

Universität Konstanz

Leitwertfluktuationen von Ein-Atom-Kontakten

Diplomarbeit

angefertigt von
Christian Schirm

bei

Prof. Dr. Elke Scheer
Fachbereich Physik
Universität Konstanz

Oktober 2002

Korrigierte Fassung gegenüber dem gedruckten Exemplar in der Universitätsbibliothek

Erklärung

Ich versichere hiermit, dass ich die anliegende Arbeit mit dem Thema:

„Leitwertfluktuationen von Ein-Atom-Kontakten“

selbstständig verfasst und keine anderen Hilfsmittel als die angegebenen benutzt habe. Die Stellen, die anderen Werken dem Wortlaut oder dem Sinne nach entnommen sind, habe ich in jedem einzelnen Falle durch Angaben der Quelle, auch der benutzten Sekundärliteratur, als Entlehnung kenntlich gemacht. Diese Arbeit wird nach Abschluss des Prüfungsverfahrens der Universitätsbibliothek Konstanz übergehen und ist durch Einsicht und Ausleihe somit der Öffentlichkeit zugänglich. Als Urheber der anliegenden Arbeit stimme ich diesem Verfahren zu.

Konstanz, 16. Oktober 2002

Christian Schirm

Gutachter dieser Arbeit waren:

Prof. Dr. Elke Scheer

Prof. Dr. Paul Leiderer

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	6
1 Einleitung	7
1.1 Übersicht	7
1.2 Motivation	7
2 Theoretische und Experimentelle Vorarbeiten	9
2.1 Ein-Atom-Kontakte	9
2.2 Landauer-Theorie	10
2.3 Transportkanäle	11
2.4 Leitwertfluktuationen an Ein-Atom-Kontakten	12
3 Vorbereitung des Experiments	15
3.1 Anforderungen an das Experiment	15
3.2 Probenherstellung	16
3.2.1 Überblick	16
3.2.2 Präparation des Grundsubstrates	18
3.2.3 Die Isolations- und Opferschicht	19
3.2.4 Aufbringen des Elektronenstrahllackes	23
3.2.5 Das Raster-Elektronen-Mikroskop	24
3.2.6 Design der Struktur	26
3.2.7 Belichten und Entwickeln	28
3.2.8 Bedampfen mit Metall	31
3.2.9 Reaktives Ionen-Ätzen	33
3.3 Bruch-Mechanik	35
3.4 Kryostat	36
3.4.1 Funktionsweise des ³ He-Kryostaten	36
3.4.2 Versuche zur Verbesserung der Standzeit	38
3.5 Messelektronik	39
3.6 Computer-Steuerung	40

Inhaltsverzeichnis

4	Durchführung und Ergebnisse	43
4.1	Vorbemerkung	43
4.2	Supraleitung	43
4.3	Erzeugung des Ein-Atom-Kontaktes	44
4.4	Supraleitende Strom-Spannungs-Kennlinien	46
4.5	Stabilität bei steigendem Strom	47
4.6	Leitwertfluktuationen	50
5	Zusammenfassung und Ausblick	55
	Literaturverzeichnis	57

1 Einleitung

1.1 Übersicht

Für zukünftige Computer-Technologien auf atomarer Ebene soll ein Verständnis über elektrische Leitfähigkeiten im atomaren Bereich erworben werden. Mit mechanisch kontrollierbaren Bruchkontakten können Ein-Atom-Kontakte hergestellt und vielfältig untersucht werden. Für einen tieferen Einblick wären Kenntnisse über den Zusammenhang zwischen elektrischer Leitfähigkeit und atomarer Anordnung sehr hilfreich. Eine Methode, um Informationen über atomare Konfigurationen zu gewinnen stellt die Messung von Leitwertfluktuationen dar. In dieser Arbeit sollten durch Variation der angelegten Spannung an Ein-Atom-Kontakten aus Aluminium Leitwertfluktuationen gemessen werden, die Aussagen über die atomare Struktur nah beim Zentralatoms erlauben. Zunächst wurde die lithographische Herstellungsmethode der zu untersuchenden Proben erlernt. In einem Helium-3-Kryostat wurde Kälte erzeugt, um die Probe in den Supraleitenden Zustand zu versetzen. Schließlich wurden erste Versuche durchgeführt und die Stabilität der Ein-Atom-Kontakte bei hohen Spannungen überprüft.

1.2 Motivation

Oft wird als Motivation für die Erforschung von Nanostrukturen und Nanoleitfähigkeiten das Schritthalten mit dem Moore'schen Gesetz genannt. Gordon E. Moore, späterer Mitbegründer von Intel, schrieb 1965 eine Veröffentlichung [25] über die zukünftige Entwicklungen der Computer-Technologie, in der er über die rapide Zunahme der Anzahl elektronischer Bauteile berichtete, die in einem Computer-Chip im ökonomischsten Fall untergebracht werden können. So zeigte er in einem Schaubild die Zahlen der Jahre 1959 bis 1965 und extrapolierte die entstandene exponentielle Kurve bis ins Jahr 1975. Die Zukunftsprognose trat ein. Und was noch erstaunlicher ist: die Industrie hält noch heute, im Jahr 2002, mit diesem Gesetz Schritt¹. Nano-Physiker begründen damit gerne die Notwendigkeit für Grundlagenforschung, um in Zukunft der Technik über die bevorstehende Hürde zu helfen, die auftritt, wenn die fortschreitende Miniaturisierung an die Grenze der klassischen Physik stößt, wo quantenmechanisches Verhalten dominiert. Davon ist man nicht mehr weit entfernt.

Doch dies ist noch keine Begründung der Forschung. Man könnte sich schließlich fragen, wozu man die Leistungsfähigkeit von Computern überhaupt so weit treiben möchte. Dazu

¹Heute (im Pentium 4-Prozessor): 42 Millionen Transistoren

1 Einleitung

sollte man sich über die zukünftige Entwicklung der Technik Gedanken machen, zunächst jedoch über den aktuellen Stand der Prognosen. Hier gibt es drei typische Richtungen, die Zukunftsforscher und Visionäre für die Zukunft prognostizieren und propagieren.

Nanotechnologie

Nachdem Richard P. Feynman Ende Dezember 1959 am Jahrestreffen der Amerikanischen Physikalischen Gesellschaft mit seiner berühmten Rede „There’s Plenty of Room at the Bottom“ [26] der Nanotechnologie einen gewissen Startschuss gegeben hatte versuchte auch der Visionär K. ERIC DREXLER mit Werken wie *Engines of Creation, The Coming Era of Nanotechnology* [27] oder *Unbounding the Future, the Nanotechnology Revolution* [28] das Zeitalter der Nanotechnologie heraufzubeschwören. Es wird behauptet, wenn erst der Schritt geschafft ist, die ersten Nano-Maschinen zu bauen, wird man über kurz oder lang über eine ganze Nano-Industrie auf atomarer Skala verfügen können, mit sich selbst replizierenden, intelligenten Maschinen und Materialien. DREXLER schlägt sogar konkrete atomare Maschinenteile vor [29], die eines Tages Verwendung finden sollen.²

Vernetzte Welt

Mit dem Motto „alles wird intelligent, alles wird virtuell, alles wird vernetzt und global“ wurden nach der rasanten Verbreitung des Internets euphorische Zukunftsprognosen abgegeben über die weitere Verbreitung der „totalen Kommunikation“ in allen Lebensbereichen. Schon bald kamen Kühlschränke auf den Markt mit Internetanschluss, die fehlende Vorräte automatisch nachbestellen. Das sei nur ein Vorgeschmack von der neuen technischen Welt. Dieser Wandel der Technik soll im Zusammenhang mit einem kommenden starken Wandel der Gesellschaft auftreten.³

Roboter

Nach dem Roboter-Forscher Hans Moravec⁴ sollen Roboter im nächsten Schritt der Evolution den Homo Sapiens ablösen. Denkt man noch nicht so weit in die Zukunft, würden Roboter zumindest einen entscheidenden Schritt in der Technik darstellen. Wie die Entwicklung der Computer gezeigt hat, erweist es sich als sinnvoll, wenn sich Wissenschaft und Industrie auf eine universell einsetzbare Technik konzentriert. So ersetzen Computer heute immer mehr andere Geräte. Roboter stellen ein ähnliches, aber noch universelleres Werkzeug dar. Dieses scheint lohnenswert und könnte die immer weiter wachsende, umweltschädigende Technisierung auf Dauer sogar rückläufig machen. Für die Physik ist damit eine Herausforderung gefunden, Grundlagen für eine neue Computer-Technologie zu schaffen, die die Datenmengen bewältigen kann, die dafür nötig werden.

²K. ERIC DREXLER ist derzeit Leiter des Foresight-Instituts, das sich mit Zukunftsfragen, hauptsächlich der Nanotechnologie beschäftigt. Informationen dazu im Internet siehe [30]

³Zum Thema siehe z.B. Artikel wie *Kurs 2025* oder *Das intelligente Haus* [31]

⁴Derzeit Director des Mobile Robot Laboratory der Carnegie Mellon University in Pittsburgh

2 Theoretische und Experimentelle Vorarbeiten

2.1 Ein-Atom-Kontakte

Mit der Entwicklung des Raster-Tunnel-Mikroskops wurde erstmals die Möglichkeit geschaffen, elektrischen Strom gezielt durch einzelne Atome fließen zu lassen und die Atome dabei mechanisch zu manipulieren [14]. Eine höhere mechanischen Stabilität und eine Anwendbarkeit auf die meisten Metalle brachte die Technik der mechanisch kontrollierbaren Bruchkontakte, wo durch langsames Brechen eines Leiters eine Engstelle geschaffen werden konnte, die aus einem einzelnen Atom besteht. Diese Technik wurde zunächst zur Untersuchung des Tunnelstromes entwickelt [16] und später von J. M. VAN RUITENBEEK ET. AL. modifiziert zu einem Werkzeug zur Untersuchung des elektrischen Ladungstransports durch atomare Punktkontakte [15]. Die ursprünglichen Bruchkontakte bestanden aus einem mittels zweier Klebepunkte auf einer biegsamen Unterlage befestigtem Draht, der zwischen den Klebepunkten eine Sollbruchstelle besaß. Durch langsames Biegen der Unterlage brach der Draht mit einem bestimmten Untersetzungsverhältnis. Darin lag eine Verbesserung der Technik von J. M. VAN RUITENBEEK ET. AL.: Das Untersetzungsverhältnis und auch die mechanische Stabilität konnten weiter gesteigert werden, in dem mit lithographischen Methoden eine Leiterbahn mit Sollbruchstelle hergestellt wurde, die sich noch näher an der Unterlage befindet und über einen kürzeren Weg mechanisch stabil gehalten wird.

Mit dieser Technik wurden beim Öffnen der Kontakte Plateaus im Leitwert gemessen, die in den Zusammenhang mit der sich schrittweise ändernden atomaren Konfiguration gebracht werden konnten. Dabei traten auch Leitwert-Plateaus bei Vielfachen des Leitwertquantums $2e^2/h$ auf [15]. Später konnten unter Ausnützung eines Supraleitungs-Effekts zu den aktuellen atomaren Konfigurationen die Anzahl der unabhängigen Transportkanäle bestimmt werden [3]. Dies gelang später auch bei Materialien die selbst nicht supraleitend werden [5]. Es zeigte sich ein Zusammenhang zwischen der Anzahl der Transportkanäle und der Zahl der Valenzelektronen der untersuchten Metall-Atome [4].

