der Piezoelemente auftretenden Verzerrungen eliminieren (vgl. Kap. "Testmessungen").

## 6.5 Filterung

In dem Programm wurden die gängigen Methoden der digitalen Bildsignalverarbeitung (s. z.B. [Ha 91]) implementiert. Die Anwendung einer speziellen Filtermethode hängt von der jeweiligen Art des Bildes und der Bildstörung ab.

### 6.5.1 Filter im Ortsraum

Bei den Filteroperatoren im Ortsraum bekommt ein Bildpunkt  $P_0$  einen neuen Wert  $Q_0$  als Funktion einer bestimmten Umgebung  $P_0 \dots P_n$  zugeordnet.

$$Q_0 = F(P_0, P_1, \dots, P_n) \quad (6.1)$$

Ein näherungsweise Gauß-Tiefpaß läßt sich durch die Maske

1	2	1
2	4	2
1	2	1

darstellen. Der Wert des zentralen Bildpunktes wird durch den Mittelwert des  $3 \times 3$ -Feldes ersetzt, die Zahlenwerte geben die Wichtungsfaktoren der einzelnen Bildpunkte an. Der einfache Tiefpaß kann zwar das Rauschen unterdrücken, macht das Bild jedoch auch unschärfer. Abb. 6.1 zeigt als Beispiel die Messung einer Optical Disk ohne Filterung und den Effekt des Tiefpaßfilters.

Eine Hervorhebung der Kanten eines Bildes läßt sich durch den Laplace-Operator erzielen, der die zweite Ableitung in x- und y-Richtung bildet. Er hat die Form

0	1	0
1	-4	1
0	1	0

Der Laplace-Operator eignet sich z. B. zur Sichtbarmachung von Korngrenzen einer dünnen Schicht, in Abb. 6.2 am Beispiel einer Goldschicht dargestellt (vgl. Abb. 6.8).

Der Median-Filter gehört zu den Rangordnungsoperatoren. Bei diesen Verfahren werden die Elemente einer Umgebung nicht nach einer vorgegebenen Maske verarbeitet, sondern zunächst nach ihrer Größe sortiert. Aus diesen geordneten Werten wird dann ein Rang ausgewählt. Für einen Minimum-Operator z. B. ist das der erste (kleinste) Wert, für einen Maximum-Operator der letzte (größte) Wert. Beim Median-Filter ist es der mittlere, also bei

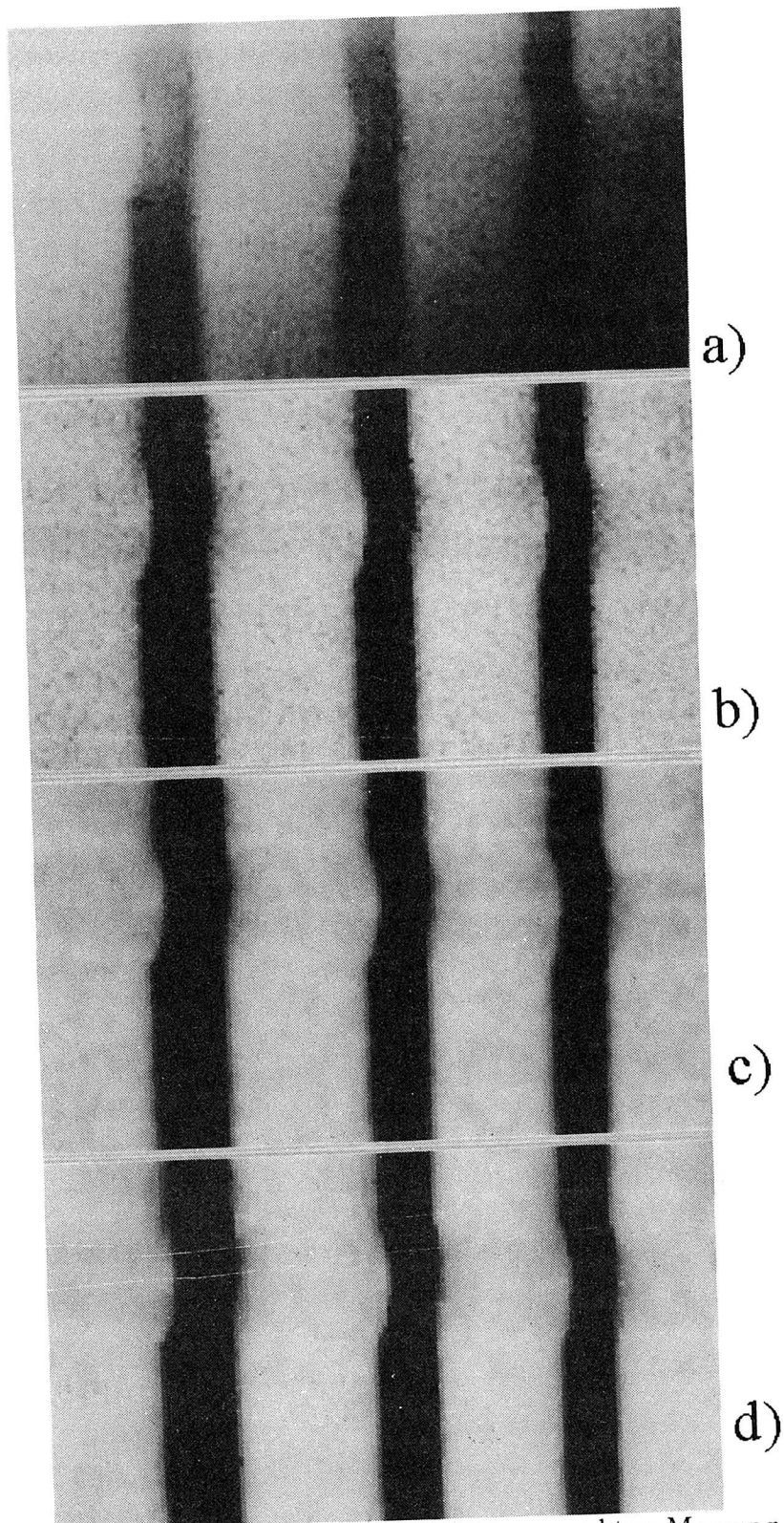


Abbildung 6.1: Filterwirkung bei einer verrauschten Messung einer Optical Disk, a): Unbehandelte Meßwerte, b): Offseteliminierung, c): Tiefpaßfilter, d): Medianfilter

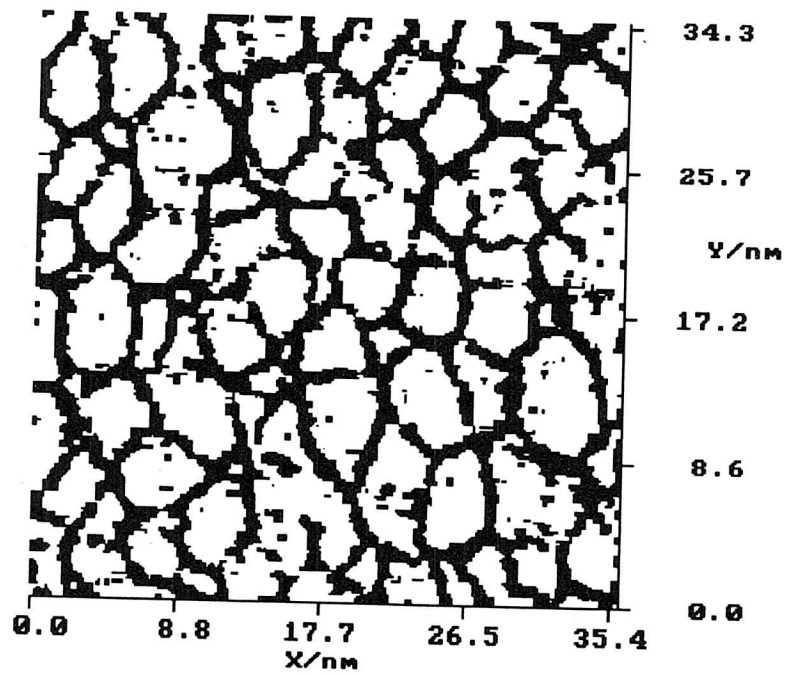
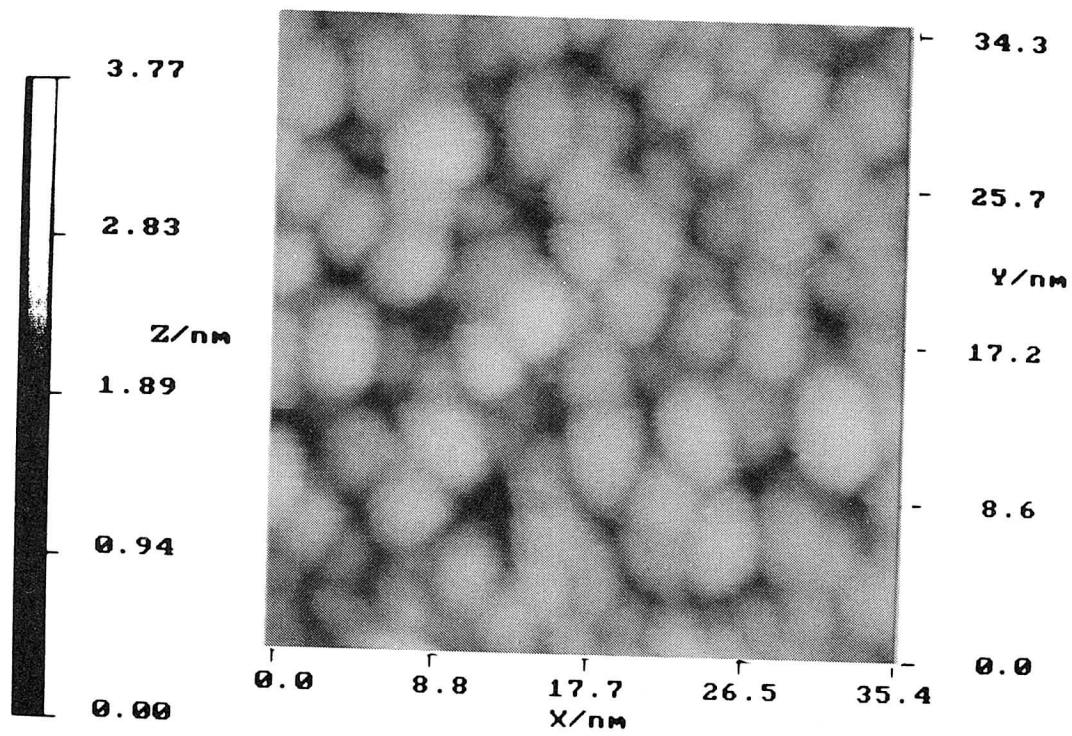


Abbildung 6.2: Anwendung des Laplacefilters, Darstellung von Korngrenzen einer gesputterten Goldschicht

$N + 1$  Werten, der  $(N/2 + 1)$ -te Wert. Im Gegensatz zum Tiefpaß bewirkt der Median-Filter kein Verschwimmen von Kanten. Er eignet sich besonders beim Vorhandensein von großen Strukturen auf dem Bild, wie z. B. bei den Messungen der Optical Disk. In Abb. 6.1 ist die Wirkung des Median-Filters zu sehen.

Weiterhin können auch frei definierte Maskenparameter eingegeben werden.

### 6.5.2 Filter im Frequenzraum

Das Programm verfügt über eine zweidimensionale schnelle Fouriertransformation (FFT) [Kl 93]. Der Algorithmus wurde aus [Ba 88] übernommen. Die Fouriertransformierte kann sowohl zur Analyse als auch zur Filterung der Daten verwendet werden. Abb. 6.3 und 6.4 zeigen eine Messung von HOPG (highly oriented pyrolytic graphite) und das zugehörige Spektrum.

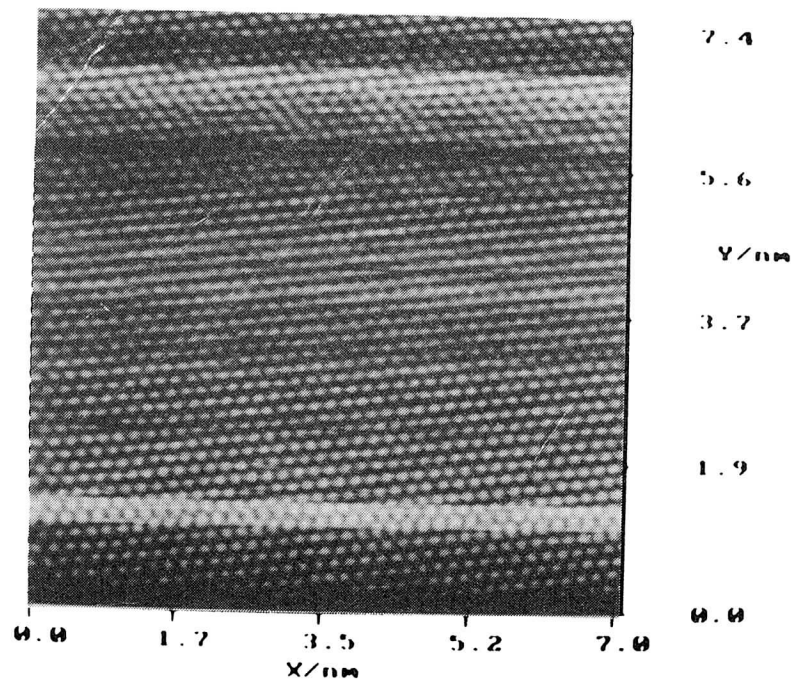


Abbildung 6.3: Abbildung von HOPG

Deutlich sind die drei Punktpaare der hexagonalen Oberflächenstruktur zu erkennen. Die Fouriertransformierte entspricht den aus Oberflächenbeugungsexperimenten (z. B. LEED) gewonnenen Ergebnissen und gestattet damit den direkten Vergleich mit diesen komplementären Meßmethoden.

Eine starke Verminderung der Bildqualität, besonders bei hoher Auflösung von atomaren Strukturen, ergibt sich durch tieffrequente Schwankungen des Tunnelabstands in der Größenordnung der Zeilenfrequenz, die sich in horizontalen Streifen auf dem Bild äußern. Im Spektrum wird diese Störung durch einen vertikalen Streifen in der Bildmitte sichtbar. Durch Herausschneiden dieses Streifens im Spektrum und Rücktransformation läßt sich der Bildfehler beseitigen (s. Abb. 6.5).

Tiefpaß-, Hochpaßfilter etc. lassen sich durch Multiplikation des Spektrums mit den entsprechenden Funktionen erzeugen.

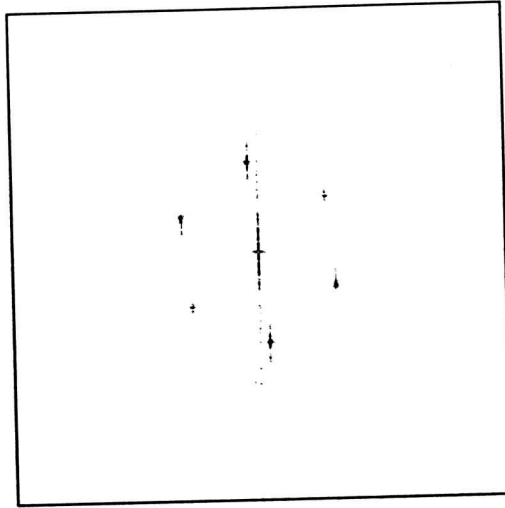


Abbildung 6.4: Fourierspektrum von HOPG

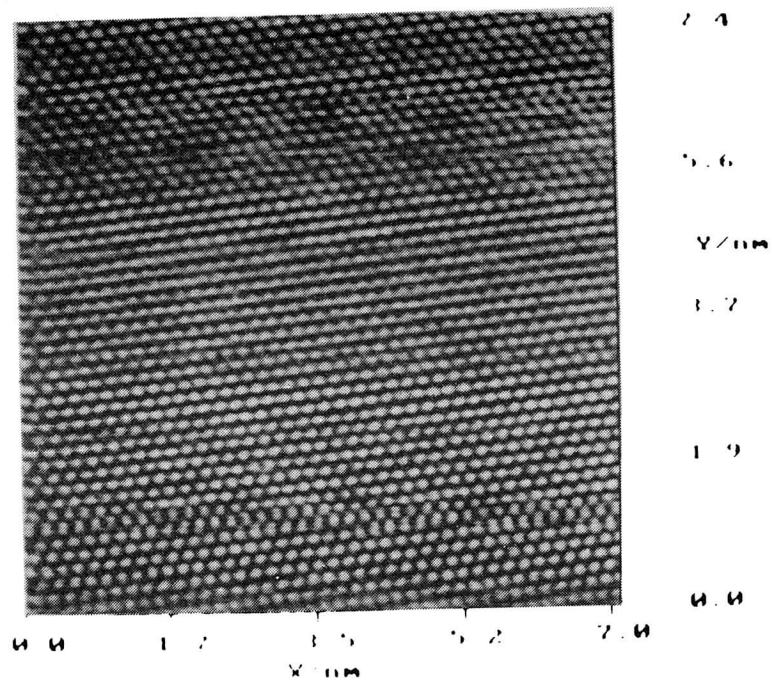


Abbildung 6.5: Gefiltertes Bild von HOPG

## 6.6 Rauheitsermittlung

Da die RTM-Messungen die Topographie einer Oberfläche liefern, können die Daten nicht nur zu einer bildlichen Darstellung, sondern auch zur quantitativen Analyse des Oberflächenreliefs verwendet werden. Im technischen Bereich ist es üblich, die Rauheit einer Oberfläche mit Hilfe von Profilmeßgeräten zu bestimmen. Das Prinzip der Rauheitsbestimmung besteht darin, aus den linearen oder quadratischen Abweichungen der Profilkurve von einer Bezugslinie einen Mittelwert zu bilden. Mit dem Rauheitswert will man eine Aussage über die Qualität einer Oberfläche gewinnen, z. B. über die optischen Reflexionseigenschaften einer dünnen Schicht. Die technische Rauheit wird unterschieden von der Formabweichung eines Werkstücks (Gestaltabweichung erster Ordnung), die bei der Betrachtung der gesamten Oberfläche feststellbar ist und der Welligkeit (Abweichung zweiter Ordnung). Sie betrifft Abweichungen dritter und vierter Ordnung, die z. B. als Rillen, Riefen oder Schuppen auftreten. Abweichungen fünfter (Gefügestruktur) und sechster (Gitteraufbau) Ordnung konnten mit konventionellen Profilmeßgeräten bisher nicht untersucht werden. Mit dem RTM sind nun jedoch auch diese Ordnungen zugänglich und können in die Rauheitsanalyse miteinbezogen werden. Gleichzeitig haben sich mit Fortschreiten der Mikrostrukturtechnik auch die Strukturgrößen zu immer kleineren Dimensionen verschoben, die Strukturelemente der als Testobjekt in dieser Arbeit untersuchten optical disk z. B. liegen in einer Größenordnung, die mit bisherigen Methoden kaum noch als Rauheit erfaßt werden konnten. Daher wird es zunehmend interessant, statistische Parameter einer Oberfläche, wie die Rauheit, auch auf mikroskopischer Ebene zu erfassen.

Zur quantitativen Bestimmung der Rauheit wurde eine Modifikation des Mittenrauhwerts  $R_a$  nach DIN 4768 verwendet [Kl 89]. Die Rauheit wurde hier nicht nur für die Gesamtmeßstrecke  $l_m$ , sondern als Funktion eines Intervalls  $l \leq l_m$  bestimmt. Abb. 6.6 illustriert das Verfahren und zeigt die zugehörige Rauheitskurve.

Für eine bestimmte Meßlänge  $l$  wird von einem Anfangspunkt  $x'$  bis  $x' + l$  die Ausgleichsgerade  $g(x)$  ermittelt und der Betrag der Differenz zwischen Profilverwert  $z(x)$  und Ausgleichsgerade aufsummiert:

$$R(l, x') = \frac{1}{l} \int_{x'}^{x'+l} |z(x) - g(x)| dx. \quad (6.2)$$

Schließlich werden für  $R(l)$  die Rauheitswerte  $R(l, x')$  von allen  $x'$  gemittelt, wobei  $0 \leq x' \leq l_m - l$ :

$$R(l) = \sum_{x'=0}^{l_m-l} \frac{R(l, x')}{l_m - l + 1}. \quad (6.3)$$

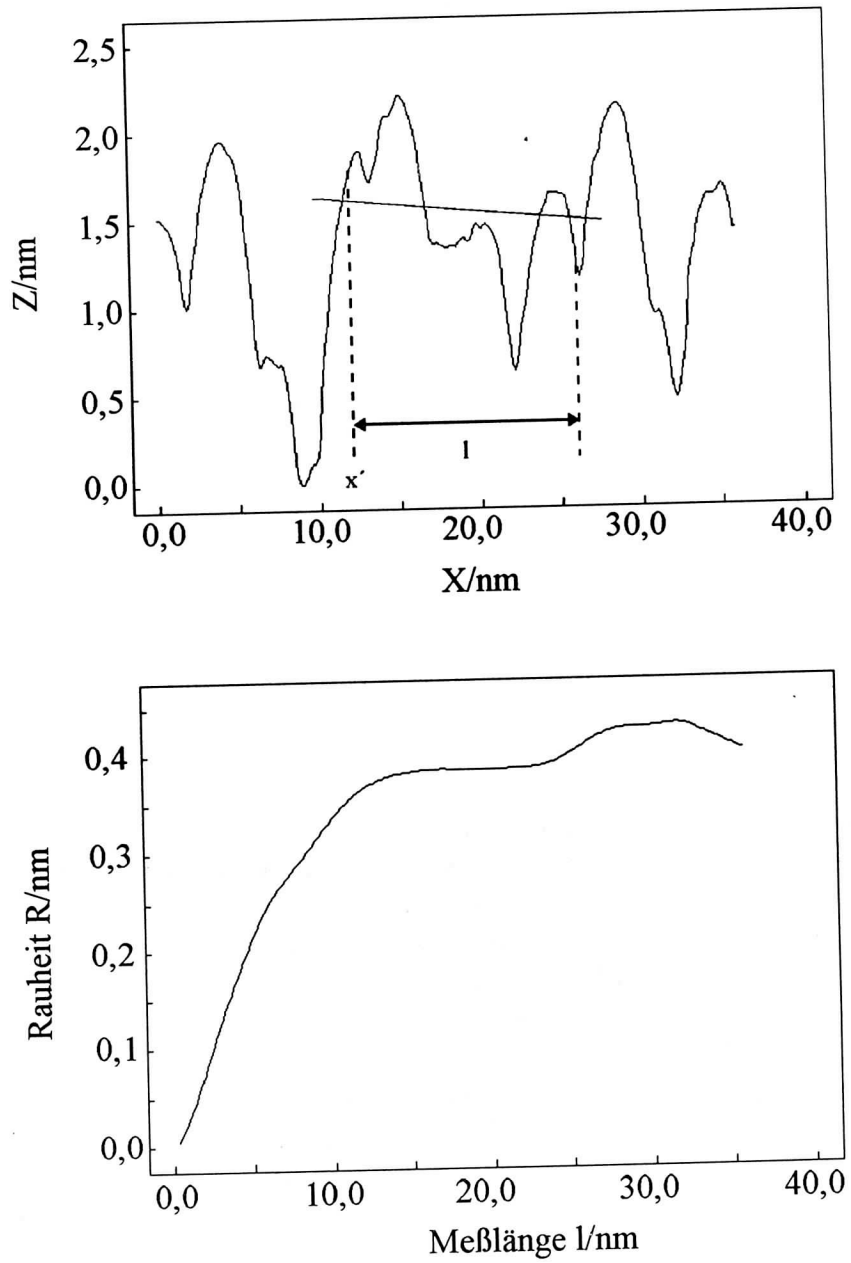


Abbildung 6.6: Oben: Ermittlung der Rauheit als Funktion der Meßlänge  $l$ ,  
unten: Zugehörige Rauheitskurve

Die Abb. 6.7 bis 6.9 zeigen als Beispiel eine Serie von Messungen einer dünnen Goldschicht, die auf HOPG gesputtert wurde. Die Inselstruktur der auf-

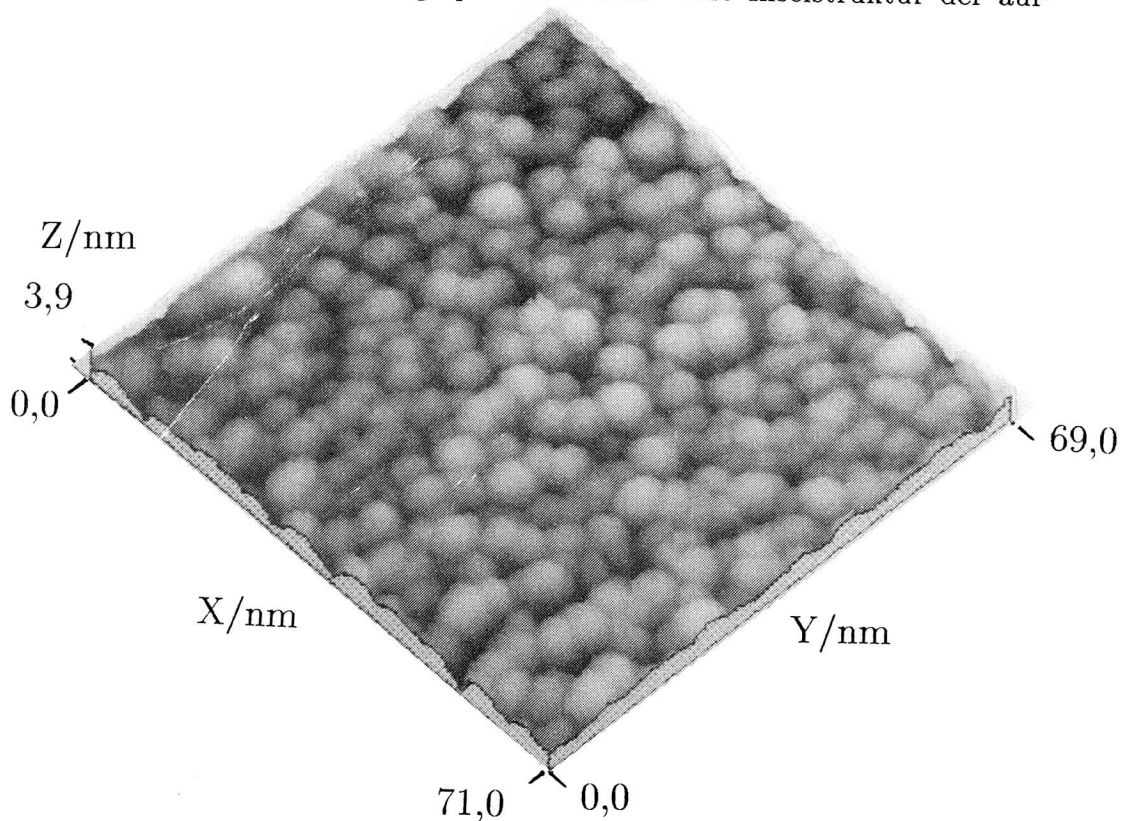


Abbildung 6.7: Gesputterte Goldschicht (1)

gewachsenen Schicht ist deutlich zu erkennen. In Abb. 6.10 ist der Rauheitsverlauf dargestellt. Es wurde jeweils eine Zeile aus der Mitte der drei Scans verwendet. Die Linien wurden vorher tiefpaßgefiltert. Es ist bei kleinen Meßlängen ein weitgehend linearer Anstieg der Rauheit zu erkennen, der im Bereich von  $l = 10 \text{ nm}$  in eine Waagrechte übergeht. Die Probe wird also in diesem Bereich wieder relativ glatt, während die Rauheit geprägt wird von der Inselstruktur der Schicht. Die Inseln besitzen einen Durchmesser im Bereich von etwa 4–10 nm. Dieser Sachverhalt kann noch deutlicher dargestellt werden, wenn man die Rauheit  $R(l)$  durch die jeweilige Meßlänge  $l$  dividiert und so einen dimensionslosen relativen Rauheitskoeffizienten erhält (Abb. 6.11). Hierdurch wird die prägende Rauheitskomponente der Inselstruktur im Bereich von 4–10 nm deutlich hervorgehoben. Sowohl bei kleineren als auch bei größeren Meßlängen fällt die relative Rauheit stark ab. Ohne Tiefpaßfilterung zeigt sich bei sehr kleinen Meßlängen noch einmal ein durch Rauschen bedingter Anstieg.

Eine andere Möglichkeit der Rauheitsanalyse besteht darin, das Fourierspektrum der Topographielinien zu verwenden, im folgenden als spektrale Rauheit  $S$  bezeichnet. In Abb. 6.12 sind die spektralen Rauheiten  $S$  von allen drei Scans aufgetragen. Hierbei wurden die über alle Linien der jeweiligen

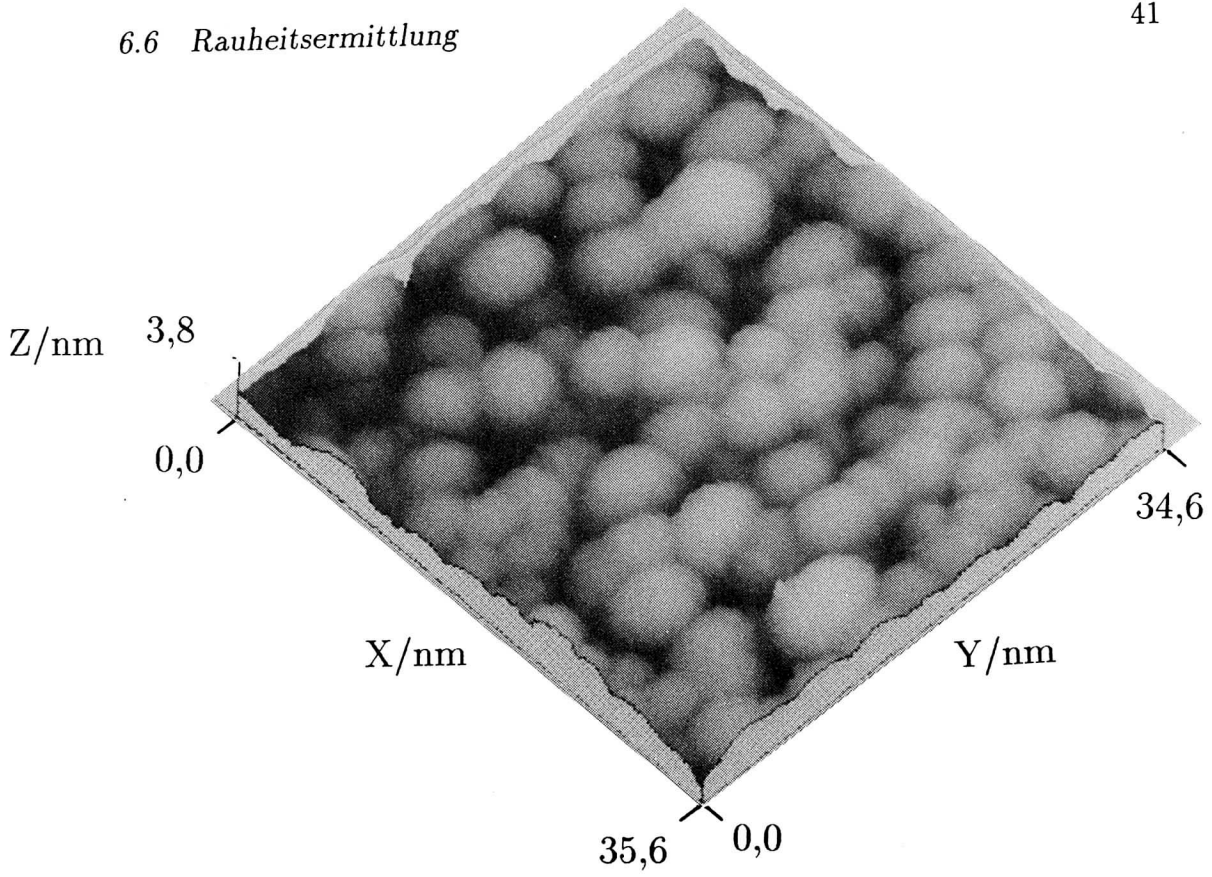


Abbildung 6.8: Gesputterte Goldschicht (2)

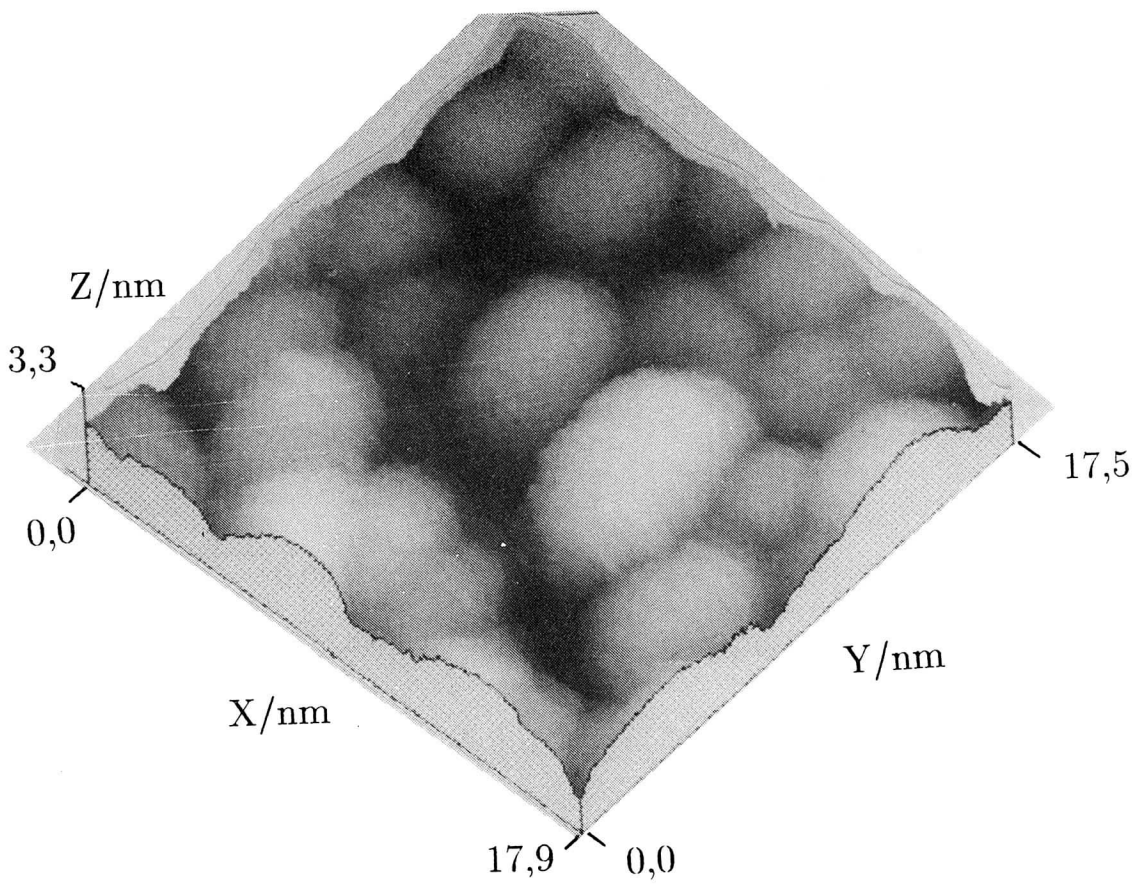


Abbildung 6.9: Gesputterte Goldschicht (3)

