



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 103 04 532 A1** 2004.08.19

(12)

Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **103 04 532.5**

(22) Anmeldetag: **04.02.2003**

(43) Offenlegungstag: **19.08.2004**

(51) Int Cl.7: **G12B 21/10**

(71) Anmelder:
**Forschungszentrum Jülich GmbH, 52428 Jülich,
DE**

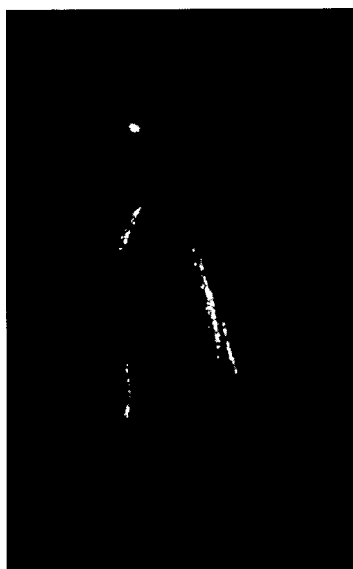
(72) Erfinder:
**Voigtländer, Bert, Dr., 52428 Jülich, DE; Linke,
Udo, 52372 Kreuzau, DE**

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Schärfung einer Spitze sowie geschärfte Spitze**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Schärfung einer Spitze nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1, insbesondere einer Rastertunnelmikroskop-Spitze, sowie eine geschärfte Spitze. Die Spitze wird zur Schärfung mit einem weichen Material in Kontakt gebracht oder in dieses eingetaucht. In einer bevorzugten Ausführungsform wird ein Einkristall aus Platin als weiches Material verwendet. Weiterhin ist es bevorzugt, den Einkristall in Form eines Bead-Kristalls mit zwei Zuleitungsdrähten zu verwenden.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Schärfung einer Spitze nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1, insbesondere einer Rastertunnelmikroskop-Spitze sowie eine geschärfte Spitze.

[0002] Die Methode der Rastertunnelmikroskopie hat in den letzten 20 Jahren die direkte Abbildung von Oberflächen revolutioniert (Physik Nobelpreis 1986). Viele tausend Rastertunnelmikroskope werden zur Charakterisierung der Oberflächenmorphologie in Forschung, Lehre und Industrie eingesetzt. Das Grundprinzip des Rastertunnelmikroskops beruht auf dem "Abtasten" der Oberfläche durch eine scharfe Spitze. Ist das letzte Ende der Spitze scharf genug, kann eine Oberfläche mit atomarer Genauigkeit abgebildet werden.

[0003] Die Qualität der Spitze ist entscheidend für die Abbildungsqualität des Rastertunnelmikroskops. Da die Qualität der Spitze für die Abbildung entscheidend von den letzten Atomen der Spitze bestimmt wird, ist die Qualität einer Spitze nicht vorher messbar, sondern die Abbildungsqualität einer Spitze zeigt sich erst während des Betriebes des Rastertunnelmikroskops.

[0004] Der Einsatz des Rastertunnelmikroskops im Ultrahochvakuum erlaubt die Abbildung von reinen Oberflächen ohne Oxide oder andere durch die Luft bedingte Kontaminationen. Bei der Abbildung der Oberflächen von harten Materialien, wie zum Beispiel Silizium und Germanium, verschlechtert sich die Abbildungsqualität der geätzten Wolframspitze oft schon nach einem Einsatz von wenigen Tagen. Insbesondere nach einem unter normalen Bedingungen ungewollten mechanischen Kontakt zwischen Spitze und Probe ("Tipcrash") verschlechtert sich die Abbildungsqualität der Spitze oft drastisch. Durch den Kontakt der Wolframspitze mit der harten Probe (Vickershärte ca. 3500 MN/m²) wird die Wolframspitze stumpfer.