Desweiteren spielt neben der Atom-Sorte auch die genaue atomare Struktur eine Rolle. Um die elektrischen Transporteigenschaften mit einer bekannten atomaren Konfiguration vergleichen zu können, konnten bereits Moleküle [8] und sollen noch Cluster [19] und DNA-Stränge [22], deren Strukturen genau bekannt sind, unter Verwendung z.B. eines Bruchkontaktes als Elektroden, untersucht werden. Eine Möglichkeit, Informationen über unbekannte atomare Strukturen zu gewinnen, wie im Fall des Ein-Atom-Kontaktes bei Bruchkontakten, geben Messungen von Leitwertfluktuationen bei variablem Magnet-

feld [12, 13] und variabler Spannung [11], die auch Bestandteil dieser Arbeit waren. Als ein weiterer Ansatz wurden Simulationen zur Berechnung der atomaren Konfiguration bei Bruchkontakten durchgeführt. Abbildung 2.1 zeigt Simulationsergebnisse zu einem zerreißen Gold-Draht aus 112 Atomen [9]¹. Zu diesen Konfigurationen wurden Leitwerte berechnet². Die berechneten Leitwertkurven zeigen ein ähnliches Verhalten wie die durch Experimente gemessenen und darüber hinaus eine Abhängigkeit des Transportverhaltens von der Atomkonfiguration der Umgebung des Zentralatoms.

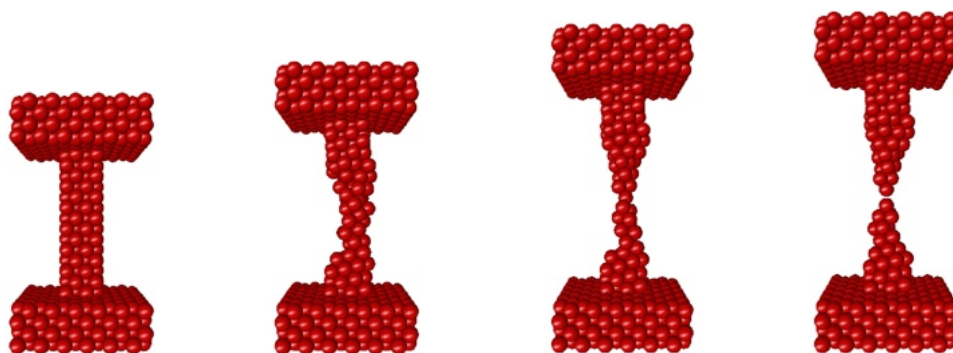


Abbildung 2.1: Simulationen von M. DREHER zeigen die sich ändernde atomare Konfiguration einer bis zum Zerreißen gestreckten Goldstruktur (aus [9]).

2.2 Landauer-Theorie

Der erste Vorschlag eines Modell zur Beschreibung des elektrischen Stromtransports wurde 1900, kurz nach der Entdeckung des Elektrons³, von P. DRUDE gemacht. Sein klassisches Modell eines freien Elektronengases im periodischen Potential des metallischen Festkörpers erklärt viele Phänomene des elektrischen Ladungstransports, insbesondere das Ohm'sche Verhalten. Für elektrische Leiter auf Nanometer-Skala erweist sich dieses Modell jedoch als unzureichend. 1957 schlägt R. LANDAUER ein Modell vor, das den elektronischen Transport durch einen Leiter als quantenmechanisches Streuproblem behandelt. Der der Leiter wird als elastisch streuend betrachtet, was bei hinreichend kleiner Ausdehnung und genügend großer elastischer freier Weglänge erfüllt ist. Dabei taucht eine Transmissionswahrscheinlichkeit T bzw. eine Reflektionswahrscheinlichkeit $1 - T$ auf, die sich aus der Art des Streupotentials ergibt. Landauer gibt einen Zusammenhang zwischen T und dem Leitwert

¹Die Berechnung erfolgte unter Annahme von Lenard-Jones-Potentialen. Zur Zeit arbeitet M. DREHER an einer Weiterentwicklung mit Methoden der Dichtefunktionaltheorie, wodurch auch andere Materialien untersucht werden können.

²mit einem von J. HEURICH und J. C. CUEVAS entwickelten Programm

³1897 durch J. J. Thompson

G , die sogenannte Landauer-Formel

$$G = \frac{2e^2}{h} \frac{T}{1-T}.$$

Sie gilt für einen einzelnen Transportkanal und für Vierpunktmessungen, d.h. für getrennte Anregungs-Elektroden bzw. Messspitzen. Von BÜTTIKER ET. AL. wurde die Formel für Zweipunktmessungen und N unabhängige Transportkanäle erweitert:

$$G = \frac{2e^2}{h} \sum_{m=1}^N \sum_{n=1}^N |t_{mn}|^2 = \frac{2e^2}{h} \sum_{i=1}^N (\mathbf{t}^\dagger \mathbf{t})_{ii} = \frac{2e^2}{h} \sum_{i=1}^N T_i$$

Diese Gleichung wird üblicherweise ebenfalls Landauer-Formel genannt. Die Matrix \mathbf{t} ist die Übergangsmatrix der Eingangszustände des Streuproblems, welche mit den Kanälen durch den zu untersuchenden Leiter (z.B. die Engstelle durch den Bruchkontakt) gleichzusetzen sind. Die T_i haben die Bedeutung der Transmissionswahrscheinlichkeiten durch den Kanal i des Leiters.⁴

2.3 Transportkanäle

Experimentelle Realisierungen von Leitern mit nur wenigen Transportkanälen sind z.B. ballistische Quantenpunktkontakte oder Ein-Atom-Kontakte. Ballistische Quantenpunktkontakte werden in Halbleitern durch Einschnüren des leitenden Bereichs mit zwei Gate-Elektroden erzeugt. Hier treten Wellenleiter-Eigenmoden auf, die die einzelnen Kanäle repräsentieren. Die Transmissionswahrscheinlichkeiten der Moden sind jeweils Eins oder Null. Damit ergeben sich Leitwerte aus Vielfachen des Leitwertquants $2e^2/h$.

Bei Ein-Atom-Kontakten wird vermutet, dass die Moden durch die Wellenfunktionen der Atome zu ersetzen sind. Die Transmissionswahrscheinlichkeiten nehmen hier zwar in der Summe bevorzugt ganzzahlige Wert an, wie in Leitwert-Histogrammen (bei kleinen Werten) gezeigt werden kann, jedoch können gleichzeitig die einzelnen Transmissionswahrscheinlichkeiten beliebige Werten zwischen null und eins besitzen. Auch treten Gesamtwahrscheinlichkeiten kleiner eins auf, so dass der Leitwert unterhalb eines Leitwertquants zu liegen kommt.

Obwohl bei Leitwertmessungen nur die Summe der Transmissionswahrscheinlichkeiten gemessen wird, konnte eine Methode gefunden werden, mit der es möglich ist, sowohl die Anzahl der Kanäle als auch die einzelnen Transmissionskoeffizienten experimentell zu bestimmen [3]. Dazu wurden die Strom-Spannungs-Kennlinie bis in die Größenordnung der Energielücke gemessen. An kleinen Widerständen mit supraleitenden Zuleitungen treten sogenannte multiplen Andreev-Reflexionen auf, die zu charakteristischen Strom-Spannungs-Kennlinien führen. Die bei angelegter Spannung unterschiedlichen Energie-Niveaus der beiden Zuleitungen führen zu bestimmten Mechanismen, wie Elektronen vom Leitungsband und aus dem Cooper-Paar-Niveau über den Widerstand zur anderen Seite gelangen.

⁴Details und Herleitungen können Lehrbüchern wie z.B. [7] entnommen werden.

2 Theoretische und Experimentelle Vorarbeiten

Dabei können beliebig viele Elektronen an einem solchen Vielteichen-Prozess teilnehmen, wo Cooper-Paare aufbrechen und neu geformt werden. Bei steigender Spannung sinkt die Anzahl der Elektronen, die mit Hilfe eines solchen Prozesses den Widerstand überqueren können. Dies geschieht schlagartig und äußert sich an einem Knick in der Strom-Spannungskennlinie. Je nach Transmissionswahrscheinlichkeit sieht die Kennlinie etwas anders aus. Bei mehreren Kanälen überlagern sich solche Kennlinien. Da jedoch die zu unterschiedlichen Transmissionswahrscheinlichkeiten T gehörenden Kennlinien linear unabhängig sind, trotz dass es unendlich viele sind, können die einzelnen Kennlinien herausgerechnet werden, wodurch die Anzahl der T_i und die T_i selbst bestimmt werden. Abbildung 2.2 zeigt zu jedem Leitwert während des Brechens eines Bruchkontaktes das Spektrum der vorhandenen Kanäle.

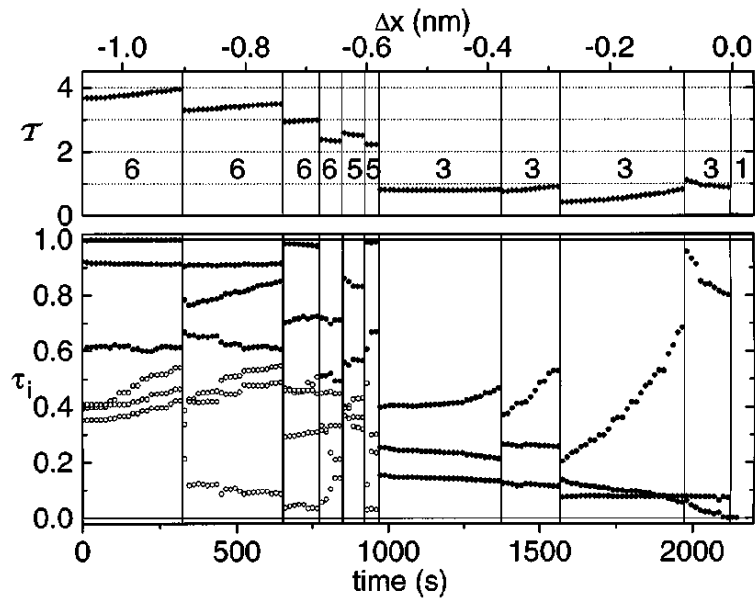


Abbildung 2.2: Öffnungskurve des Bruchkontaktes und experimentell ermitteltes Spektrum an unabhängigen Leitwertkanälen (aus [3]).

2.4 Leitwertfluktuationen an Ein-Atom-Kontakten

Leitwertfluktuationen sind Erscheinungen die durch Interferenzen von Elektronenwellen entstehen. Gemäß der Methode der Feynman'schen Pfadintegrale wird ein nicht stark lokalisiertes Elektron in verschiedenen Wegen ein Leiter durchqueren. Das geschieht gleichzeitig in quantenmechanischer Überlagerung. Irgendwann am Ende der Kohärenzlänge des Pfades, spätestens im Messgerät, treffen sich verschiedene Pfade wieder in einem Punkt. Andere vom Elektron durchlaufenen Pfade verschwinden gemäß der Interpretation der Quantenmechanik. Die Pfade die den Kollaps der Wellenfunktion „überlebt“ haben, können

nun über die unterschiedlichen Wege unterschiedliche Phasen erhalten haben, die jetzt zu konstruktiver oder destruktiver Interferenz führen. Zusätzlich kann ein Elektron aufgrund der schwachen räumlichen Lokalisierung mit einem weiter vorn oder hinten liegenden Abschnitt des Pfades interferieren, was sich in einer Abschwächung oder Stärkung der Wahrscheinlichkeit äußert, mit der der Weg durchlaufen wird. Schematisch sind diese beiden Interferenzerscheinungen in Abbildung 2.3 dargestellt.