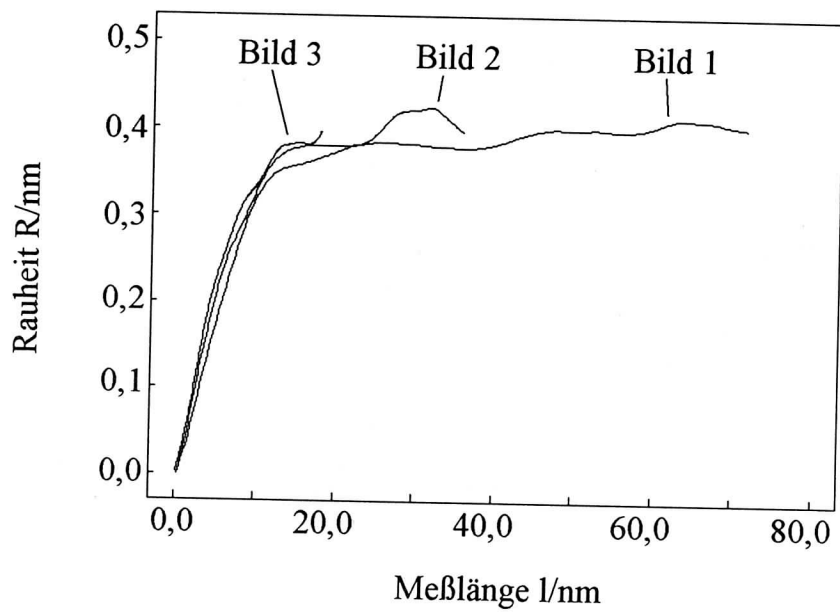


Abbildung 6.10: Rauheitsverlauf der Goldschicht

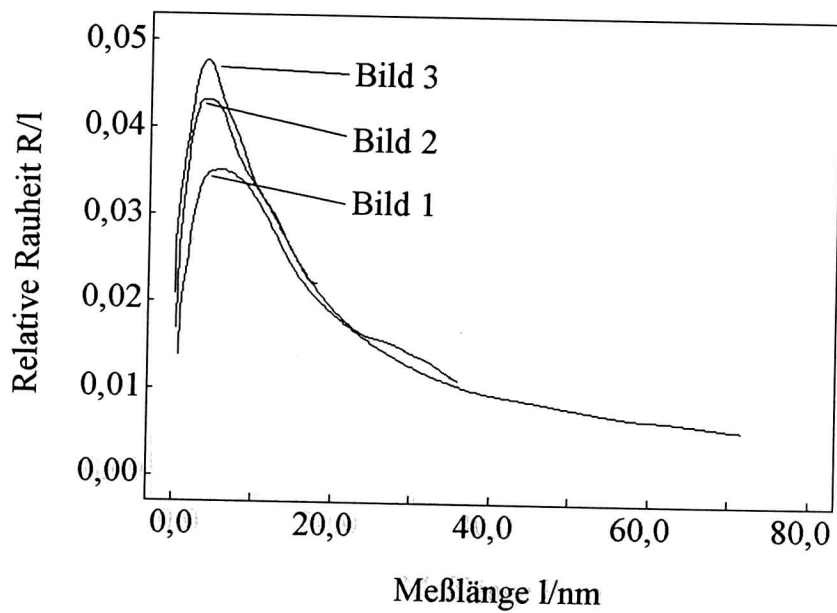


Abbildung 6.11: Relative Rauheit

Messung gemittelten Spektren verwendet. Die Spektren sind über der invertierten Ortsfrequenz aufgetragen, welche wieder die Dimension einer Länge hat und hier ebenfalls als Meßlänge  $l$  bezeichnet wird. Die drei Kurven wei-

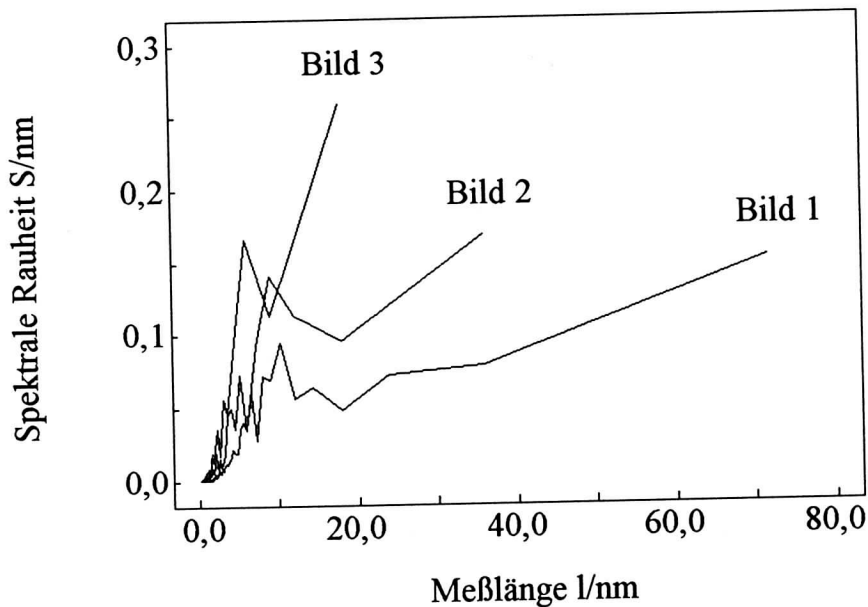


Abbildung 6.12: Spektrale Rauheit

sen denselben Grobverlauf auf, jedoch keine Gemeinsamkeiten in der Feinstruktur. Im Gegensatz zu den Rauheitskurven ist hier der charakteristische Bereich um 10 nm schon hervorgehoben. Bei größeren Meßlängen zeigt sich ein starke, auflösungsabhängige Streuung. Das asymptotische Verhalten der Rauheit deutet sich erst bei großen Meßlängen an. Charakteristisch ist der stark gezackte Verlauf der Spektralkurven. Die einzelnen Peaks stehen jedoch nicht für charakteristische Spektrallinien, da die Topographielinie nicht periodisch ist, sondern sind Ausdruck der stochastischen Natur der Ortskurve. Von Bedeutung ist also bei nichtperiodischen Strukturen nur der grobe Verlauf des Spektrums, der eine Abschätzung der spektralen Dichte in einem bestimmten Größenordnungsbereich liefert, aber keine diskreten Frequenzen wiedergibt.

In Abb. 6.13 ist die relative spektrale Rauheit  $S/l$  dargestellt. Es zeigt sich ein ähnlicher Verlauf wie bei der relativen Rauheit  $R/l$  in Abb. 6.11, wobei der Abfall des Maximums zu größeren Meßlängen hier steiler ausfällt.

Mit den oben aufgezeigten Methoden läßt sich eine einfache quantitative Analyse der Proben topographie aus RTM-Daten durchführen. Die Rauheitskurven können charakteristische Merkmale der Oberfläche aufzeigen, unterliegen jedoch durch ihre statistische Natur mehr oder weniger großen Schwankungen. Wie auch in den Abbildungen zu sehen, liefern die Messungen mit höherer Auflösung meistens größere Rauheitswerte, da mit steigender

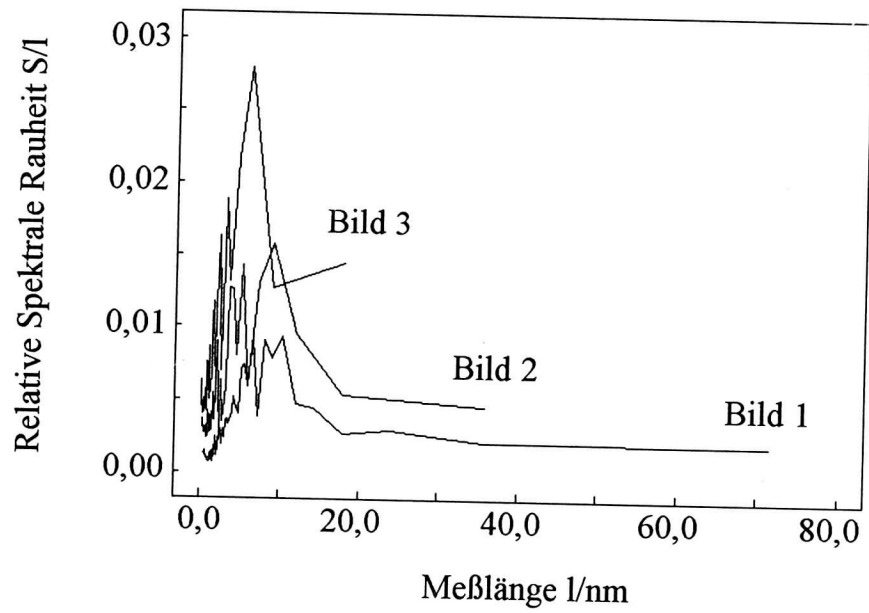


Abbildung 6.13: Relative Spektrale Rauheit

Auflösung entsprechend feinere Unebenheiten und die schmalen Täler zwischen den Hügeln besser detektiert werden können. Durch eine Verfeinerung der Methoden und Einbeziehung der Zweidimensionalität der Daten könnten hier noch signifikantere Ergebnisse erzielt werden.

## 7 Spitzenpräparation

Als Sondenspitzen wurden Gold- oder Wolframdrähte verwendet. Die Drähte wurden entweder abgeschnitten oder (Wolfram) durch elektrochemisches Ätzen präpariert [Ib 90].

Da der Tunneleffekt auf die vordersten Atome der Spitze beschränkt ist, reicht es für atomar glatte Oberflächen wie Graphit oft aus, den Draht einfach abzuschneiden und mit einer sich bildenden Mikrospitze zu tunneln.

Für die Untersuchung technischer Oberflächen, wo Strukturen im Bereich von einigen hundert nm oder einigen  $\mu\text{m}$  beobachtet werden sollen, ist es jedoch wichtig eine definierte Spitzengeometrie auch in diesen Größenordnungen zu haben. Der Spitzenradius muß, ebenso wie der Öffnungswinkel, möglichst klein sein, damit der Tunnelkontakt nur an einer Stelle stattfindet und auch enge Vertiefungen noch ausgemessen werden können. Gleichzeitig darf die Spitze insgesamt nicht zu lang und dünn sein, da sie sonst mechanisch instabil wird. Die Spitzen müssen also ein niedriges Aspektverhältnis (Quotient aus Spitzenlänge zu Drahtdurchmesser) haben.

Spitzen, die diesen Anforderungen entsprechen, lassen sich durch elektrochemisches Ätzen präparieren. Abb. 7.1 zeigt das Prinzip.

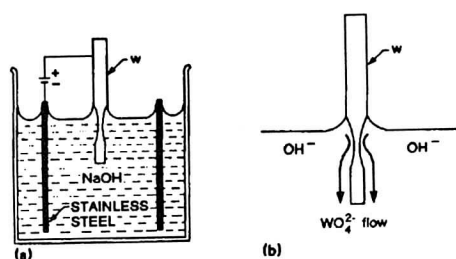


Abbildung 7.1: Prinzip des elektrochemischen Ätzens [Ib 90]

Der Wolframdraht (Dicke 0,25 mm) wird zunächst ca. 5 min. unter Vakuum gegläht. Durch diese Vorbehandlung wird eine höhere Ätzrate und eine glattere Oberfläche erreicht. Zum Ätzen wird der Draht 1,2 mm in eine 2molare NaOH-Lösung eingetaucht und als Anode geschaltet. Die Spannung gegenüber der ringförmigen Gegenelektrode beträgt 5 V. An der Eintauchstelle bildet sich durch die Oberflächenspannung des Wassers um den Draht ein Meniskus. Aufgrund des geringeren  $\text{OH}^-$ -Zustroms wird die Ätzrate zur Spitze des Meniskus hin zunehmend geringer. Weiter unterhalb des Meniskus üben die abfließenden  $\text{WO}_4^{2-}$ -Ionen einen schützenden Effekt auf den Rest des Drahtes aus und verhindern ein vollständiges Wegätzen. Die höchste Ätzrate herrscht daher am Boden des Meniskus, wodurch sich an dieser

Stelle eine Einschnürung bildet. Schließlich fällt der untere Teil des Drahtes ab und läßt eine sehr feine Spitze stehen. Nach dem Abfallen muß die Versorgungsspannung möglichst schnell abgeschaltet werden, um ein Weiterätzen und damit ein Verrunden der Spitze zu verhindern. Zu diesem Zweck wurde für die Stromversorgung eine Schaltung nach [Ib 90] verwendet, welche bei Unterschreiten eines bestimmten Ätzstroms die Stromzufuhr mittels FET-Schaltern unterbricht. Die Schaltzeit liegt bei etwa 100 ns.

Abb. 7.2 zeigt die Ätzanlage [Hö 92], die ähnlich wie in [Le 90] aufgebaut wurde.

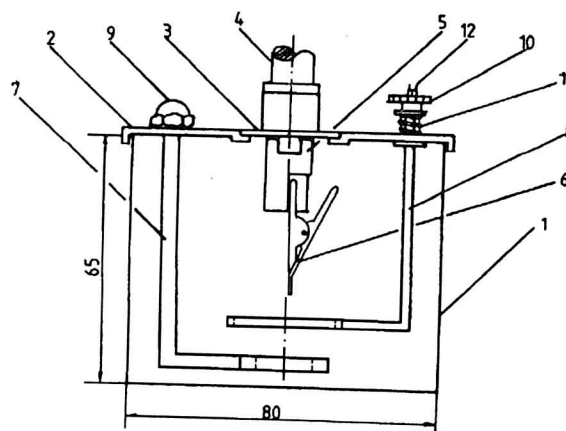


Abbildung 7.2: Ätzanlage für Spitzenpräparation (Maße in mm). 1: Gefäß, 2: Außendeckel, 3: Innendeckel, 4: Einbaumeßschraube, 5: Isolierblock, 6: Klemme, 7: Auffangarm, 8: Ringelektrode, 9: Hutmutter, 10: Rändelmutter, 11: Feder, 12: Kabelschuh

Der Kontakt für die Spitze wird direkt an die Klemme gelegt. Die Einbaumeßschraube besitzt eine nichtdrehende Spindel. Der Auffangarm dient dazu das abfallende Ende des Drahtes aufzufangen, das auch als Spitze verwendet werden kann.

Als wichtige Voraussetzung für eine gute Spitzenpräparation erwies sich der Radius der Ringelektrode, der nicht zu klein gewählt werden darf (hier: 2,7 cm). Die Eintauchtiefe des Drahtes liegt bei 1,0 bis 1,4 mm. Bei zu kleinen Werten bildet sich keine Spitze, bei zu großen Werten wird die Spitze meist zu lang. Außerdem kann es passieren, daß sich die Spitze nach dem Abfallen des unteren Endes durch die elastischen Rückstellkräfte nach oben aufrollt.

In den Abb. 7.3–7.5 sind REM-Aufnahmen der Spitzen bei verschiedenen Auflösungen zu sehen. Abb. 7.3 zeigt die Grobform der Spitze mit exponentiellem Zuschnitt und einem Aspektverhältnis von etwa 1. Der Öffnungswinkel der Spitze beträgt etwa  $10^\circ$ , der Spitzenradius ca. 20 nm (Abb. 7.4 und 7.5). Diese Werte konnten routinemäßig erreicht werden.

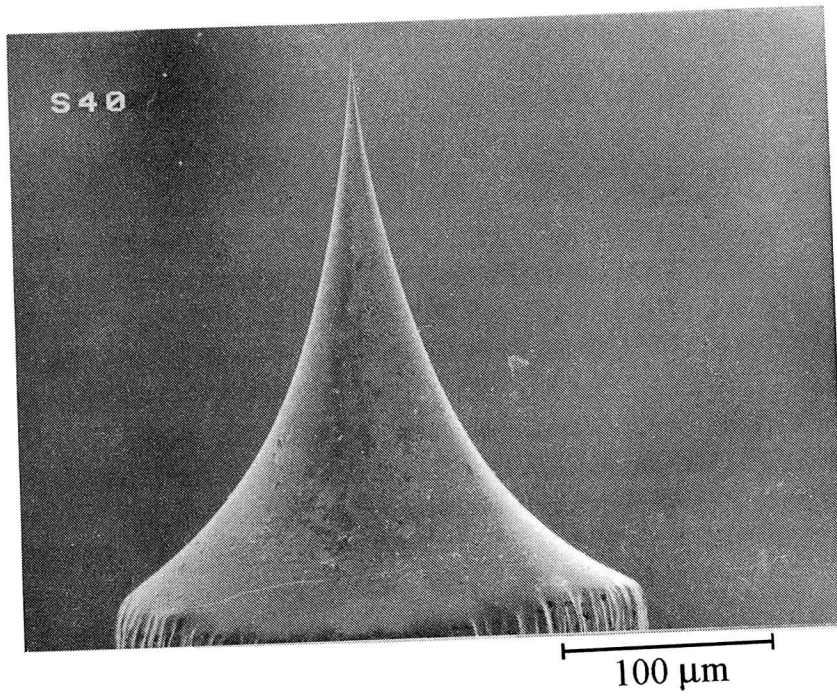


Abbildung 7.3: Geätzte Wolfram-Tunnelspitze

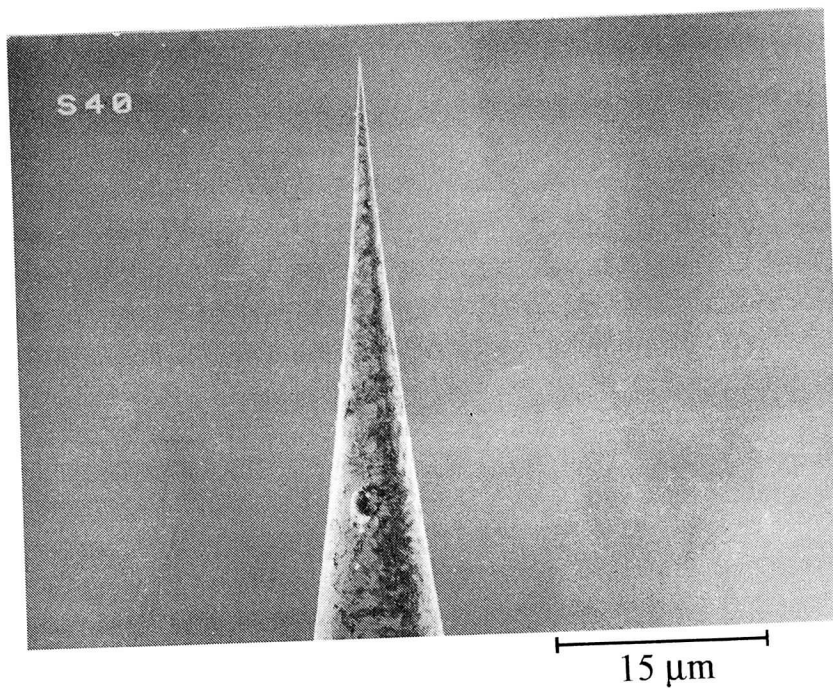


Abbildung 7.4: Geätzte Wolfram-Tunnelspitze

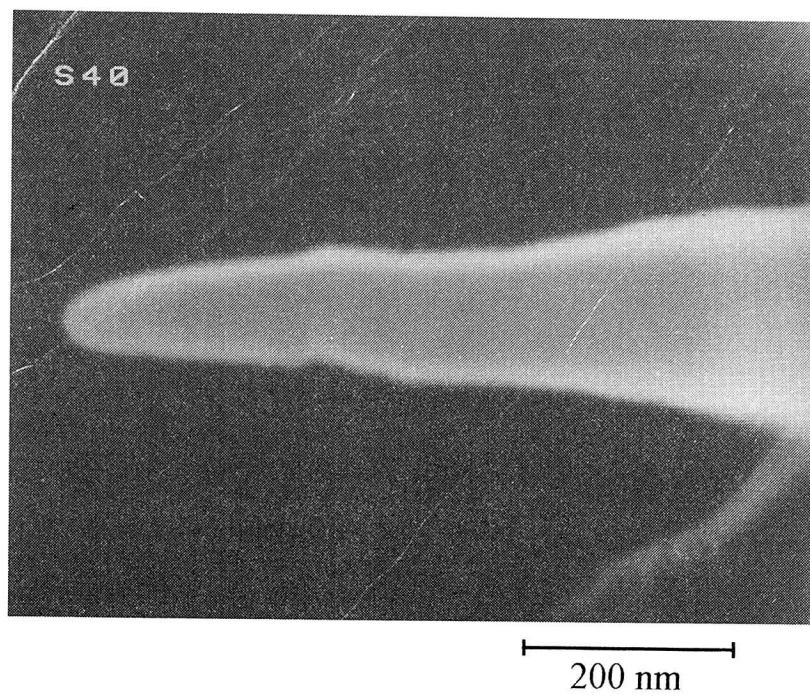


Abbildung 7.5: Geätzte Wolfram-Tunnelspitze

## 8 Testmessungen

### 8.1 Technische Dimensionen

Zum Test und zur Eichung des RTMs wurden Stücke einer optischen Disk untersucht, die als Speichermedium in der Datenverarbeitung benutzt wird. Auf ihrer Oberfläche befindet sich ein Streifenmuster, das zur Fokussierung des abtastenden Laserstrahls dient. Die Streifen weisen eine Periodizität von  $1,6 \mu\text{m}$  mit einer Höhe von  $100 \text{ nm}$  auf und eignen sich daher gut als Test- und Kalibrierobjekt für die großen Scanbereiche des RTMs. Die Probe besteht aus Polycarbonat und wurde für die RTM-Messungen mit Gold beschichtet. Abb. 8.1 zeigt eine Messung mit dem größten Rasterbereich des RTMs, wobei das obere Bild im Vorlauf (Scanrichtung von rechts nach links) und das untere Bild im Rücklauf (Scanrichtung von links nach rechts) aufgenommen wurde.

Die Aufnahmen lassen deutlich Hügel und Gräben unterscheiden und geben die erwartete Struktur sehr deutlich wieder. Gleichzeitig lassen sich jedoch einige für die Rastersondenmikroskopie typische Bildfehler erkennen. Im Vergleich mit Herstellerangaben und REM-Aufnahmen zeigt sich, daß die Gräben in der Aufnahme zu schmal und die Kanten etwas verrundet erscheinen, die Nadel also nicht mehr optimal spitz war. Der einzelne Punkt in der linken Bildhälfte und der Querstreifen sind dagegen reale Störungen der Oberfläche.

Weiterhin fällt auf, daß die Streifenstruktur nicht regelmäßig ist und die Anfangspunkte von Vor- und Rücklauf verschoben sind. Hierfür sind die Piezoelemente verantwortlich. Das Ausdehnungsverhalten piezoelektrischer Keramiken ist nicht linear, sondern weist eine Hysterese und einen Nachlaufeffekt (Kriechen) auf. Letzterer Effekt bewirkt außer der Verzerrung des Streifenmusters auch die Verschiebung des Anfangspunktes im Vorlauf nach links. Beim Rastervorgang bleibt die Spitze eine gewisse Zeit in der Spalte 0 stehen, da hier die Zeile inkrementiert wird. Während dieser Zeit zieht sich das Piezoelement weiter zusammen und bewegt damit die Spitze weiter nach links. Durch diesen Nachlaufeffekt ist auch der Rasterweg in Zeilenrichtung größer als in Spaltenrichtung. Da die Ansteuerung in Zeilenrichtung langsamer erfolgt, dehnt sich der Piezo hier zusätzlich noch weiter aus. In Abb. 8.2 ist die Hysteresekurve für den maximalen Scanbereich aufgezeichnet, die aus den Testmessungen gewonnen wurde. Die Anpassung erfolgte durch ein Polynom dritten Grades:

$$s = aU + bU^2 + cU^3, \quad (8.1)$$

wobei  $s$  der zurückgelegte Weg,  $U$  die Piezospaltung und  $a$ ,  $b$  und  $c$  Anpassungsparameter sind. Mit Hilfe dieser Anpassung kann die Wirkung des

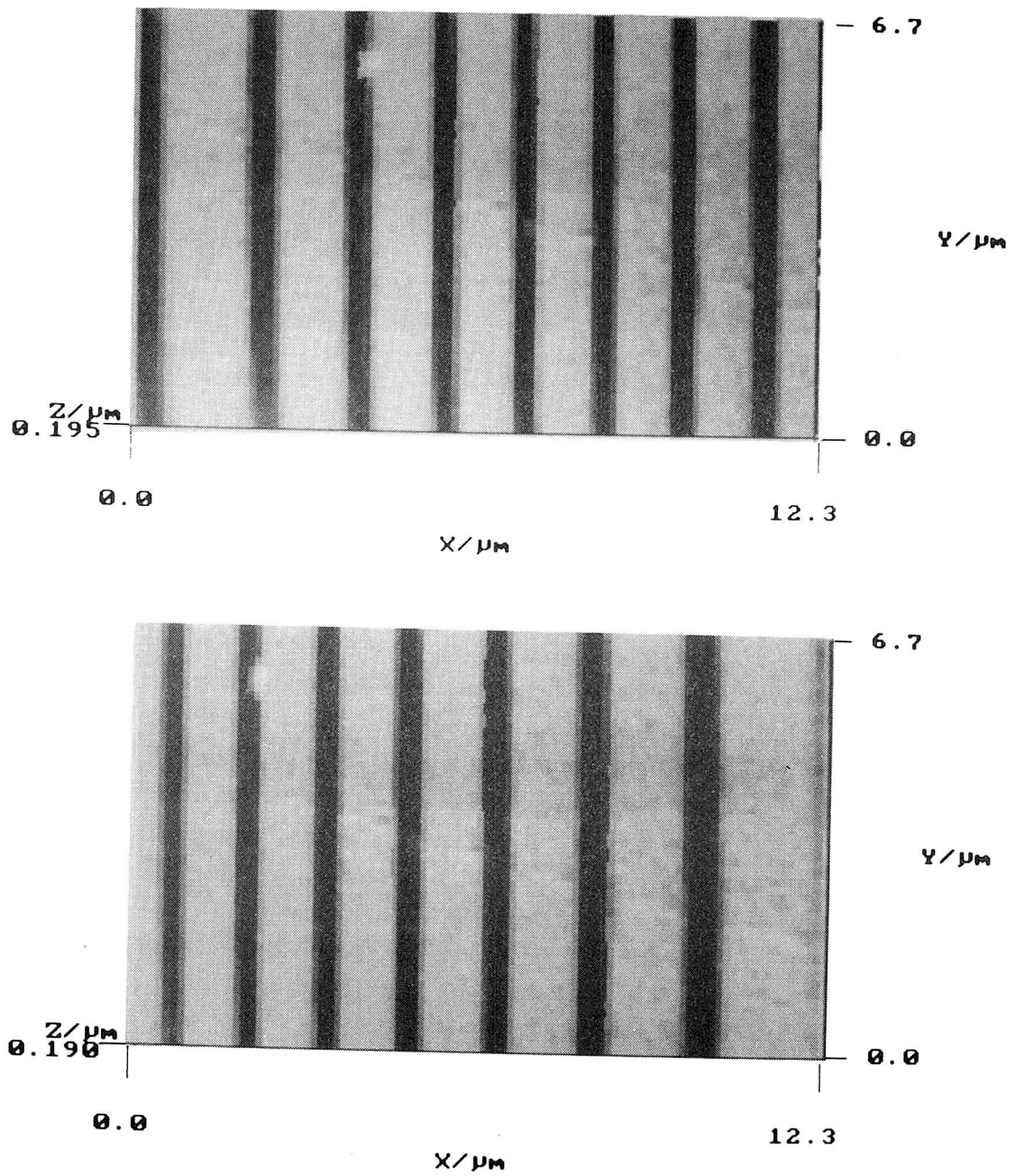


Abbildung 8.1: Abbild einer Optical Disk, oben: Vorlauf, unten Rücklauf

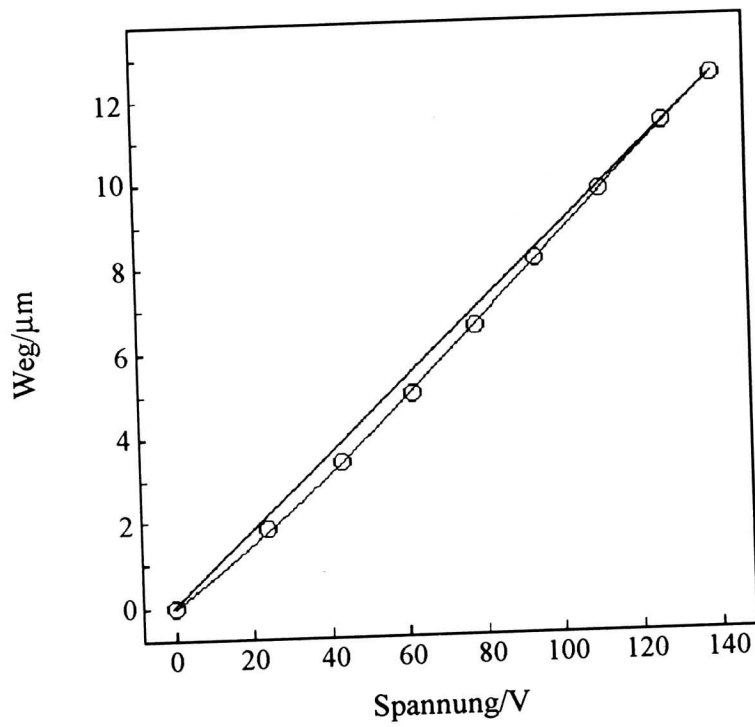


Abbildung 8.2: Hysteresekurve

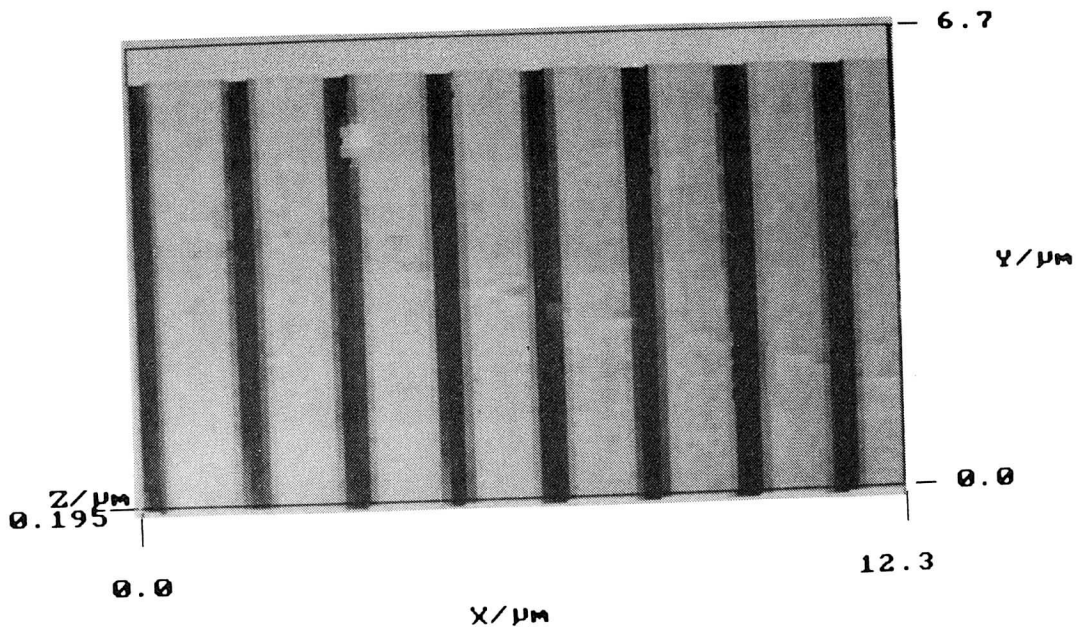


Abbildung 8.3: Optical Disk mit Hysteresentzerrung

Hystereseeffekts per Software wieder eliminiert werden. Abb. 8.3 zeigt die Wirkung der Hystereseseentzerrung.

In den Abb. 8.4 bis 8.5 sind Aufnahmen mit höherer Auflösung von derselben Probe zu sehen. Hier werden kleinere Störungen und Ungenauigkeiten der Struktur sichtbar, bei noch höherer Auflösung tritt die Struktur des aufgesputterten Goldfilms hervor. Die Asymmetrie der rechten und linken Kanten beruht dagegen auf einer Asymmetrie der Spitze.

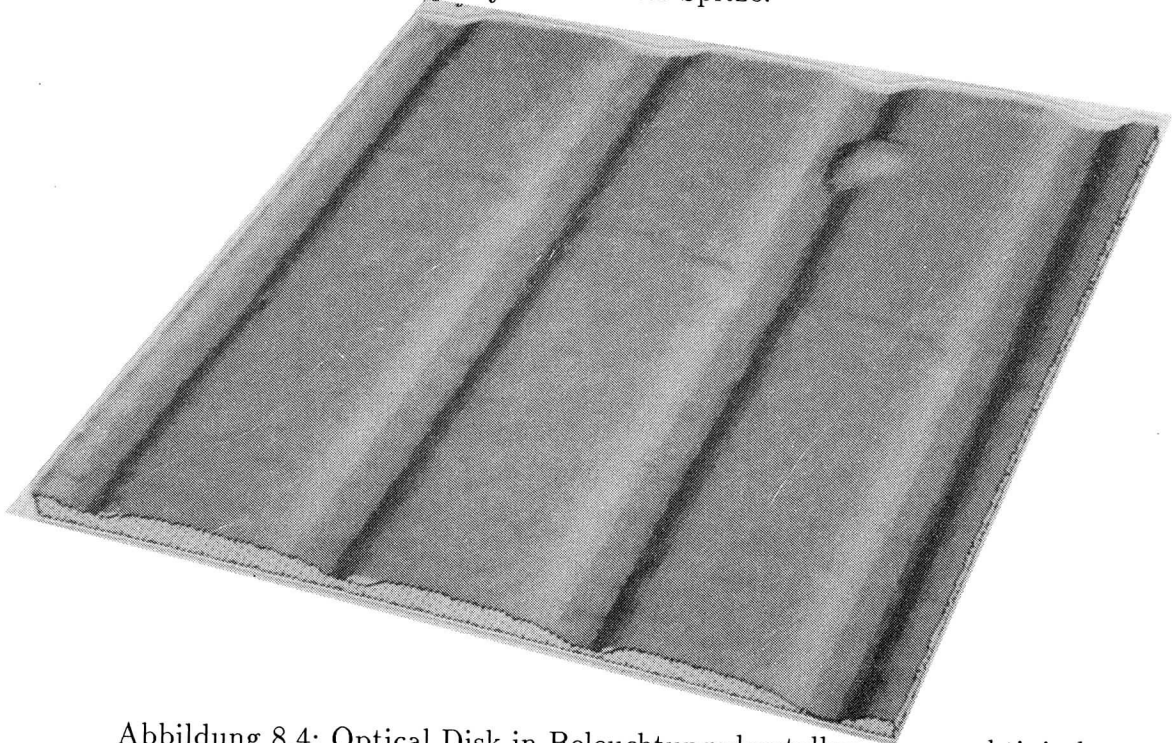


Abbildung 8.4: Optical Disk in Beleuchtungsdarstellung, perspektivisch

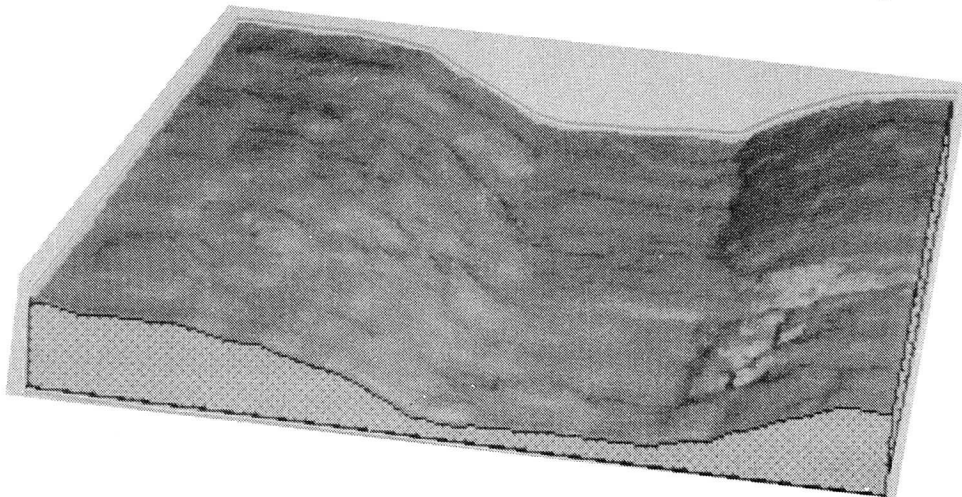


Abbildung 8.5: Optical Disk in Beleuchtungsdarstellung, perspektivisch

Abb. 8.6 zeigt den Rand eines Kugelschliffs einer implantierten Titanprobe. Hierbei wurde mit einer rotierenden Stahlkugel von oben auf die Probe

gedrückt und ein Oberflächenbereich in Form einer Kalotte weggeschliffen. Deutlich ist die Grenze zum Schliff mit seinen ausgeprägten Riefen zu erkennen. Mit Hilfe der mechanischen Grobverstellung, bei gleichzeitiger Beobachtung unter einem technischen Mikroskop, konnte die Spitze genau am Rand der Kalotte positioniert werden. In Abb. 8.7 ist ein mit der Spitze gezogener

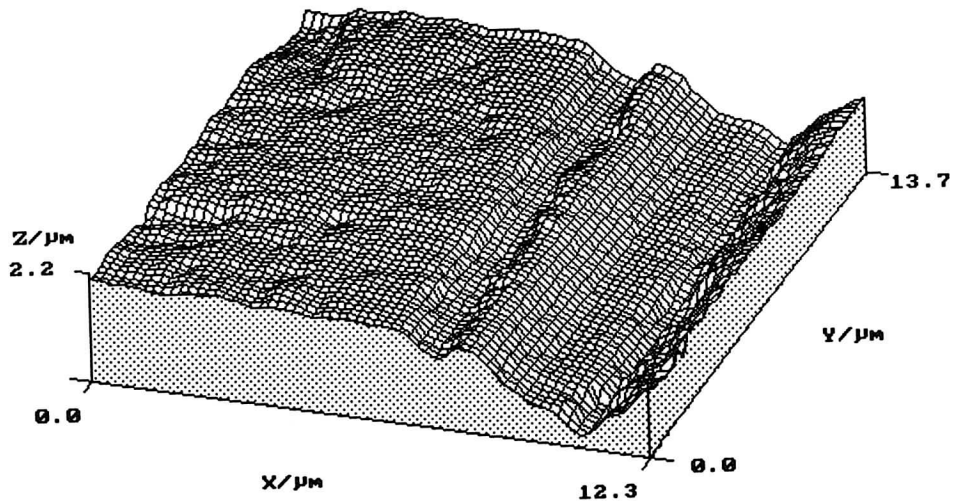


Abbildung 8.6: Rand eines Kugelschliffs (rechts) auf einer implantierten Titanprobe

Graben in einer Kunststoffprobe zu sehen. Es handelt sich hierbei um ein flüssigkristallines Polymer, das für die Messung mit Gold besputtert wurde. Die Messung wurde anschließend mit derselben Spitze durchgeführt.