[0005] Für die Herstellung scharfer Spitzen gibt es verschiedene Verfahren. Ein weit verbreitetes Verfahren ist das elektrochemische Ätzen eines Wolframdrahtes (Ibe et al. J. Vac. Sci. Technol. B 12 (1994) 3187). Nachdem die Qualität der Abbildung von Oberflächen aus harten Materialien abgenommen hat, wird die Spitze des Rastertunnelmikroskops durch eine neue ersetzt. Der Nachteil dieses Verfahrens ist, dass ein Austauschen der Spitze im Ultrahochvakuum erheblichen Aufwand bedeutet, den man vermeiden möchte. Mit dem Ausbau der Spitze aus dem Rastertunnelmikroskop ist Arbeitszeit und damit Kosten verbunden.

[0006] Es ist daher die Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zum Schärfen einer Spitze, insbesondere einer Spitze eines Rastertunnelmikroskops zu schaffen, welches zeitsparend, einfach und damit verbunden kostengünstig ist. Weiterhin soll eine geschärfte Spitze zur Verfügung gestellt werden.

[0007] Ausgehend vom Oberbegriff des Anspruchs

1 wird die Aufgabe erfindungsgemäß gelöst, durch die im kennzeichnenden Teil des Anspruchs 1 angegebenen Merkmale.

[0008] Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren ist es nunmehr möglich, Spitzen, insbesondere Rastertunnelmikroskop-Spitzen auf einfache und kostengünstige Weise zu schärfen. Die geschärften Spitzen ermöglichen eine atomgenaue Auflösung einer Oberfläche. Die Oberfläche der mit dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Spitze besteht aus besonders reinem Material.

[0009] Vorteilhafte Weiterbildungen der Erfindung sind in den Unteransprüchen angegeben.

[0010] Die Figuren zeigen beispielhafte Ausführungen der Erfindung sowie die Abbildung einer Oberfläche, die mit einer nach dem erfindungsgemäßen Verfahren behandelten Spitze eines Rastertunnelmikroskops aufgenommen wurde.

[0011] Es zeigt:

[0012] **Fig. 1:** Bead-Kristall aus Platin mit einem Draht (Durchmesser ca. 2 mm).

[0013] **Fig. 2:** Orientierter und polierter Pt-Bead-Kristall (Durchmesser ca. 2 mm) mit zwei Zuleitungsdrähten (Durchmesser 0,5 mm).

[0014] **Fig. 3:** Ein sehr gleichmäßig auf Rotglut erhitzter Bead-Kristall aus Pt.

[0015] **Fig. 4:** Rastertunnelmikroskopische Aufnahme der Oberfläche eines Pt-Bead-Kristalls mit zwei Drähten nach der Reinigung durch heizen mit direktem Stromdurchgang (700×700 Å).

[0016] **Fig. 5:** Rastertunnelmikroskopische Abbildung einer Si (111) Oberfläche mit einer nach dem erfindungsgemäßen Verfahren geschärften Spitze, die eine atomare Auflösung liefert.

[0017] Erfindungsgemäß wird die zu schärfende Spitze zum Schärfen mit einem weichen Material in Kontakt gebracht.

[0018] Als weiches Material im Sinne der Erfindung ist ein Material einer Härte von höchstens 550 MN/m² anzusehen.

[0019] Als derartige Materialien können Metalle, insbesondere Edelmetalle angeführt werden. Beispielfhaft können Platin, Gold, Silber, Rhenium, Rhodium, Iridium, Palladium, Kupfer und Nickel genannt werden. Edelmetalle haben dabei den Vorteil, dass sie auch unter atmosphärischen Bedingungen oder anderen nicht inerten Bedingungen zum Schärfen der Spitzen verwendet werden können.

[0020] Die zu schärfende Spitze wird mit dem weichen Material in Kontakt gebracht bzw. vorzugsweise in das Material eingetaucht. Die Eintauchtiefe beträgt dabei vorzugsweise 50-100 nm, besonders bevorzugt 70 nm.