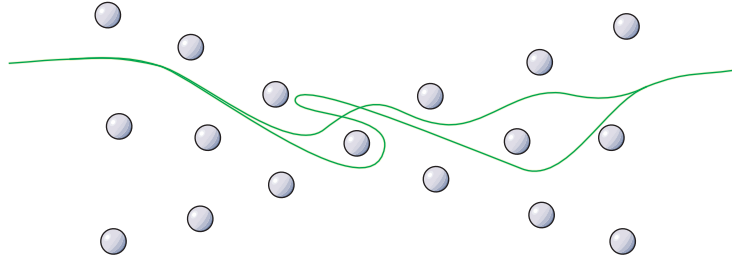


Abbildung 2.3: Zwei unterschiedliche Pfadintegrale eines Elektrons. Beim wieder Treffen der Pfade entstehen Interferenzerscheinungen .

Fluktuationen treten dann auf, wenn die unterschiedlichen Pfade aufgrund eines sich verändernden physikalischen Parameters sich in der Phase relativ zueinander verschieben.

Bei einem variablen Magnetfeld tritt eine Phasenverschiebung auf, die abhängig ist vom zwischen zwei Pfaden eingeschlossenen magnetischen Fluss. Die zusätzliche Phase ist bei gegebenem Vektorpotential \vec{A}

$$\varphi - \varphi_0 = \frac{e}{\hbar} \int \vec{A} d\vec{s}$$

und zwischen zwei Pfaden

$$\Delta\varphi = \frac{e}{\hbar} \oint \vec{A} d\vec{s} = \frac{e}{\hbar} \int \int \vec{B} d\vec{F} = \frac{e}{\hbar} \Phi$$

mit der magnetischen Flussdichte \vec{B} und dem von beiden Pfaden eingeschlossenen magnetischen Fluss Φ . Durch Variation eines von außen angelegten Magnetfeldes können also Fluktuationen durch Interferenzen zwischen unterschiedlichen Pfaden hervorgerufen werden.

Eine andere Möglichkeit Fluktuationen hervorzurufen ist die, die Wellenlänge der Elektronen zu verändern. Dies geschieht durch Variation der angelegten Spannung. Dabei können sich wahrscheinlich auch Pfade ändern, aufgrund unterschiedlicher Geschwindigkeiten der Elektronen. Insbesondere sind die Fluktuationen, wie Messungen zeigen, nicht symmetrisch zu negativen Spannungswerten.

Leitwertfluktuationen bei Variabler Spannung sollten in dieser Arbeit an Ein-Atom-Kontakten untersucht werden. Bisher existiert eine einzige Veröffentlichung zu diesem Thema [11]. Hier konnten Fluktuationen bis Spannungen von 300 mV gemessen werden. Es

2 Theoretische und Experimentelle Vorarbeiten

zeigten sich um 0 V unsymmetrische, reproduzierbare Kurven. Bei gleichzeitigem Öffnen des Bruchkontaktes und Messen der Fluktuationen konnten Abhängigkeiten von der atomaren Konfigurationen gezeigt werden. Auch wurden je nach Konfiguration sehr unterschiedlich hohe Fluktuations-Schwankungen gemessen. Hier konnte jedoch aus Stabilitätsgründen nicht bis zur Größenordnung gemessen werden, in der die Fluktuations-Erscheinungen auf Längenskalen im Bereich von Atomabständen entstehen, was bei etwa einem Volt der Fall ist. Dies war ursprünglich ein treibender Grund zur Durchführung der Experimente der vorliegenden Arbeit.

3 Vorbereitung des Experiments

3.1 Anforderungen an das Experiment

Um störungsfreie, zuverlässige und reproduzierbare Ergebnisse garantieren zu können, müssen an das Experiment gewisse Anforderungen gestellt werden. In der folgenden Übersicht sind die wichtigsten Anforderungen und die gewählten Lösungsansätze kurz aufgelistet:

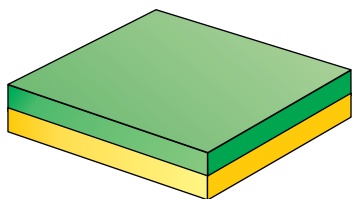
- Zur Erzeugung eines Ein-Atom-Kontaktes muss eine Leiterbahn an einer Engstelle gezielt gebrochen werden können, und zwar so präzise gesteuert, dass am Ende nur noch ein Ein-Atom-Kontakt die beiden Leiter verbindet. Dazu wird mittels Elektronenstrahl-Lithographie eine Leiterbahn auf einem biegsamen Grundsubstrat aufgebracht, die eine Engstelle von 100 nm Breite besitzt. Durch Biegen des Substrates kann die Engstelle sehr langsam gebrochen werden. Sie muss dabei eine freitragende Brücke bilden. Dies wird erreicht, indem die Leiterbahn auf einer „Opferschicht“ aufgebracht wird, die nach dem Lithographie-Prozess wieder teilweise durch Plasmaätzen abgetragen wird. So wird die Leiterbahn an der Engstelle untergraben.
- Das in dieser Arbeit verwendete Material Aluminium hat die Eigenschaft, an Luft sofort an seiner Oberfläche eine ungewollte nichtleitende Oxidschicht zu bilden. Aus diesem Grund muss das Experiment im Vakuum durchgeführt werden. Andere Gründe sind Wasserfilme, die sich wegen der Luftfeuchtigkeit an Oberflächen bilden, oder Staub aus der Luft, der eine elektrische Überbrückung verursachen kann.
- Notwendig ist auch Kälte. Die Vorteile sind z.B. große Kohärenzlängen der Elektronenwellen und das Auftreten von Supraleitung im Aluminium (bei ca. 1,4 K). Im Allgemeinen werden bei den zu untersuchenden Theorien Temperatureffekte nicht berücksichtigt, so dass es nahe liegt das Experiment bei tiefstmöglicher Temperatur durchzuführen, um den Ideal möglichst nahe zu kommen. Dazu wird das Experiment im He3-Kryostat durchgeführt, wo außerdem ideales Vakuum herrscht.
- Zur Messung von Widerständen bei sehr kleinen Strömen bis zu einem nano-Ampère, bedient man sich der Lock-In-Technik, um wenig Störeinflüsse zu erhalten. Ein 12-bit-Speicheroszilloskop erlaubt zudem über viele Messpunkte Mathematisch zu mitteln, um den Rauschanteil des Signals zu verringern.

3.2 Probenherstellung

3.2.1 Überblick

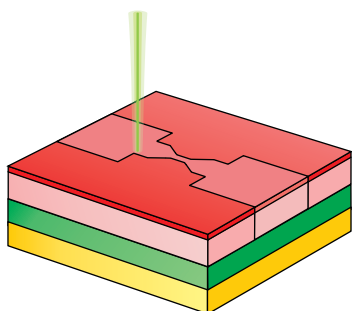
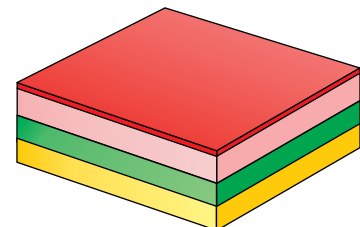
Das zur Herstellung der Nanostrukturen verwendete Verfahren ist eines von vielen möglichen Lithographieverfahren. Es kann als „Raster-Elektronenstrahl-Lithographie mit Lift-Off-Technik“ bezeichnet werden. Das Verfahren kann aus zwei Gründen sehr flexibel in der Forschung eingesetzt werden. Zum einen kann bei der Raster-Elektronenstrahl-Lithographie das Layout der Struktur ständig per Computer verändert und optimiert werden, ohne dass neue Belichtungsmasken erstellt werden müssen, wie es z.B. bei der optischen Lithographie der Fall ist. Zum anderen bietet die Lift-Off-Technik die Möglichkeit, beliebige Materialien zu verwenden, ohne dass zum Material passende Ätz-Substanzen verwendet werden müssen. Die erreichbare minimale Strukturgröße (ca. 50 nm) ist bei diesem Verfahren immer noch kleiner als bei industriellen Halbleitertechnologien, die z.B. zur Herstellung von Mikroprozessoren verwendet werden (130 nm, z.B. bei Intel seit 2001).

Im Folgenden sind die Herstellungsschritte der Nanobrücken kurz schematisch dargestellt.



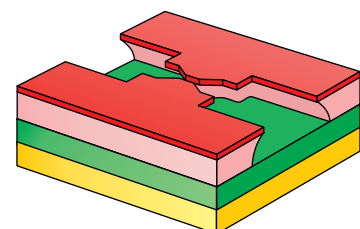
Eine plan polierte Bronzescheibe (■) wird per Schleuderbeschichtung und durch Ausbacken im Vakuum mit einer Polyimid-Schicht (■) versehen. Diese ist sehr eben und glatt, bildet eine elektrische Isolation zum Bronze-Substrat und dient im Ätz-Prozess als „Opferschicht“.

Ebenfalls mit der Lackschleuder wird eine Doppelschicht aus Elektronenstrahl-empfindlichem Lack aufgebracht. Oben eine dünne Schicht aus hochauflösendem Lack (■), darunter eine weichere Pufferschicht (■), die beim Entwickeln etwas „auswäscht“.

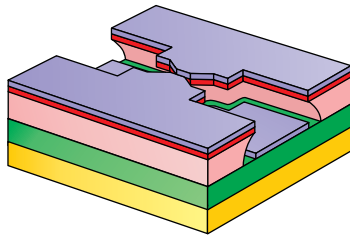


Mit dem Raster-Elektronen-Mikroskop wird der Lack an den Stellen belichtet, wo sich später die Leiterbahn befinden soll. Der Elektronenstrahl zerbricht dabei langkettige Moleküle im Lack, um ihn dort für einen Entwickler löslich zu machen.

In der Entwickler-Flüssigkeit löst sich der Lack an den belichteten Stellen vollständig auf. Dabei wird die untere Lack-schicht stärker ausgewaschen, was einen Unterschnitt des Lackprofils ergibt.

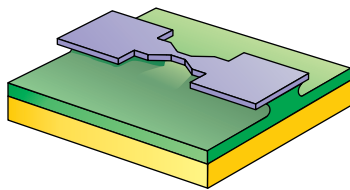
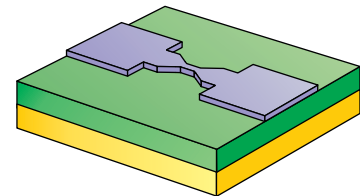


3.2 Probenherstellung



Nun wird das gewünscht Metall (■) aufgedampft. Durch den Unterschnitt ergibt sich ein scharfer Schattenwurf. Die Metallschicht auf dem übrigen Lack hat keinen Kontakt zur späteren Leiterbahn und kann im nächsten Schritt entfernt werden.

Mit Aceton kann der unbelichtete, übrige Lack entfernt werden. Damit wird auch die restliche Metall-Fläche auf dem Lack weggespült. Übrig bleibt die gewünscht Struktur.



Nun zeigt sich der Sinn der Opferschicht (■). Die Probe wird einem Sauerstoffplasma ausgesetzt, das reaktive Ionen erzeugt. Diese ätzen die Polyimid-Schicht isotrop ein Stück weit weg. Etwas gelangen die reaktiven Ionen auch unter die Leiterbahn. An der Engstelle wird das Metall ganz untergraben. Hier bildet sich eine freitragende Brücke.

Die Tabelle 3.1 gibt einige weitere Daten über die einzelnen Schichten beim Herstellungsprozess.