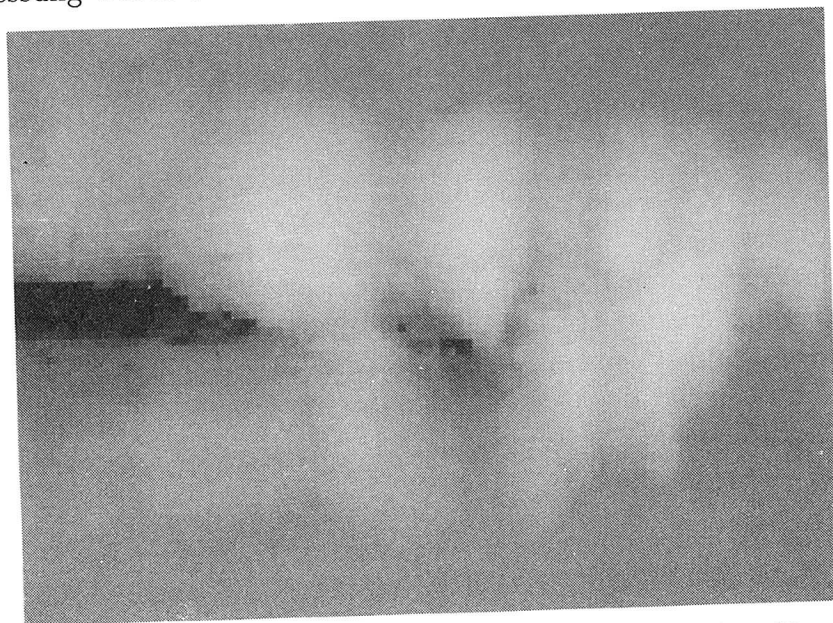


Abbildung 8.7: Spur der Spitze in einer Kunststoffprobe, Scanlänge:  $13\ \mu\text{m}$

Diese Aufnahmen demonstrieren die Eignung des RTMs für die Untersuchung technischer Strukturen im nm- und  $\mu\text{m}$ -Bereich. Gleichzeitig werden mögliche Fehlerquellen deutlich, die bei der Messung bzw. der Interpretation von Messungen berücksichtigt werden müssen.

## 8.2 Atomare Auflösung

Die atomare Auflösung des RTMs wurde an Graphit (HOPG = Highly oriented pyrolytic graphite) getestet. HOPG besteht aus locker gebundenen Lagen mit hexagonaler Struktur. Abb. 8.8 erläutert die atomare Ordnung von HOPG. Die dunklen Punkte stellen Atome der ersten Lage dar, die hellen

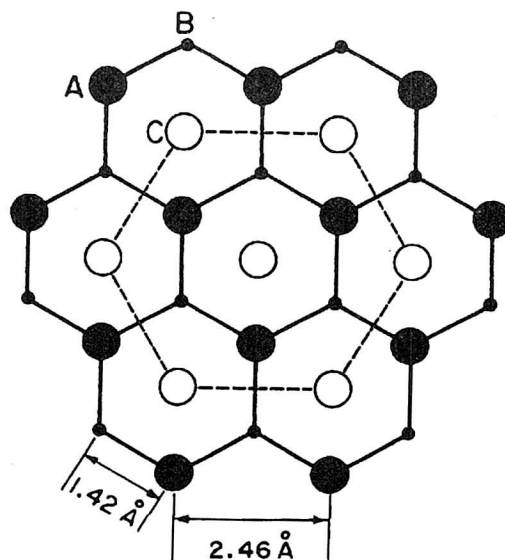


Abbildung 8.8: Struktur von HOPG [Br 86]

Punkte die der zweiten Lage. Position A entspricht einem Atom, das über einem Atom aus der zweiten Lage sitzt, Position B sitzt dagegen auf Lücke, und Position C gehört einem Atom aus der zweiten Lage, in der Lücke der ersten. Abb. 8.9 zeigt die atomare Struktur von Graphit, aufgenommen im Konstanthöhenmodus.

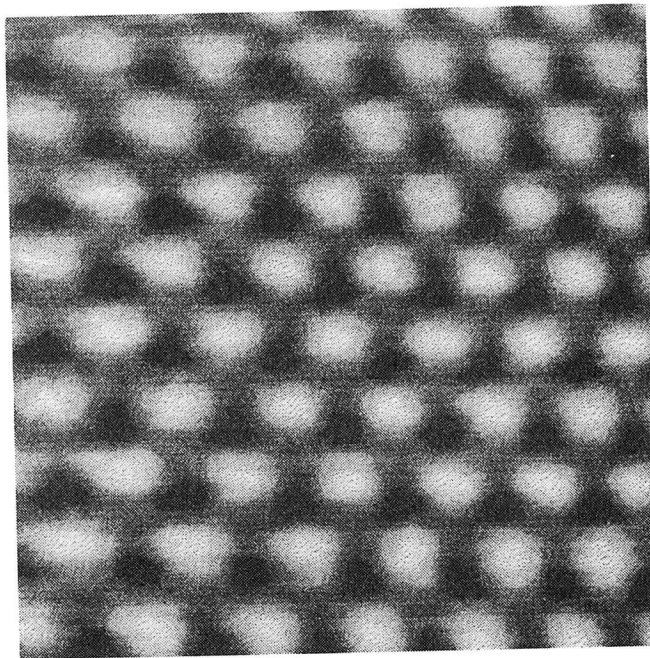


Abbildung 8.9: RTM-Aufnahme von HOPG

### 8.3 Fehler und Artefakte

Die oben angeführten Ergebnisse zeigen, daß das RTM die ihm gestellten Aufgaben - Abbildung von Oberflächen von atomarer Auflösung bis hin zu technischen Dimensionen - prinzipiell erfüllen kann, und daß Mechanik und Elektronik den nötigen Anforderungen genügen. Der kritischste Punkt der Rastertunnelmikroskopie ist jedoch der eigentliche Tunnelkontakt. Bei Messungen an unterschiedlichen Proben zeigte sich, daß nicht überall eine gute Auflösung, bzw. überhaupt eine aussagekräftige Messung zu erhalten ist. Zur Klärung dieser Probleme sind jedoch weitere, eigenständige Untersuchungen erforderlich; hier können nur einige Phänomene geschildert werden. Zur Differenzierung sollten zwei Einflußgrößen unterschieden werden:

1. Die "Qualität" der Oberfläche
2. Einfluß der Spitzenform

Zu 1:

Besonders beim Tunneln an Luft stellt sich oft das Problem, daß Spitze und Probe von Adsorbat- (Wasser) oder Oxidschichten bedeckt sind, der Tunnelkontakt also nicht direkt zwischen Spitze und Probe besteht, sondern durch eine Zwischenschicht vermittelt wird. Bei Silizium z. B. verhindert die Oberflächenoxidschicht einen stabilen Tunnelkontakt an Luft und läßt daher keine Messungen zu. Bei Titan (s. Kap. "Ionenimplantiertes Titan") ist ein Tunneln möglich, aber die Auflösung ist durch denselben Effekt begrenzt.

Nach Implantation mit Krypton war der Tunnelkontakt besser. Bei "schlechten" Oberflächen weist der Tunnelstrom meist ein höheres Rauschen und einzelne Spitzen auf, was sich entsprechend auf das Regelsignal auswirkt. In vielen Fällen wird die Qualität des Bildes besser, wenn man mehrmals mit der Spitze über die Oberfläche fährt oder auch nur eine zeitlang an einer Stelle stehenbleibt. Umgekehrt wird der Tunnelkontakt manchmal besser, wenn man die Spitze nur kurz anhebt und wieder annähert, oder die Bildqualität läßt nach einiger Zeit des Tunnelns mehr oder weniger schnell nach und die Spitze ist nicht mehr brauchbar. Diese Phänomene weisen darauf hin, daß die an Luft vorhandenen Adsorbatschichten einen großen Einfluß auf den Spitzen-Proben-Kontakt ausüben, der die Meßergebnisse stark beeinträchtigen kann. Bevor der Tunneleffekt einsetzt, muß die Spitze erst die Kontaminationsschicht durchstoßen. Bei der lateralen Bewegung muß sie sich durch diese hindurch bewegen, so daß beim Rastern Krafteinwirkungen in normaler und lateraler Richtung auftreten, die die Spitze elastisch verformen können. Mögliche weitere Störeffekte wären:

- Veränderung der lokalen Leitfähigkeit
- Umlagerungsprozesse von Adsorbataomen zwischen Spitze und Oberfläche

Zu 2:

Bei gutem Tunnelkontakt kann jedoch auch noch die Spitzenform dafür sorgen, daß eine Messung unbrauchbar wird. Am Ende einer Spitze können sich zwei oder mehr Mikrospitzen bilden. Der Tunnelstrom kann dann je nach Topographie der Oberfläche von der einen zur anderen Mikrospitze springen oder durch beide gleichzeitig fließen. Abb. 8.10 zeigt ein Beispiel für die Messung einer Doppelspitze. Es handelt sich hier um HOPG, der mit hochenergetischen, schweren Ionen beschossen wurde (s. Kap. "Ionenimplantiertes Graphit"). Durch die Doppelspitze wird der Einschußhügel zweimal abgebildet. Zwischen den beiden Hügeln überlagern sich die beiden Abbildungen der atomaren Struktur des Graphits nach Art einer Moiré -Figur.

Hat die Oberfläche sehr tiefe und schmale Löcher oder Spalten, wie es bei dünnen Schichten oft der Fall ist, so ist die Spitze nicht mehr in der Lage, diese korrekt abzubilden. Nähert sich die Spitze seitlich einer steilen Böschung, so springt der Tunnelstrom vom vorderen Ende der Spitze zu einem Punkt an der Seite, der der Böschung am nächsten kommt (s. Abb. 8.11).

Die Regelung zieht dann die Spitze sehr schnell zurück, so daß es in der Abbildung zu einer scharfen Kante und eventuell zu einem Überschwinger kommt. Bei benachbarten Zeilen sind diese Kanten durch die Unregelmäßigkeit des Sprungeffekts oft geringfügig gegeneinander verschoben, so daß eine gezackte Struktur entsteht (Abb. 8.12).

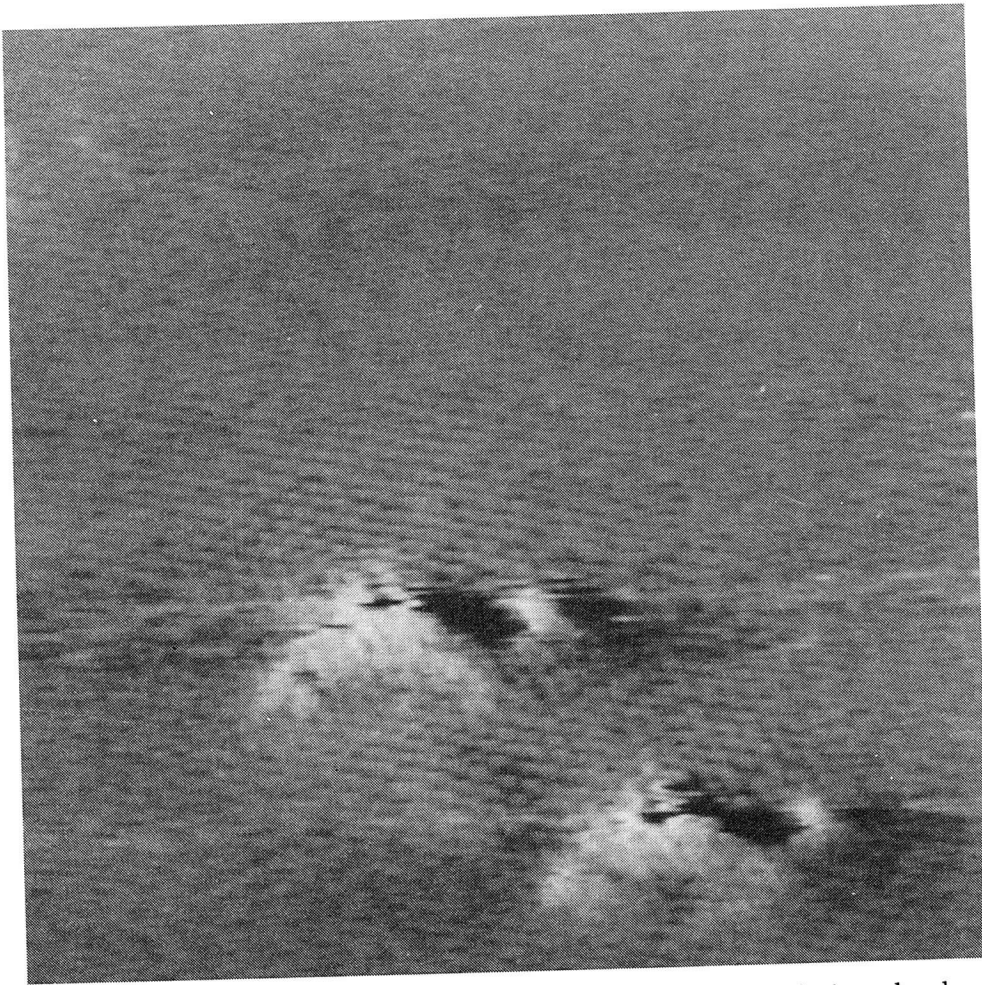


Abbildung 8.10: Effekt einer Doppelspitze. Einschubhügel eines hochenergetischen, schweren Ions auf HOPG. Scanbereich 14 nm

Bei umgeknickten Spitzen kann beobachtet werden, daß Oberflächenstrukturen vergrößert erscheinen. Die Spitze hat dann über einen sehr weiten Bereich oder an mehreren Stellen Tunnelkontakt (Abb. 8.13).

Durch diesen integralen Effekt ist der Tunnelstrom und das Regelsignal auf dem Oszilloskop ungewöhnlich glatt, wodurch sich dieser Fehler gut erkennen läßt. Die vergrößerten Strukturen lassen sich als eine Faltung der Oberflächenkontur mit einem sehr großen Spitzenradius verstehen.

Bisweilen werden noch zusätzliche, nicht vorhandene Substrukturen vorgetauscht, wie in Abb. 8.14 zu sehen. Die Streifenstruktur auf den Nadelpföfen konnte bei Wiederholungsmessungen nicht mehr festgestellt werden. Die genaue Ursache dieses Effekts ist noch unklar.

Um die geschilderten Probleme zu vermeiden, ist es wichtig, alle Messungen mehrmals durchzuführen und, soweit möglich, mit anderen Methoden z. B. REM-Aufnahmen zu vergleichen.

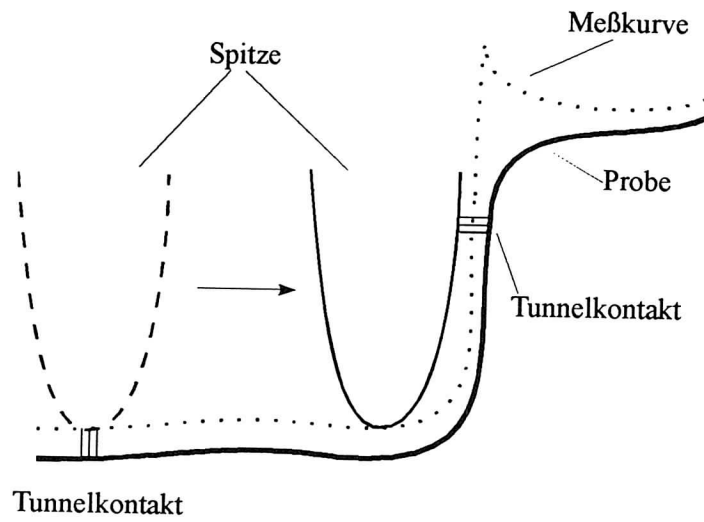


Abbildung 8.11: Entstehung von Kanten

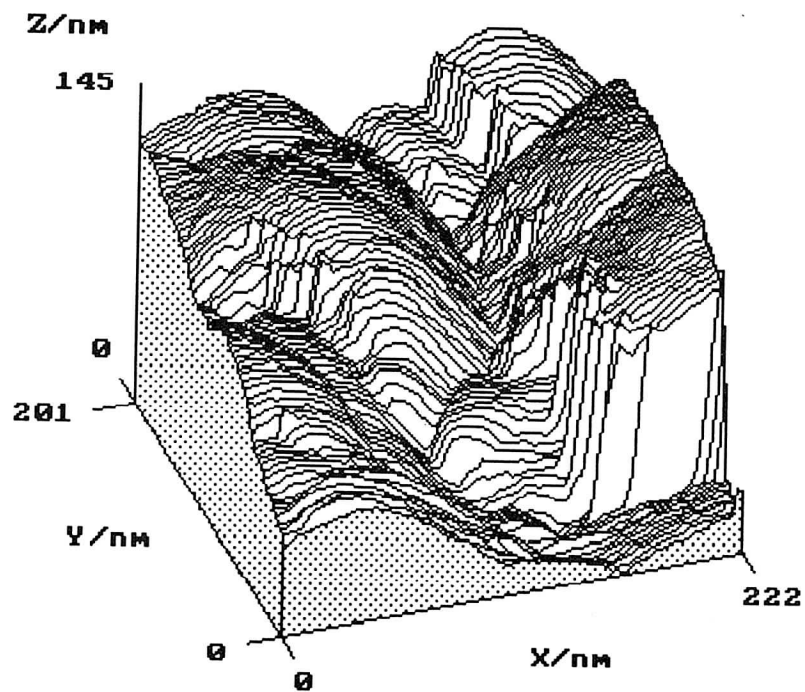


Abbildung 8.12: Kanten bei Messung einer Titannitridschicht

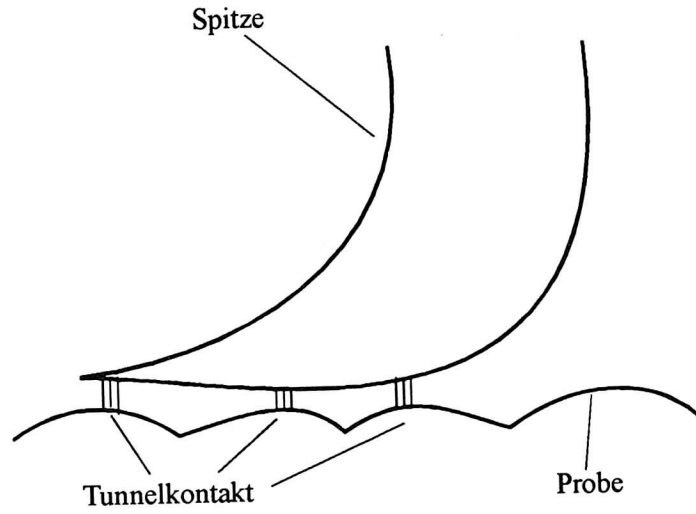


Abbildung 8.13: Tunnelstrom bei umgeknickter Spitze

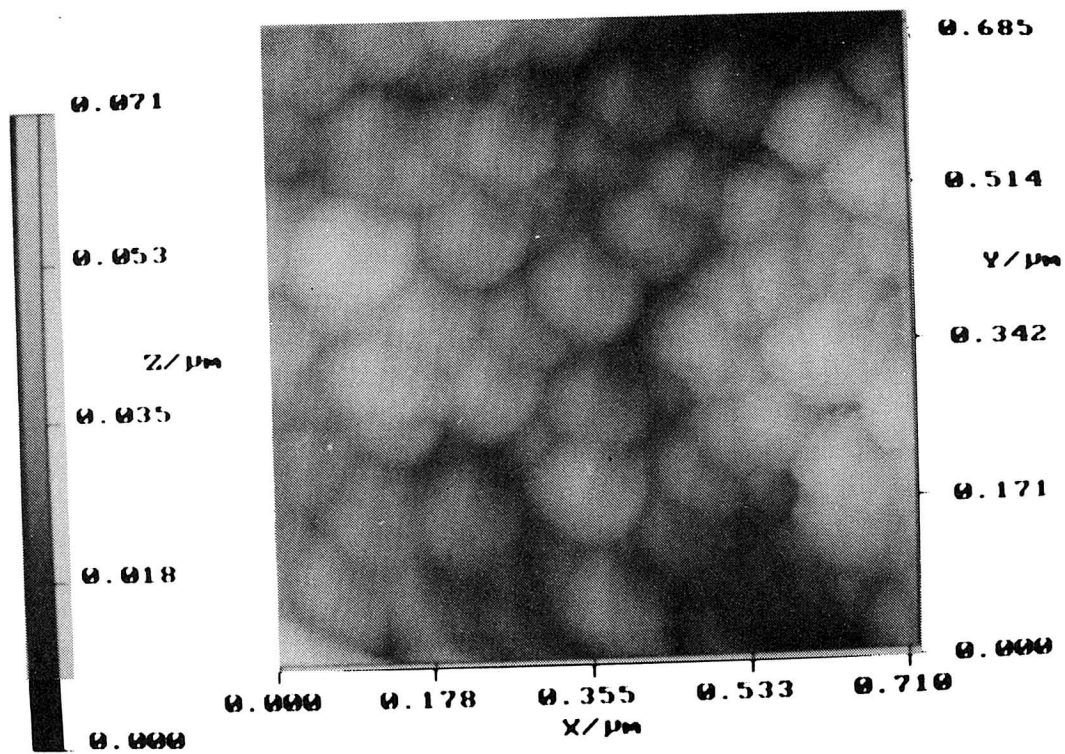


Abbildung 8.14: Streifenmuster bei Messung einer Titannitridschicht

## Teil II

# Anwendungen

Im folgenden werden drei Anwendungen des RTMs auf technische Oberflächen dargestellt. Die hier verwendeten Oberflächenverfahren (Ionenimplantation und Schichtherstellung durch Kathodenzerstäubung) werden für ein breites Anwendungsfeld eingesetzt und dienen z. B. zur Einstellung von bestimmten optischen, elektrischen oder magnetischen Eigenschaften des Oberflächenbereiches.

Bei den hier vorgestellten Beispielen werden die Verfahren eingesetzt, um die mechanische Widerstandsfähigkeit von Oberflächen zu erhöhen. Die Anwendung liegt also im interdisziplinären Gebiet der Tribologie, die sich mit Vorgängen wie Reibung, Verschleiß, Korrosion und Schmierung befaßt. Je nach besonderem Anwendungsfall sind hier spezielle Eigenschaften der Oberfläche wichtig und entsprechende Testverfahren in Gebrauch. Eine relativ einfache Methode ist die Messung der Härte, die hier verwendet und kurz erläutert wird.

Das Ziel der tribologischen Oberflächentechnik ist es zu verstehen, wie sich die jeweiligen Herstellungsparameter auf die Eigenschaften und die Qualität der Oberfläche auswirken und diese zu optimieren. Bei der Ionenimplantation ist dies z. B. Art, Energie und Dosis der implantierten Ionen, bei den Hartstoffschichten z. B. Sputtergasdruck und Substrattemperatur. Neben vielen anderen Eigenschaften ist hierbei natürlich die Frage wie die Oberfläche eigentlich (mikroskopisch) "aussieht", also die Topographie von grundsätzlichem Interesse, wodurch sich das Tunnelmikroskop, bzw. die Rastersondenmikroskopie allgemein, als Standardmethode der Oberflächentechnik etablieren könnte.

Gegenüber dem Rasterelektronenmikroskop (REM) bietet das RTM den Vorteil, daß es eine dreidimensionale Abbildung der Oberfläche liefert und kostengünstiger ist. Gleichzeitig läßt sich eine höhere Auflösung erzielen. Allerdings lassen sich nur reliefartige Oberflächen abbilden und keine Hohlstrukturen wie die Blister in Abb. 9.5. Das RTM verbindet damit Eigenschaften von (herkömmlicher) Mikroskopie und Profilmessung und dringt gleichzeitig in kleinere Dimensionen vor. Der Vergleich zwischen diesen Meßmethoden wird gezeigt.

Während der maximale Rasterbereich von der jeweiligen Konstruktion und den verwendeten Piezoelementen vorgegeben wird, ist die Auflösung nicht nur von der Empfindlichkeit des RTMs, sondern auch von dem jeweils untersuchten Material und den Meßbedingungen (Atmosphäre) abhängig. Hier sind besonders Kontaminationsschichten an Oberfläche und Spitze von Bedeutung. Davon herrührende Probleme wurden bereits im Kap. "Testmessungen" diskutiert. Um hier entscheidende Verbesserungen zu

erzielen, muß die genaue Ursache der Störung untersucht und eine spezielle Behandlungsmethode entwickelt werden, z. B. Abätzen der Oxidschicht ohne die Probe anzugreifen und anschließende Messung unter einem schützenden Flüssigkeitsfilm (wenn auf Vakuum verzichtet werden soll). Einfache Behandlungsmethoden, wie Reinigen mit Alkohol oder im Ultraschallbad, brachten keine Verbesserung, sondern eher schlechtere Ergebnisse. Daher kann ausgeschlossen werden, daß hier nur schlichte Verunreinigungen wie z. B. durch Fingerabdrücke eine Rolle spielen.

Gegenüber dem ionenimplantierten Titan, das ein sehr anwendungsnahe Beispiel ist und integrale Effekte, vorwiegend auf der  $\mu\text{m}$ -Skala zeigt, wird im Kapitel über implantierten Graphit die Wirkung von einzelnen Ionen einschüssen auf atomarer Ebene gezeigt. Die beiden Beispiele stellen komplementäre Zugänge zur Untersuchung der Ionenimplantation dar, die beide für ein volles Verständnis der Methode wichtig sind. Mit dem RTM ist man damit in der Lage, die Veränderung der Oberflächentopographie durch Einschluß hochenergetischer Teilchen dosisabhängig über mehrere Größenordnungen zu verfolgen. Analog dazu ist es möglich, mit dem RTM den Prozeß des Schichtwachstums von der Keimbildung bis zum geschlossenen Film zu untersuchen. Mit dem hier vorgestellten Tunnelmikroskop kann die Verbindung zwischen diesen Dimensionen hergestellt werden.

## 9 Ionenimplantation

Beim Verfahren der Ionenimplantation werden ionisierte Atome in einem elektrischen Feld auf hohe Geschwindigkeit gebracht und auf einen festen Körper (Target) geschossen. Die Ionen dringen in das Target ein und verlieren durch Wechselwirkung mit den Kernen und Elektronen des Festkörpers ihre Energie, wodurch sie allmählich zur Ruhe kommen. Bei diesen Prozessen werden sowohl die Ionen von ihrer Bahn abgelenkt als auch Targetatome von ihrem Gitterplatz gestoßen. Hierdurch werden im Festkörper Schäden erzeugt oder Atome aus dem Target herausgeschossen (Sputtereffekt).

### 9.1 Interatomares Potential

Der elastische Zweierstoß läßt sich durch das klassische Streuintegral beschreiben (Herleitung s. Anhang A):

$$\Theta = \pi - 2 \int_{r_{\min}}^{\infty} \frac{p \, dr}{r^2 \left( 1 - \frac{V(r)}{E_s} - \left( \frac{p}{r} \right)^2 \right)^{\frac{1}{2}}} \quad (9.1)$$

Hierbei beschreiben  $r$  und  $\Theta$  den Vektor zwischen den beiden stoßenden Teilchen in ebenen Polarkoordinaten im Schwerpunktsystem.  $r_{\min}$  ist der

minimale Abstand der Teilchen und  $p$  der Stoßparameter.  $E_s$  bezeichnet die Gesamtenergie und  $V(r)$  die potentielle Energie im Schwerpunktsystem.

Zur Berechnung der Bahnkurve nach Gl.(9.1) muß das zwischenatomare Potential bekannt sein. Dieses Potential besteht aus einem Coulombfeld der Kernladung und einem Anteil der Hüllenelektronen, der durch eine Abschirmfunktion beschrieben werden kann. Die Abschirmfunktion  $\Phi(x)$  wird definiert als das Verhältnis des atomaren Potentials zum Potential des reinen Coulombfeldes. Für das zwischenatomare Potential von zwei Atomen mit den Kernladungszahlen  $Z_1$  und  $Z_2$  bedeutet dies:

$$\Phi(r) = \frac{V(r)}{Z_1 Z_2 e / r} \quad (9.2)$$

Für das gesamte zwischenatomare Potential  $V$  können nach [Zi 85] folgende Komponenten angegeben werden:

- die elektrostatische potentielle Energie zwischen den Kernen  $V_{nn}$
- die elektrostatische Wechselenergie zwischen den Elektronenverteilungen der beiden Atome  $V_{ee}$
- die Wechselwirkungsenergie zwischen Kern und den Elektronen des jeweils anderen Atoms  $V_{en}$
- die Zunahme an kinetischer Energie in der Überlappzone der Elektronenwolken aufgrund von Pauli-Anregung  $V_k$
- die Zunahme der Austauschenergie dieser Elektronen  $V_a$

so daß

$$V = V_{nn} + V_{en} + V_{ee} + V_k + V_a. \quad (9.3)$$

Zur Berechnung der einzelnen Komponenten werden Gleichungen in analytischer Form angegeben. Die darin eingehenden Ladungsverteilungen beruhen auf Hartree-Fock-Slater Berechnungen für Festkörperatome und sind tabelliert. Das zwischenatomare Potential wurde für 261 zufällig ausgewählte Atomkombinationen berechnet und die Abschirmfunktion als Serie von Exponentialfunktionen approximiert. Hieraus wurde eine "Universelle Abschirmfunktion" ermittelt, die, in reduzierten Einheiten ausgedrückt, für alle Atomkombinationen verwendet werden kann (Abb. 9.1).

## 9.2 Kernbremsvermögen

Durch Stöße mit den Targetatomen verliert ein Ion einen Teil seiner Energie. Die Energieverlustrate pro Einheitslänge  $dE/dx$  kann ausgedrückt werden

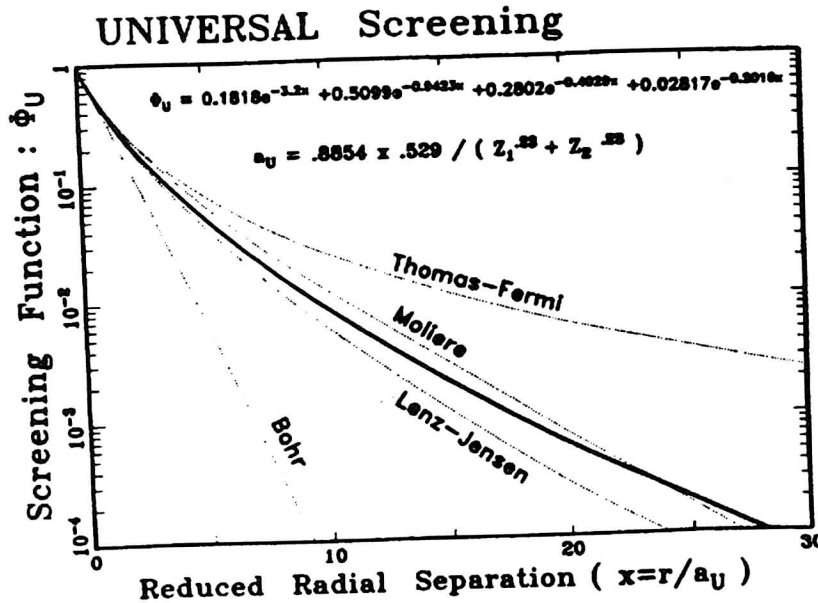


Abbildung 9.1: Universelle Abschirmfunktion [Zi 85]

als das Produkt der atomaren Dichte  $N$  mit dem nuklearen Bremsvermögen  $S_n$ .

$$dE/dx = NS_n \tag{9.4}$$

Das Kernbremsvermögen ist der mittlere Energieverlust bei Summation über alle Stoßparameter

$$S_n(E_0) = \int_0^\infty T(E_0, p) 2\pi p dp \tag{9.5}$$

Mit (A.14) folgt daraus

$$S_n(E_0) = 2\pi E_0 \frac{4m_1 m_2}{(m_1 + m_2)^2} \int_0^{p_{max}} \sin^2 \frac{\Theta}{2} p dp. \tag{9.6}$$

Mit Hilfe der universellen Abschirmfunktion läßt sich eine universelle Kernbremskraft in Abhängigkeit von der reduzierten Energie

$$\epsilon \equiv a_U m_2 E_0 / Z_1 Z_2 e^2 (m_1 + m_2) \tag{9.7}$$

berechnen und durch den Ausdruck

$$S_n(\epsilon) = \frac{\ln(1 + a\epsilon)}{2(\epsilon + b\epsilon^c + d\epsilon^{1/2})} \tag{9.8}$$

anpassen, mit  $a, b, c$  und  $d$  als Anpassungsparameter. Für hohe Energien ( $\epsilon > 30$ ) ist jedoch das un abgeschirmte Coulomb-Potential genauer:

$$S_n(\epsilon) = \ln \epsilon / 2\epsilon. \tag{9.9}$$

Abb. 9.2 zeigt das universelle Kernbremsvermögen in Abhängigkeit von der Energie in reduzierten Einheiten.