[0021] In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung liegt das weiche Material in Form eines Einkristalls vor, da dieser eine Oberfläche hat, die besonders glatt ist und an der Höhenunterschiede von einer Atomlage bestehen. Die Oberfläche des Einkristalls ist daher besonders gut geeignet, die Qualität, das heißt die Schärfe der Spitze eines Ras-

tertunnelmikroskops nach dem Eintauchen in das weiche Material zu testen, da hier die Auflösung in der Größenordnung eines Atoms auf Grund der Einkristallstruktur getestet werden kann. Hierzu wird die Spitze in das weiche Material eingetaucht oder mit ihm in Kontakt gebracht und nachdem der Kontakt zwischen der Spitze und der Probe unterbrochen wurde über die Oberfläche der Probe gefahren, wobei eine reine rastertunnelmikroskopische Aufnahme des weichen Materials erzeugt wird. Entspricht die Auflösung einer Atomstärke, so ist die Güte der regenerierten Spitze sehr gut und das Spitzen ist beendet. Alternativ kann die frisch angespitzte Spitze auch über eine andere Oberfläche geführt werden, die zu Zwecken der Auflösungsqualität herangezogen wird, jedoch handelt es sich dabei um eine weniger bevorzugte Ausführungsform. Sollte die Auflösung noch nicht gut genug sein, so kann das Eintauchen wiederholt werden. Bei Vorliegen eines Einkristalls hat das weiche Material die Reinheit, die für das jeweilige Material bei Vorliegen der Einkristallstruktur natürlich gegeben ist. Das "kontrollierte Eintauchen" der Spitze in das weiche Metall führt, im Gegensatz zum Verhalten bei harten Materialien, zu einer Regenerierung der Abbildungsqualität. Wahrscheinlich wird die Spitze beim Eintauchen bzw. in Kontakt bringen in das weiche Metall mit einer Schicht des weichen Metalls überzogen und es bildet sich eine "frische" Spitze.

[0022] Zur Verbesserung der Abbildungsqualität auf harten Materialien kann nun eine Regenerierung der Spitze durch definiertes Eintauchen oder in Kontakt bringen der Spitze in ein weiches Material erreicht werden. Die Durchführung einer solchen Regenerierung bedeutet allerdings einen großen Aufwand, da die Probe aus weichem Metall zunächst im Ultrahochvakuum gereinigt werden muss.

[0023] Das weiche Material soll vor dem Spitzen der Spitze vorzugsweise gereinigt werden, damit sich an der Spitze keine Verunreinigungen ansammeln. Dies geschieht vorzugsweise durch Sublimation. Eine Sublimation kann beispielsweise durch elektrisches Aufheizen des weichen Materials erfolgen. Es sind auch andere Möglichkeiten denkbar, das weiche Material an seiner Oberfläche zu reinigen, wie zum Beispiel Ionenätzen oder der Beschuss mit Laserlicht, jedoch ist das elektrische Aufheizen besonders einfach, da es mit einfachen Mitteln im Ultrahochvakuum durchgeführt werden kann.

[0024] In einer besonders vorteilhaften Ausführungsform wird ein Einkristall in Form eines Bead-Kristalls verwendet.

[0025] Im Folgenden wird eine Methode zur einfachen und preisgünstigen Herstellung von Metall oder Edelmetall Einkristallen (besonders Platin und Gold) beschrieben, deren Oberflächenreinigung im Ultrahochvakuum (UHV) sehr einfach ist. Die Kristalle können durch Heizen gereinigt werden. Eine Reinigung durch Ionenätzen ist nicht mehr erforderlich.

[0026] Bead- bzw. Perleneinkristalle können durch Anschmelzen eines aus Edelmetall oder auch ande-

ren Werkstoffen bestehenden ca. 0,1 bis 2 mm dünnen Drahtes hergestellt werden. Das Drahtende wird vorzugsweise mit einer feinen Gasflamme aufgeschmolzen und durch Bewegung der Gasflamme entlang der Drahtachse bildet sich am Drahtende eine flüssige Metallperle.