Schicht	Schichtdicke	Verfahren	Material
■ Metallstruktur	130 nm	Aufdampfen mit Elektronenstrahlverdampfen	Aluminium, Reinheit: 99,999 %
■ Elektronen-Lack	160 nm	Schleuderbeschichtung, im Ofen bei 170 °C aushärten	PMMA = Polymer aus MMA (Methyl Methacrylat)
■ Pufferschicht	540 nm	Schleuderbeschichtung, im Ofen bei 170 °C aushärten	MMA-MAA = Copolymer aus MMA und MAA (Methacrylsäure) Bausteinen
■ Opferschicht	1500 nm bzw. 1100 nm	Schleuderbeschichten, Vakuum-Ausbacken, ätzen	Polyimid (Durimide 115 A)
■ Trägersubstrat	300 µm	aus Bronzeblech geschnitten und rundgedreht	Bronze (Legierung aus 70-90% Kupfer und 10-30% Zinn)

Tabelle 3.1: Schichten beim Herstellungsprozess der Strukturen

3.2.2 Präparation des Grundsubstrates

Das Basismaterial für die Lithographie muss zunächst als ebene und runde Scheibe vorliegen, damit mit einer Lackschleuder verschiedene Schichten gleichmäßig darauf aufgebracht werden können. Außerdem verlangt die Elektronenstrahlithographie eine gewisse Ebenheit. Denn wie noch in Abschnitt 3.2.7 gezeigt wird, darf beim Fokussieren die Oberfläche über eine Distanz von $50\ \mu\text{m}$ nicht wesentlich ansteigen.

Silizium-Scheiben sind in sehr hoher Qualität erhältlich und würden all diese Bedingungen erfüllen. Um aber das Substrat biegen zu können, ist das spröde Silizium ungeeignet. Bronze dagegen bleibt sogar unter einem Kelvin elastisch verformbar. Im Handel war Bronze allerdings nur als Blech zu bekommen. Mit der Drehbank ließen sich daraus, aus quadratisch geschnittenen Bronzeblechstücken, die auf eine Metallscheibe geklebt wurden, runde Scheiben von $5,5\ \text{cm}$ Durchmesser herausschneiden. Diese konnten dann mit einer Metallscheibe mit feinem Schleifpapier und mit einem Polierkopf für die Bohrmaschine planarisiert und anschließend mit Metall-Politur geglättet werden. Nach verschiedenen Versuchen erwies sich dieses Verfahren als das Erfolgreichste. Abbildungen 3.1 a) und b) zeigen die Oberflächenbeschaffenheiten vor und nach dem Polieren. Das Oberflächenprofil wurde mit einem Nadel-Profilometer gemessen. Die optischen Mikroskop-Aufnahmen zeigen die Oberflächen im selben Maßstab.

In Abbildung c) wurde eine Polyimidschicht auf die polierte Oberfläche aufgebracht. Sie ist

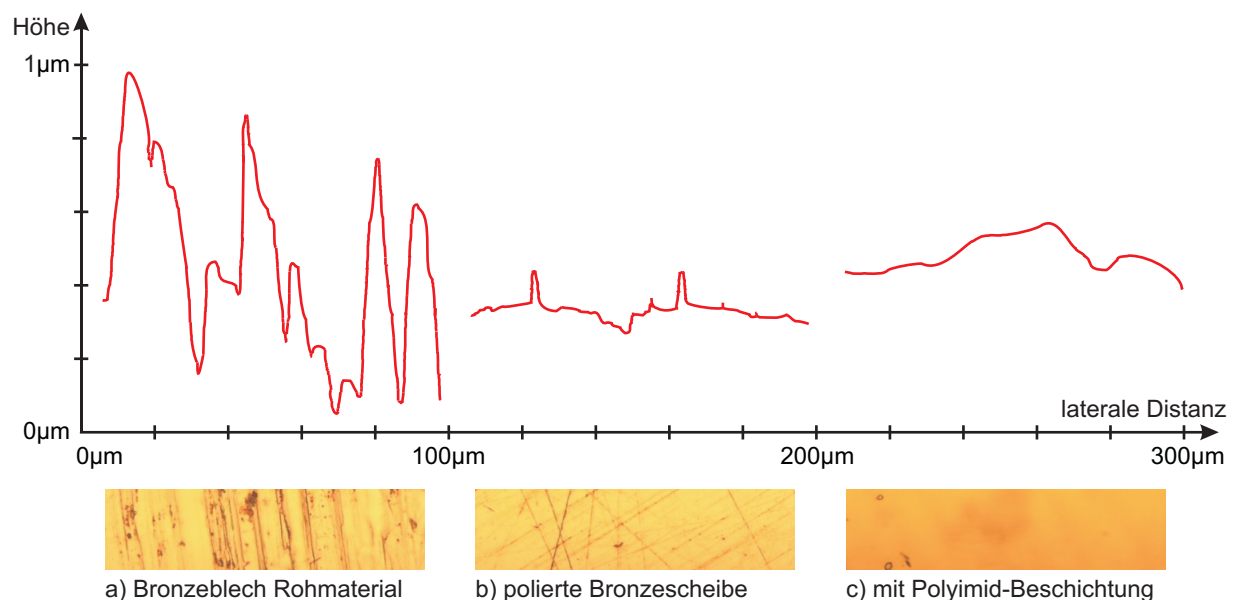


Abbildung 3.1: Oberflächenprofile und Mikroskopbilder von Bronze vor bzw. nach dem Polieren und nach Aufbringen einer Polyimid-Schicht. Die nur $1,5\ \mu\text{m}$ dicke Schicht bekommt eine akzeptable Welligkeit.

1,5 μm dick und glättet die verbleibenden Kratzer. Man sieht an Abbildung a), dass das Polieren durchaus nötig ist, da ohne Behandlung die Welligkeit in der Größenordnung der Polyimidschicht läge. Die gezeigten Oberflächen in Abbildungen 3.1 b) und c) sind typische Stellen. Jedoch sind ab und zu tiefere Kratzer, sowie beim Polieren entstandene Mulden zu finden. Die tiefen Kratzer sind nur mit geringer Wahrscheinlichkeit an der kritischen Stelle, der Engstelle der Leiterbahn, zu finden. Die länglichen Mulden, die durch Metallstaub im Polierkopf verursacht werden, sind nicht scharfkantig, sondern abgerundet und erstrecken sich über weit größere Distanzen als 50 μm . Diese langreichweitigen Schwankungen konnten wegen Eichproblemen des Profilometers bisher noch nicht genau gemessen werden. Extreme Schwankungen, gingen bis 500 nm, typische Schwankungen (wie in der Abbildung) lagen bei etwa 200 nm.

3.2.3 Die Isolations- und Opferschicht

Die Polyimid-Schicht, die als nächstes auf den Wafer aufgebracht wird, dient, wie im vorigen Kapitel gezeigt, zur Planarisierung der Oberfläche. Außerdem soll sie eine elektrische Isolation des Bronze-Substrats zur späteren Metallstruktur bewirken. Und schließlich dient sie als Opferschicht, d.h., sie wird später wieder teilweise weggeätzt und fällt „zum Opfer“ für die Herstellung der freitragenden Brücke.

Zunächst liegt das Material als Polyamid-Säure vor, eine honigartige Substanz, die mit der Lackschleuder in einer definierten Schichtdicke auf das Bronzesubstrat aufgebracht werden kann. Entscheidend für die Schichtdicke ist hauptsächlich die Drehzahl der Schleuder und weniger die Dauer des Vorganges. Anschließend wird die Schicht bei 400 °C ausgebacken und damit chemisch in Polyimid umgewandelt. Die Strukturformel des Polyamids vorher und des Polyimids nachher zeigt Abbildung 3.2. Das Nebenprodukt Wasser muss abgeführt werden. Aus diesem Grund, und zur Vermeidung von Oxidation, wird der Ausbackprozess im Vakuum durchgeführt, wo die Schicht 1/3 an Dicke verliert. Dazu habe ich eine Vorrichtung entworfen, die im Folgenden kurz beschrieben werden soll.

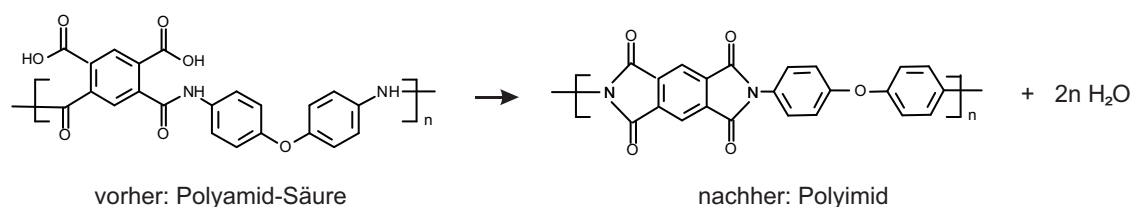


Abbildung 3.2: Ausbacken im Vakuum: Umwandlung der zähflüssigen Polyamid-Säure in Polyimid, ein festes, aber elastisches Material.

3 Vorbereitung des Experiments

Ausheiz-Vorrichtung

Die Ausheiz-Vorrichtung besteht im Wesentlichen aus einer Heizplatte, die in ein Hochvakuum-Gefäß eingebaut ist. Ein Steuergerät kontrolliert die Temperatur und regelt die Heizleistung. Der Strom für das Heizelement, sowie das Signal für den Temperatursensor werden mit einer elektrischen Stromdurchführung in das Vakuum-Gefäßes geleitet.

Heizplatte

Als Heizelement wurde ein Heizdraht vom Typ „Microcoil“ der Firma Friedr. Freck GmbH verwendet. Der Draht ist etwa 1 m lang, ist elektrisch isoliert und hat an den Enden einen Anschluss für 230 V. Mit seiner Heizleistung von 300 W darf er bis 500 °C erhitzt werden. Der Draht wird in gerader Form geliefert (bis auf einen Knick in der Mitte) und kann mit einem minimalen Krümmungsradius von 7 mm in jede beliebige Form gebogen werden. Zur Beheizung einer runden Fläche, sollte eine geeignete flächendeckende Kurve gefunden werden, in der der Draht gebogen werden muss. Eine Lösung des Problems zeigt Abbildung 3.3 rechts. Diese Form wurde mit einem C-Programm berechnet, bei Vorgabe der nötigen Randbedingungen (wie z.B. dem Knick in der Mitte) und der Annahme eines abstoßenden Potentials des Drahtes. In einem gewissen Gleichgewicht ergab sich diese Kurve, die die Bedingungen recht gut erfüllt. Die etwas höhere Dichte am Rand soll die radiale Wärmeabstrahlung ausgleichen. Die Datei mit den aufgelisteten Koordinatenpunkten des Drahtes wurde in den Universitäts-Werkstätten ins Steuerprogramm einer CNC-Fräße geladen. Die Maschine frägte eine Vertiefung entlang der berechneten Kurve in eine 1 cm dicke, runde Kupferscheibe. Der leicht biegsame Heizdraht konnte in die Vertiefung gedrückt und gegen eine Edelstahl-Form gepresst werden, in der die Kupferplatte eingelassen wurde. Die erzeugte Wärme wird fast ausschließlich an die Kupferplatte abgegeben, da Kupfer die Wärme fast 10 mal besser leitet als Edelstahl. Die Kupferplatte in der Edelstahlfassung ist links in Abbildung 3.3 zu sehen.