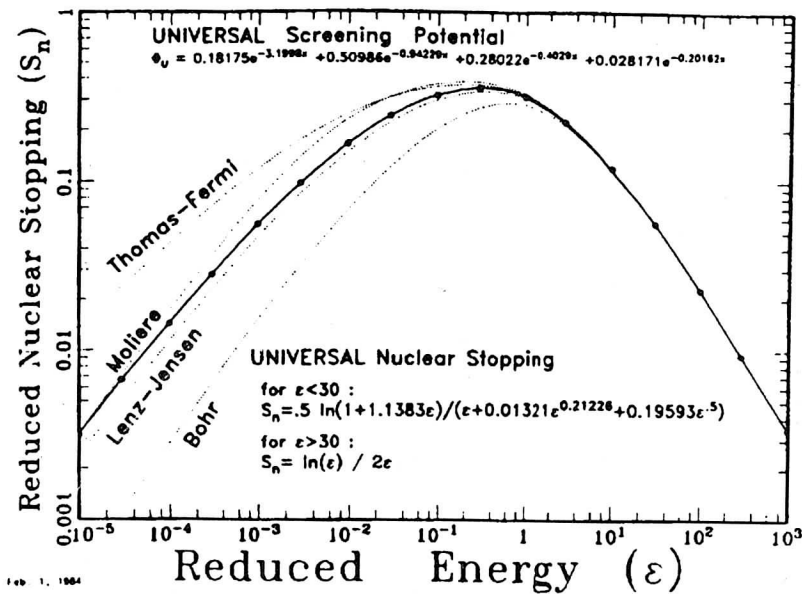


Abbildung 9.2: Universelles Kernbremsvermögen [Zi 85]

### 9.3 Elektronischer Energieverlust

Für den elektronischen Energieverlust können folgende Ursachen in Betracht gezogen werden [Zi 85]:

- Direkter Transfer kinetischer Energie auf die Targetelektronen, in erster Linie durch Stöße
- Anregung oder Ionisation von Targetatomen (Anregung von stark gebundenen Elektronen)
- Anregung von Band- oder Leitungselektronen (schwach gebundene Elektronen)
- Anregung, Ionisation oder Elektroneneinfang des Projektils

Tritt ein Ion mit hoher Energie in den Festkörper ein, so verliert es zunächst einen Teil oder alle seine Elektronen. Bei abnehmender Geschwindigkeit wird es dann wieder Elektronen aufnehmen und sich bis zum Punkt des Stillstands neutralisieren. Nach Bohr (1940) verliert das Ion alle Elektronen, deren klassische Orbitalgeschwindigkeit kleiner als die Ionengeschwindigkeit ist. Von Brandt und Kitagawa [Br 82] wurde eine umfassendere Theorie entwickelt, wonach die Differenz zwischen der Elektronengeschwindigkeit und der relativen Geschwindigkeit zwischen Ion und Fermigeschwindigkeit der Festkörperelektronen  $v_r$  für den Ionisationsgrad entscheidend ist. Für Ionengeschwindigkeiten, die sehr viel größer als die Fermigeschwindigkeit im Festkörper

sind, geht dieses Konzept jedoch in den Bohrschen Ansatz über. Drückt man den Ionisationsgrad durch das Verhältnis

$$q = \frac{Z_1 - N}{Z_1} \quad (9.10)$$

aus, wobei  $Z_1$  die Ordnungszahl des Ions ist und  $N$  die Zahl der auf dem Ion verbliebenen Elektronen, so läßt sich  $q$  nach einem Ansatz von Northcliffe [No 60] errechnen als

$$q = 1 - \exp\left(-\frac{0.92v_r}{v_0 Z_1^{2/3}}\right). \quad (9.11)$$

Der Nenner im Exponent ist hierbei die Elektronengeschwindigkeit in der Thomas-Fermi-Näherung, mit  $v_0$  als Bohr-Geschwindigkeit. Brandt und Kitagawa unterscheiden zwischen nahen und entfernten Stößen, die durch eine Abschirmlänge  $\Lambda$  voneinander unterschieden sind, wobei  $\Lambda$  in der Funktion der Ladungsdichteverteilung

$$\rho(r) = \frac{N}{4\pi\Lambda^3} \left(\frac{\Lambda}{r}\right) \exp\left(-\frac{r}{\Lambda}\right) \quad (9.12)$$

definiert wird. Für Targetelektronen, die die Elektronenwolke des Ions durchdringen, muß die geringere Abschirmung des Kerns berücksichtigt werden, die zu einem erhöhten Energieverlust führt. Dies geht ein in die Berechnung der effektiven Ladung  $\gamma$ :

$$\gamma = q + (1 - q) \frac{(v_0/v_F)^2}{2} \ln [1 + (2\Lambda v_F/a_0 v_0)^2] \quad (9.13)$$

Das elektronische Bremsvermögen kann ausgedrückt werden als

$$S_e = \int I(v, \rho) (Z_1^*(v))^2 \rho dV, \quad (9.14)$$

wobei  $I$  die Wechselwirkungsfunktion eines Teilchens der Ladung 1 und der Geschwindigkeit  $v$  mit einem Plasma der Dichte  $\rho$  ist. Die Funktion  $Z_1^*$  berücksichtigt den Ionisierungsgrad des Teilchens und kann in der Form

$$Z_1^* = Z_1 \gamma \quad (9.15)$$

dargestellt werden. Dieser Ansatz geht zurück auf die Theorie von Lindhard [Li 54], der die Wirkung eines geladenen Teilchens auf ein freies Elektronengas als selbstkonsistentes Vielteilchenproblem behandelte. In der Weiterentwicklung dieses Ansatzes verwendet Ziegler [Zi 78] Hartree-Fock Ladungsverteilungen für Festkörperatome und behandelt jedes Volumenelement als unabhängiges Plasma (Lokale Dichte-Näherung).

Mit Hilfe der effektiven Ladung kann das elektronische Bremsvermögen  $S_e$  von schweren Ionen durch eine einfache Skalierungsfunktion aus dem Bremsvermögen von Protonen berechnet werden. Experimentell wurde nachgewiesen, daß die effektive Ladung unabhängig vom Target ist. Daher läßt sich für das Verhältnis der Bremsvermögen von schweren Ionen  $S_{HI}$  und Protonen  $S_H$  schreiben:

$$\frac{S_{HI}}{S_H} = \frac{(\gamma_{HI} Z_{HI})^2}{(\gamma_H Z_H)^2}. \quad (9.16)$$

Unter der Annahme, daß die Wasserstoffionen immer vollständig ionisiert sind, kann man hiermit die Skalierungsregel angeben:

$$S_{HI} = S_H Z_{HI}^2 \gamma_{HI}^2. \quad (9.17)$$

Ist die Geschwindigkeit des Ions kleiner als die Fermigeschwindigkeit im Festkörper, so ergibt sich ein elektronisches Bremsvermögen proportional zur Geschwindigkeit des Ions. Dies ist bei Energien kleiner als etwa 25 keV/amu der Fall.

## 9.4 Erzeugung von Schäden

Fliegt ein Ion mit hoher Energie durch einen Festkörper, so ist zunächst die elektronische Wechselwirkung dominant. Bisher ging man davon aus, daß in Metallen durch elektronischen Energieverlust keine Schäden erzeugt werden, da ein erzeugtes Loch im Energieband durch ein anderes Elektron schnell wieder gefüllt werden kann [En 85]. Neuerdings gibt es jedoch experimentelle Hinweise darauf, daß auch in Metallen, wie z. B. in Titan, durch elektronische Wechselwirkung Gitterschäden entstehen [He 92].

Bei niedriger Energie wird die nukleare Wechselwirkung stärker. Bei Kernstößen wird das getroffene Atom aus seinem Gitterplatz herausgeschossen, wenn die Energieabgabe durch den Stoß größer ist als die Summe der Bindungsenergien des Atoms. Diese Schwellenenergie liegt bei Metallen im Bereich von etwa 40 eV. Wird ein sehr großer Energiebetrag übertragen, so kann das Rückstoßatom seinerseits wieder andere Gitteratome von ihren Plätzen stoßen. Dieser Prozeß setzt sich fort, bis das Ion schließlich seine Energie verloren hat und zur Ruhe gekommen ist. Durch primäre und sekundäre Stöße erzeugt das Ion auf diese Weise eine ganze Stoßkaskade um seine Bahn im Festkörper. Ausdehnung und Dichte der Stoßkaskade hängen von der Energie des Ions und den Massenverhältnissen ab. Abb.9.3 zeigt eine schematische Darstellung der Stoßkaskade.

Aus diesem Modell wurde eine quantitative Abschätzung der entstandenen Fehlstellen von Kinchin und Pease [Ki 55] gegeben. In modifizierter Form lautet ihre Gleichung für die Anzahl der Fehlstellen  $\nu$ :

$$\nu = \frac{k E_\nu}{2E_d} \quad (9.18)$$

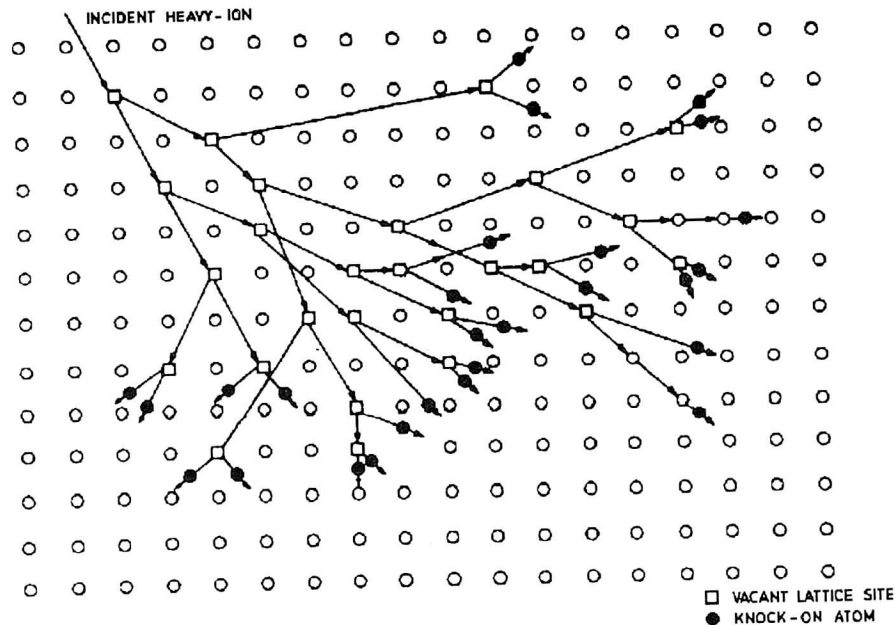


Abbildung 9.3: Schematische Darstellung der Stoßkaskade [En 85]

Hierbei ist  $E_v$  die übertragene Energie des Ions abzüglich der inelastischen Energieverluste und  $E_d$  die Schwellenenergie. Der Parameter  $k$  hat die Größe 0,8.

## 9.5 Simulation

Die oben beschriebenen Modelle werden in dem Programm TRIM (transport of ions in matter) [Zi 85] zur Berechnung der Tiefenverteilung von hochenergetischen Ionen in Festkörpern benutzt. Das Programm arbeitet nach dem Monte Carlo-Prinzip: ein einzelnes Ion erleidet Stöße mit zufällig ausgewählten Stoßparametern, bis seine Energie unter ein vorgegebenes Limit abgesunken ist. Bei jedem Stoß wird die neue Flugrichtung und der nukleare Energieverlust ermittelt. Der elektronische Energieverlust wird davon unabhängig zwischen den Stößen errechnet. Diese Methode simuliert also die Bahn von Ionen in einem amorphen Festkörper. Das Tiefenprofil ergibt sich schließlich aus der Berechnung der Flugbahnen einer großen Anzahl individueller Ionen.

## 9.6 Sekundäre Prozesse

Durch die periodische Anordnung der Atome im Gitter kommt es zu Fokussierungsprozessen, wie in Abb. 9.4 dargestellt. Bei einer einfachen Platz-

wechselfolge (replacement collision sequence) entlang dichtgepackter Reihen nimmt immer das stoßende Atom den Platz des herausgestoßenen Atoms ein. Bei der unterstützten Fokussierung halten Atome aus den Nachbarreihen das stoßende Atom auf der Bahn. Entlang der Bahn des Ions bildet sich durch diese Prozesse eine leerstellenreiche Zone, die von einem Mantel von Zwischengitterdefekten umgeben ist. Durch die fokussierten Stöße werden Leerstellen und Zwischengitteratome so weit separiert, daß sie nicht mehr rekombinieren können. Die leerstellenreiche Zone kann schließlich zu einem Leerstellencluster kollabieren, gleiches gilt für die Zwischengitteratome. Die dadurch entstehenden Gitterspannungen können gelockert werden, indem sich die Defekte in einer dichtgepackten Ebene anordnen. Die so entstehenden Versetzungsringe lassen sich mit dem Rasterelektronenmikroskop beobachten.

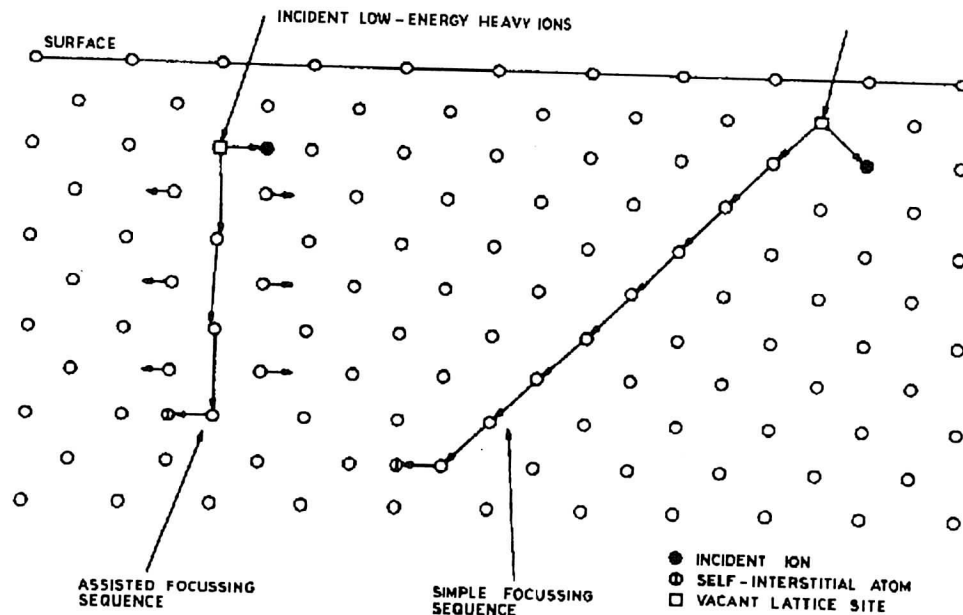


Abbildung 9.4: Fokussierungsprozesse [En 85]

Weiterhin gibt es Modelle, die den Stoßprozeß als kurzzeitige, kollektive Anregung eines ganzen Bereiches ansehen (Thermal Spike) [Se 56]. Dabei bildet sich um die Bahn des Projektils eine Zone ungeordneter Atome, die als lokale Schmelze angesehen werden kann. Ein Effekt dieses Vorgangs ist die Reduzierung der stabilen Fehlstellen, da Frenkel-Paare, die innerhalb der Schmelzzone bleiben, wieder rekombinieren können. Thermal Spikes wurden auch in molekulardynamischen Simulationen gefunden [Av 91].

Bei Bestrahlung mit hohen Dosen findet eine Überlagerung der Kaskaden statt, und es können komplexe Schadensstrukturen entstehen. Abb. 9.5 zeigt ein Beispiel für Blisterbildung auf einer Titanoberfläche nach Implantation

mit Argon bei einer Dosis  $> 10^{18}$  Ionen/cm<sup>2</sup>.

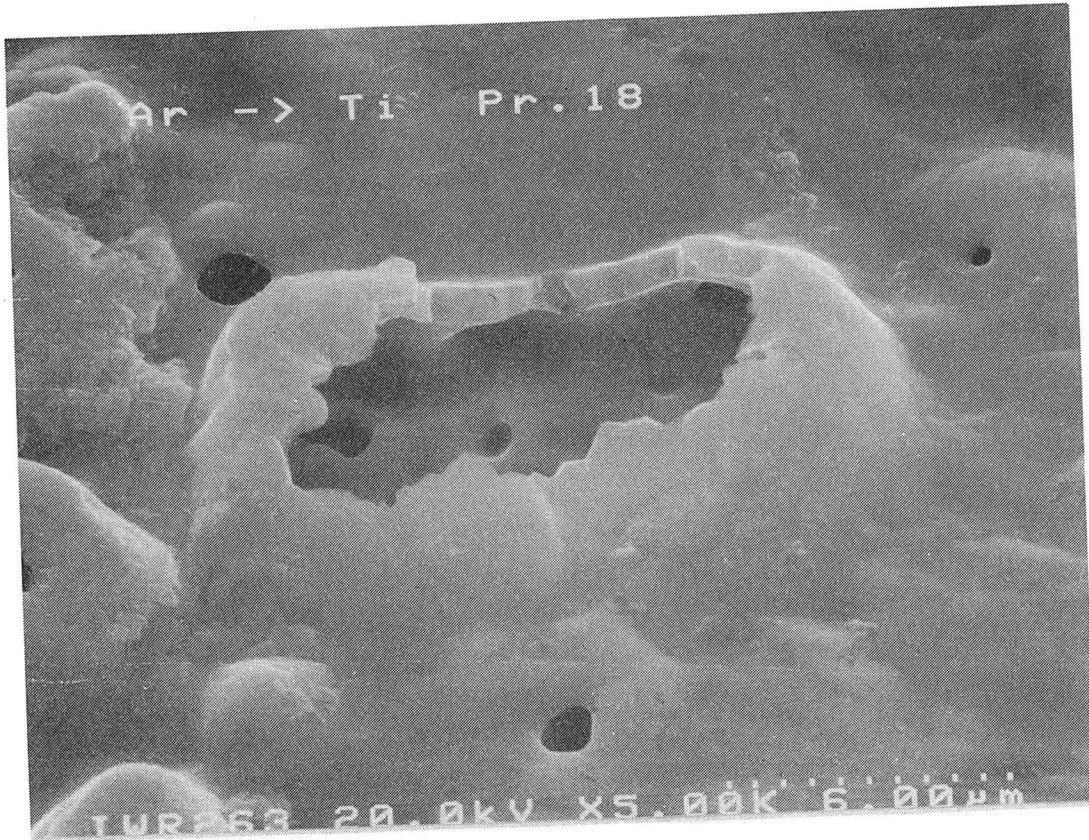


Abbildung 9.5: Blisterbildung

Die Ionenimplantation wird daher auch genutzt, um Strahlenschäden, wie sie in der Luft- und Raumfahrt sowie in Wandungen von Kernreaktoren auftreten, zu simulieren.

## 9.7 Verbesserung von Materialeigenschaften durch Ionenimplantation

Die Ionenimplantation ist ein seit einigen Jahren gängiges Verfahren zur gezielten Veränderung der Eigenschaften von Festkörpern. Es wird z.B. im Bereich der Mikroelektronik zur Dotierung von Halbleitern angewendet.

Bei der Implantation von Metallen versucht man in erster Linie deren mechanische Eigenschaften zu verbessern, um damit eine höhere Verschleißfestigkeit zu erreichen. Analog zu den klassischen Verfahren der Nitrierung wurde hier vor allem mit der Implantation von Stickstoff in Stähle und andere Materialien experimentiert. Bei der Implantation von Stickstoff in Titan konnten deutliche Verbesserungen im Verschleißverhalten erreicht werden, die mit einer Veränderung der Oberflächenmorphologie und dem Vorhandensein eines

Oxidfilms in der Verschleißspur einhergingen. Dieser Oxidfilm wird offenbar durch den implantierten Stickstoff stabilisiert [Pi 84]. Zur Erhöhung der Härte tragen vor allen Dingen die Bildung von Nitridausscheidungen und die Erzeugung von Druckeigenstressungen bei. Um für die Praxis brauchbare Ergebnisse zu erzielen sind allerdings Eindringtiefen von einigen  $\mu\text{m}$  und Konzentrationen bis 10 % wünschenswert, was sehr hohe Energien und Dosen erfordert. Aufgrund des damit verbundenen hohen Aufwandes und Kosten wird dieses Verfahren daher auf spezielle Anwendungen beschränkt bleiben.

## 10 Härtemessung

Ein Ziel der angewandten Oberflächentechnik ist es, Oberflächen widerstandsfähiger gegen Verschleiß bei mechanischer Beanspruchung zu machen. Neben anderen Eigenschaften spielt hier vor allem die Härte der Oberfläche eine Rolle. Aus der Erfahrung bezeichnen wir Materialien als hart, die sich nicht durch andere weichere Materialien verformen z. B. anritzen lassen. Zur Festlegung der technischen Härte läßt man einen sehr harten Probekörper auf das zu untersuchende Material einwirken und wertet den hinterlassenen Eindruck aus. Nach der Form des Probekörpers unterscheidet man verschiedene Verfahren. In dem Verfahren nach Vickers verwendet man eine Diamantpyramide mit einem Flächenwinkel von  $136^\circ$ . Die Vickers-Härte  $HV$  ist definiert als Quotient aus Prüfkraft  $F$  und Eindruckfläche  $A$ .

$$HV = 0,102 \frac{F}{A} \quad (10.1)$$

Die Kraft  $F$  ist in Newton anzugeben, die Fläche  $A$  in  $\text{mm}^2$ . Der Vorfaktor dient zur Anpassung an die alte Krafteinheit kp. Zur Auswertung werden die beiden Diagonalen der Eindrücke unter dem Mikroskop ausgemessen und gemittelt. Die Fläche  $A$  ergibt sich mit der Diagonalen  $d$  zu

$$A = \frac{d^2}{2 \cdot \sin(136^\circ/2)} = \frac{d^2}{1,854} \quad (10.2)$$

Abb. 10.1 zeigt schematisch das Verfahren. Die Vickers-Härte ist für Kräfte

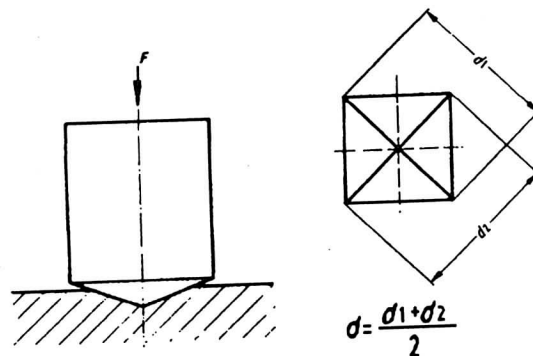


Abbildung 10.1: Schema der Härteprüfung nach Vickers [We 90]

$\geq 49$  N von der Prüfkraft unabhängig. Für die Oberflächentechnik sind diese Werte allerdings viel zu groß, schon bei einer Kraft von 10 N beträgt die Eindringtiefe in Stahl ca.  $17 \mu\text{m}$ . Um die Härte von typischen dünnen Schichten zu bestimmen, muß man also wesentlich kleinere Prüfkräfte verwenden. Bei Verwendung von Prüfkraften  $< 49$  N bis 1,96 N spricht man Kleinlasthärte,

bei Prüfkraften  $< 1,96$  N von Mikrohärtete. Bei kleineren Eindrücken steigt allerdings auch der relative Fehler der Flächenausmessung.

Um Ergebnisse verschiedener Proben vergleichen zu können, muß dieselbe Prüfkraft und auch dieselbe Einwirkdauer verwendet werden. Härtewerte, die unter verschiedenen Bedingungen gemessen wurden, insbesondere wenn unterschiedliche Probenkörper verwendet wurden, können nicht ohne weiteres miteinander verglichen werden. Die Härte ist keine physikalische Größe, sondern ein Kennwert, der nicht von dem verwendeten Verfahren zu trennen ist.

Bei modernen Härtemeßgeräten muß die Auswertung nicht mehr durch nachträgliches Ausmessen des Eindrucks erfolgen, sondern es wird gleichzeitig mit dem Anwenden der Prüfkraft die Eindringtiefe mittels Wegaufnehmer gemessen. Abb. 10.2 zeigt als Beispiel die Meßkurve einer Titanprobe.



Abbildung 10.2: Meßkurve einer Titanprobe, Eindringtiefe in Abhängigkeit der Eindruckkraft

Die Kraft wird in gleichmäßigen Intervallen bis zum eingestellten Endwert gesteigert und danach wieder auf Null reduziert, wobei bei jedem Schritt die Eindringtiefe gemessen wird. Man sieht, daß durch das Eindringen eine plastische Verformung zurückbleibt. Gleichzeitig lassen sich hierbei aber auch die elastischen Verformungen berücksichtigen. Dieses Verfahren wird als "Universalhärte (HU)" bezeichnet. Als Eindringkörper wird ein Vickersdiamant verwendet und der Härtewert wird wie beim Vickersverfahren als Quotient aus Kraft  $F$  pro Fläche  $A$  ausgedrückt [We 90]. Hier fällt allerdings die Remineszenz an die  $kp$ -Einheit weg. Die beiden Härtewerte unterscheiden sich daher bei dem hier verwendeten Meßverfahren nur um einen Faktor 0,102. Die Eindringtiefe  $h$  läßt sich aus der Geometrie des Vickers-Diamanten leicht

in die Fläche  $A$  umrechnen:

$$A = 4 \cdot \frac{\sin(136^\circ/2)}{\cos^2(136^\circ/2)} \cdot h^2 = 26,43 \cdot h^2. \quad (10.3)$$

Aus den aufgenommenen Meßwerten läßt sich sofort die Härte berechnen (Abb. 10.3).

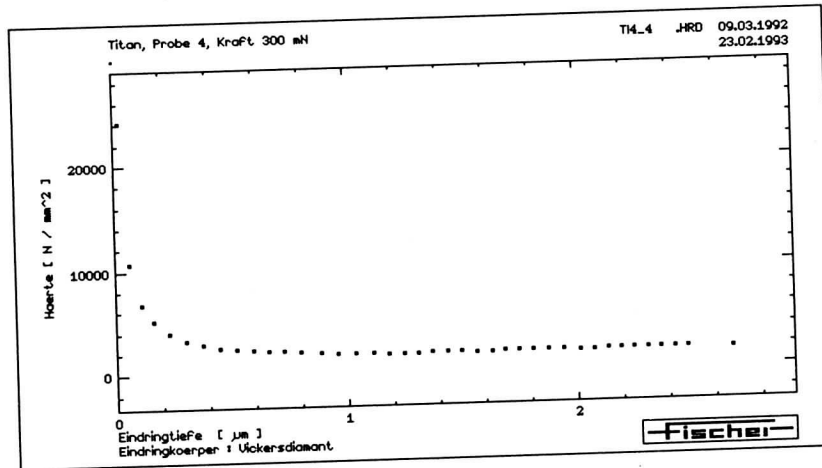


Abbildung 10.3: Vickershärte einer Titanprobe in Abhängigkeit der Eindringtiefe

## 11 Ionenimplantiertes Titan

### 11.1 Probenpräparation

Als Proben wurden ca. 1 mm dicke, runde Titanscheiben mit einem Durchmesser von 3 cm aus einem Blech geschnitten. Die Reinheit des Materials beträgt nach Herstellerangaben 99,9 %. Die Scheiben wurden in mehreren Stufen mechanisch poliert. Die Endpolitur erfolgte mit Diamantschleifpaste mit einer Körnung von 3  $\mu\text{m}$ .

Die Implantation mit  $\text{Kr}^+$ -Ionen wurde bei der GSI Darmstadt am Beschleuniger MAXILAC durchgeführt. Dies ist ein Radiofrequenzquadrupolbeschleuniger (RFQ), der bei einer Energie von 45 keV/amu Ströme bis zu 20  $\mu\text{A}$  zur Verfügung stellt. Für  $\text{Kr}^+$ -Ionen bedeutet dies eine Energie von 3,78 MeV. Bei der Implantation wurden die Proben von einer Lochblende abgedeckt, so daß ein Randstreifen von etwa 5 mm Breite unimplantiert blieb. Somit kann bei jeder Probe der Vergleich von implantiertem zu nicht implantiertem Material angestellt werden. Die implantierte Dosis (Fluenz) wurde mittels Faraday-Becher gemessen. Die Werte lagen zwischen 0,3 und  $6,0 \cdot 10^{17}$  Ionen/ $\text{cm}^2$  (s. Tab. 11.1) bei einem Strom von  $1\mu\text{A}$ . Der Druck in der Probenkammer betrug  $1 \cdot 10^{-5}$  Torr. Die Proben wurden nicht gekühlt. Mit Hilfe des Pro-

Probe Nr.	2	3	4	5	6
Dosis [ $10^{17}$ Ionen/ $\text{cm}^2$ ]	0,2	0,3	1,0	3,0	6,0

Tabelle 11.1: Implantierte Dosis

gramms TRIM [Zi 85] wurde eine Eindringtiefe von 1,44  $\mu\text{m}$  errechnet. Abb. 11.1 zeigt das aus der Simulation gewonnene Tiefenprofil und die erzeugten Fehlstellen. Die Proben waren nach der Implantation matt und wiesen eine mit der Dosis zunehmende Blaufärbung auf, was auf die Bildung von Titanoxid hinweist.

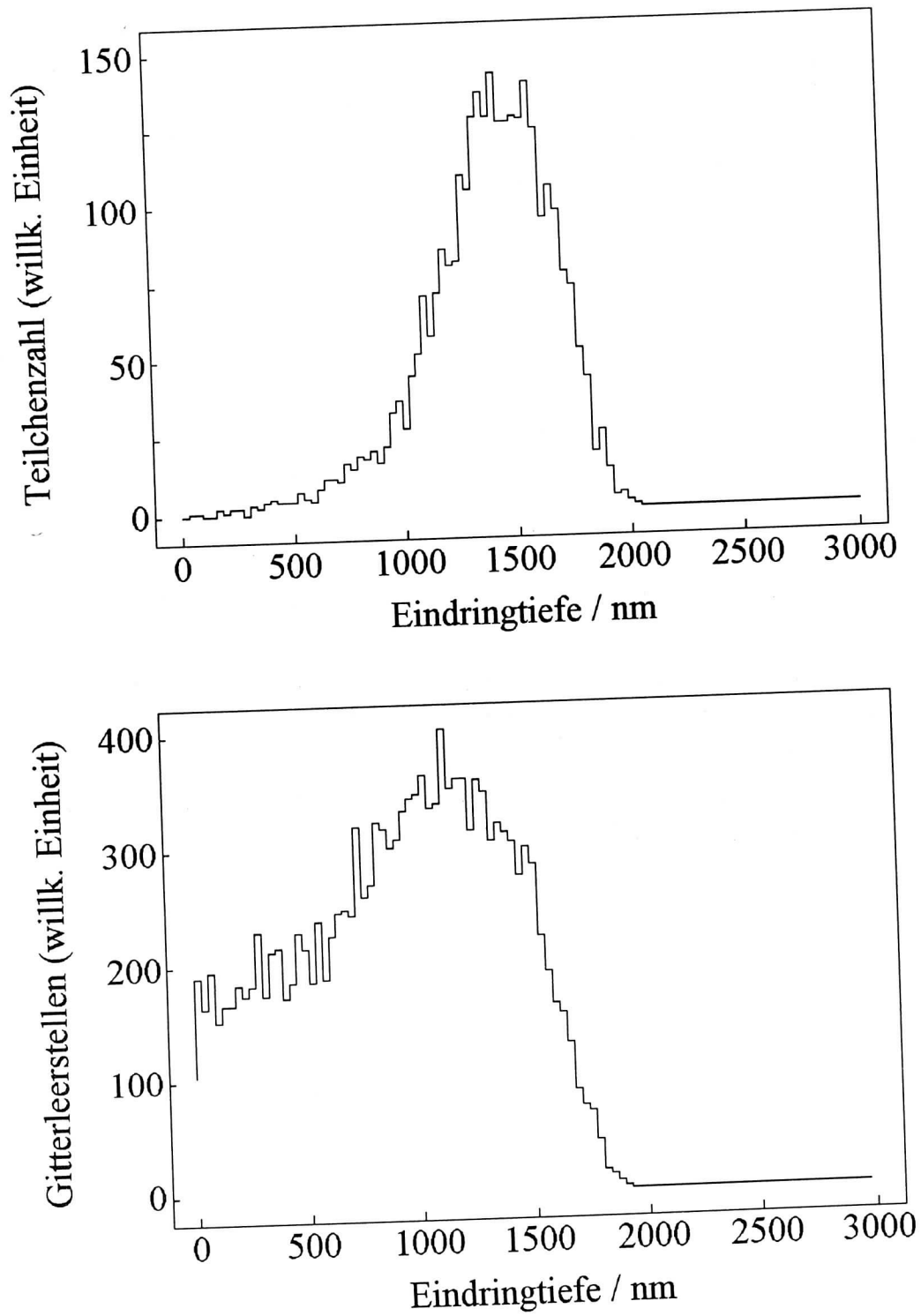


Abbildung 11.1: TRIM-Simulation von 3,78 MeV  $\text{Kr}^+$ -Ionen in Titan, oben: Tiefenprofil, unten: erzeugte Gitterleerstellen

## 11.2 Meßergebnisse

Abb. 11.2 zeigt den Übergang vom unbehandelten zum implantierten Material. Während der unbehandelte Bereich (oben im Bild) keine ausgeprägte Struktur erkennen läßt, zeigt sich in der implantierten Zone (im unteren Bildteil) eine nadelartige Kristallitstruktur. Die Nadeln sind nur wenige  $\mu\text{m}$  breit und weisen eine Länge von 20–40  $\mu\text{m}$ , zum Teil bis 100  $\mu\text{m}$  auf. Gleichzeitig sind jedoch auch einige Flecken ohne Struktur zu erkennen, was auf eine inhomogene Strahlungsverteilung hindeutet.

In Abb. 11.3 ist die zunehmende Ausprägung der Nadelstruktur in der Übergangszone zu erkennen. Die Ausschnittvergrößerung zeigt einen Bereich mit niedrigerer Strahlungsintensität, wo zunächst die Korngrenzen hervortreten.

Aus der profilometrischen Messung (Meßgerät: Dektak IIa von Sloan) in Abb. 11.4 wird deutlich, daß die implantierte Fläche gegenüber dem Randbereich herausgewachsen ist und eine erhöhte Rauheit aufweist.

In den Abb. 11.5 und 11.6 ist der Vergleich von RTM- und REM-Messungen des nicht implantierten Bereichs zu sehen. Die RTM-Messungen wurden bei einer Tunnelspannung von 300–500 mV und einem Tunnelstrom von 1 nA durchgeführt.

Man sieht eine schwache Strukturierung der Oberfläche. Die erhabenen Gebiete sind wahrscheinlich Bereiche größerer Härte, die vom Schleifprozeß weniger abgetragen werden als die weicheren Zwischenräume.

Abb. 11.7 und 11.8 zeigen den Vergleich von RTM- und REM-Messungen von implantierten Proben ( $3,0 \cdot 10^{17}$  Ionen/cm<sup>2</sup>).