[0027] Oberhalb der Perle rekristallisiert der Draht und es bildet sich ein Wachstumskeim. An diesem Keim bildet sich bei der Erstarrung der flüssigen Materialkugel ein Einkristall (siehe **Abb. 1**). Die oben beschriebene Herstellung von Bead-Kristallen wird von J. Clavilier et al., im J. Electroanal. Chem. 107 (1980) 211 beschrieben.

[0028] Für die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es besonders vorteilhaft, Bead-Kristalle mit zwei Drahtanschlüssen zu verwenden, da der Bead-Kristall über die beiden Drähte elektrisch aufgeheizt werden kann. Das elektrische Aufheizen bewirkt dann eine Reinigung des Bead-Kristalls. Diese Ausführungsform ist besonders vorteilhaft, da der Bead-Kristall innerhalb des UHV gereinigt werden kann. Hierdurch kann Arbeitszeit und damit Kosten gespart werden.

[0029] Bei der Doppeldrahtmethode werden die Kristalldrähte erfindungsgemäß verdreht oder an einem Ende im wesentlichen parallel in Kontakt gebracht und dann aufgeschmolzen. Durch Zonenschmelzen der Kugel bildet sich nach einigen Glühzyklen an einem der beiden Drähte ein Einkristall-Keim, der sich über die Kugel bis zum anderen Draht hin ausbreitet. Die Kugel erstarrt dann zu einem Einkristall.

[0030] Die bei der Erstarrung auf der Oberfläche der Perle entstehenden Kristallfacetten können zur kristallographischen Orientierung der Kristalle genutzt werden. Die orientierte Facette wird angeschnitten und poliert. **Fig. 2** zeigt einen orientierten und polierten Bead-Kristall mit zwei Zuleitungsdrähten.

[0031] Der Bead-Kristall kann mit direktem Stromdurchgang durch die beiden Zuleitungsdrähte geheizt werden. Bei einem Strom von etwa 5A kann der Kristall sehr gleichmäßig auf Rotglut geheizt werden, wie es in **Fig. 3** abgebildet ist. Durch Heizen bei 10A wird eine Temperatur von 1100°C erreicht. Durch ein solches Heizen im Ultrahochvakuum kann die Oberfläche des Bead-Kristalls gereinigt werden. Im Vakuum ist der Partialdruck von Verunreinigungs-komponenten so niedrig, dass eine Rekontamination der Kristalloberfläche nicht stattfindet. Ein besonders bevorzugter Druckbereich liegt bei $p < 1 \times 10^{-9}$ mbar. Eine Reinigung kann jedoch auch noch bei einem Druck von 10^{-8} mbar erfolgen.

Beispiel:

[0032] Nach der Reinigung des Bead-Kristalls wird der Kristall als Probe in das Rastertunnelmikroskop eingebaut und die Probe an die Spitze des Rastertunnelmikroskops angenähert. Eine Abbildung der Oberfläche des Bead-Kristalls zeigt saubere, atomar glat-

te Terrassen, begrenzt durch atomar hohe Stufen an der Kristalloberfläche, wie in **Fig. 4** dargestellt.