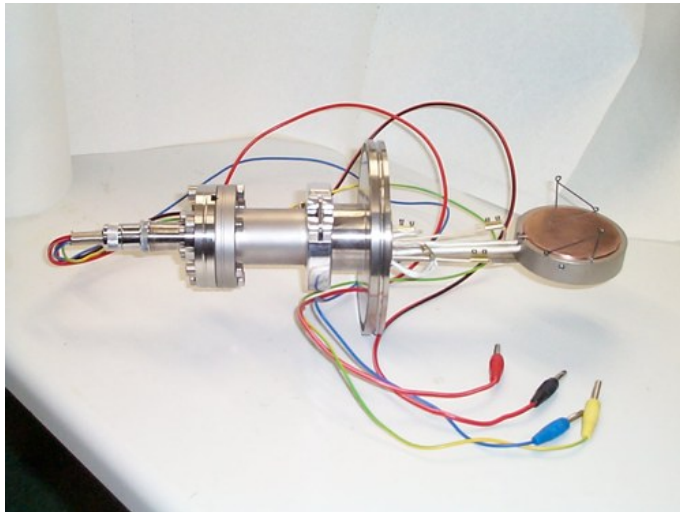
Sensor

Der Sensor, ein Platin-Temperatur-Widerstand vom Typ „M-FK 622“ der Firma Heraeus Sensor-Nite GmbH, hat bei 0 °C einen Widerstand von genau 2000 Ω . Mit steigender Temperatur nimmt der Widerstand linear um 7,7 Ohm pro °C zu. Die Linearität ist bis 500 °C auf 2 °C genau.

Der 1 mm dicke Sensor wurde mittels einer ausgehöhlten Kupferschraube von unten durch die Edelstahlplatte in die Kupferplatte geschraubt.

Steuerung

Die Steuereinheit wurde mit digitaler Elektronik aufgebaut. Ein Mikrokontroller der Serie 68HC11 von Motorola diente als CPU. Es ist ein einzelner Chip, der mit 5 V Versorgungsspannung und einem Schwingkreis (8 MHz-Quarz, ein Widerstand und zwei Kondensatoren) bereits als autonomer Computer funktioniert. Durch die auf dem Chip untergebrachten



Maßstab 1:2

Abbildung 3.3: Links: Heizplatte an den Deckel des Vakuumgefäßes montiert. Rechts: Form des Heizdrahtes unter der Kupferplatte

Einheiten wie Arbeits-Speicher (RAM), Programm-Speicher (EEPROM), Timer-System, diverse Schnittstellen, A/D-Wandler und CPU mit 16-bit Rechenbefehlen, ist er für komplexe Steuerungen sehr gut geeignet und benötigt wenig Peripherie.

Zur Programmierung wird er an die RS232-Schnittstelle eines PCs angeschlossen und der Code übertragen. Programmiert wurde er in Assembler, was jedoch auch in verschiedenen Hochsprachen geschehen kann, mit im Internet frei verfügbaren Compilern. Vorteilhaft an der Assembler-Programmierung von Mikrocontrollern ist die Möglichkeit, ihn als Modellsystem für einen Computer in seinem internen Mechanismus zu jedem Takt-Zyklus in jedem einzelnen Bit völlig durchschauen und kontrollieren zu können, was jedoch für diese nicht Zeit-kritische Steuerungen nicht unbedingt nötig wäre. Allerdings konnte so der etwas knappe Speicherplatz von 2048 Byte passgenau ausgenutzt werden.

Der Controller ist mit verschiedenen Mess- und Steuereinheiten verbunden. Das sind ein LCD-Display zur Textausgabe, zwei Signal-LEDs und Tasten an der Gerätefront, dem Temperatur-Sensor und ein Schaltelement für die Heizleistung.

Das LCD-Display enthält einen Zeichengenerator für ASCII-Zeichen und kann über einen 8-bit-Bus angesprochen werden. Hier wird die Temperatur und die verbleibende Zeit angezeigt. Außerdem können verschiedene Parameter dargestellt und mit den Tasten verändert werden.

Die Temperatur am Sensor wird über einen 12-bit-AD-Wandler-Chip der Firma Burr Brown eingelesen und per seriellen Bus dem Controller zugeführt. Ein wesentlich größeres Schwanken des Messsignals, wie im Datenblatt angegeben wurde, führt zu einem Schwanken der angezeigten Temperatur, beeinträchtigt aber den Regelmechanismus nicht allzu sehr. Ein Operationsverstärker könnte das Problem beheben.

Besonders hilfreich war das Bauteil zum Schalten der 230 V Wechselspannung, ein soge-

3 Vorbereitung des Experiments



Abbildung 3.4: Fertiges Steuergerät und Geräte-Frontplatte (Maßstab 1:2). In den Menüfeldern kann man Parameter verändern (mit + und -), speichern oder den Prozess starten oder stoppen (jeweils mit Taste „S“).

nannter Triac. Triacs sind Halbleiter-Bauelemente von der Größe eines Transistors, die je nach Typ Leistungen bis 6 kW bei 230 V schalten können. Gesteuert wird mit 3 V und einer so geringen Leistung, dass sie von einem Mikrokontroller direkt erbracht werden kann. Zur Sicherheit wurde aber ein Optokoppler dazwischen geschaltet. Ein Triac besteht intern aus zwei Thyristoren (zwei, wegen positiver und negativer Halbwelle der Wechselspannung), ein jeder wiederum aus einem Paar von Thyristor-Dioden, die eine bestimmte nicht-monotone Kennlinie besitzen. Thyristoren werden als Halbleiter-Schalter verwendet, die mit geringer Spannung (ca. 3 V) „gezündet“ werden können. Einmal gezündet bleiben sie leitend (wegen einem lokalen Minimum in der nicht-monotonen Dioden-Kennlinie), solange bis die geschaltene Spannung unter einen kritischen Wert sinkt. Beim Steuern einer Wechselspannung passiert das nach jeder Halbwelle am Nulldurchgang. So kann mit dem Zündsignal die Wechselspannung praktisch beliebig an- und ausgeschalten werden.¹

Zur Steuerung von Leistungen mit Triacs wird üblicherweise eine „Phasen-Anschitts-Steuerung“ verwendet (wie in Dimmern am Lichtschalter). Hier reicht es jedoch aus, mit kurzen und langen Pulsen im 500 ms-Takt die mittlere Leistung zu regeln. Das hat zudem den Vorteil, dass in den Pausen der Heizimpulse Zeit bleibt, den Temperatursensor störungsfrei auszulesen.

Die Platine wurde mit der Platinen-Layout-Software „Eagle“ angefertigt, die vom Hersteller an Studenten kostenlos zur Verfügung gestellt wird.

Abbildung 3.4 zeigt das fertige Steuergerät und die Frontplatte. Über das Display und die Bedientasten können verschiedene Parameter eingestellt werden, wie Soll-Temperatur, Heizdauer, die Regelungsparameter der PI-Regelung, außerdem die Halbwerts-Integrationszeit und eine Maximal-Leistung. Alle Parameter können im EEPROM permanent gespeichert werden. So muss nach Einbau der Bronzescheibe ins Vakuum das Gerät nur gestartet werden, um den Ausback-Prozess des Polyamids automatisch durchzuführen.

¹Informationen und Anwendungsbeispiele zu Triacs siehe [24]

3.2.4 Aufbringen des Elektronenstrahlackes

Sowie die Polyimid-Schicht werden auch die Elektronenstrahl-empfindlichen Lackschichten mit der Lackschleuder aufgebracht. Unten liegt eine 540 nm Schicht aus MMA-MAA und darüber eine 160 nm-Schicht aus PMMA. Die Parameter beim Schleudern und Ausbacken können Tabelle 3.2 auf Seite 34 entnommen werden. Beide Materialien sind Polymere, die zunächst in Lösung aufgebracht werden, MMA-MAA zu 11 % in Ethylacetat und PMMA zu 4 % in Anisol. Beim Ausbacken bei 170 °C verdunstet das Lösungsmittel, und das Polymer erstarrt zu einem amorphen, glasigen Kunststoff. PMMA² ist ein Homopolymer, das aus dem einen Baustein Methyl Methacrylat (MMA) zusammengesetzt ist. In chemischer Nomenklatur: „Poly(Methyl Methacrylat)“. Im Copolymer MMA-MAA kommt als zweiter Baustein Methacryl-Säure (MAA) hinzu, was „Poly(Methyl Methacrylat-co-Methacryl-Säure)“ ergibt. Die beiden Bausteine sind im Polymer zufällig angeordnet und werden zur Herstellung des Copolymers in unterschiedlichen Verhältnissen gemischt. Abbildung 3.5 zeigt die Strukturformel der beiden Polymere.³

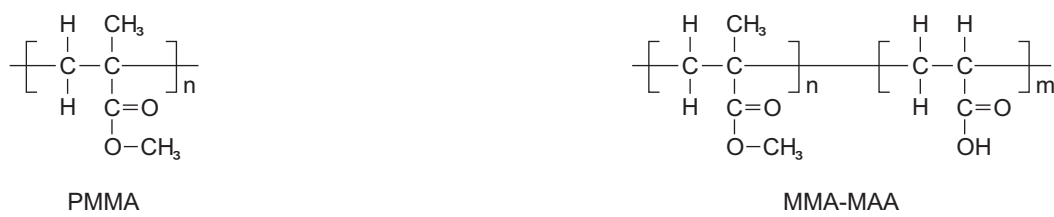


Abbildung 3.5: Elektronenlack-Polymere: PMMA = Poly(Methyl Methacrylat) und MMA-MAA = Poly(Methyl Methacrylat-co-Methacryl-Säure)

Beim Belichten mit dem Elektronenstrahl werden die Polymerketten aufgebrochen. Zum Brechen der C-C Bindung wird eine Energie von 5 eV benötigt [20]. Diese wird von den 30 keV schnellen Elektronen erbracht. Nach einer gewissen Strahlungs-dosis können die gekürzten Polymere von einem Entwickler gelöst werden. Bei sehr langkettigen PMMA-Polymeren (hier wurden Polymere mit 950 kg/mol verwendet, mit ca. 9500 Kettengliedern) ist die erzielte Auflösung sehr hoch. PMMA wird daher als obere Schicht für scharfe Kanten verwendet. MMA-MAA reagiert empfindlicher und dient nur als Pufferschicht, gewissermaßen als Abstandhalter zur oberen Schicht. Sie sollte etwas weiter ausgewaschen werden als die obere, so dass ein Überhang des oberen Lackes entsteht, der beim Bedampfen einen scharfen „Schatten“ auf den Substratboden wirft. Der Schatten verliert, wegen der Aberration des Metaldampfes, bei zu großen Pufferschichten an Schärfe. Als Faustformel wird das vierfache der Dicke der Metallschicht als Dicke der Pufferschicht gewählt. So kann die Metallschicht ohne Berührung zum Lack, scharfkantig und frei nach oben wachsen.

Ist die Bronzescheibe fertig belackt und der Lack ausgehärtet, werden daraus kleine

²PMMA ist auch bekannt als „Acrylglas“ (oder als „Plexiglas ®“ der Firma Röhm GmbH & Co. KG).

³Nachschlagewerk zu Polymeren im Internet siehe [23]

3 Vorbereitung des Experiments

Proben-Stücke geschnitten. Der Probenhalter mit Biegevorrichtung im Kryostaten verlangt Proben von $18 \times 3 \text{ mm}^2$ Größe. Mit einem speziell dafür angefertigten Schneidegerät, dessen Messer fast parallel zur Schneidekante liegt, können daraus kleine Stücke geschnitten werden, ohne sie dabei wesentlich zu verbiegen. Eine Bronzescheibe ergibt etwa 30 solcher Proben-Plättchen, die dann belichten werden können.