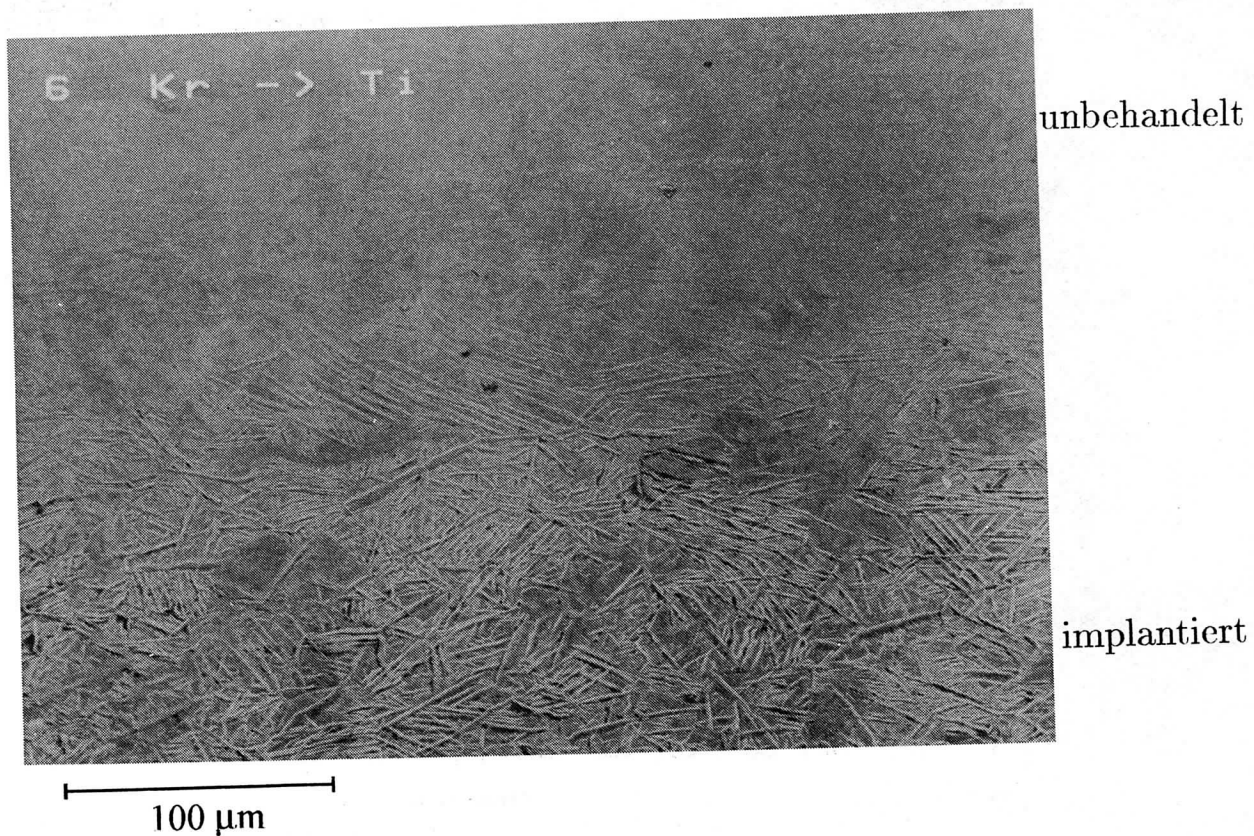


Abbildung 11.2: REM-Aufnahme von Kr-implantiertem Titan ( $6,0 \cdot 10^{17}$  Ionen/cm<sup>2</sup>). Übergang vom unbehandelten (oben) zum implantierten Material (unten)

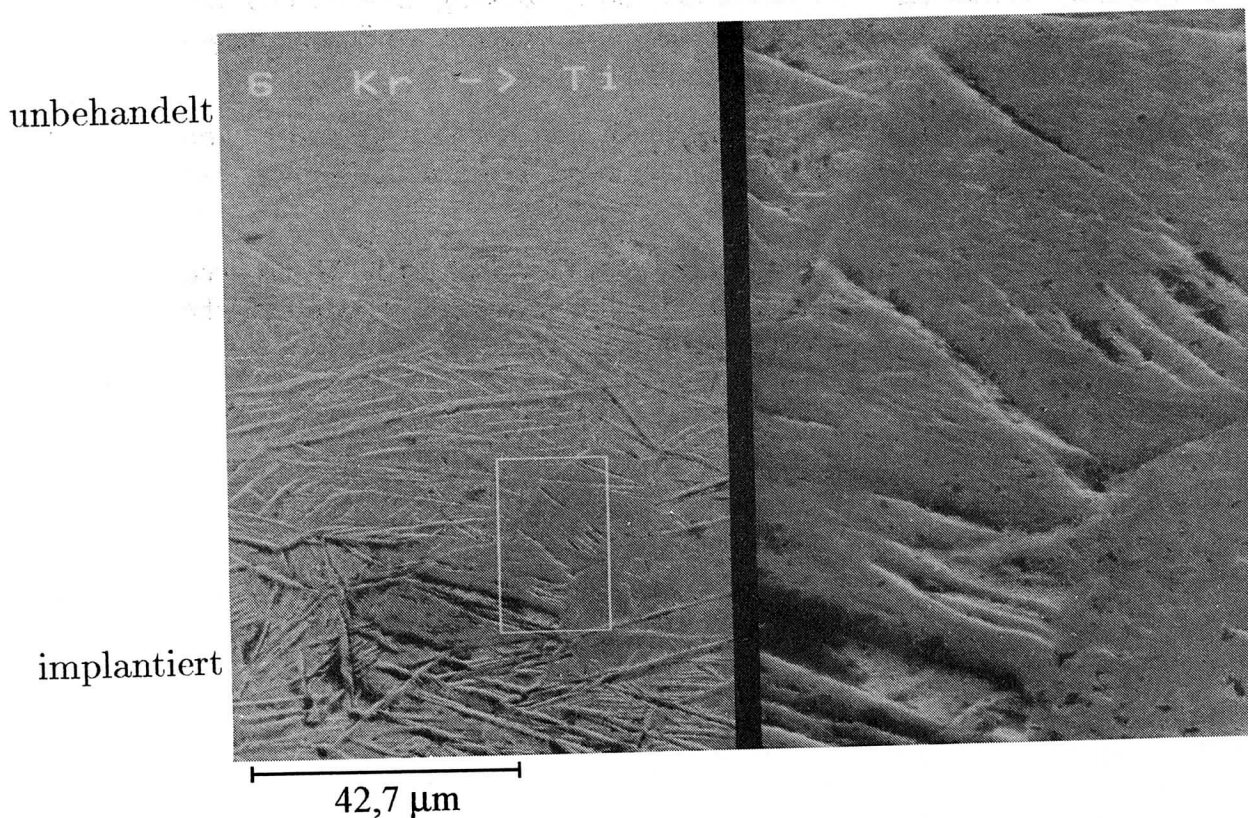


Abbildung 11.3: REM-Aufnahme von Kr-implantiertem Titan ( $6,0 \cdot 10^{17}$  Ionen/cm<sup>2</sup>). Übergangszone

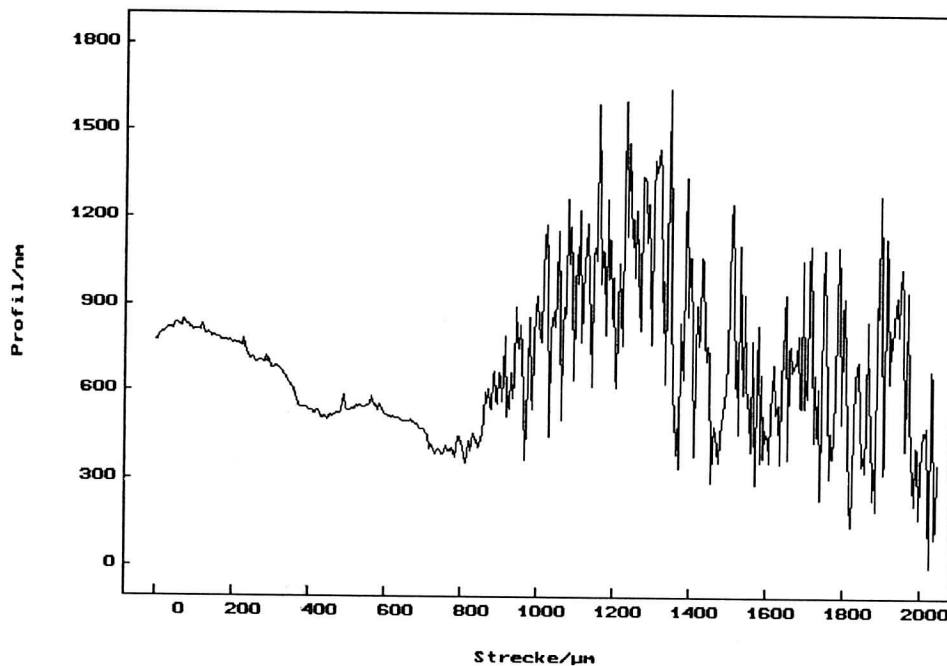


Abbildung 11.4: Profilometrische Messung am Rand des implantierten Bereiches ( $6,0 \cdot 10^{17}$  Ionen/cm<sup>2</sup>), links: unbehandelt, rechts: implantiert

Hier ist eine deutlich ausgeprägte Struktur zu erkennen. Die Nadeln erscheinen in dieser Auflösung etwas rundlicher und wurzelartig. In Abb. 11.9 und Abb. 11.10 sind RTM- und REM-Messungen bei höherer Auflösung dargestellt.

Man sieht hier sehr schmale Nadeln mit einem Durchmesser von etwa  $0,5 \mu\text{m}$ . Diese haben eine sehr glatte Oberfläche und weisen keine weitere Substruktur mehr auf.

Als allgemeine Beobachtung ist festzuhalten, daß sowohl bei RTM- als auch bei REM-Messungen die Auflösung bei der unimplantierten Titanoberfläche schlechter war als bei implantierten Bereichen.

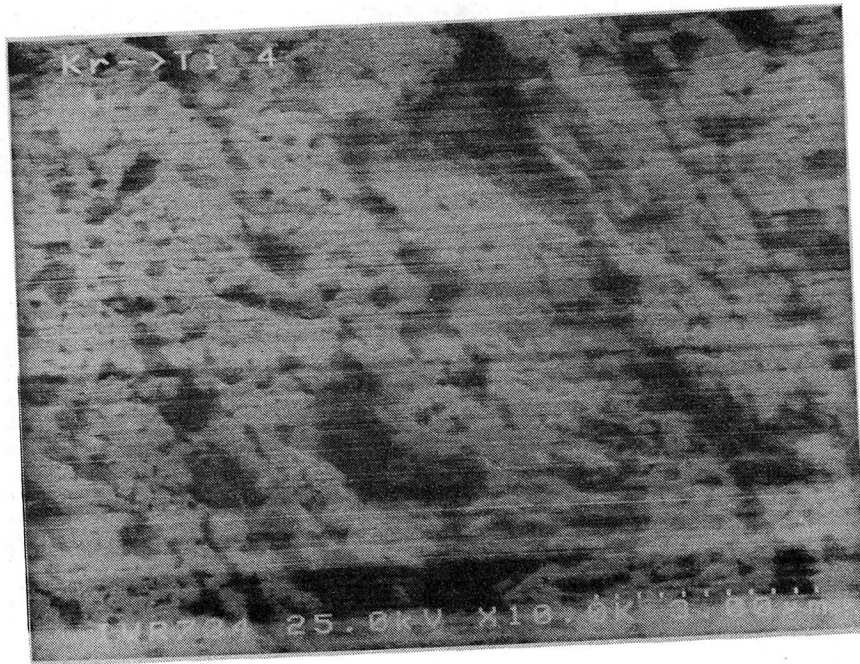


Abbildung 11.5: REM-Aufnahme von Titan, nicht implantierter Bereich

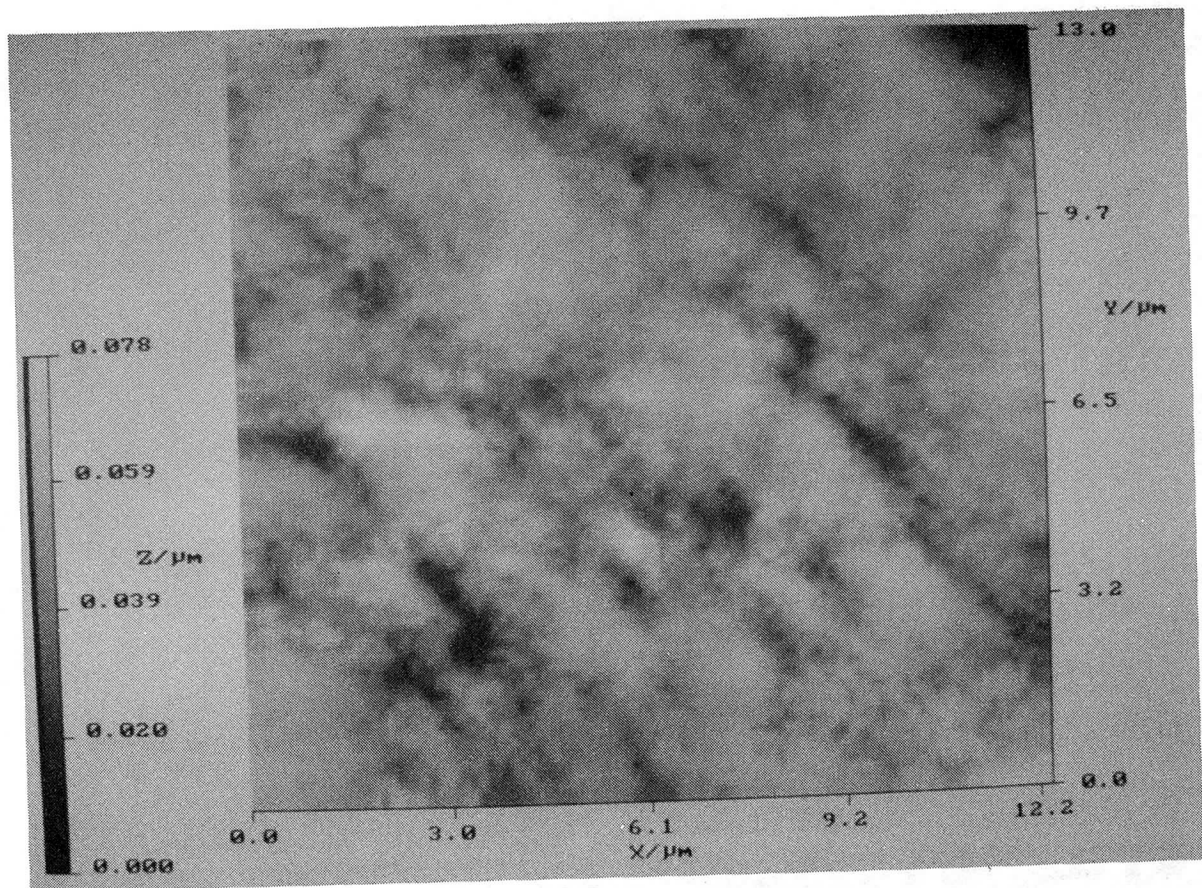


Abbildung 11.6: RTM-Aufnahme von Titan, nicht implantierter Bereich

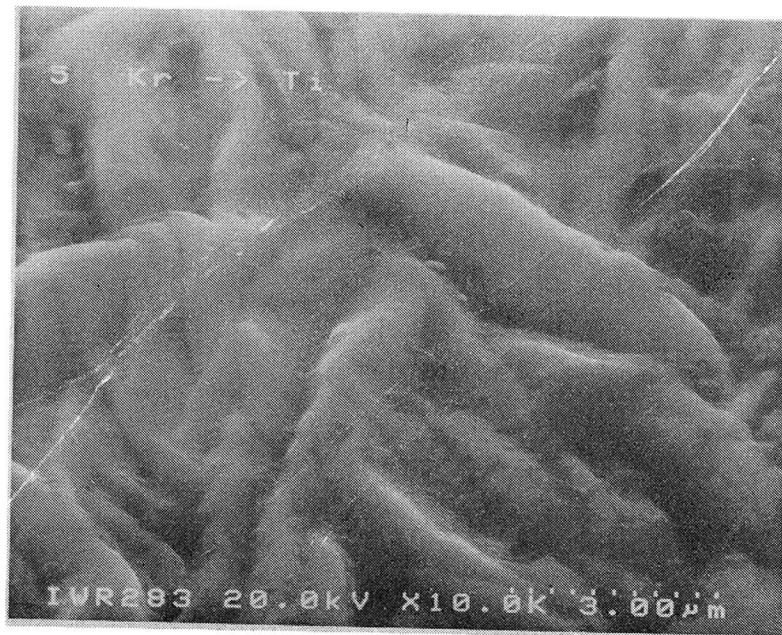


Abbildung 11.7: REM-Aufnahme von Kr-implantiertem Titan,  $3,0 \cdot 10^{17}$  Ionen/cm<sup>2</sup>

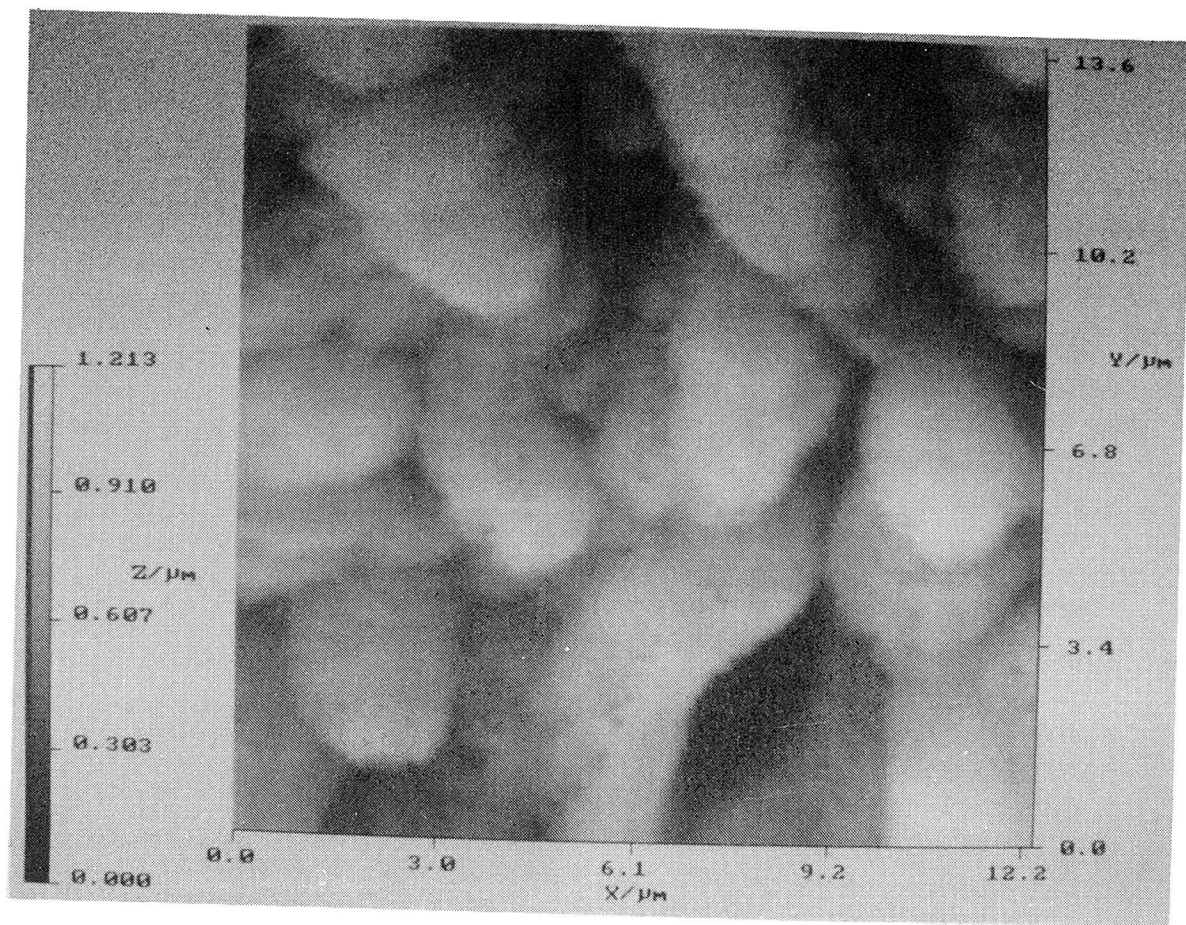


Abbildung 11.8: RTM-Aufnahme von implantiertem Titan,  $3,0 \cdot 10^{17}$  Ionen/cm<sup>2</sup>

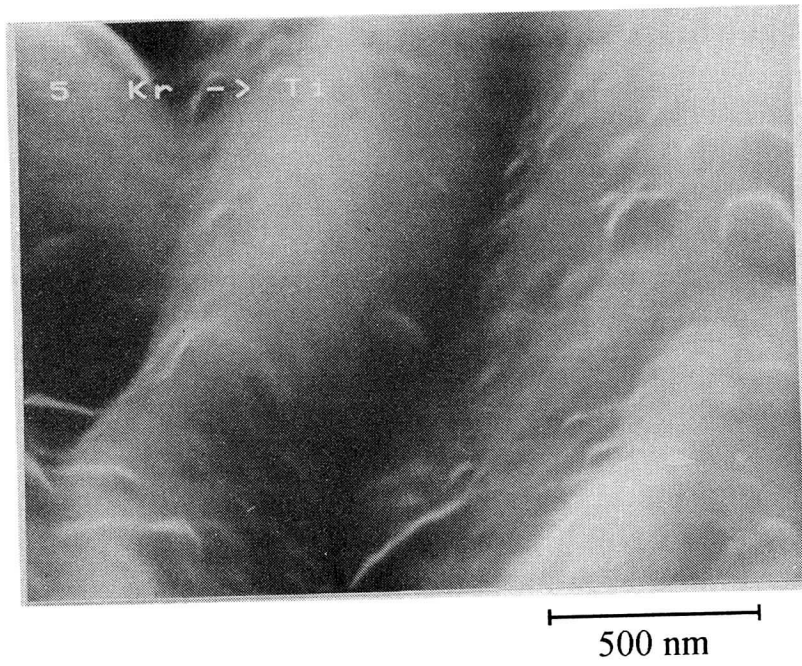


Abbildung 11.9: REM-Aufnahme von implantiertem Titan,  $3,0 \cdot 10^{17}$  Ionen/cm<sup>2</sup>

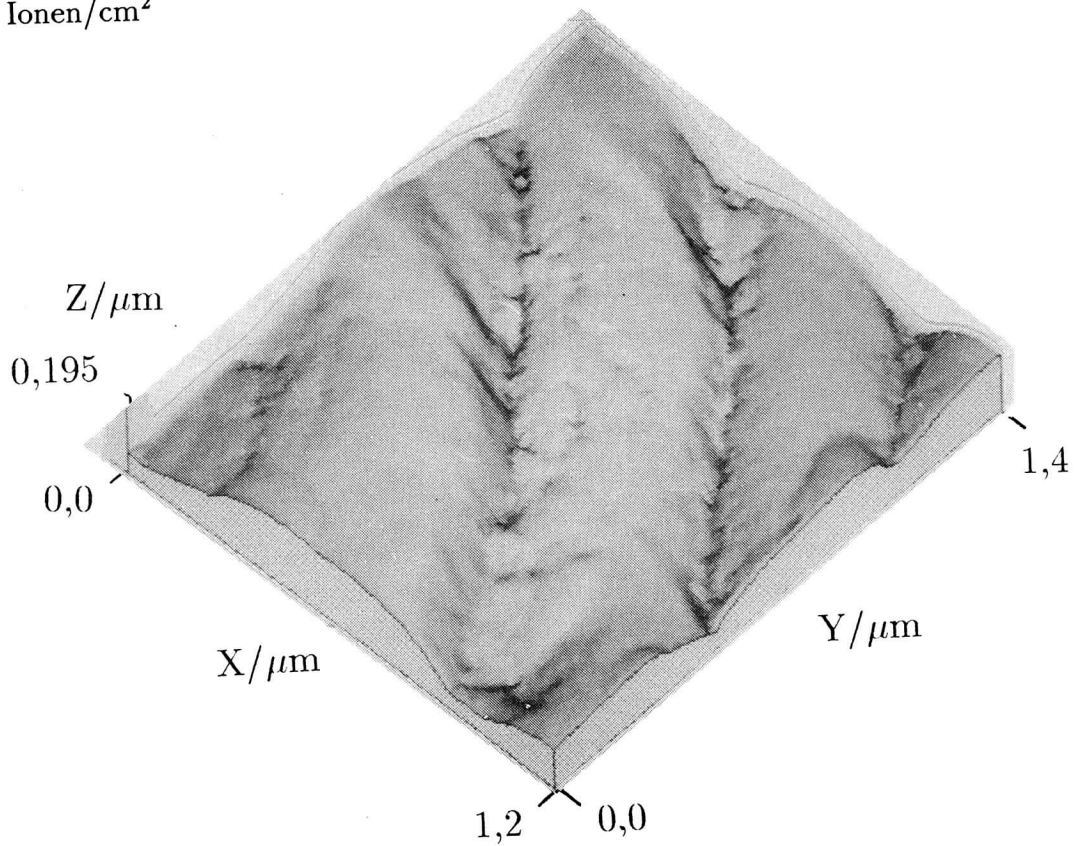


Abbildung 11.10: RTM-Aufnahme von implantiertem Titan,  $3,0 \cdot 10^{17}$  Ionen/cm<sup>2</sup>

### 11.3 Ergebnisse der Rauheitsbestimmung

In Abb. 11.11 ist die Abhängigkeit der Rauheit von der implantierten Dosis dargestellt. Die Rauheit nimmt weitgehend homogen mit der Dosis zu und strebt für hohe Dosen gegen einen Sättigungswert.

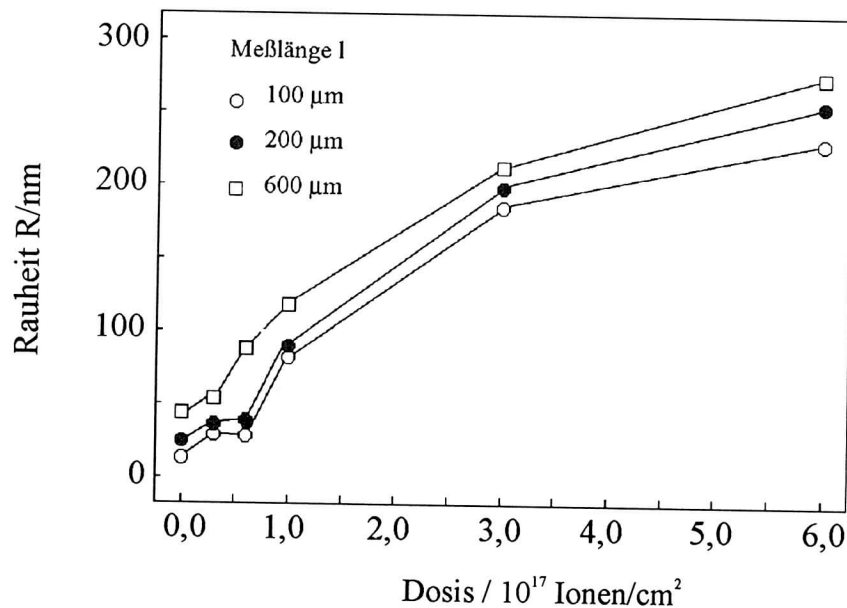


Abbildung 11.11: Rauheit von Kr-implantiertem Titan in Abhängigkeit von der Dosis. Profilometermessungen

Die Abb. 11.12 und 11.13 zeigen die skalenabhängige Rauheit aus RTM- und Profilometermessungen mit der implantierten Dosis als Parameter.

Man erkennt, daß die Rauheit bei allen Meßlängen mit der implantierten Dosis zunimmt. Die Abhängigkeit der Rauheit von der Meßlänge ist besonders bei hohen Dosen im Bereich von einigen  $\mu\text{m}$  sehr stark ausgeprägt. Im Bereich von  $10^2 \mu\text{m}$  nimmt die Steigung ab, und die Rauheit nähert sich einem Sättigungswert. Für kleine Meßlängen streben die Kurven einem einheitlichen Minimalwert zu. Bei Abb. 11.13 ist allerdings zu beachten, daß der Spitzenradius des Profilometers ca.  $20 \mu\text{m}$  beträgt. Beim Vergleich der beiden Abbildungen fällt auf, daß die Rauheitswerte der RTM-Messungen im allgemeinen etwas größer sind. Diese Tatsache ist nicht auf einen Skalierungsfehler zurückzuführen, sondern liegt daran, daß der Rauheitswert von der Auflösung abhängig ist. In Abb. 11.14 sind noch einmal Rauheitswerte aus RTM- und Dektakmessungen bei zwei verschiedenen Auflösungen dargestellt. Dektak 1 wurde mit einer Schrittweite von  $4 \mu\text{m}$  und Dektak 2 mit einer Schrittweite von  $30 \mu\text{m}$  aufgenommen. Die niedrigen Werte von Dektak 2 sind sehr auffallend. Die die Rauheit prägende Nadelstruktur konnte bei dieser Schrittweite nicht mehr aufgelöst werden, wodurch die Rauheitsampli-

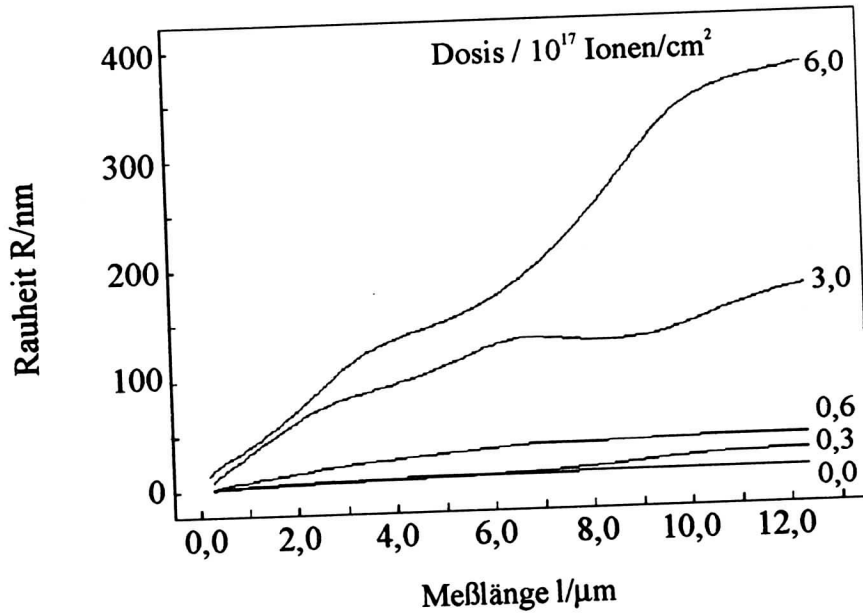


Abbildung 11.12: Rauheit von Kr-implantiertem Titan. RTM-Messungen

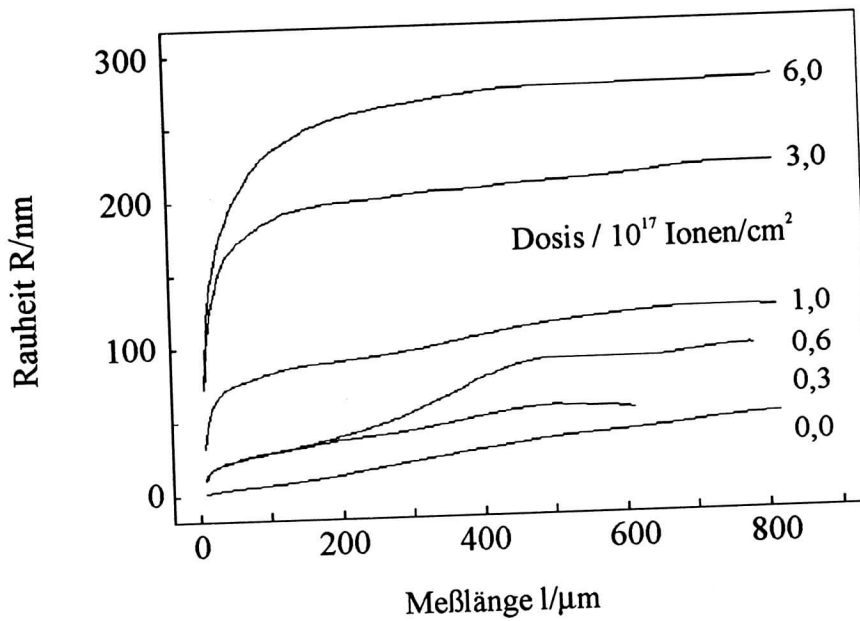


Abbildung 11.13: Rauheit von Kr-implantiertem Titan, Profilometermessungen

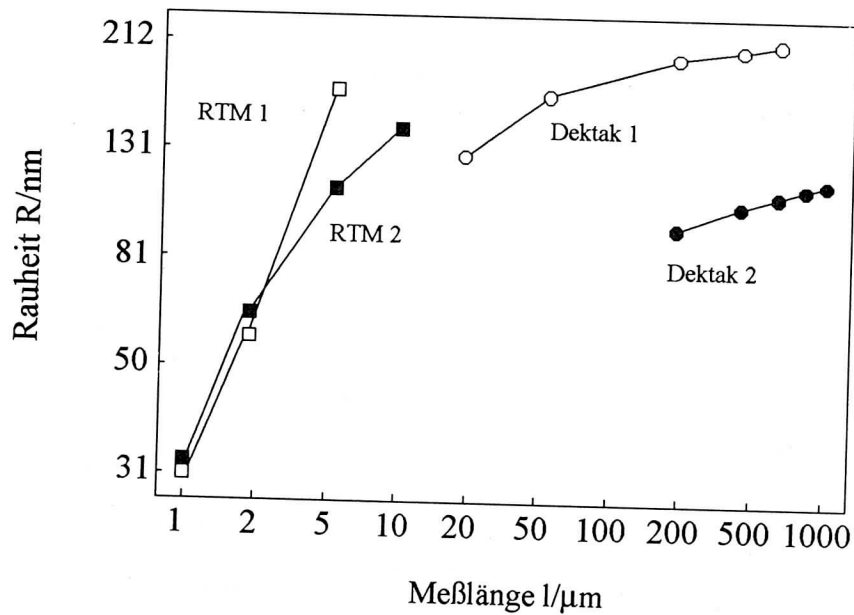


Abbildung 11.14: Rauheit von Kr-implantiertem Titan in doppelt logarithmischem Maßstab, RTM- und Profilometermessungen. Schrittweite: RTM1: 65 nm, RTM2: 130 nm, Dektak1: 4  $\mu\text{m}$ , Dektak2: 30  $\mu\text{m}$

tude erniedrigt wird. Auch bei den RTM-Messungen findet sich im oberen Meßlängenbereich eine größere Rauheit bei größerer Auflösung (RTM 1).

#### 11.4 Härtemessung

In Abb. 11.15 sind die Ergebnisse der Härtemessung in Abhängigkeit von der implantierten Dosis bei einer Prüfkraft von 50 mN aufgetragen. Dies entspricht einer Eindringtiefe von etwa 1  $\mu\text{m}$ .

Bis zu einer Dosis von  $1 \cdot 10^{17}$  Ionen/ $\text{cm}^2$  ist eine Härtesteigerung von etwa 25 % zu beobachten. Danach weisen die Meßwerte eine große Streuung auf. Hier spielt wahrscheinlich die große Rauheit der Proben eine Rolle, die verhindert, daß der Probenkörper gleichmäßig in das Material eindringen kann. Ein ähnliches Verhalten der Meßwerte wurde auch bei größeren Prüfkraften beobachtet.