[0033] Das erfindungsgemäße Regenerieren der Spitze erfolgt durch definiertes Eintauchen der Spitze in die saubere Probe weichen Materials (Bead-Kristall). Dazu wird die Abstandsregelung des Rastertunnelmikroskops abgeschaltet. Bei einer Spannung an der Probe von 10 V wird die Spitze 50-100 nm in die Probe eingetaucht. Der fließende Strom wird durch einen Widerstand von 1 k Ω auf einen Wert von 10 mA begrenzt. Die Spitze wird 50-100 nm in die Probe eingetaucht. Dann wird die Spitze langsam (Dauer ca. 1 min) wieder aus der Probe herausgezogen, bis der Strom abreißt und auf Null zurück geht. Dies tritt erst bei einer Entfernung oberhalb der Probe auf, bei der die Spitze vor dem Eintauchen noch nicht im Kontakt mit der Probe war. Die Spitze wird nach dem Eintauchen typischerweise 50 – 100 nm länger, als sie vorher war. Die Annahme ist, dass die Probe durch den fließenden Strom im Bereich nahe der Spitze lokal aufschmilzt. Die Dauer von ca. einer Minute wird dabei weniger durch die Kontaktzeit zwischen Spitze und Bead-Kristall, sondern durch die damit verbundenen Handlungsabläufe bestimmt. Beim Zurückziehen der Spitze wird ein neues Ende der Spitze aus der lokalen Platin-Schmelze gezogen. Das Ende der Spitze wird dadurch mit dem weichen Material, wie beispielsweise Platin überzogen. Da die Platinprobe eine Einkristallprobe ist und monoatomare Stufen in regelmäßigen Abständen besitzt, kann die Qualität der Abbildung mit der neuen Spitze sofort kontrolliert werden. Gegebenenfalls kann die Regenerierung der Spitze wiederholt werden, bis die Abbildungsqualität ausreichend ist. Dann wird die Platinprobe wieder durch die Probe aus hartem Material ersetzt. Fast immer kann nach der Regenerierungsprozedur atomare Auflösung auf dem harten Material (Silizium) erreicht werden. Die mit Platin überzogene regenerierte Spitze ist auch nach einem mechanischen Kontakt zwischen Spitze und Probe (Tipcrash) wesentlich unempfindlicher als eine reine Wolframspitze. Eine mit Platin überzogene Spitze bietet wesentlich länger eine hohe Abbildungsqualität als eine Wolframspitze. [0034] Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren können alle in der Rastertunnelmikroskopie verwendeten Spitzen angespitzt bzw. regeneriert werden. Die häufigsten Materialien für Spitzen sind Wolfram, Iridium und Platiniridium.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Schärfung einer Spitze, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Spitze mit einem weichen Material in Kontakt gebracht oder in das weiche Material eingetaucht wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das weiche Material höchstens eine Vickershärte von 550 MN/m² hat.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das weiche Material eine Komponente aus der Gruppe bestehend aus Platin, Gold, Silber, Rhenium, Rhodium, Iridium, Kupfer, Palladium und Nickel, ist.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass als weiches Material ein Einkristall eingesetzt wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass ein Einkristall in Form eines Bead-Kristalls verwendet wird.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass als Bead-Kristall ein Bead-Kristall mit zwei Drähten verwendet wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass das weiche Material zu Reinigungszwecken erhitzt wird.

8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Heizung elektrisch erfolgt.

9. Spitze, dadurch gekennzeichnet, dass sie wenigstens an ihrem spitzen Ende mit einem weichen Material beaufschlagt ist.

10. Spitze nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass sie eine Rastertunnelmikroskopspitze ist.

11. Spitze nach Anspruch 9 oder 10, dadurch gekennzeichnet, dass sie mit einem weichen Material, einer Härte von höchstens 550 MN/m², beaufschlagt ist.

12. Spitze nach einem der Ansprüche 9 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass sie mit einem Metall aus der Gruppe Platin, Gold, Silber, Kupfer, Palladium und Nickel beaufschlagt ist.