3.2.5 Das Raster-Elektronen-Mikroskop

Das Raster-Elektronen-Mikroskop (REM) eignet sich gleichermaßen zur lithographischen Herstellung von Mikro- und Nanostrukturen, als auch zu deren Betrachtung in hoher Auflösung. Das zu Grunde liegende Prinzip ähnelt dem des Röhrenbildschirms, bei dem ein Elektronenstrahl sequentiell in einer bestimmten Kurve die relevante Fläche abfährt. Während beim Bildschirm die Fluoreszenzscheibe zum Leuchten angeregt wird, wird im REM der angesteuerte Flächenpunkt, je nach seiner Beschaffenheit mehr oder weniger stark, gestreute und sekundäre Elektronen zurückwerfen. Diese können mit einem einzigen Sensor detektiert werden. Das detektierte sequentielle Signal wird, auf die gleiche Weise wie beim Abrastern, am Computer-Bildschirm in entsprechenden Grauwerten wieder zu einem Bild zusammengesetzt.

Die Auflösung der Mikroskopie und auch Lithographie steht und fällt mit der Größe des Elektronenstrahls am Auftreffpunkt (dem „Spot“). Erzeugt wird der Strahl mit einer Glühkathode, in unserem Fall mit einem spitzen Lanthanhexaborid-Kristall (LaB_6), der thermisch angeregte Elektronen emittiert. Eine Anode (mit Loch) beschleunigt die Elektronen mit bis zu 30 kV. Ein negativ geladener Wehnelt-Zylinder sorgt für die Bündelung des Strahls. Dieser erreicht einen Brenn- bzw. Kreuzungspunkt (cross-over), der nicht im mathematischen Sinne punktförmig ist, sondern in etwa die Form der emittierenden Kristallspitze ($\varnothing 16 \mu\text{m}$) wiedergibt. Nach diesem Brennpunkt weitet sich der Strahl wieder auf und kann mit elektromagnetischen Feldern von Spulen, ähnlich wie bei Linsen in optischen Mikroskopen, erneut fokussiert werden, so dass ein genaues (aber verkleinertes) Abbild des cross-over-Punktes weiter unten entsteht. Durch ein dreistufiges Linsensystem wird dieser Punkt 5000 mal verkleinert auf der Oberfläche der Probe abgebildet. Hier hat der Strahl einen minimalen Durchmesser von etwa 2 nm (als Minimalwert, nach dem Referenz-Handbuch des verwendeten Mikroskops, dem Typ XL30 der Firma FEI/Philips). Durch die feste Verkleinerung hängt die Qualität des Spots auf der Probenoberfläche nur noch von der Form und Größe des ersten cross-over-Punktes ab, sowie von den Einstellungen der Fokussierungs- und Stigmatorlinsen. Letztere beiden Einstellungen erlauben die Höhe des Fokuspunktes auf der Probe zu variieren bzw. den Spot in zwei senkrechten Richtungen getrennt zu verzerren, um ovale Spots zu korrigieren.

Das hier verwendete Mikroskop stellt eine Funktion bereit, um den ersten cross-over-Punkt im Querschnitt abzubilden. Abbildung 3.6 zeigt einen solchen Querschnitt. Die vierzählige Symetrie ist der pyramiden-förmigen Spitze des Kathoden-Kristalls zuzuschreiben. Der mittlere Punkt ist in der Intensität wesentlich höher (weiß übersteuerter Bereich im Bild), so dass die vier Ausläufer die Bildqualität nicht beeinträchtigen. Mit einer vorhandenen Lochblende können diese weitgehend ausgeblendet werden. Der Querschnitt

kann durch unterschiedliche Heizströme des Kathoden-Filaments verändert werden. Im übersättigten Bereich zeigt das Bild eine große sternförmige Form. Bei zu kleinem Strom wirkt der Punkt stumpf und ebenfalls größer. Bei der richtigen Wahl der Stromes sieht man beim Verändern von Kontrast und Helligkeit, dass die Intensität in einem kleinen Bereich der Mitte sehr hoch ist, und nach außen schnell abfällt. Bei der Verwendung des Mikroskops muss dieser Parameter als erstes eingestellt werden, bevor fokussiert und entzerrt werden kann.⁴

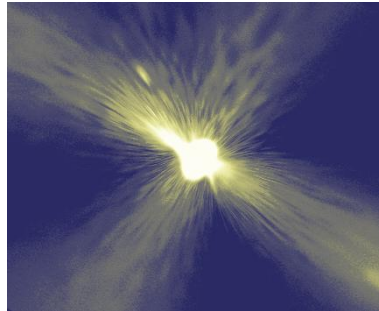


Abbildung 3.6: *Querschnitt des Elektronenstrahls am ersten cross-over-Punkt*

Der Elektronenstrahl, der nun mit scharfem Fokus auf die Probe fällt, wird von zwei Kondensatorplatten-Paaren in x und y -Richtung abgelenkt, in einer derartigen Weise, dass eine zeilenweise Rasterbewegung zustande kommt. Die frei wählbare Größe der Rasterbewegung bestimmt die Vergrößerung der Abbildung.

Der Detektor, ein Szintillations-Kristall mit Photomultiplier, saugt die auf der Probenoberfläche entstandenen Sekundärelektronen mit 300 Volt an, um die Oberflächenbeschaffenheit zu messen. Die Saugspannung kann variiert und auch umgekehrt werden (bis -150 V), um z.B. nur schnelle Streuelektronen zu detektieren, was den Eindruck eines Licht-Schatten-Bildes ergibt, das jedoch wegen geringerer Intensität verrauschter ist.

Der Winkel des Detektors (hier 70° zur Proben-Normalen) gibt nicht den Blickwinkel zur Probe an, wie man leicht vermuten könnte, sondern die Richtung der (scheinbaren) Lichtquelle. Die tatsächliche Blickrichtung liegt parallel zum einfallenden Elektronenstrahl. Entscheidend für den Eindruck der Blickrichtung ist nämlich allein die Lage der Ebene des sich bewegenden Fokuspunktes. Hat der Detektor freie Sicht auf einen gerade angestrahlten Punkt, so wirkt dieser hell, andernfalls dunkel, was im Bild den Eindruck von Licht und Schatten vermittelt. Der Detektor wirkt also gewissermaßen als Lichtquelle.

Alle Einstellungen des Mikroskops können per Steuer-Software kontrolliert werden. Verfahren des Proben-Tisches (x, y und z -Richtung, sowie Rotation um die z -Achse), Fokussieren und Entzerren kann auf einfache Weise per Maus gesteuert werden, Zoomen durch Drücken der Tasten $+$ und $-$ auf der Tastatur. Im Lithographie-Betrieb übernimmt ein

⁴Weitere Informationen zur Auflösungs-Begrenzung, sowie eine genaue Beschreibung des Linsensystems, findet man in der Diplomarbeit [20] von V. KUNEJ

3 Vorbereitung des Experiments

zweiter Rechner die Steuerung des Mikroskops, wo weitere Einstellungen vorzunehmen sind (siehe Abschnitt 3.2.7).

3.2.6 Design der Struktur

Die zu belichtende Struktur wurde mit der Lithographie-Software „Elphy Quantum“ der Firma Raith am Computer entworfen. Mit derselben Software wird das Mikroskop gesteuert, um die Struktur auf die Probe zu belichten. Gezeichnet wird auf einer CAD-Oberfläche mittels bereitgestellten Funktionen zum Erzeugen von geometrischen Elementen wie z.B. Linien, Rechtecken, Kreisen, beliebigen Polygonen und Kurven oder Buchstaben und Zahlen.

Beim Design der Strukturen ist zu beachten, dass ein sogenannter Proximity-Effekt auftritt, der eine Belichtung der Umgebung von einer tatsächlich bestrahlten Flächen verursacht. Der Grund sind die nach dem Auftreffen streuenden Elektronen und Sekundärelektronen im Lack. Die Reichweite der Streuung liegt nach [20] typischerweise bei 2 μm . Etwas variiert der Effekt je nach Lackdicke und der Reflektivität des Grundsubstrates, da besonders die reflektierten Elektronen den Effekt verursachen.

Die Korrektur des Proximity-Effektes muss in der Struktur durch anpassen der Belichtungszeiten berücksichtigt werden. Daher kann bei der verwendeten Software zu jedem einzelnen geometrischen Element ein Belichtungs-Korrektur-Faktor angegeben werden. In dieser Struktur wurde die 100 nm schmale Sollbruchstelle mit 120 % und die großflächigen Zuleitungen mit 88 % belichtet, die übrigen Bereiche mit 100 % der Dosis.

Das gesamte Design der Probe ist in Abbildung 3.8 dargestellt. Die beiden quadratischen Flächen links und rechts (Kontakt-Pads) dienen zur elektrischen Kontaktierung der Leiterbahn mit Leitsilber und Kontaktstiften. Dazwischen verläuft die Leiterbahn, in der Mitte liegt die Sollbruchstelle. Die senkrechten Linien können mit bloßem Auge noch erkannt werden und helfen die Bruchstelle am Stempel zu zentrieren. Abbildung 3.7 zeigt die Position der Struktur auf der Probe. In Abbildung 3.9 ist der Bereich um die Sollbruchstelle herum vergrößert dargestellt. Hier wurde eine Belichtungsskala hinzugefügt, die die Sollbruchstelle in verschiedenen Belichtungsstärken zeigt. Die ganz links liegende Sollbruchstelle hat einen Belichtungsfaktor von $3/4$, die ganz rechte den Faktor $4/3$. Von links nach rechts

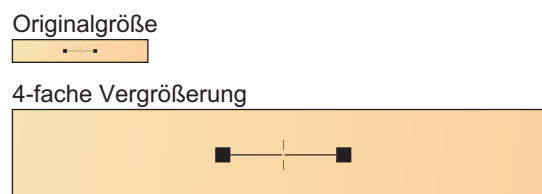


Abbildung 3.7: Das $18 \times 3 \text{ mm}^2$ große Bronze-Plättchen mit der Metallstruktur. Zwischen den Mittelpunkten der Kontakt-Flächen liegen 4 mm.

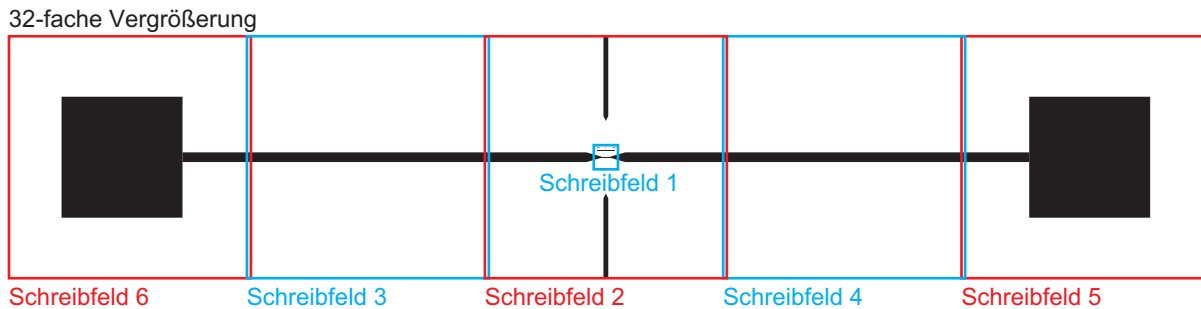


Abbildung 3.8: Die zu belichtende Struktur als Ganzes mit den markierten einzelnen Belichtungsschritten. Für die Zuleitungen werden möglichst große Schreibleiterfelder gewählt, für die innere Struktur ein kleines aber hochauflösendes Feld.