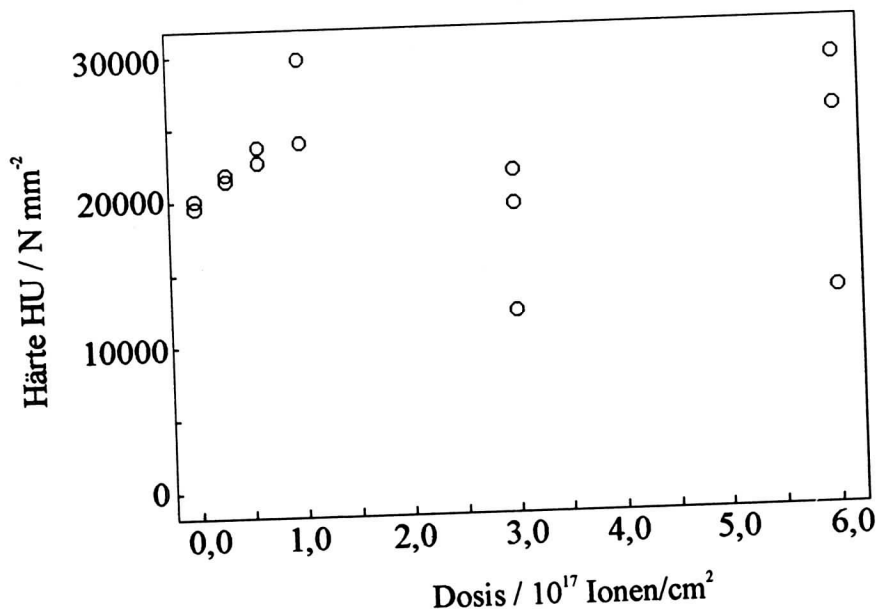


Abbildung 11.15: Universalhärte von implantiertem Titan in Abhängigkeit von der Dosis, Prüfkraft 50 mN

## 11.5 Diskussion

Die qualitativen und quantitativen Ergebnisse lassen sich folgendermaßen zusammenfassen:

Die Implantation mit hoher Dosis bewirkt folgende topographischen Veränderungen:

- Eine Anhebung des gesamten implantierten Bereiches
- Ein deutliches Hervortreten der Korngrenzen
- Ein deutliches Hervortreten einer Nadelstruktur, welche die Kornstruktur oft überlagert

Der Volumenanstieg der implantierten Zone und der Rauheitsanstieg zeigen ähnliche Werte, wie die in einer vorhergehenden Versuchsreihe gefundenen [Gä 91]. Eine ähnliche Struktur der Oberfläche, mit einem geringeren Rauheitsanstieg, fanden auch Vredenberg et al. [Cu 88] [Vr 89] nach 1 MeV Stickstoff-Implantation.

Oberflächenstrukturen wie die hier beobachteten treten oft bei einer Wärmebehandlung von Titan auf. Titan liegt bis zu einer Temperatur von 880 °C in der hexagonalen  $\alpha$ -Phase vor, oberhalb dieser Temperatur in der kubisch raumzentrierten  $\beta$ -Phase. Nach einer Wärmebehandlung oberhalb

der Umwandlungstemperatur zeigt sich beim Abkühlen der  $\beta/\alpha$ -Übergang in einer nadelförmigen Aufrauung der Oberfläche (Korbgeflechtgefüge). Die Ausprägung der Struktur hängt dabei auch vom Vorhandensein  $\alpha$ -stabilisierender Elemente (z. B. Sauerstoff) oder  $\beta$ -stabilisierender Elemente (z. B. Eisen) ab [Zw 74]. Die Bestrahlung hat hier offensichtlich zu einer solchen lokalen Temperaturerhöhung geführt, daß eine Phasenumwandlung stattfinden konnte.

Als weitere Wirkung der Bestrahlung können folgende Prozesse angenommen werden:

- Präferentielles Sputtern an Korngrenzen und Bereichen geringerer Härte
- Anhebung des gesamten implantierten Bereiches durch implantiertes Material und Bildung von Schäden im Inneren der Probe

Ausgeprägte Spuren von Strahlenschäden an der Oberfläche wurden nicht gefunden. Man könnte sich vorstellen, daß eine Überlagerung einzelner Einschußhügel oder -krater eine allgemeine Aufrauung der Oberfläche im nm-Bereich bewirkt. Wie die Abb. 11.9 und 11.10 zeigen, ist dies jedoch nicht der Fall. Die Oberfläche ist in diesem Bereich sehr glatt. Dies läßt sich aus der oben angeführten Phasenumwandlung verstehen. Möglicherweise kann aber als weiterer Prozeß noch ein glättender Effekt als Wirkung der Bestrahlung angenommen werden. Ein allgemeiner Glättungseffekt von 1 MeV  $N^+$ -Ionen auf anodisch gewachsene Aluminium-Filme wurde z. B. in [Da 89] gefunden. Aufgrund der Temperaturabhängigkeit des Glättungseffekts wurde hier Oberflächendiffusion als dominanter Prozeß ausgeschlossen und in erster Linie nukleares und/oder elektronisches Sputtern für den Effekt verantwortlich gemacht.

Das durch das implantierte Material und die induzierten Schäden vergrößerte Volumen kann sich nicht in horizontaler Ebene ausdehnen, sondern nur senkrecht zur Oberfläche. Daher sind in der horizontalen Ebene Druckeigenspannungen zu erwarten und senkrecht dazu Zugeigenspannungen. Dieses Verhalten wurde in [Gä 91] nachgewiesen. Der Anstieg der Härte konnte hier mit einer Zunahme der Druckeigenspannungen bei steigender Dosis korreliert werden.

Der Tunnelkontakt und die Auflösung war im implantierten Bereich generell besser als im unbehandelten Bereich. Offenbar wurde durch die Implantation der störende Oxidfilm beseitigt und konnte sich nicht wieder etablieren.

## 12 Ionenimplantierter Graphit

Untersuchungen zum Effekt einzelner Ioneneinschüsse auf Festkörperoberflächen wurden an hochorientiertem pyrolitischem Graphit (HOPG) durchgeführt. Frische Lagen lassen sich leicht durch Abziehen mit Klebeband präparieren und sind über weite Bereiche atomar glatt, wodurch sich experimentell herbeigeführte Veränderungen der Oberfläche leicht detektieren lassen. Mit diesen Eigenschaften ist Graphit quasi zur Modellsubstanz der Tunnelmikroskopie geworden und bietet sich ideal zur Erforschung der Wirkung hochenergetischer Teilchen auf Oberflächen an. Die Implantation erfolgte im oben beschriebenen Beschleuniger bei einem Druck von  $1 \cdot 10^{-6}$  mbar. Implantiert wurden  $N^+$ -Ionen mit einer Energie von 630 keV und einer Dosis von  $5 \cdot 10^{12}$  Ionen/cm<sup>2</sup>, dies entspricht einem Einschuß pro 20 nm<sup>2</sup>.

### 12.1 Meßergebnisse

Die RTM-Messungen wurden mit einem Tunnelstrom von etwa 1 nA durchgeführt. Die Tunnelspannung lag bei 50–100 mV. Abb. 12.1 zeigt ein Überblicksbild mit Einschußspuren.

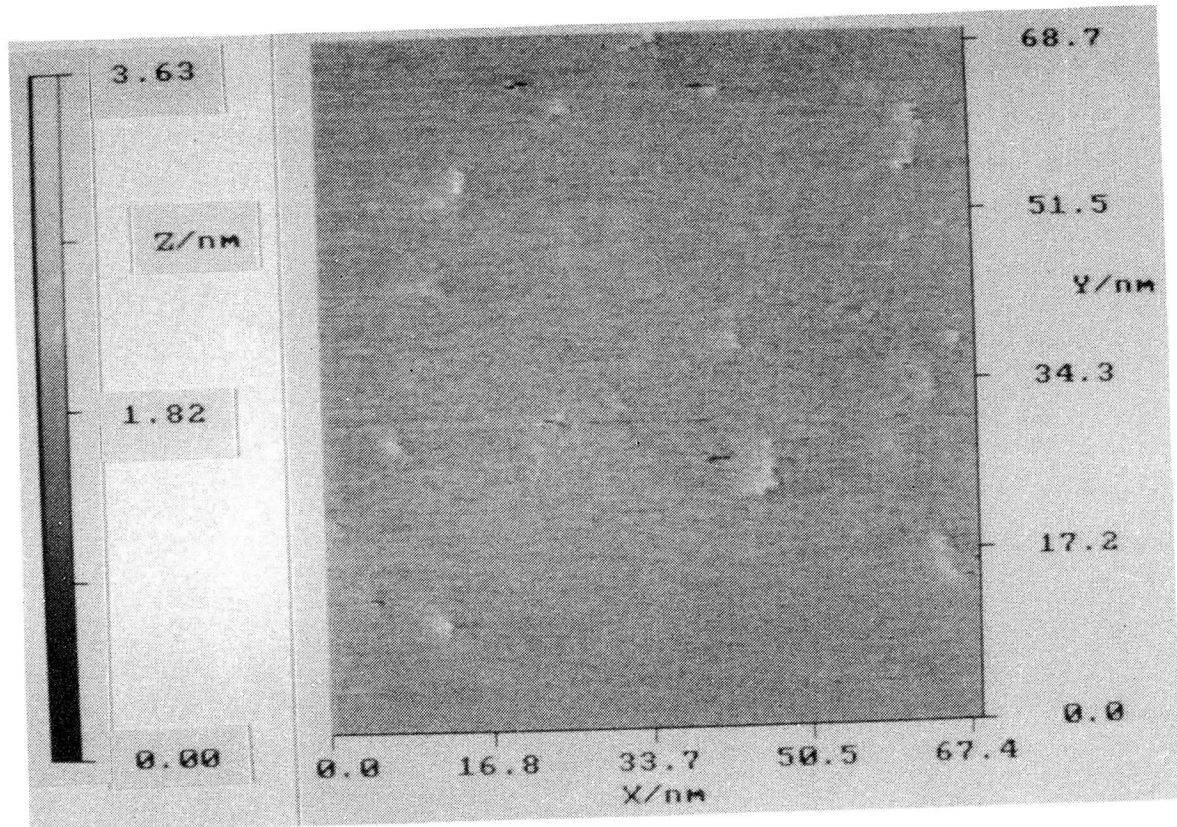


Abbildung 12.1: Einschußspuren von N-Ionen auf HOPG

Die Verteilung der Einschüsse auf der Oberfläche war statistisch, die Abbildung zeigt einen Bereich relativ großer Dichte. Es sind unregelmäßig geformte, längliche Hügel mit einer Größe von etwa 3–7 nm und einer Höhe von 1–2 nm sowie einige Gräben zu erkennen.

Bei höherer Auflösung wird die Detailstruktur der Hügel deutlich (Abb. 12.2 und 12.3).

Auf der Spitze des Hügels befindet sich ein Bereich ohne erkennbare Struktur. Hierbei könnte es sich um eine amorphe Zone handeln. In der Umgebung dieser Zone findet sich oft ein Übergangsbereich, in dem die Atome zwar noch separierbar sind, aber gegenüber dem ungestörten Gitter vergrößert wirken. Bei größeren Hügeln bilden diese oft eine Überstruktur, die noch einige nm in der Umgebung des Hügels zu beobachten ist (Abb. 12.4). Sie wurde jedoch nicht bei allen Messungen beobachtet.

Die Überstruktur ist etwa  $30^\circ$  gegenüber dem ungestörten Gitter geneigt und hat eine Gitterkonstante von 0,38 nm. In Abb. 12.5 sind die entsprechenden Fourierkomponenten von Abb. 12.4 abgebildet.

Die oft zu beobachtenden dunklen Streifen und Vertiefungen rechts und links der Hügel treten jeweils nur in Scanrichtung auf und lassen sich damit als Artefakte klassifizieren. Abb. 12.6 zeigt die Form eines Einschubhügels im Profil. Deutlich ist die asymmetrische Form zu erkennen. Die Pfeile deuten eine mögliche Entstehung des Hügels durch ein einseitiges Hervortreten eines Oberflächenbereiches an.

Neben großen Hügeln finden sich auch kleine Einschubspuren, die nur sehr begrenzte Störungen der Gitterstruktur hervorrufen (Abb. 12.7).

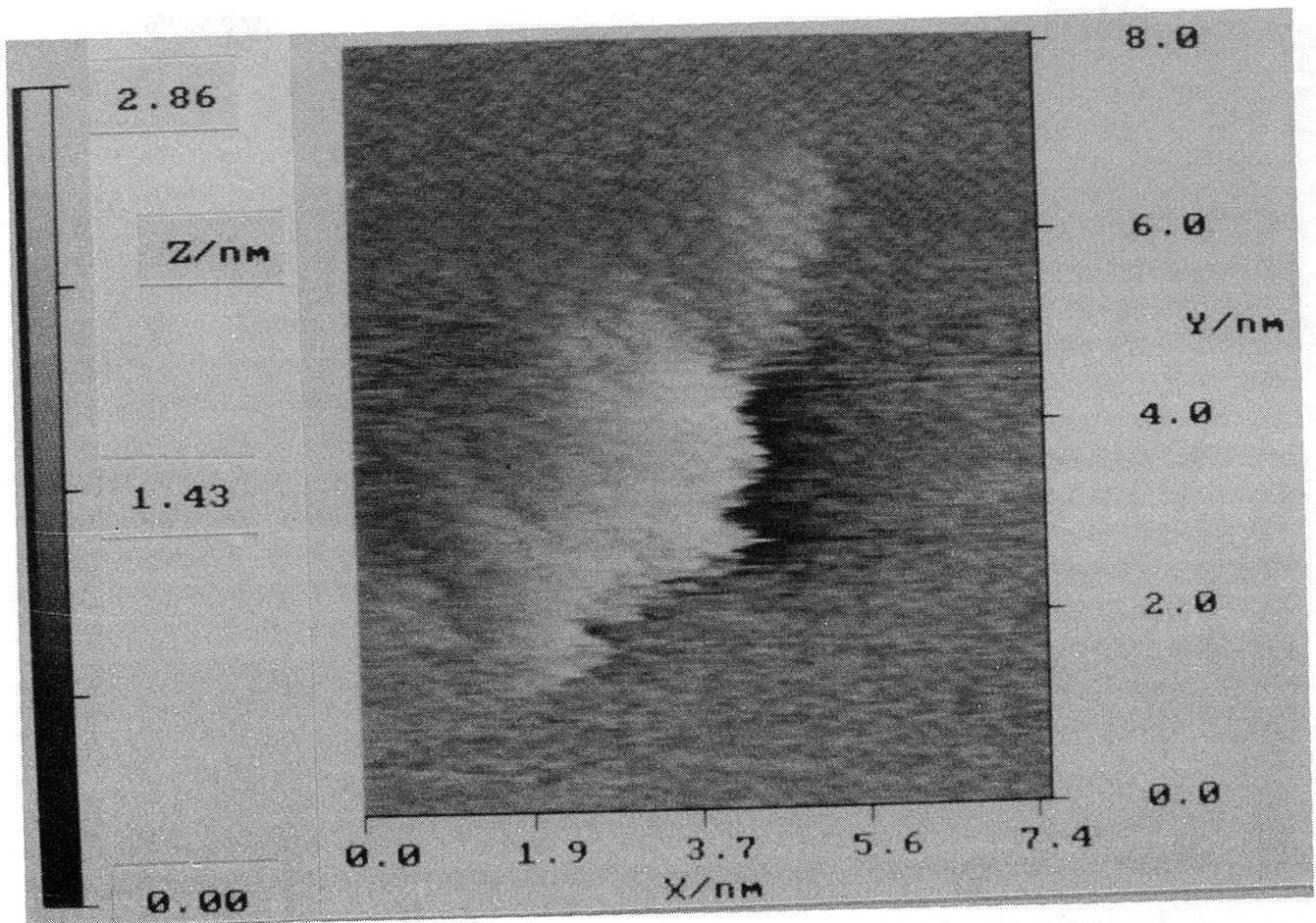


Abbildung 12.2: Einschubhügel von N-Ionen auf HOPG, Detailstruktur

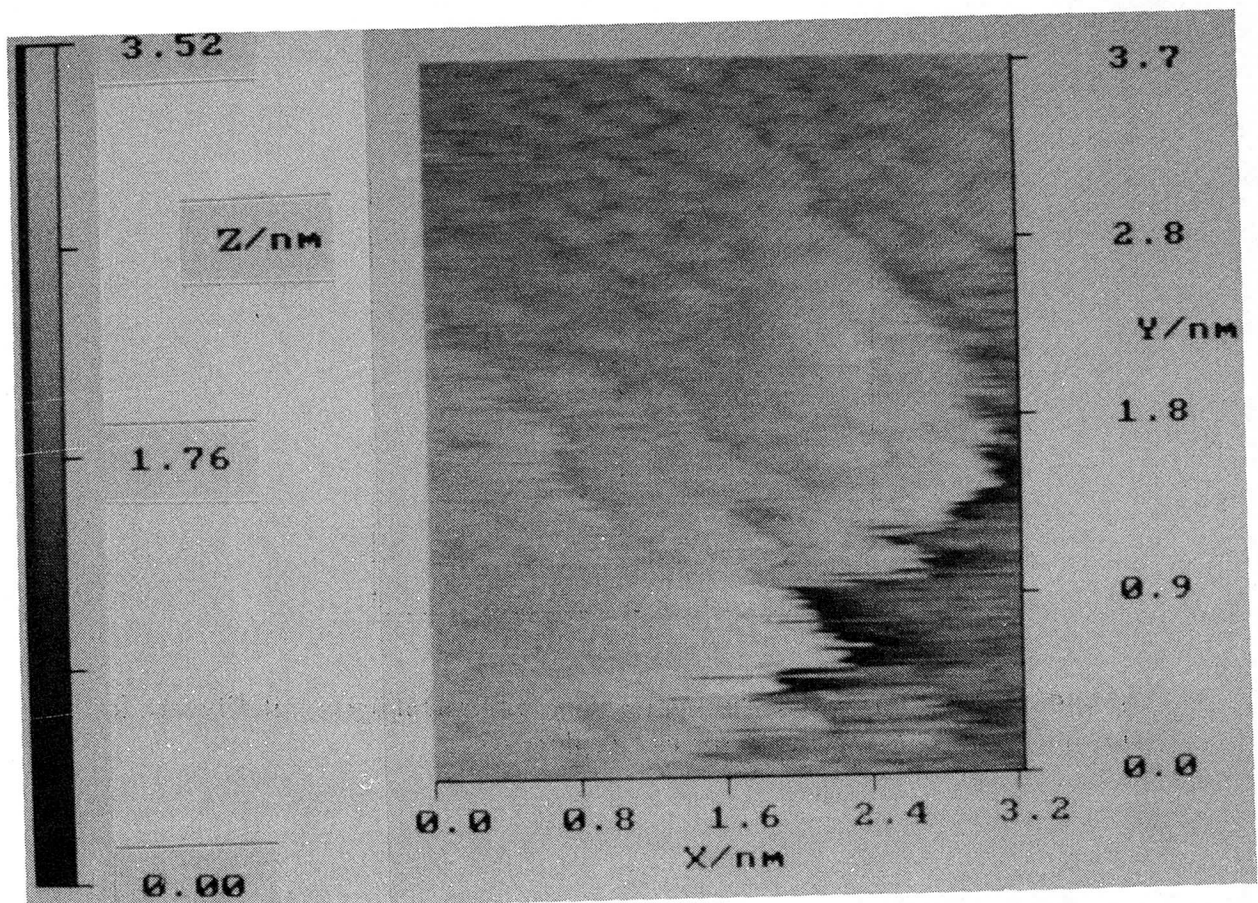


Abbildung 12.3: Einschubhügel von N-Ionen auf HOPG, Detailstruktur

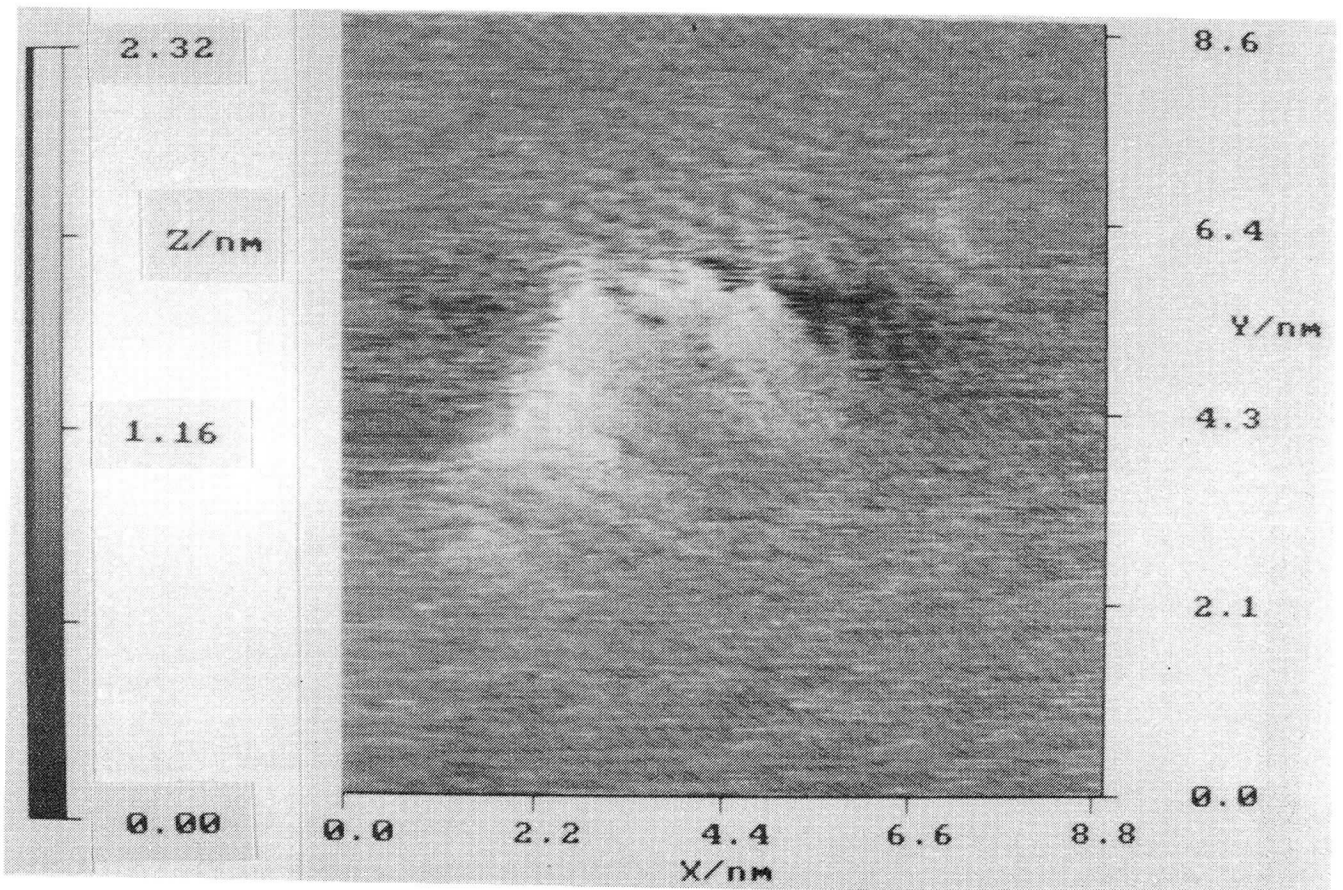


Abbildung 12.4: Einschlaghügel eines N-Ions auf HOPG mit Überstruktur

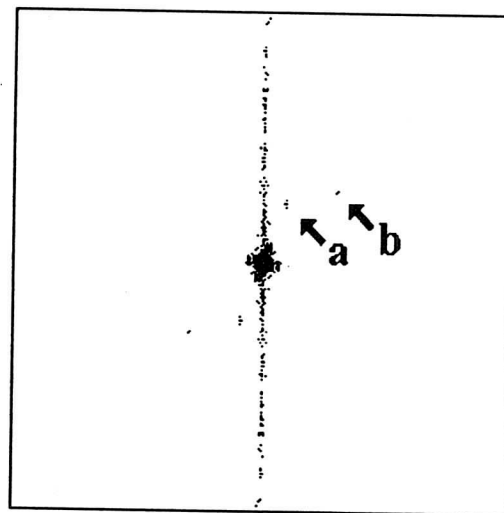


Abbildung 12.5: Fouriertransformierte eines Einschlaghügels mit Überstruktur, a: Überstruktur, b: ungestörtes Graphitgitter

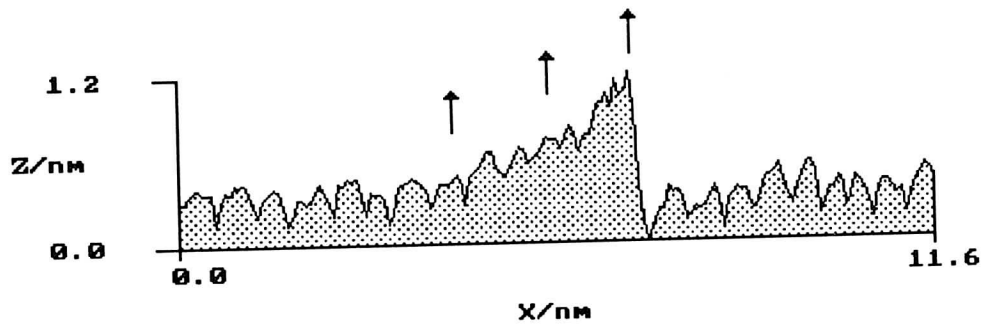


Abbildung 12.6: Einschubhügel von einem N-Ion auf HOPG, Profillinie

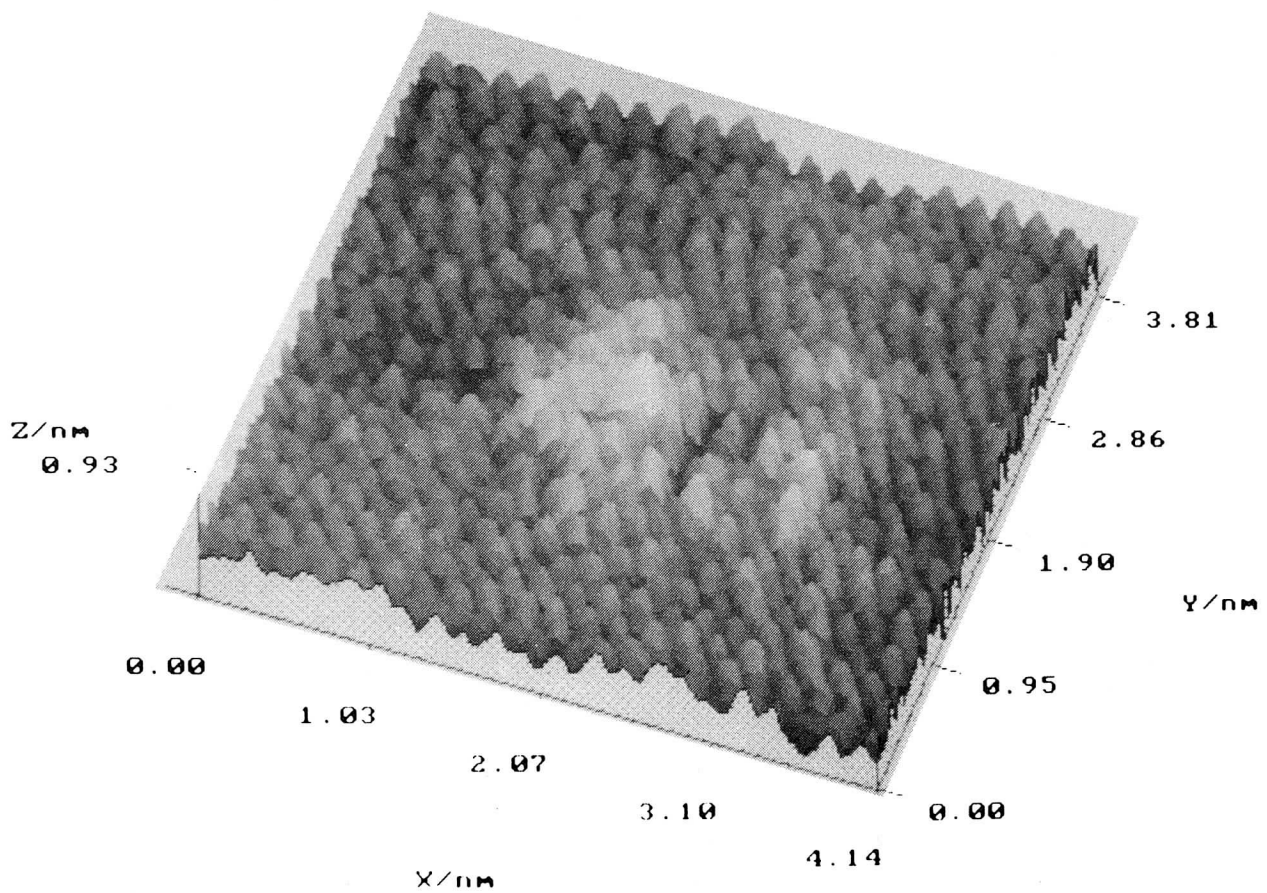


Abbildung 12.7: Kleine Einschubspur von einem N-Ion auf HOPG

## 12.2 Diskussion

Das Auftreten von Hügeln als Ergebnis von Ionenbeschuß ist typisch für Graphit und wurde bei verschiedenen Energien beobachtet: bei He-, Ne- und Ar-Ionen im Bereich von 1–500 eV, also im Bereich der Eindringsschwelle [Ka 92], bei 20 keV C<sup>+</sup>-Ionen [Co 90], bei 50 keV Ar<sup>+</sup> und 150 keV Xe<sup>3+</sup>-Ionen [Po 89] [Po 91] und bei 3 GeV Au-Ionen [Ke 91]. Es kann als der erste Schritt zu der bei hohen Dosen auftretenden makroskopischen Volumenänderung angesehen werden [Po 91]. Im Gegensatz dazu wurden auf den Halbleiteroberflächen Si(100) und PbS(100), bei Beschuß mit As<sup>+</sup>- und Ge<sup>+</sup>-Ionen im Bereich von 20 keV bis 1 MeV, Krater gefunden [Wi 89].

Das Auftreten von Oberflächendefekten bei Energie von 3 GeV zeigt, daß auch die elektronische Wechselwirkung zur Schadensentstehung beiträgt, da in diesem Energiebereich der nukleare Energieverlust vernachlässigbar ist [Ke 91]. Die beobachteten Spuren sind das Ergebnis einer komplexen Wechselwirkung des eingeschossenen Ions mit dem Graphitgitter im Inneren der Probe. Das eindringende Ion bildet entlang seinem Weg durch das Target eine leerstellenreiche Zone, die von einem Bereich mit höherer Dichte an Zwischengitteratomen umgeben ist. Leerstellen und Zwischengitteratome können sich zu Clustern zusammenfinden und sich in dichtgepackten Ebenen anordnen. Durch diesen Prozeß werden also lokal zusätzliche Ebenen mit Leerstellen bzw. Zwischengitteratomen eingeführt, die zu Verspannungen im Gitter führen. Die Relaxation des Gitters aufgrund dieser Spannungen führt dann zur Krater- bzw. Hügelbildung. Die beobachteten Hügel sind meistens länglich und asymmetrisch geformt. Man kann sich daher vorstellen, daß an der steilen Kante eine Art Rißlinie vorliegt, an der die aufgebauten Spannungen sich durch Anheben der Oberfläche relaxieren konnten, wie in Abb. 12.6 skizziert.

Der zentrale strukturlose Bereich scheint dagegen dem zentralen Spike-Bereich zu entsprechen, der eine amorphe Zone hinterläßt, in welcher die Elektronendichte unregelmäßige Veränderungen aufweist, so daß keine atomare Struktur mehr zu erkennen ist. Daher geht bei Fluenzen  $> 10^{14}$  Ionen/cm<sup>2</sup>, wo eine Überlappung der einzelnen Spikes auftritt, die atomare Auflösung gänzlich verloren [Co 90].

Die auftretenden Überstrukturen sind als Anpassung der Oberflächenlage an die durch die inneren Spannungen hervorgerufenen Aufwerfungen zu verstehen. Es ist jedoch nicht ohne weiteres klar, ob diese Überstruktur auch einer realen Veränderung des Gitters entspricht, da mit dem RTM ja nur die elektronische Zustandsdichte detektiert wird. Überstrukturen der Form  $(\sqrt{3} \times \sqrt{3})R 30^\circ$  wurden z. B. auch in der Umgebung von adsorbierten Platinatomen gefunden [Xh 91]. Sie konnten dort quantitativ als Überlagerung des Graphitgitters mit einer lokalen periodischen Ladungsdichtemodulation (PCDM), also als rein elektronischer Effekt, erklärt werden. Die Tatsache, daß die Überstruktur nicht bei allen Messungen beobachtet wurde, spricht

ebenfalls für einen transienten, elektronischen Effekt. Im Gegensatz dazu interpretieren Porte et al. die Oberflächenveränderungen als Ergebnis einer Ultraschallschockwelle, die durch die Kollisionskaskade erzeugt wurde [Po 91].

## 13 Titannitridschichten

Ein Hauptanwendungsgebiet des hier entwickelten RTMs bildet die Untersuchung dünner PVD-Schichten. Bei den PVD (physical vapor deposition)-Verfahren werden die Schichten physikalisch aus der Gasphase abgeschieden. Die Schichtmaterialien können thermisch verdampft oder durch Ionenbeschuss zerstäubt werden.

Bei den hier untersuchten Titannitridschichten wurde das Titan von einer Magnetronkathode durch ein Argon-Plasma zerstäubt. Mit dem zusätzlich eingelassenen Stickstoff schlagen sich die zerstäubten Titanatome als Titanitridschicht auf dem Substrat nieder. TiN gehört zu den Hartstoffschichten, die oft aus Nitriden, Carbiden, Oxiden oder Boriden von Elementen der IV. bis VI. Nebengruppe des Periodensystems gebildet werden und im Grenzbereich zwischen Metallen und Keramik liegen [Kl 86]. TiN ist jedoch noch leitfähig und kann daher mit dem Tunnelmikroskop direkt untersucht werden.

TiN-Beschichtung wird schon seit einigen Jahren im industriellen Maßstab zur Behandlung von Bauteil- und Werkzeugoberflächen angewendet. Hiermit können z. B. bei Bohrern und Fräsern deutlich erhöhte Standzeiten erreicht werden [Ho 86]. Neben der Schichtstruktur tragen vor allem auch die Eigenspannungen zum Verhalten der Schicht bei.

### 13.1 Strukturzonenmodell

Für die Abhängigkeit der Schichtstruktur von der Substrattemperatur wurde von Movchan und Demchishin [Mo 69] ein Strukturzonenmodell entworfen, das später von Thornton [Th 74] erweitert wurde. Abb. 13.1 zeigt das Modell von Thornton. Die Schichtstruktur ist in Abhängigkeit von dem Verhältnis Substrattemperatur zu Schmelztemperatur (des Schichtmaterials)  $T/T_m$  und dem Sputtergasdruck (Argon)  $p_A$  dargestellt.