Es folgen 5 Blatt Zeichnungen

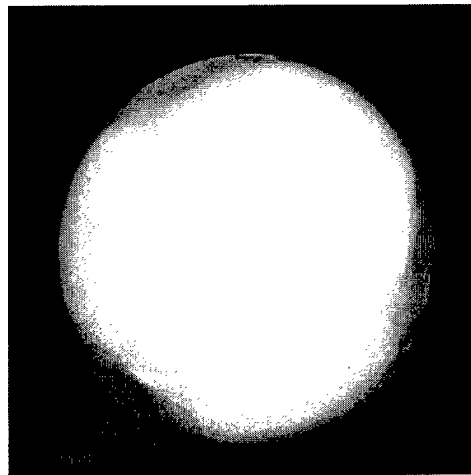


Fig. 1

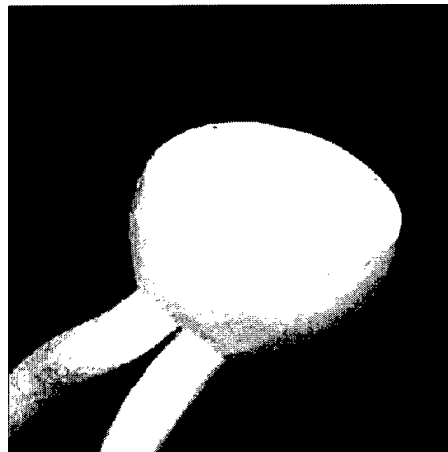


Fig. 2



Fig.3



Fig.4

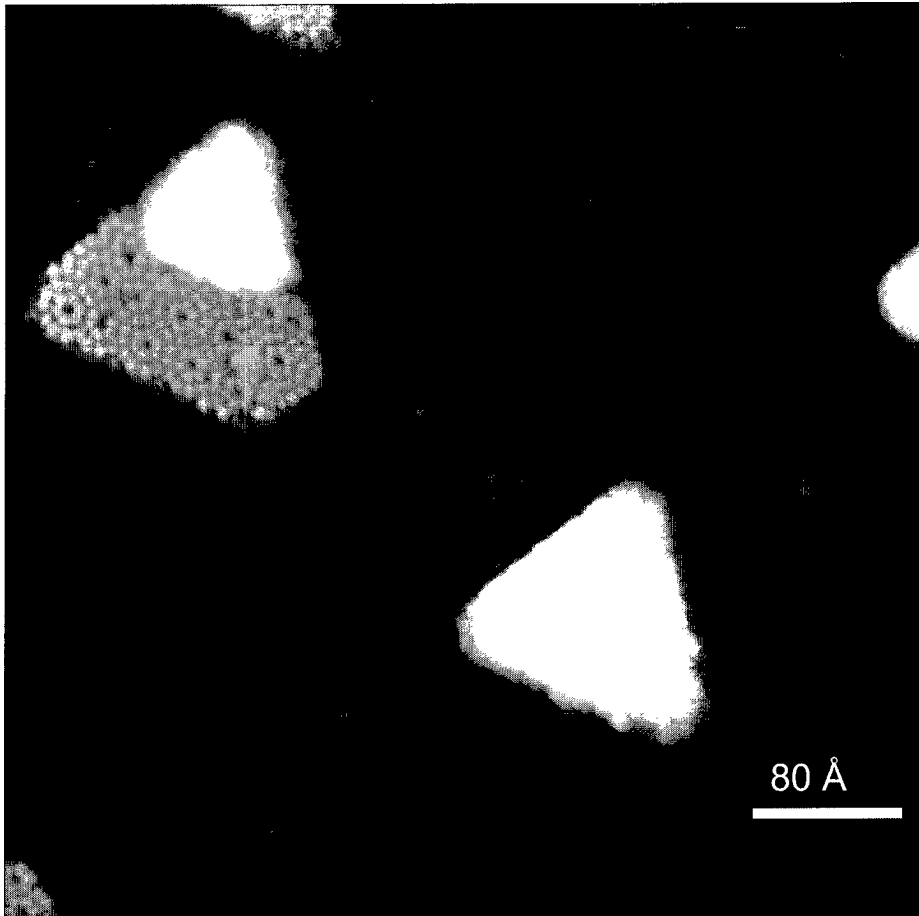


Fig.5