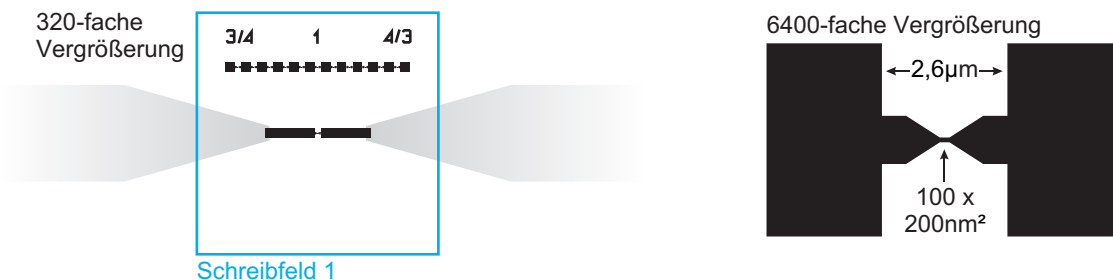


Abbildung 3.9: Links: Vergrößerung des 1. Schreibleiterfeldes ($100 \times 100 \mu\text{m}^2$). Das Design enthält eine Skala aus Bruchkontakten mit unterschiedlichen Belichtungszeiten. Rechts: weiter vergrößerter Ausschnitt mit der 100 nm breiten Sollbruchstelle.

nimmt die Belichtungszeit um jeweils den Faktor $(4/3)^{1/5} \approx 1,06$ zu. In der Mitte, beim 5. Bruch ergibt sich so der Faktor 1. Drei der Faktoren werden zur Erinnerung als Zahlen mitbelichtet. Diese Skala dient dazu, bei etwas zu dünn bzw. zu dick geratenen Brücken einen Vergleich zu haben, was höhere bzw. niedrigere Belichtungszeiten bewirkt hätten, um etwa die Größe der notwendigen Belichtungskorrektur abschätzen zu können. Leider ist die mittlere und die eigentliche Bruchstelle trotz gleicher Belichtungszeit nicht völlig identisch. Durch die etwas andere Geometrie der Umgebung wirkt der Proximity-Effekt in der Skala offenbar etwas schwächer und lässt die Bruchstellen etwas schmaler erscheinen. Dennoch ist der Vergleich mit verschiedenen Belichtungszeiten sehr nützlich.

Die in **Abbildung 3.8** markierten Felder zeigen eine Unterteilung in 7 Belichtungsschritte (Schreibleiterfelder). Die Struktur ist größer als das größte Feld, das vom Mikroskop in einem Schritt belichtet werden kann. Zwischen den Schreibleitervorgängen der Felder 2 bis 6 (Größe $1 \times 1 \text{mm}^2$) wird daher der Probenstisch verfahren. Dieser kann auf etwa $1 \mu\text{m}$ genau positioniert werden. Die benachbarten Felder lässt man deshalb um je $2 \mu\text{m}$ überlappen (in der

3 Vorbereitung des Experiments

Abbildung übertrieben dargestellt) um einen Kontakt sicher zu stellen. Das Schreibfeld 1 der Größe $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ (siehe Abbildungen 3.8 bzw. 3.9) enthält den Teil der Struktur, der die höchste Auflösung erfordert. Die Positionier-Genauigkeit des Elektronenstrahls ist relativ zur Schreibfeldgröße konstant und wird bei kleineren Feldern proportional höher. Abbildung 3.9 links zeigt ebenfalls eine Überlappung der Struktur des 2. Schreibfeldes (grau) mit der Struktur des hochauflösenden 1. Feldes (schwarz).

3.2.7 Belichten und Entwickeln

Die Belichtung der Struktur verläuft sequentiell gerastert, wie beim Aufnehmen von Bildern. Der Elektronenstrahl muss dabei genau die gezeichneten Flächen abfahren und mit der richtigen Zeit belichten. Den genauen (mäanderartigen) Pfad und die nötige Geschwindigkeit berechnet die Lithographiesoftware. Sind Sprünge von einem zum anderen Flächenelement notwendig, wird der Strahl von einem schnellen elektrostatischen „Beam-blanker“ aus- und wieder eingeblendet.

Der Strahl kann durch die digitale Steuerung bedingt, nur diskrete Positionen anfahren. In beiden Koordinatenrichtungen sind das 2^{16} Punkte. Für das $2^{16} \times 2^{16}$ Pixel große Schreibfeld kann eine Größe von $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ bis $1200 \times 1200 \mu\text{m}^2$ gewählt werden, was die Punktedichte und damit die Auflösung verändert. Das Programm berechnet aus der Schreibfeldfläche A , dem Proximity-Korrektur-Faktor f_i des aktuellen geometrischen Elements i , der Flächen-Belichtungs-Dosis D ($[D] = \text{As}/\text{m}^2$) des verwendeten Lackes und dem Strom des Elektronenstrahls I die Verweildauer Δt des Strahls an einem Pixel:

$$\Delta t = f_i \frac{AD}{2^{16} \cdot 2^{16} I}$$

Bei großen Schreibfeldflächen (A) sollte der Strom des Elektronenstrahls (I) entsprechend hochgesetzt werden, um die Dauer des Belichtungsvorganges insgesamt klein zu halten, und um mit der resultierenden Strahlverbreiterung die ausgedünnte Punktedichte auszugleichen.

Um die Struktur an der richtigen Stelle der Probe zu positionieren, wird ein Koordinatensystem im Lithographie-Programm gewählt, das sich an den Eckpunkten der Probe orientiert. Die Probe wird mechanisch zurechtgedreht, um zu verhindern, dass das Koordinatensystem gegenüber der Raster-Richtung schräg liegt. Andernfalls müsste das Programm horizontale und vertikale Kanten mit Stufen approximieren. Der Ursprung des Koordinatensystems wird ins Zentrum der Probe gelegt. Die Struktur hat ebenfalls den Ursprung in der Mitte beim Bruchkontakt, so dass dieser dort zu liegen kommt, wo später der Stempel beim Biegen den stärksten Krümmungsradius verursacht.

Bevor belichtet wird, muss der Strahl auf der Lackoberfläche fokussiert werden. Dabei ergibt sich jedoch die Schwierigkeit, dass der Lack ankommende Elektronen sehr gut absorbiert, und somit als schwarze Fläche erscheint. Außerdem ist er glatt und weist keinerlei Muster auf, die ein Fokussieren ermöglichen würden. Man bedient sich daher eines Tricks. Wird der Lack an einer festen Stelle 10 Sekunden lang bestrahlt, scheidet sich aus dem Restgas Kohlenstoff auf der Oberfläche ab und bildet einen Stalagmiten („Dot“) mit

scharfem, kontrastreichem Rand. Dieser eignet sich sehr gut, um daran zu fokussieren. Abbildung 3.10 links zeigt einen solchen Dot. Um einen Dot setzen zu können, muss der Strahl schon einigermaßen fokussiert sein, da sonst kein sichtbarer Rand entsteht. Man beginnt daher am Rand der Probe, wo beim Schneiden Wellen in Lack entstanden sind, stellt daran scharf, und setzt den ersten Dot in einer bestimmten Distanz, zu der der Höhenunterschied durch eventuelle Unebenheiten noch klein genug ist. Hier fokussiert man erneut und setzt den nächsten Dot usw. bis man nah an der zukünftigen Struktur ankommt. Bei den verwendeten Proben erwies es sich als günstig, zwei Dots in den Distanzen 1 mm und 1,45 mm vom Rand zu setzen, während die zu belichtende Struktur bei 1,5 mm beginnt. Die verbleibende Distanz von 50 μm ist ausreichend, um den richtigen Fokus zu treffen, ohne dabei den Lack an der Struktur zu belichten.

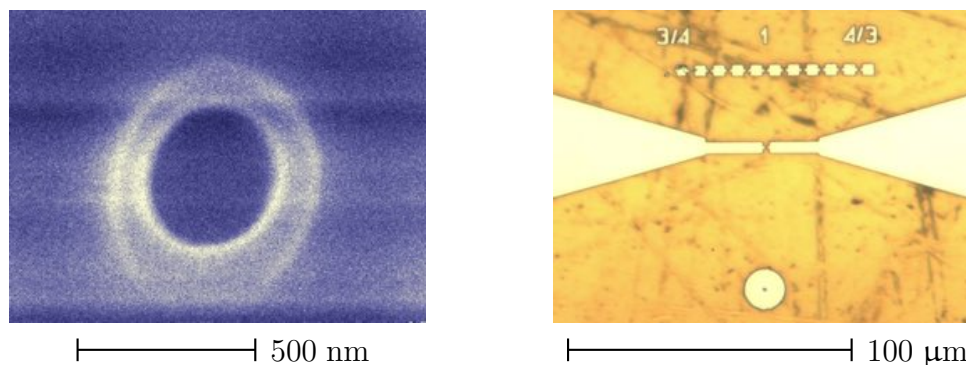


Abbildung 3.10: Links: Durch den Elektronenstrahl entstandener Fleck, nachdem die Stelle im Lack 10 Sekunden lang bestrahlt wurde. Der scharfe Rand eignet sich äußerst gut, um den Elektronenstrahl daran zu fokussieren. Rechts: resultierender kreisförmig belichteter Bereich in der späteren Struktur.

Dies kann abgeschätzt werden. In Abbildung 3.10 rechts ist anhand der Skala zu erkennen, dass $3/4$ der Belichtungszeit etwa die Grenze der Belichtung bis zum Grund des Lackes bildet. Der Dot und der beim Fokussieren beleuchtete rechteckige Bereich von 1 μm Breite, 50 μm unterhalb der Bruchstelle, belichtet einen kreisförmigen Bereich mit Radius 7 μm . Im Abstand 7 μm vom Kreiszentrum fällt also die Belichtungs-dosis auf $3/4$ ab. Mit dem $1/r^2$ Gesetz wäre dann allein durch die geometrisch ausgedünnte Elektronen-Strom-Dichte bei 50 μm (an der Sollbruchstelle) die Dosis auf mindestens 1,5% abgeklungen. Da die Elektronen aber zusätzlich gebremst werden mit einer Streureichweite von 2 μm (ab einer 100%-Dosis-Kante), ist der Einfluss vernachlässigbar.

Unebenheiten auf Distanzen von 50 μm zeigen, wie in Abschnitt 3.2.2 gezeigt wurde, meist Schwankungen bis 200 nm, ab und zu bis 500 nm. Die Tiefenschärfe des Elektronenstrahls von 800 nm ist ausreichend hoch. Diese grobe Abschätzung kann mit Abbildung 3.15 (Seite 33) vorgenommen werden. Diese zeigt den Blick auf eine 70° -schräge Fläche mit 100 nm-Körnung. Die Auflösungsgrenze der Körnung ist nach dieser Abbildung nach etwa 1,5 μm vom schärfsten Zentrum entfernt. Durch die schräge Blick-Richtung sind das

3 Vorbereitung des Experiments

$\tan(70^\circ) \cdot 1,5 \mu\text{m}$ für 100 nm. Soll die Auflösung z.B. 10 nm betragen, wäre linear gerechnet die Auflösungsgrenze bei 400 nm erreicht. Der scharfe Bereich von 800 nm sollte die Höhenschwankungen umschließen, was nach dieser Abschätzung erfüllt ist.