Bei niedriger Temperatur ist die Diffusionsneigung der adsorbierten Atome gering. Die durch die Oberflächenrauheit des Substrats und der aufwachsenden Schicht hervorgerufenen Abschattungseffekte können nicht ausgeglichen werden, so daß auf den entstehenden Keimen die Schicht nadelförmig aufwächst, wobei mit zunehmender Schichtdicke die Substratrauheit ausgeglichen wird und die Nadeln sich nach oben hin verbreitern. Sie haben die Form von auf der Spitze stehenden Kegeln mit gewölbter Oberfläche. Die Schicht bildet also eine poröse nadelförmige Struktur. Dies ist das Kennzeichen der Zone 1. Bei hohen Argondrücken reduzieren adsorbierte Gasatome weiterhin die Beweglichkeit der Adatome, so daß sich auch bei höheren Temperaturen die Nadelstruktur der Zone 1 entwickelt. Durch die geringe Beweglichkeit bleibt die Defektdichte groß und hat innere Spannungen zur Folge.

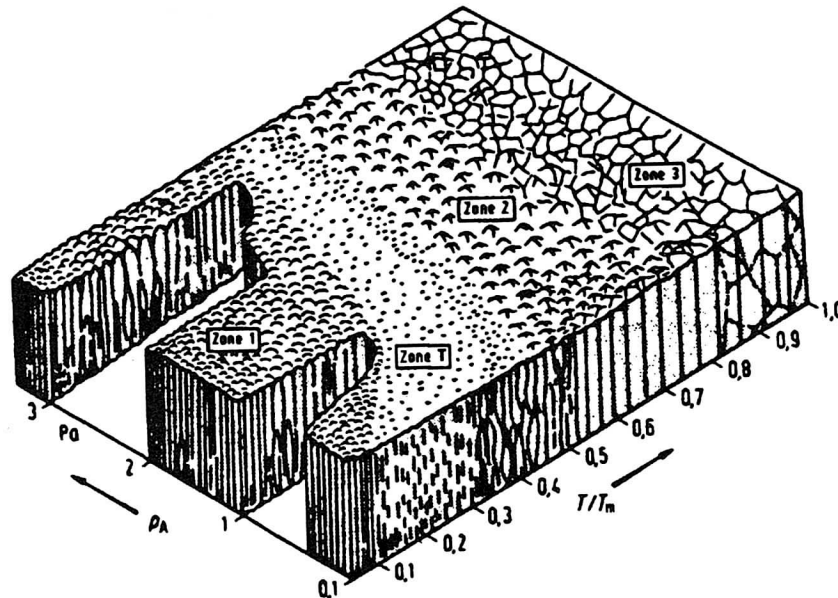


Abbildung 13.1: Strukturzonenmodell nach Thornton [Pu 89]

Die Zone T bildet einen Übergang (transition) zwischen Zone 1 und 2. Die Atome haben genug Energie, um die Abschattungswirkung teilweise zu kompensieren. Die Schichtstruktur wird dadurch dichter und hat ein faserförmiges Aussehen.

In der Zone 2 ist die thermische kinetische Energie so groß, daß die Oberflächendiffusion für das Wachstum dominant wird. Die Kristallisationskeime können gleichmäßig weiterwachsen, so daß die Schicht einen säulenartigen Aufbau erhält und die Zwischenräume kleiner werden. Mit steigender Temperatur steigt der Säulendurchmesser.

In der Zone 3 ist die Temperatur schließlich so groß, daß Volumendiffusion auftritt und den Wachstumsverlauf bestimmt. Es entsteht ein rekristallisiertes dichtes Gefüge.

## 13.2 Eigenspannungen

Beim Herstellungsprozeß können in den Schichten mehr oder weniger große innere Spannungen entstehen, die durch entsprechende Gitterdehnungen hervorgerufen werden. Diese werden formal durch den Dehnungstensor  $\epsilon_{ij}$  beschrieben, dessen Elemente die Verschiebung einer Ebene mit der Normalen  $u$  in die Richtung  $x$  angeben.

$$\epsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_j}{\partial x_i} + \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \right) \quad (13.1)$$

Die Indizes  $i$  und  $j$  durchlaufen die drei Raumrichtungen, so daß  $\epsilon$  eine  $3 \times 3$ -Matrix bildet, von deren neun Elementen allerdings nur sechs unabhängig sind ( $\epsilon_{ij} = \epsilon_{ji}$ ).

Diese Spannungen können zum einen aus den unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Substrat- und Schichtmaterial resultieren und werden daher als thermische Spannungen bezeichnet. Wird die Schicht bei der Temperatur  $T_0$  hergestellt und hat sie anschließend die Temperatur  $T_1$ , so beträgt die Dehnung  $\epsilon^{th}$

$$\epsilon^{th} = \int_{T_0}^{T_1} [\alpha_{Schicht}(T) - \alpha_{Substrat}(T)] dT, \quad (13.2)$$

wobei  $\alpha$  die Wärmeausdehnungskoeffizienten bezeichnet.

Daneben existiert eine ganze Klasse von intrinsischen Spannungen, die verschiedene Ursachen haben können. Hier wären zu nennen: unterschiedliche Gitterkonstanten von Substrat und Schicht, Korngrenzenveränderungen in der Schicht oder Einbau von Fremdatomen. Die intrinsischen Spannungen hängen sehr stark von den Herstellungsparametern ab wie Herstellungsart, Druck, Wachstumsrate, Substrattemperatur etc.. Die verschiedenen Ursachen wirken meist in einer sehr komplexen Art und Weise zusammen, so daß man hier schwerlich allgemeine Abhängigkeiten angeben kann.

Gitterdehnungen lassen sich mit Hilfe der Röntgendiffraktometrie nachweisen, mit welcher der Netzebenenabstand  $D(hkl)$  einer Netzebenenschar ( $hkl$ ) bestimmt werden kann. Ist der Netzebenenabstand  $D_0(hkl)$  des dehnungsfreien Materials bekannt, so läßt sich die Gitterdehnung  $\epsilon_{\psi\phi}(hkl)$  einer Winkellage aus den Reflexionswinkeln  $\theta(hkl)$  des gedehnten und  $\theta_0(hkl)$  des ungedehnten Gitters bestimmen:

$$\epsilon_{\psi\phi}(hkl) = \frac{D(hkl) - D_0(hkl)}{D_0(hkl)} = -\cot(\theta_0(hkl)) (\theta(hkl) - \theta_0(hkl)). \quad (13.3)$$

Hierbei bezeichnet  $\psi$  den Azimut und  $\phi$  die Verkippung der Netzebenennormalen in Bezug auf die Oberflächennormale. Zur Bestimmung des vollständigen Dehnungstensors müssen mindestens sechs verschiedene  $\psi\phi$ -Richtungen gemessen werden. Aus den  $\epsilon_{\psi\phi}(hkl)$  bezogen auf die einzelnen Netzebenensysteme können dann die gemittelten Komponenten  $\langle \epsilon_{ij} \rangle$  des Dehnungstensors im Probensystem errechnet werden. Durch Variation des Einfallswinkels  $\gamma$  kann die Dehnung in verschiedenen Tiefen  $\tau(\gamma)$  der Probe bestimmt werden. Abb. 13.2 illustriert die geometrischen Verhältnisse.

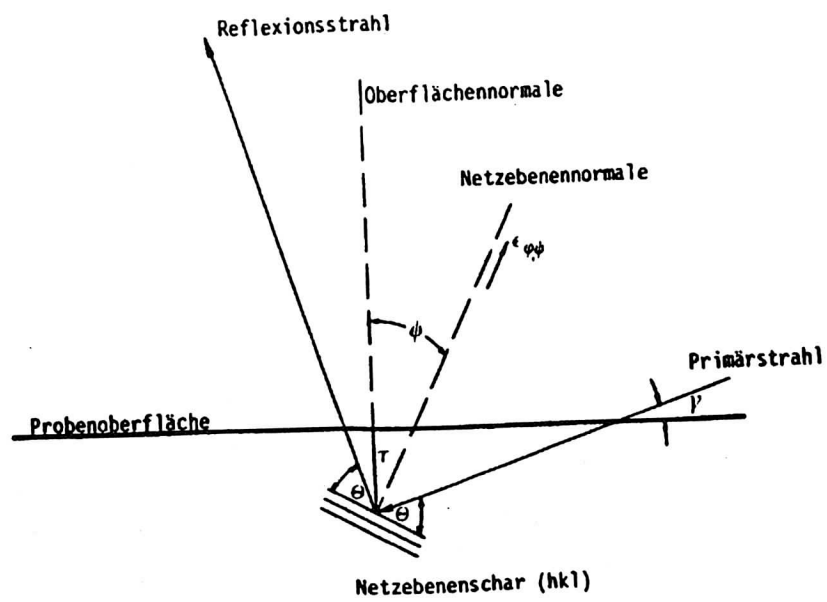


Abbildung 13.2: Lage der reflektierenden Netzebenen

### 13.3 Probenpräparation

Als Substrat wurde der Hochleistungsschnellarbeitsstahl (HSS) S6-5-2 gewählt. Vor dem Beschichten wurden die Proben feingeschliffen (bis Körnung 1000) und mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und Diamantpaste poliert, bis die Substratrauheit unter  $0,1 \mu\text{m}$  lag. Anschließend erfolgte eine Entmagnetisierung und Entfettung durch Reinigung im Ultraschallbad mit Trichloräthylen und Aceton. Vor dem Beschichten wurden Proben und Target noch durch Sputtercleaning behandelt. Die Beschichtung erfolgte in einer Magnetron-Kathodenzerstäubungsanlage mit einem runden Titantarget (Durchmesser 75 mm) bei einem Abstand von 56 mm zum Substrat. Die Sputterleistung betrug 177 Watt. Eine Bias-Spannung wurde nicht angelegt. Der Substratträger war mit Wasserkühlung und elektrischen Heizwendeln ausgestattet, so daß die Substrattemperatur variiert werden konnte. Sie wurde mit einem NiCr/Ni-Thermoelement, das sich in direktem Kontakt mit dem Substrat befand, kontrolliert. In dem untersuchten Probensatz wurden die Substrattemperatur  $T$  und der Gesamtdruck  $p$  variiert. Das Partialdruckverhältnis von Stickstoff zu Argon ( $p_{\text{N}_2}/p_{\text{Ar}}$ ) wurde konstant gehalten. In Tabelle 13.1 sind die Beschichtungsparameter zusammengefaßt.

Probe Nr.	$T$ [°C]	$T/T_m$	$p$ [Pa]	$p_{\text{N}_2}/p_{\text{Ar}}$	$t$ [ $\mu\text{m}$ ]	$X = N/Ti$
1	500	0,4	0,5	0,042	0,80	1,090
2	400	0,35	0,5	0,042	0,81	1,137
3	260	0,27	0,5	0,042	0,88	1,131
4	150	0,22	0,5	0,042	0,98	1,133
5	20	0,15	0,5	0,042	0,95	1,092
6	500	0,4	1,7	0,042	0,64	0,878

Tabelle 13.1: Beschichtungsparameter: Substrattemperatur  $T$ , Schmelztemperatur  $T_m$ , Gesamtdruck  $p$ , Partialdruckverhältnis  $p_{\text{N}_2}/p_{\text{Ar}}$ , Schichtdicke  $t$ , Stöchiometrisches Verhältnis  $N/Ti$

### 13.4 REM-Messungen

Die Proben wurden auf der Oberfläche und an Bruchkanten mit dem Rasterelektronenmikroskop untersucht. Die Abb. 13.3 und 13.4 zeigen den Unterschied im Schichtaufbau zwischen Probe 1 ( $T/T_M = 0,4$ ) und Probe 5 ( $T/T_M = 0,15$ ). Während Probe 5 noch einen nadelförmigen Schichtaufbau zeigt, ist bei Probe 1 eine faserförmige Struktur zu erkennen. Die Köpfe der nadelförmigen Kristallite von Probe 5 zeigt Abb. 13.5. Mit zunehmender Substrattemperatur werden diese Kristallite größer, und die runden kompakten Köpfe wachsen zu größeren, unregelmäßigen Strukturen zusammen, wie

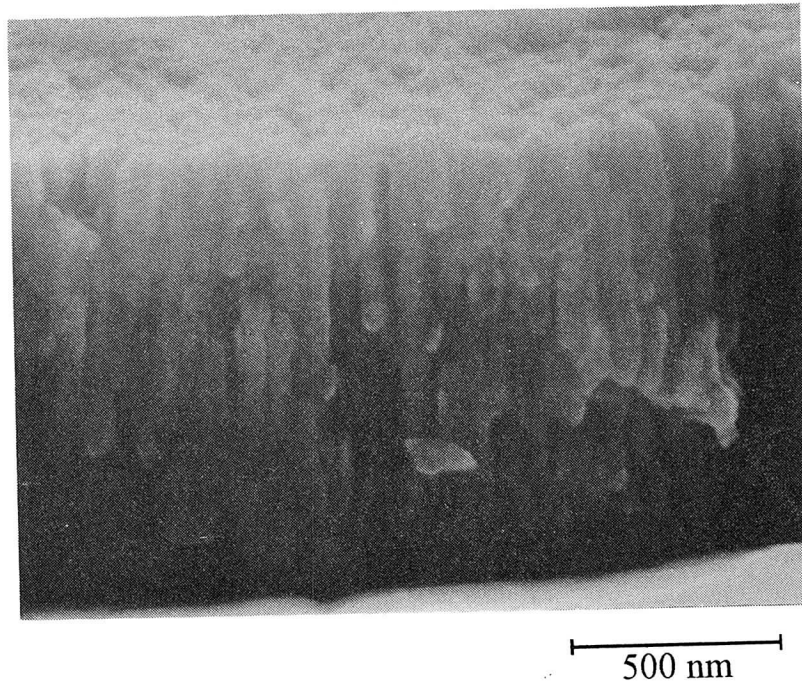


Abbildung 13.3: REM-Aufnahme der Bruchkante einer TiN-Schicht, Probe 5,  $T/T_M = 0,15$

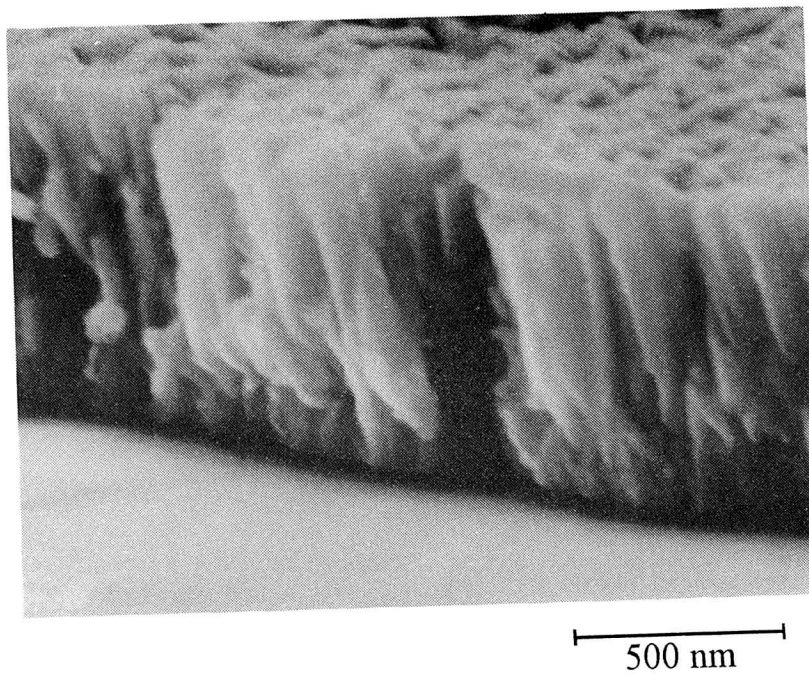


Abbildung 13.4: REM-Aufnahme der Bruchkante einer TiN-Schicht, Probe 1,  $T/T_M = 0,4$

in Abb. 13.6 (Probe 2,  $T/T_M = 0,35$ ) und Abb. 13.7 (Probe 6,  $T/T_M = 0,4$ ) zu sehen.

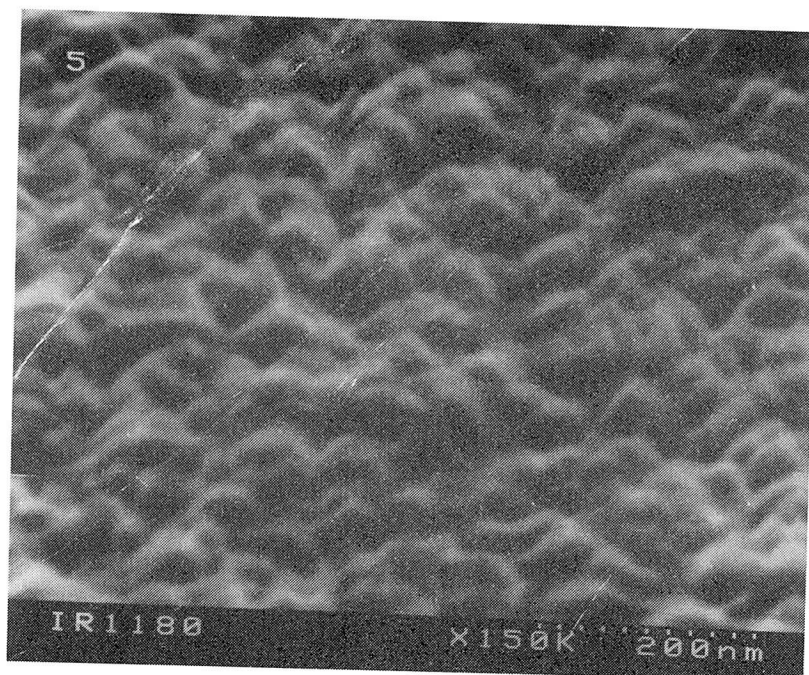


Abbildung 13.5: REM-Aufnahme einer TiN-Schicht, Probe 5,  $T/T_M = 0,15$

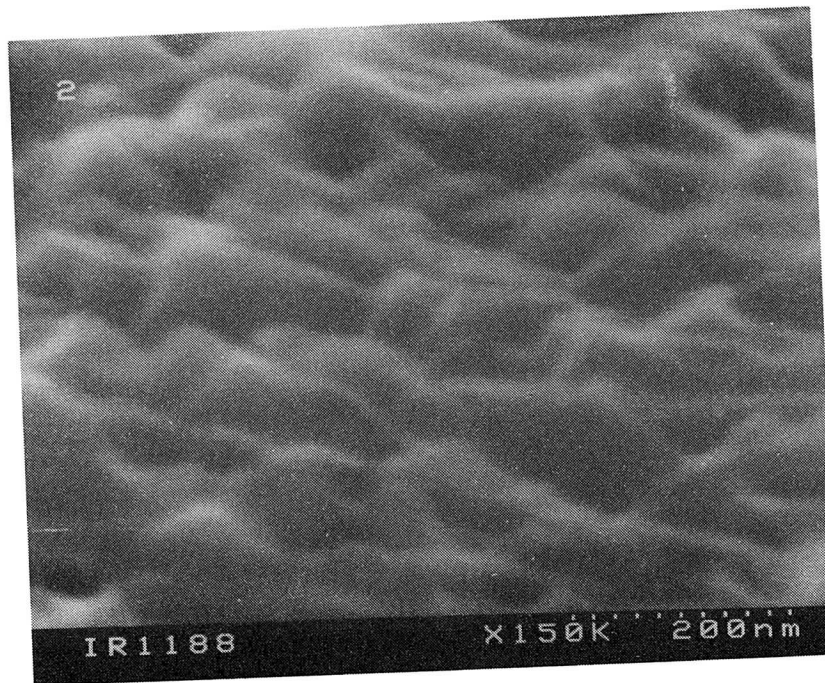


Abbildung 13.6: REM-Aufnahme einer TiN-Schicht, Probe 2,  $T/T_M = 0,35$

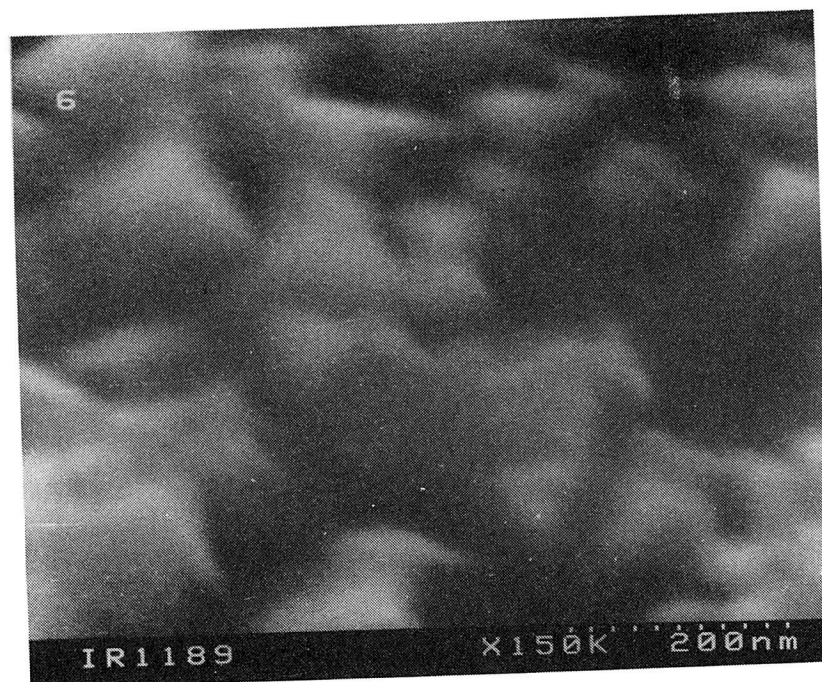


Abbildung 13.7: REM-Aufnahme einer TiN-Schicht, Probe 6,  $T/T_M = 0,4$

### 13.5 RTM-Messungen

Die RTM-Bilder (Tunnelspannung: 100–300 mV, Tunnelstrom: 1 nA) zeigen deutlich die aus den verschiedenen Herstellungstemperaturen resultierenden Strukturunterschiede. Bei Probe 5 ( $T/T_M = 0,15$ , Abb. 13.8) sind die einzelnen Köpfe der Nadeln deutlich zu erkennen. Probe 1 ( $T/T_M = 0,4$ , Abb.

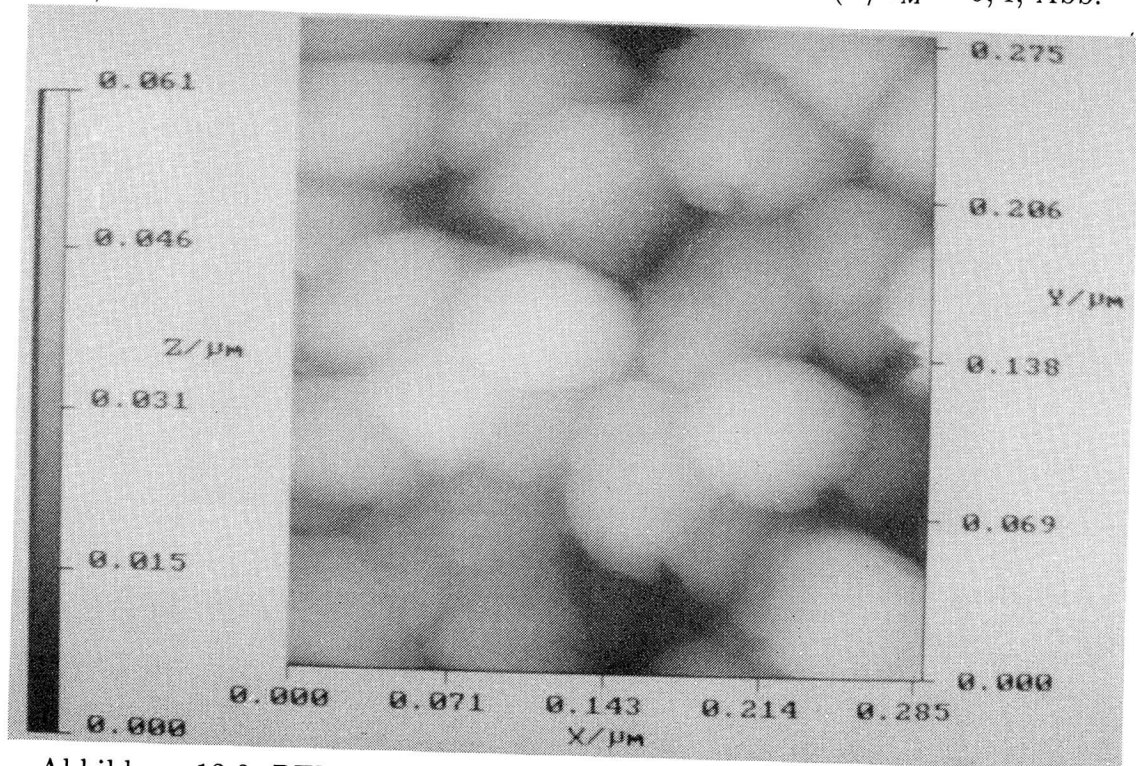


Abbildung 13.8: RTM-Messung einer Titannitridschicht, Probe 5,  $T/T_M = 0,15$

13.9) zeigt dagegen die größeren, unregelmäßigen Strukturen. Probe 6, die bei derselben Substrattemperatur wie Probe 1, aber bei höherem Gesamtdruck hergestellt wurde, zeigt eine ähnliche Struktur (Abb. 13.10). Zwischen den Kristalliten bleiben oft schmale, aber sehr tiefe Spalten oder Löcher stehen (Abb. 13.11).

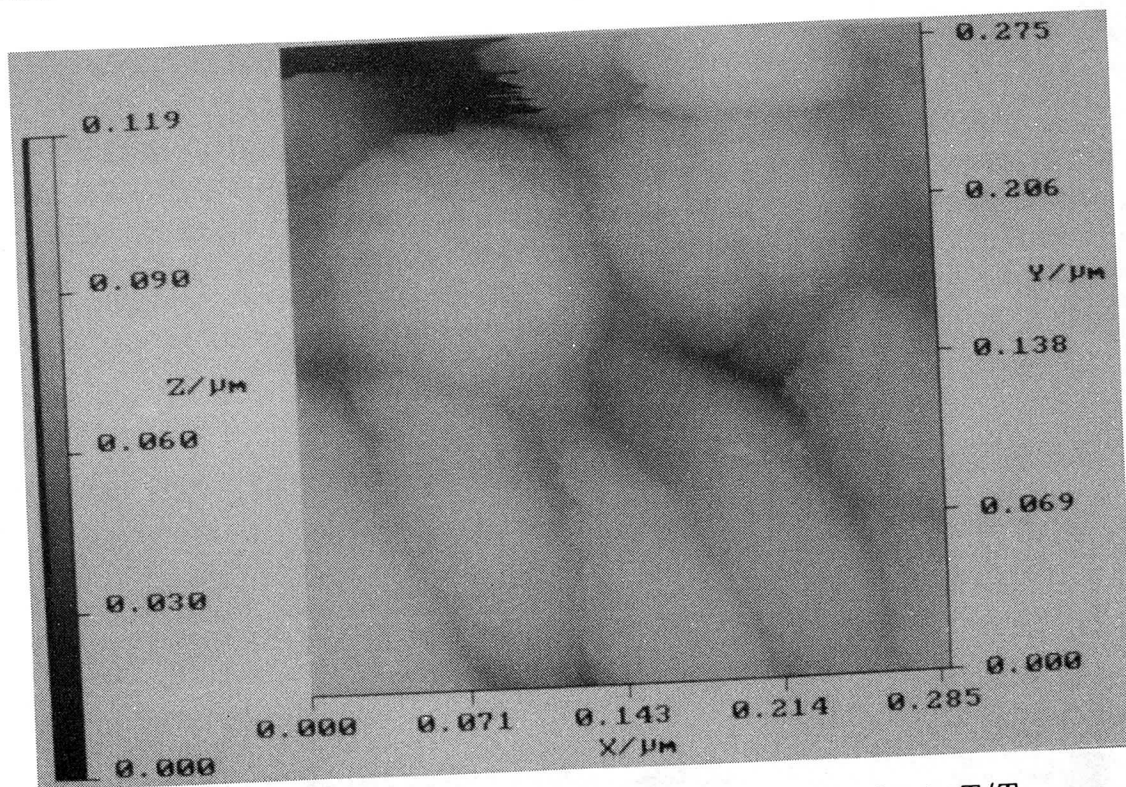


Abbildung 13.9: RTM-Messung einer Titannitridschicht, Probe 1,  $T/T_M = 0,4$

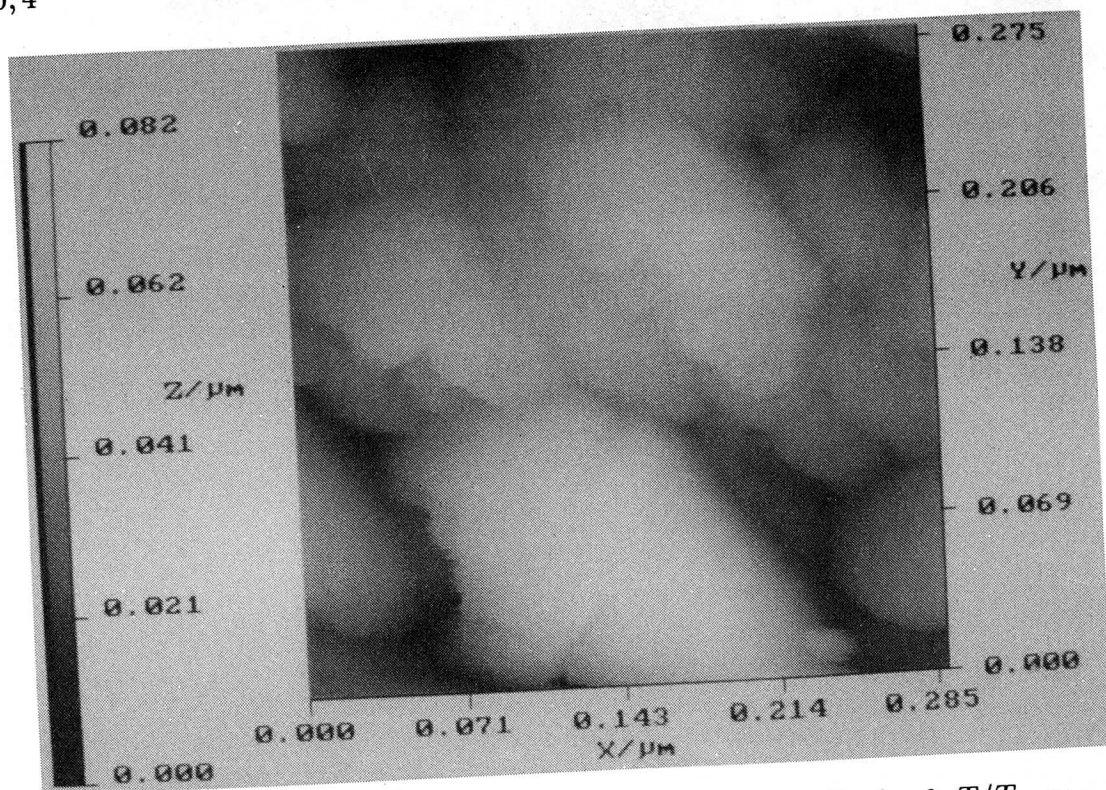


Abbildung 13.10: RTM-Messung einer Titannitridschicht, Probe 6,  $T/T_M = 0,4$

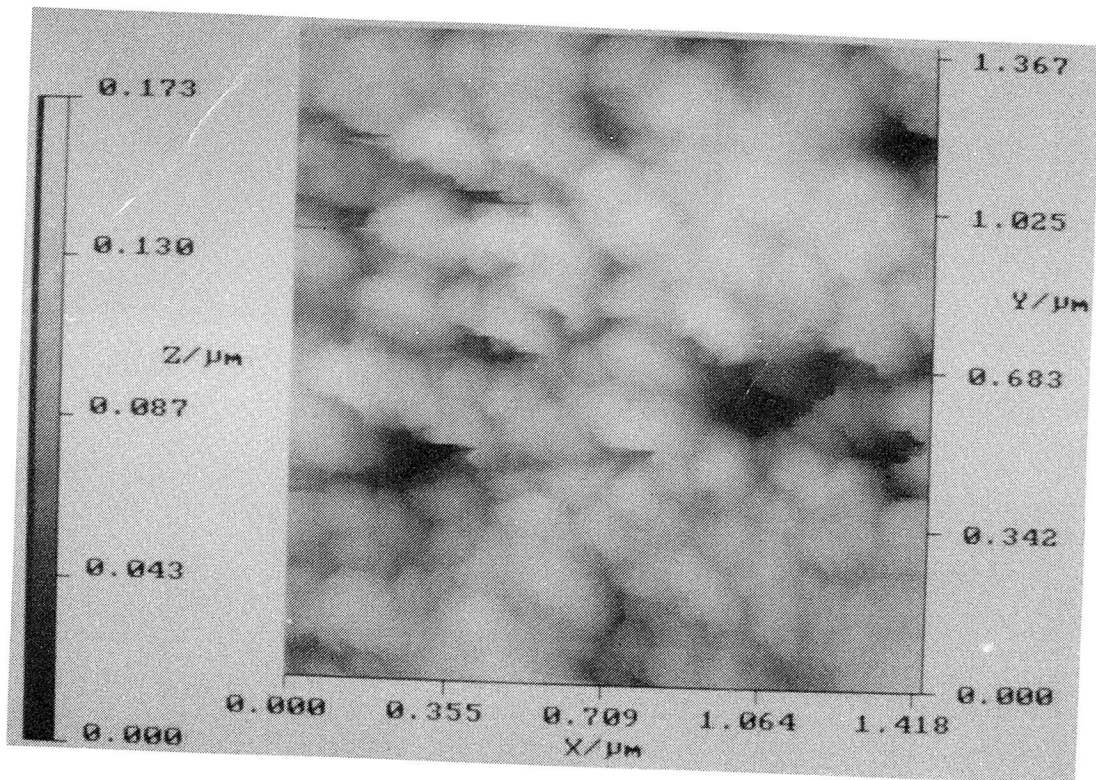


Abbildung 13.11: RTM-Messung einer Titannitridschicht, Probe 6,  $T/T_M = 0,4$

### 13.6 Röntgenuntersuchung

Die Proben wurden röntgenographisch mit einem Dünnschichtdiffraktometer in Seemann-Bohlin-Geometrie untersucht [Ze 93]. Es wurde bei allen Proben nur eine gut kristallisierte TiN-Phase nachgewiesen. Andere Phasen, wie etwa  $Ti_2N$ , traten nicht auf. Abb. 13.12 zeigt die Abhängigkeit des Dehnungstensors  $\epsilon$  von der Substrattemperatur  $T$ . Mit Ausnahme von  $T = 20^\circ C$  zeigen die

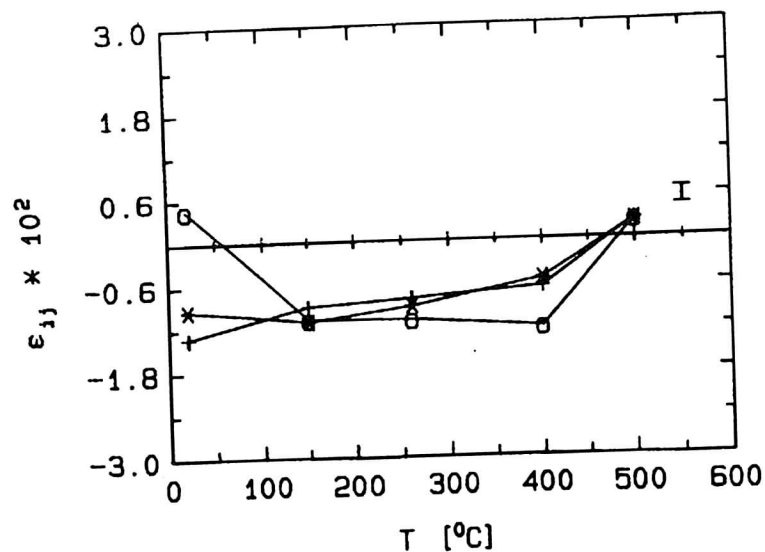


Abbildung 13.12: Komponenten  $\epsilon_{11}$ (\*),  $\epsilon_{22}$ (+) und  $\epsilon_{33}$ (o) in Abhängigkeit von der Substrattemperatur  $T$  der Proben 1-5, bei  $\gamma = 3^\circ$

Tensorkomponenten das gleiche Vorzeichen und annähernd denselben Betrag. Bei  $T = 500^\circ C$  gehen die Druckdehnungen in Zugdehnungen über. Probe 6 ( $T = 500^\circ C$ ), die bei höherem Druck ( $p = 1,7 \text{ Pa}$ ) hergestellt wurde, liegt wieder im Bereich von Druckdehnungen. Die Proben zeigen weiterhin, mit Ausnahme von  $T = 20^\circ C$ , nur eine geringe Variation der Dehnung mit der Probentiefe. Die thermischen Dehnungen liegen nach Gl. 13.2 bei maximal  $\epsilon^{th} = -0,002$  für  $T = 500^\circ C$ .

### 13.7 Weitere Messungen

Härtemessungen ergaben eine Zunahme der Härte mit der Substrattemperatur, die bei  $T = 500^\circ C$  wieder leicht zurückgeht (Abb. 13.13).

Um ein tiefenabhängiges Konzentrationsprofil zu ermitteln, wurden die Proben mit Sekundärionenmassenspektroskopie (SIMS) untersucht. In Abb. 13.14 ist das Konzentrationsprofil von Probe 1 zu sehen. Die Ti- und N-Konzentration bleibt über die gesamte Schichtdicke konstant, ebenso die der Fremdatome C und O. Allerdings zeigt sich an der Grenzschicht zum Substrat

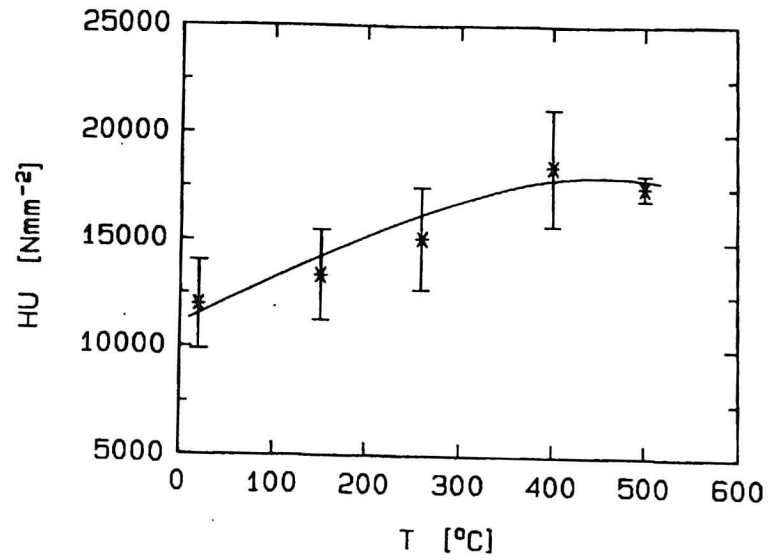


Abbildung 13.13: Universalhärte  $HU$  in Abhängigkeit von der Substrattemperatur  $T$

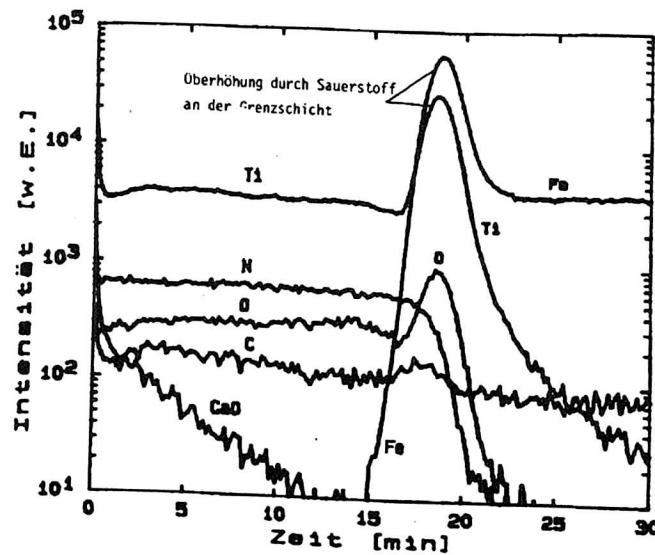


Abbildung 13.14: SIMS-Messung einer TiN-Schicht, Probe 1

ein erhöhter Sauerstoffanteil, der auf nicht vollständige Sputter-Reinigung zurückzuführen ist. Aufgrund der Affinität von Sauerstoff zu Eisen und Titan täuscht die SIMS-Messung hier außerdem eine erhöhte Konzentration der beiden Metalle vor.

## 13.8 Diskussion

Die untersuchten Schichten wiesen bei niedrigen Temperaturen ein nadelartiges Wachstum auf, das bei höheren Temperaturen in eine faserförmige Struktur übergeht. Die Substrattemperaturen bewegten sich von  $T = 20^\circ\text{C}$  entspr.  $T/T_M = 0,17$  bis  $T = 500^\circ\text{C}$  entspr.  $T/T_M = 0,4$ , bei einem Druck von 0,5 Pa. Eine weitere Probe wurde bei  $T/T_M = 0,4$  und einem Druck von 1,7 Pa hergestellt. Mit diesen Werten lassen sich die Ergebnisse in das Strukturzonenmodell von Thornton einordnen und liegen in dem Übergangsbereich von Zone 1 zu Zone T. Die Aufnahmen mit dem Rasterelektronenmikroskop und dem Rastertunnelmikroskop zeigen eine recht gute qualitative und quantitative Übereinstimmung. Mit dem RTM konnte eine höhere Auflösung erzielt werden, wodurch die einzelnen Nadelköpfe und die Korngrenzen deutlich sichtbar werden. Bei niedrigen Substrattemperaturen (Zone 1) sind die Nadelköpfe relativ rund, deutlich voneinander separiert und von etwa einheitlicher Größe. Bei höheren Temperaturen (Zone T) sind die Köpfe durchschnittlich größer, weisen aber eine größere Streuung auf. Die Form ist unregelmäßiger, die einzelnen Nadelkristallite wachsen zu größeren Faserstrukturen zusammen und gehen stärker ineinander über, während gleichzeitig zwischen diesen Strukturen sehr schmale und tiefe Gräben oder Löcher entstehen.

Bei den Dehnungen ist ein Übergang von Druck- zu Zugdehnungen mit der Temperatur festzustellen. Da die thermischen Dehnungen einen entgegengesetzten Trend erwarten lassen, sind hierfür die intrinsischen Anteile verantwortlich zu machen. In gesputterten Schichten werden oftmals Druckdehnungen aufgrund von eingebauten Fremdatomen beobachtet, insbesondere bei Materialien mit hoher Sauerstoffaffinität wie Titan [Wi 91]. Wie die SIMS-Messungen zeigen, ist die O-Konzentration über die Schichttiefe konstant hoch, und es wurden röntgenographisch keine Titanoxide ermittelt. Daher lassen sich die Druckdehnungen auf den Einbau von Sauerstoffatomen auf Zwischengitterplätze zurückführen. Die bei höheren Temperaturen auftretenden Zugdehnungen lassen sich aus dem hier beobachteten Zusammenwachsen von einzelnen Nadeln zu größeren Einheiten verstehen. Durch diesen Prozeß gehen Korngrenzen verloren, das Volumen schrumpft und erzeugt ein Bestreben des Materials, sich wieder auseinander zu bewegen [Oi 77]. Die zunehmende Kompaktheit der Schichten mit der Temperatur bewirkt die beobachtete Zunahme der Härte. Das Auftreten von Zugdehnungen bei  $T = 500^\circ\text{C}$  erklärt dagegen die leichte Härteabnahme bei dieser Temperatur.

## 14 Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde ein Rastertunnelmikroskop zur Anwendung auf technische Oberflächen entwickelt und getestet. Um die kompletären Anforderungen von hoher Auflösung einerseits und großem Rasterbereich und hoher Flexibilität andererseits zu erfüllen, wurden zunächst zwei Wege parallel eingeschlagen.

1. Konstruktion eines RTMs für atomare Auflösung mit Röhrenchenscanner und Z-Grobannäherung
2. Konstruktion eines RTMs für technische Proben mit Röhrenchenscanner für hohe Auflösung, Stapelpiezos für großen Rasterweg und X,Y,Z-Grobverstellung

Mit letzterem Modell ließ sich auch problemlos atomare Auflösung erreichen, bei einem maximalen Rasterweg von 13  $\mu\text{m}$  und einer Grobverschiebung von 6 mm. Durch die kompakte Konstruktion sind keine aufwendigen Dämpfungsmaßnahmen erforderlich.

Neben dem mechanischen Aufbau gehören zum Gesamtsystem noch folgende Komponenten:

- Eine analoge Regelelektronik mit einstellbaren Parametern für die verschiedenen Größenordnungsbereiche.
- Computersteuerung mit flexiblen Scanparametern und automatischer Grobannäherung.
- Eine Spitzenätzanlage zur Herstellung von optimal geformten Spitzen für technische Oberflächen.

Weiterhin wurde ein Bildverarbeitungsprogramm entwickelt, das die wichtigsten Funktionen zur Visualisierung von RTM-Meßdaten aufweist:

- 3D-Darstellung in verschiedenen Darstellungsarten
- Filtermöglichkeiten
- FFT (Fast Fourier Transformation)
- Hysteresekorrektur
- Moderne Benutzeroberfläche und arbeitserleichternde Programmfunktionen

Zur quantitativen Analyse der Daten wurde das Maß der technischen Rauheit modifiziert und als Funktion der Meßlänge betrachtet, um Rauheiten in verschiedenen Größenordnungen zu differenzieren.

Mit dem beschriebenen RTM wurden drei aktuelle Beispiele technischer Oberflächen untersucht.

1. Technisches Titan, implantiert mit Krypton-Ionen der Energie 3,78 MeV und verschiedenen Dosen im Bereich von  $10^{17}$  Ionen/cm<sup>2</sup>.

Mit steigender Dosis konnte ein Anstieg des Volumens und ein Anstieg der Rauheit festgestellt werden. Der Anstieg der Rauheit ist mit dem Hervortreten einer neuen nadelartigen Kristallitstruktur (Korbgeflechtsstruktur) verbunden. Ein Rauheitsanstieg im nm-Bereich durch Spuren von Strahlenschäden konnte nicht beobachtet werden. Die Wirkung der Ionen scheint daher an der Oberfläche in präferentiellem Sputtern von Bereichen geringerer Härte zu bestehen, während der Volumenanstieg durch Strahlenschäden im Inneren der Probe hervorgerufen wird. Ein Anstieg der Härte von etwa 25 % konnte nachgewiesen werden.

2. Hochorientierter Graphit, implantiert mit Krypton-Ionen der Energie 3,78 MeV und einer Dosis von  $5 \cdot 10^{12}$  Ionen/cm<sup>2</sup>.

Der Effekt hochenergetischer Ionen konnte hier auf atomarer Ebene beobachtet werden. Es bilden sich Hügel mit einer Höhe bis zu etwa 3 nm und einer Breite von ca. 5 nm. Die Hügel sind meistens länglich und asymmetrisch geformt, indem sie auf einer Seite sehr steil abfallen. Am Rand des Hügels sind die elektronischen Oberflächenstrukturen oft vergrößert, oder es bilden sich Überstrukturen. Es ist noch nicht klar, ob dies auf eine Veränderung der atomaren Struktur zurückzuführen ist oder nur ein elektronischer Effekt ist. In der Mitte der Hügel ist oft ein Bereich ohne erkennbare Struktur zu beobachten. Hier handelt es sich wahrscheinlich um eine amorphe Zone, die von der direkten Spur des Ions herrührt. Die Entstehung der Hügel könnte dagegen eine Folge von induzierten Gitterspannungen in Richtung der Oberflächennormalen sein, die bewirken daß die Oberfläche an einer Stelle aufreißt und einige Atomlagen nach oben gedrückt werden, wodurch die Spannungen relaxieren können.

3. Magnetron-Kathodenzerstäubte Titannitridschichten auf Stahl

Die Schichtstruktur wurde in Abhängigkeit von der Substrattemperatur untersucht. Bei niedrigen Temperaturen ( $T = 20^\circ\text{C}$ ) zeigte sich ein poröser nadelförmiger Schichtaufbau, während für höhere Temperaturen (bis  $T = 500^\circ\text{C}$ ) ein Übergang zu einer kompakteren, faserförmigen Struktur stattfindet. Dieses Verhalten läßt sich mit dem Strukturzonenmodell von Thornton einordnen und verstehen. Röntgenographisch wurde das Vorhandensein von Druckdehnungen bei allen Proben, außer

bei  $T = 500^\circ\text{C}$ , wo leichte Zugdehnungen auftraten, nachgewiesen. Mit zunehmender Kompaktheit der Schichten geht auch eine Zunahme der Härte einher. Lediglich bei  $T = 500^\circ\text{C}$  zeigt sich wieder eine leichte Härteabnahme, die wahrscheinlich mit den auftretenden Zugdehnungen zusammenhängt.

Mit dem in dieser Arbeit entwickelten RTM ließen sich die gestellten Anforderungen zur Untersuchung technischer Oberflächen erfüllen. In der Entwicklungsarbeit traten keine prinzipiellen, aber eine Fülle von technischen Detailproblemen auf, die zu lösen waren.

Allgemein läßt sich sagen, daß man die technischen Probleme des RTMs (Mechanik, Elektronik, Steuerung) heute gut im Griff hat. Das Hauptproblem ist das genaue Verständnis der Wechselwirkung zwischen Spitze und Probe und daraus zu entwickelnde Methoden, um die Zuverlässigkeit der Messungen zu verbessern.

**Literatur**

- [Au 84] O. Auciello, R. Kelly, Ion Bombardment Modification Of Surfaces, Elsevier, Amsterdam 1984
- [Av 91] R. S. Averback, T. Diaz de la Rubia, Horngming Hsieh and R. Benedek, Interactions of energetic particles and clusters with solids, Nucl. Instrum. Methods, B59/60 (1991) 709-717
- [Ba 88] A. Bateman, W. Yates, Digital Signal Processing Design, Pitman Publishing, London 1988
- [Bi 80] J. P. Biersack and L. G. Haggmark, Nucl. Instr. and Meth., Vol. 174, 257 (1980), zit. nach [Zi 85]
- [Bi 86] G. Binnig, H. Rohrer, Scanning tunneling microscopy, IBM J. Res. Develop. 30, No. 4, 355-369
- [Br 82] W. Brandt and M. Kitagawa, Effective stopping-power charges of swift ions in condensed matter Phys. Rev. 25 B, 5631-5637, (1982)
- [Br 88] S. Bräuer, B. Krämer, H. Pagnia, N. Sotnik, K.-H. Vetter, W. Wirth, Schnelles Rastertunnelmikroskop im Konstant-Strom Mode, Beitr. Elektronenmikroskop. Direktabb. Oberfl. 21 (1988)
- [Br 85] D. A. Bromley (ed.), Treatise on Heavy-Ion Science, Volume 6 Astrophysics, Chemistry, and Condensed Matter, Plenum Press, New York and London, 1985
- [Br 86] A. Bryant, D. P. E. Smith, and C. F. Quate, Imaging in real time with the tunneling microscope, Appl. Phys. Lett. 48 (13) 1986, S. 832-834
- [Ch 87] C. J. Chen, Theory of scanning tunneling spectroscopy, J. Vac. Sci. Technol. A 6 (2), 1988, S. 319-322
- [Co 90] R. Coratger, A. Claverie, F. Ajustron and J. Beauvillain, Scanning Tunneling Microscopy of Defects induced by Carbon Bombardment of Graphite Surfaces, Surface Science 227 (1990) 7-14
- [Cu 88] F. Z. Cui, A. M. Vredenberg, and F. W. Saris, MeV ion implantation of N into Ti for surface hardening, App. Phys. Lett. 53 (22), 28 November 1988
- [Da 89] B. Daudin, P. Martin, Megaelectronvolt Ion Beam Polishing of Anodically Grown Alumina, Mat. Sci. Eng., A115 (1989) 63-66
- [En 85] C. A. English, M. L. Jenkins, Heavy-Ion Damage in Solids, in [Br 85]

- [Ga 86] N. Garcia, Theory of scanning tunneling microscopy and spectroscopy: Resolution, image and field states, and thin oxide layers, IBM J. Res. Develop. Vol. 30 No 5, 533–542
- [Gä 91] H. Gärtner, K. Thoma, H. Volkmann, Th. Wieder, A. Schmitt, D. M. Rück, B. H. Wolf, High-Energy Implantation of  $\text{Kr}^+$  into Ti, Nucl. Tracks Radiat. Meas., Vol. 19, Nos 1–4, pp. 885–890, 1991
- [Gü 92] H. Gürtler, Konstruktion eines Rastertunnelmikroskops mit drei motorgesteuerten Achsen, Diplomarbeit Gesamthochschule Kassel, Fachbereich Maschinenbau, Januar 1992
- [Ha 87] R. A. Haefler, Oberflächen- und Dünnschicht-Technologie, Springer-Verlag Berlin, 1987
- [Ha 91] P. Haberäcker, Digitale Bildverarbeitung, Carl Hanser Verlag, München, Wien, 1991
- [He 92] J. Henry, A. Barbu, B. Leridon, D. Lesueur, and A. Dunlop, Electron microscopy observations of titanium irradiated with GeV heavy ions, Nucl. Instr. Methods, B67 (1992), 390–395
- [Ho 86] D. Hofmann, J. Göbel, W.-D. Münz, M. Scherer und B. Hensel, Die Abscheidung von Nitrid- und Carbid-Hartstoffschichten zu Verschleißschutzzwecken und für andere Anwendungen mittels "Sputter-Ion-Plating"-Verfahren, Härtereitech. Mitt. 41 (1986) 3. S. 152–158
- [Hö 92] H. Höfner, U. Kraus, Konstruktion eines Ätztroges, Studienarbeit Gesamthochschule Kassel, Fachbereich Maschinenbau, 1992
- [Ib 90] J. P. Ibe, P.B. Bey, Jr., S. L. Brandow, R. A. Brizzolara, N. A. Burnham, D. P. DiLella, K. P. Lee, C. R. K. Marrian, and R. J. Colton, On the electrochemical etching of tips for scanning tunneling microscopy, J. Vac. Sci. Technol. A 8 (4), Jul/Aug 1990
- [Ka 92] H. Kang, K. H. Park, C. Kim, B. S. Shim, S. Kim, D. W. Moon, Point defect formation on graphite surface induced by ion impact at energies near penetration threshold, Nucl. Instr. Methods, B67 (1992) 312–315
- [Ke 91] H. Kemmer, J. Ackermann, N. Angert, S. Grafström, M. Neitzert, R. Neumann, C. Trautmann, J. Vetter, M. Wörtge, Scanning Tunneling Microscopy of Surface Modifications Induced by UNILAC Heavy Ion Irradiation, GSI Scientific Report 1991, S. 252
- [Ki 55] G. H. Kinchin and R. S. Pease, Rep. Prog. Phys. 18:1 (1955), zit. nach [Zi 85]

- [Kl 89] M. Klein, Einführung in die DIN-Normen, 10. Aufl., Teubner Verlag, Stuttgart 1989
- [Kl 86] K. H. Kloos, E. Broszeit und T. Roth, Die Abscheidung von Hartstoffen nach den PVD-Verfahren, Härtereitech. Mitt. 41 (1986) 3. S. 137-144
- [Kl 93] F. Klüber, Erstellung einer Bildverarbeitungssoftware für ein Rastertunnelmikroskop, Diplomarbeit Gesamthochschule Kassel, Fachbereich Elektrotechnik, 1993
- [Ku 89] Y. Kuk and P. J. Silverman, Scanning tunneling microscope instrumentation, Rev. Sci. Instrum. 60 (2), February 1989
- [Le 89] R. Leutenecker, Surface Modification by Ion Beam Techniques, in [Pu 89]
- [Le 90] H. Lemke, T. Göddenhenrich, H. P. Boehm, U. Hartmann, and C. Heiden, Improved microtips for scanning probe microscopy, Rev. Sci. Instrum. 61 (10), October 1990
- [Li 54] J. Lindhard, Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk., 28, No. 8 (1954), zit. nach [Zi 85]
- [Mo 69] B. A. Movchan, A. V. Demchishin, Fiz. Met. Metalloved. 28, 653 (1969), zit. nach [Th 74]
- [No 60] L. C. Northcliffe, Phys. Rev. 120, 1744 (1960), zit. nach [Zi 85]
- [Oi 77] H. Oikawa and Y. Nakajima, J. Vac. Sci. Technol., 14 (1977) 1153, zit. nach [Th 89]
- [Pi 84] S. T. Picraux, Ion Implantation in Metals, Ann. Rev. Mater. Sci., 1984, No. 14, 335-372
- [Po 85] J. M. Poate, Ion Implantation, in [Br 85]
- [Po 89] L. Porte, M. Phaner, C. H. de Villeneuve, N. Moncoffre, J. Tousset, Scanning Tunneling Microscopy of Single-Ion Impacts on Graphite Surface, Nucl. Instr. Methods, B44 (1989) 116-119
- [Po 91] L. Porte, C. H. de Villeneuve, and M. Phaner, Scanning tunneling microscopy observation of local damages induced on graphite surfaces by ion implantation, J. Vac. Sci. Technol. B 9 (2), Mar/Apr 1991
- [Pu 89] H. K. Pulker (Hrsg.), Wear and Corrosion Resistant Coatings by CVD and PVD, Expert Verlag, 1989
- [Sc 85] E. W. Schpolski, Atomphysik Teil I, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin 1985

- [Se 56] F. Seitz and J. S. Koehler, *Solid State Phys.* 2:305 (1956), zit. nach [En 85]
- [Si 63] J. G. Simmons, Generalized Formula for the Electric Tunnel Effect between Similar Electrodes Separated by a Thin Insulating Film, *J. Appl. Phys.*, 34, 1793–1803, 1963
- [St 84] E. Stoll, Resolution of the Scanning Tunnel Microscope, *Surf. Sci.* 143 (1984) L411–L416
- [Te 85] J. Tersoff and D. R. Hamann, Theory of the scanning tunneling microscope, *Phys. Rev. B* 31 805 (1985)
- [Th 74] J. A. Thornton, Influence of apparatus geometry and deposition conditions on the structure and topography of thick sputtered coatings, *J. Vac. Sci. Technol.* 11 (1974) 666
- [Th 89] J. A. Thornton and D. W. Hoffman, Stress-related Effects in Thin Films, *Thin Solid Films* 171, 5 (1989)
- [Ti 89] U. Tietze, Ch. Schenk, *Halbleiter-Schaltungstechnik*, 9. Auflage, Springer-Verlag, Berlin 1989
- [Tr 89] H. Triebstein, Entwicklung einer Computersteuerung für Rastertunnelmikroskop zur Untersuchung technischer Oberflächen, Diplomarbeit Gesamthochschule Kassel, Fachbereich Maschinenbau, November 1989
- [Vr 89] A. M. Vredenberg, F. Z. Cui, F. W. Saris, N. M. van der Pers and P. F. Colijn, Microstructure and Hardness of Titanium and Iron Surfaces after Megaelectronvolt Nitrogen Implantation, *Mater. Sci. Eng.* A115 (1989) 297–302
- [We 90] W. Weiler, *Härteprüfung an Metallen und Kunststoffen*, 2. Aufl., Expert Verlag, Sindelfingen 1990
- [Wi 89] I. H. Wilson, N. J. Zheng, U. Knipping, and I. S. T. Tsong, Scanning tunneling microscopy of ion impacts on semiconductor surfaces, *J. Vac. Sci. Technol. A* 7 (4), Jul/Aug 1989
- [Wi 91] H. Windischmann, Intrinsic stress in sputtered thin films, *J. Vac. Sci. Technol.*, A9 (1991), 2431–2435
- [Wo 85] E. L. Wolf, *Principles of Electron Tunneling Spectroscopy*, Clarendon Press, Oxford 1985
- [Xh 91] J. Xhie, K. Sattler, U. Müller, N. Venkateswaran, and G. Raina, Periodic charge-density modulations on graphite near platinum particles, *Phys. Rev. B* 43, 8917 (1991)

*Literatur*

- [Ze 93] J. Zendehroud, T. Wieder, K. Thoma, H. Gärtner, Tiefenauflösende röntgenographische Dehnungsmessungen an TiN-Schichten mit einem Dünnschichtdiffraktometer in Seemann-Bohlin-Geometrie, Härtereitech. Mitt. 48 (1993) 1. S.41-49
- [Zi 78] J. F. Ziegler, Helium Stopping Powers and Ranges in All Elements, Pergamon Press, New York (1978)
- [Zi 85] J. F. Ziegler, J. P. Biersack, U. Littmark, The Stopping And Range Of Ions In Solids, Pergamon Press, New York 1985
- [Zw 74] U. Zwicker, Titan und Titanlegierungen, Springer-Verlag Berlin, Heidelberg, New York 1974

## A Klassische Behandlung des elastischen Zweierstoßes

Wir betrachten zwei Teilchen mit den Massen  $m_1$  und  $m_2$  (s. Abb.A.1). Das erste Teilchen bewege sich mit der Geschwindigkeit  $v_0$  auf das zweite Teilchen zu, dessen Anfangsgeschwindigkeit gleich Null sei. Die Geschwindigkeiten nach dem Stoß seien  $v_1$  bzw.  $v_2$ , die Ablenkwinkel von der Bahn des einfallenden Teilchens  $\varphi$  und  $\vartheta$ . Den Abstand  $p$  bezeichnet man als Stoßparameter.

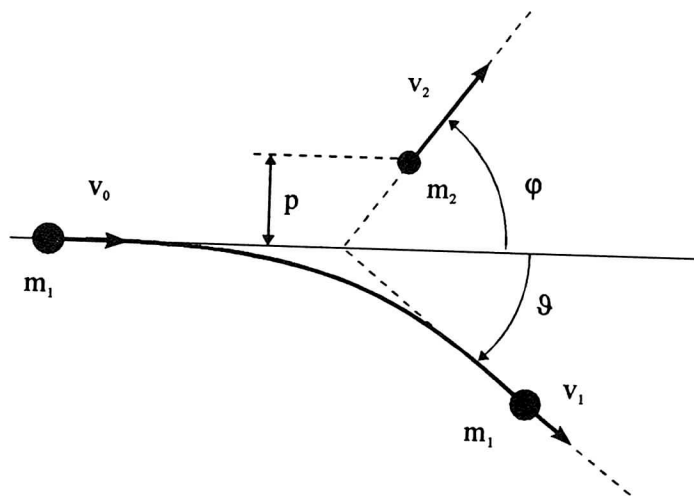


Abbildung A.1: Stoßvorgang im Laborsystem

Hiermit lassen sich die Sätze von der Energieerhaltung

$$E_0 = \frac{1}{2} m_1 v_0^2 = \frac{1}{2} m_1 v_1^2 + \frac{1}{2} m_2 v_2^2 \quad (\text{A.1})$$

und der Impulserhaltung für die longitudinale

$$m_1 v_0 = m_1 v_1 \cos \vartheta + m_2 v_2 \cos \varphi \quad (\text{A.2})$$

und die transversale Richtung schreiben

$$0 = m_1 v_1 \sin \vartheta + m_2 v_2 \sin \varphi. \quad (\text{A.3})$$

Für das weitere Vorgehen ist es sinnvoll, den Vorgang im Massenmittelpunkt- oder Schwerpunktsystem zu betrachten (Abb.A.2).

Die Bewegungsgleichungen können dadurch auf die Bewegung einer reduzierten Masse in einem Potential  $V(r)$  vereinfacht werden. Im Schwerpunktsystem ist die Summe der Impulse gleich Null. Da die Anfangsgeschwindigkeit des gestoßenen Teilchens gleich Null ist, läßt sich die Geschwindigkeit  $v_s$  des Schwerpunktsystems leicht aus der Impulsbilanz bestimmen:

$$m_1 v_0 = (m_1 + m_2) v_s. \quad (\text{A.4})$$

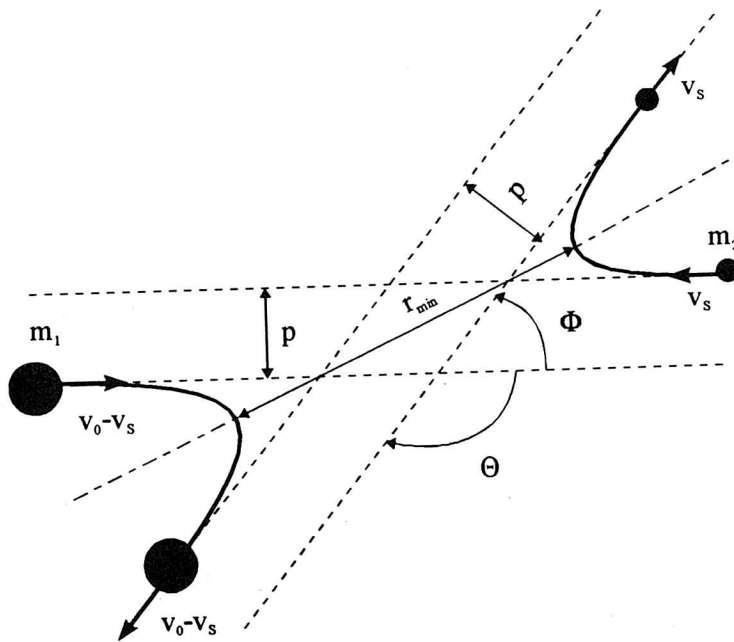


Abbildung A.2: Stoßvorgang im Schwerpunktsystem

Die Größe der reduzierten Masse  $M$  beträgt

$$M = \frac{m_1 m_2}{m_1 + m_2}. \quad (\text{A.5})$$

Damit läßt sich die Schwerpunktschwindigkeit  $v_s$  ausdrücken als

$$v_s = v_0 M / m_2. \quad (\text{A.6})$$

Die Geschwindigkeiten im Schwerpunktsystem ergeben sich durch einfache Transformation:

$$\hat{v}_1 = v_0 - v_s = v_0 M / m_1 \quad (\text{A.7})$$

$$\hat{v}_2 = 0 - v_s = -v_0 M / m_2. \quad (\text{A.8})$$

Im Schwerpunktsystem bleiben die Beträge der Geschwindigkeiten vor und nach dem Stoß erhalten, es wird lediglich die Richtung verändert. Weiterhin müssen die Teilchen wieder in genau entgegengesetzter Richtung auseinanderlaufen. Wird das einfallende Ion um den Winkel  $\Theta$  abgelenkt, so beträgt der Winkel  $\Phi$  für das gestoßene Teilchen

$$\Phi = \pi - \Theta. \quad (\text{A.9})$$

Weiterhin gilt, da  $\hat{v}_2 = v_s$

$$\Phi = 2\varphi = \pi - \Theta. \quad (\text{A.10})$$

Zur Bestimmung der Teilchengeschwindigkeit  $v_2$  benutzen wir, daß

$$\cos \varphi = \frac{\frac{1}{2}v_2}{v_s} \quad (\text{A.11})$$

und somit (mit Gl.(A.8))

$$v_2 = 2v_0 \frac{M}{m_2} \cos \varphi. \quad (\text{A.12})$$

Hiermit kann nun die beim Stoß übertragene Energie  $T$  berechnet werden

$$T = \frac{1}{2} m_2 v_2^2 = \frac{m_2}{2} \left( 2v_0 \frac{M}{m_2} \cos \varphi \right)^2. \quad (\text{A.13})$$

Mit Gl. A.10 folgt

$$T = E_0 \frac{4m_1 m_2}{(m_1 + m_2)^2} \sin^2 \frac{\Theta}{2}. \quad (\text{A.14})$$

Aus der Abbildung lassen sich die Beziehungen der Streuwinkel des Projektils zwischen Labor- und Schwerpunktsystem ableiten:

$$\tan \vartheta = \frac{(v_0 - v_s) \sin \Theta}{v_s + (v_0 - v_s) \cos \Theta} \quad (\text{A.15})$$

und mit (A.7)

$$\tan \vartheta = \frac{m_2 \sin \Theta}{m_1 - m_2 \cos \Theta}. \quad (\text{A.16})$$

Zur Betrachtung der Stoßkinematik schreiben wir den Energieerhaltungssatz in Polarkoordinaten. Im Schwerpunktsystem gilt

$$E_s = \frac{1}{2} M (\dot{r}^2 + r^2 \dot{\alpha}^2) + V(r). \quad (\text{A.17})$$

Weiterhin gilt der Erhaltungssatz für den Drehimpuls:

$$J_s = M r^2 \dot{\alpha} = M v_0 p. \quad (\text{A.18})$$

Durch Einsetzen in (A.17) läßt sich  $\dot{r}$  ausdrücken als

$$\dot{r} = v_0 \left( 1 - \frac{V(r)}{E_s} - \left( \frac{p}{r} \right)^2 \right)^{\frac{1}{2}}. \quad (\text{A.19})$$

Schreibt man die Winkelgeschwindigkeit  $\dot{\alpha}$  in der Form

$$\dot{\alpha} = \frac{v_0 p}{r^2} \quad (\text{A.20})$$

läßt sich  $\frac{d\alpha}{dr}$  schreiben als

$$\frac{d\alpha}{dr} = \frac{\dot{\alpha}}{\dot{r}} = \frac{p}{r^2 \left( 1 - \frac{V(r)}{E_s} - \left( \frac{p}{r} \right)^2 \right)^{\frac{1}{2}}}. \quad (\text{A.21})$$

Die Gleichung kann nun integriert werden. Die Winkelintegration erstreckt sich von  $\pi$  - der Richtung des einfallenden Teilchens - bis zum Streuwinkel  $\Theta$ , die Integration von  $r$  von  $-\infty$  bis  $\infty$  oder, da es sich um symmetrische Hyperbeläste handelt, vom minimalen Abstand  $r_{min}$  bis  $\infty$ :

$$\Theta = \pi - 2 \int_{r_{min}}^{\infty} \frac{p \, dr}{r^2 \left( 1 - \frac{V(r)}{E_s} - \left( \frac{p}{r} \right)^2 \right)^{\frac{1}{2}}}. \quad (\text{A.22})$$

Diese Gleichung ist das klassische Streuintegral.

## B Danksagung

Ich danke Herrn Prof. Dr. H. Gärtner, der mir diese Arbeit ermöglicht hat. Weiterhin gilt mein Dank allen Mitgliedern der Arbeitsgruppe Metallphysik, die mich während meiner Arbeit unterstützt und mir in vielen Dingen das Leben erleichtert haben, namentlich Herrn Dr. K. Thoma, Herrn D. Kumpf, Herrn R. Lohmann, Herrn T. Hansen und Frau E. Brühl sowie Herrn J. Zendebrud für die Zusammenarbeit bei den TiN-Schichten und Herrn H. C. Milde für die technische Unterstützung.

Dank auch an Herrn Dr. I. Rangelow, der die REM-Aufnahmen durchgeführt hat.

Für die Kooperation und die Starthilfe beim technischen Aufbau geht mein Dank an Herrn S. Bräuer und Herrn Dr. N. Sotnik vom Institut für Angewandte Physik an der TH Darmstadt.

Für die finanzielle Unterstützung danke ich der Stiftung Volkswagenwerk und der Gesellschaft für Schwerionenforschung.

Nicht zuletzt möchte ich meinen Eltern danken, die mir meine Ausbildung ermöglicht haben und Iris für die Jahre.