Damit die Belichtungsparameter berechnet werden können, muss der Strom des Elektronenstrahls bestimmt werden. Dazu wird der Strahl in einen Hohlraum gestrahlt, von dem aus der gesamte Strom einem Ampèremeter zugeführt wird. Nach Eingabe des Stroms (ca. 2 bis 10 pA) und nach Wahl der Belichtungs-dosis ($300 \mu\text{As}/\text{cm}^2$) wird das Schreibfeld 1 mit 30 kV belichtet. Bei den großen Schreibfeldern (100 mal größere Flächen) wird der Strom des Strahls auf das etwa 200-fache gesetzt, um die Belichtungszeit unter einer halben Stunde zu halten. Bei der Belichtung wurde darauf geachtet, dass die kritischen Stellen zuerst belichtet werden, da sich der Strom des Strahls im Laufe des Belichtungsvorganges verändern kann.

Die belichtete Probe wird zunächst 20 Sekunden in einer Mischung von MIBK (Isobuty-methylketon) und IPA (Isopropanol) im Verhältnis 1:3 entwickelt. Hierbei werden die vom Elektronenstrahl in Stücke gebrochenen langkettigen Moleküle des PMMA vom Entwickler gelöst. IPA verlangsamt die Entwicklung und liefert so in dieser Konzentration die höchste Auflösung. Reines IPA stoppt die Entwicklung des PMMA, entwickelt aber die untere, empfindlichere Lackschicht (aus MMA-MAA). So wird diese etwas weiter in die nicht explizit belichteten Stellen hinein gelöst, um den Unterschnitt zu erzeugen. Gestoppt wird der Entwicklungsprozess durch Abblasen der Probe mit Stickstoff. Abbildung 3.11 zeigt das Ergebnis nach dem Entwickeln in einer Lichtmikroskop-Aufnahme⁵.

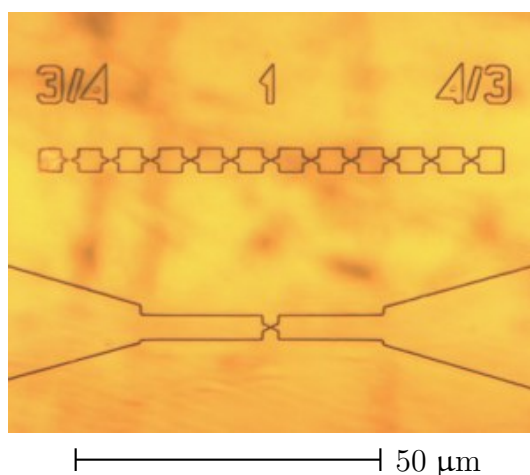


Abbildung 3.11: Fertige Bedampfungsmaske nach dem Entwickeln.

⁵Abgebildet ist die Probe „S19“. Sie ist eine der beiden Proben an denen die Messungen durchgeführt wurden. Sie wird daher in allen folgenden Abbildungen im Werdegang gezeigt.

3.2.8 Bedampfen mit Metall

In einer Verdampfungsanlage wird Aluminium auf die Lackmaske aufgedampft. Das Verfahren nennt sich MBE (molecular beam epitaxy) und ist der verwendeten Anlage in zwei Varianten möglich.

In der ersten Variante wird im Hochvakuum Aluminium im Schmelztiegel mit einem Elektronenstrahl erhitzt, zum Schmelzen gebracht und an der Stelle, an der der Strahl auftrifft, verdampft. Das heiße Aluminium-Gas expandiert mit hoher Geschwindigkeit ins Vakuum und trifft auf die Probe, die weiter oben befestigt ist. Dort kondensiert und erstarrt der Dampf und lässt auf diese Weise eine Schicht wachsen.

Für die zweite Variante existiert ein weiterer Tiegel, der mit elektrischem Strom geheizt wird und so das darin enthaltene Aluminium thermisch zum Verdampfen bringt. In diesem Verfahren kommt der Dampf-Strahl nicht aus einer punktförmigen Quelle, sondern von einer etwas breiteren Fläche. Es ergibt sich eine gleichmäßigere, weniger körnige Oberfläche der Schicht, jedoch unschärfere Kanten.

In dieser Arbeit wurde das erste Verfahren verwendet. Aufgedampft wurden 130 nm Aluminium innerhalb von 35 Minuten. Die Reinheit des verwendeten Aluminiums lag bei 99,999% und das Vakuum vor dem Verdampfen im Bereich von 10^{-8} mbar. Es kann also mit einer hohen Reinheit der Schicht gerechnet werden (zumindest in deren Inneren). Die Reinheit könnte mit Hilfe der Sprungtemperatur der Supraleitung überprüft werden. Diese steigt bei Verunreinigungen etwas an. Sie konnte bisher jedoch mangels Sensor an der Probe noch nicht überprüft werden.

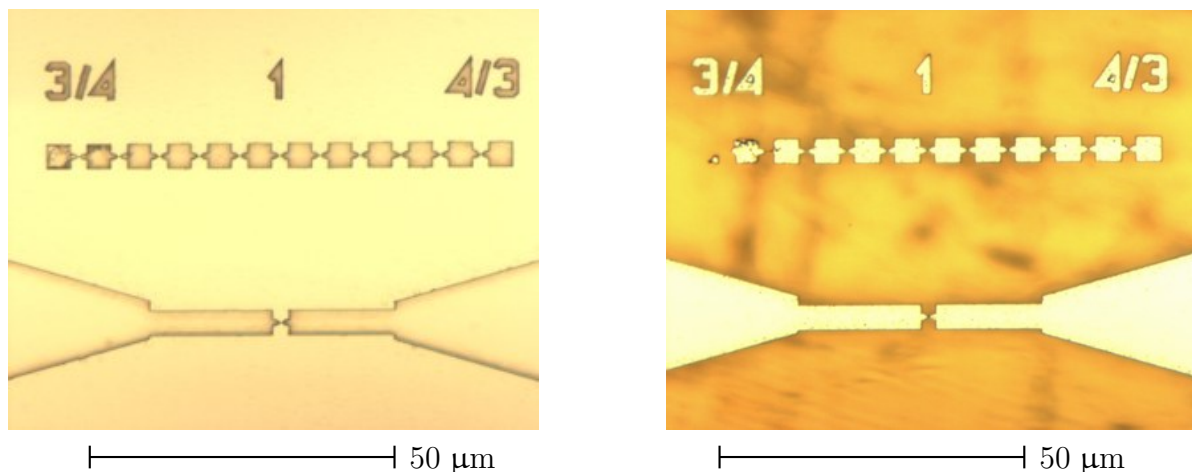


Abbildung 3.12: Struktur nach dem Bedampfen mit Aluminium und nach dem „Lift-Off“ der ungewünschten Aluminium-Fläche

Abbildung 3.12 zeigt links eine Lichtmikroskop-Aufnahme der bedampften Lackmaske aus Abbildung 3.11. Im folgenden Schritt wird das ungewollte Aluminium entfernt („Lift-Off“). Dies geschieht mit Aceton⁶, einem für Lacke geeigneten Lösungsmittel. Das Ergebnis

⁶bekannt als „Nagellack-Entferner“

3 Vorbereitung des Experiments

ist rechts in der Abbildung 3.12 zu sehen. Durch den Unterschnitt des Lackprofils ist die Aluminium-Schicht auf dem Lack vertikal getrennt von der im belichteten Teil. Dazwischen liegen noch 500 nm Platz, wo das Aceton die Lackschicht unter dem Aluminium lösen kann. Nach einigen Minuten löst sich die gesamte Fläche ab und übrig bleibt die eigentliche Aluminium-Struktur. Die gesamte Struktur ist nochmals in Abbildung 3.13 zu sehen und eine Vergrößerung um die Sollbruchstelle in 3.14. Hier wird die körnige Oberfläche des Aluminiums deutlich. Außerdem erkennt man die 100 nm-Engstelle, die hier ca. 150 nm, also etwas zu breit ist.

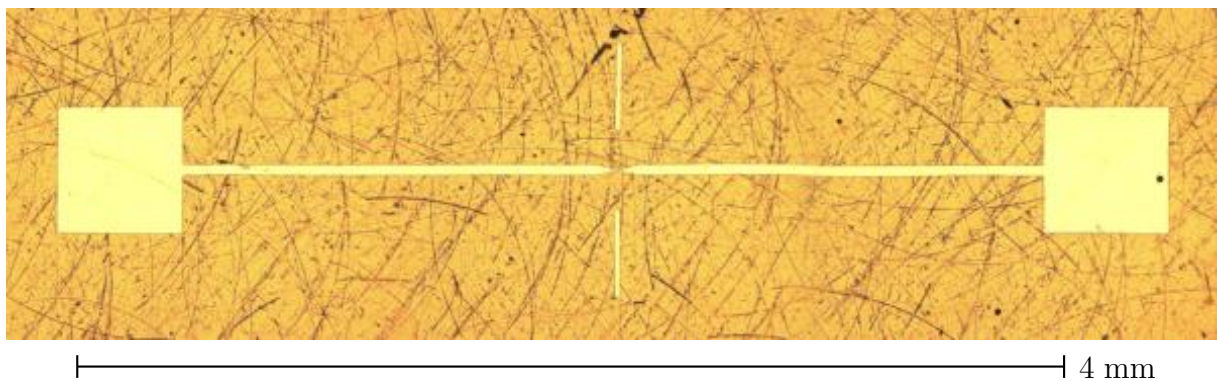


Abbildung 3.13: Die fertige Aluminium-Struktur als ganzes

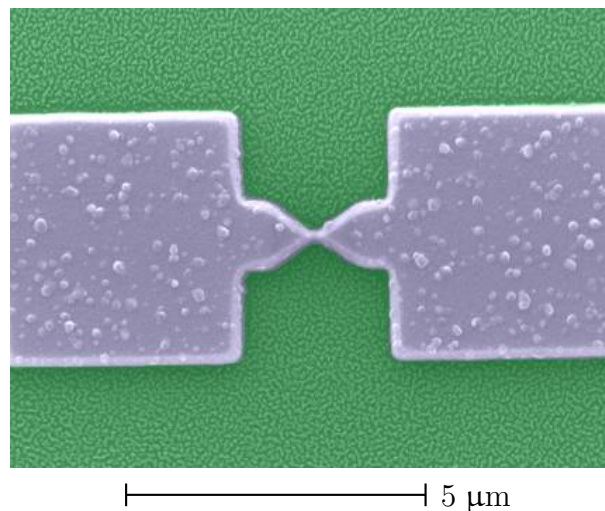


Abbildung 3.14: Sollbruchstelle nach Fertigstellung. REM-Aufnahme in falsch-Farben, Teil aus der Belichtungsskala

3.2.9 Reaktives Ionen-Ätzen

Nach Fertigstellung der Struktur soll aus der Sollbruchstelle eine freitragende Brücke werden. Dies erreicht man durch isotropes Ätzen der Polyimid-Schicht. Die Metallstruktur wird dabei auch seitlich unterätzt. Nur an der Sollbruchstelle ist die Leiterbahn so schmal, dass dort die Bahn von beiden Seiten untergraben wird, was zu einer freitragenden Brücke führt.

Für isotropes Ätzen eignet sich ein reaktive-Ionen-Plasma. Dieses ist anderen (z.B. nass-chemischen) Ätzverfahren vorzuziehen, da es mit einfacheren Reaktanden, wie z.B. reinem Sauerstoff auskommt, was unbekannte chemische Verunreinigungen ausschließt.

Die Ätzanlage besteht aus einer Hochvakuum-Kammer, in die die Probe gelegt und das Prozessgas in bestimmtem Druck eingelassen wird (1 mbar). Eine Mikrowellenstrahlung von 50 Watt Leistung ionisiert die Sauerstoff-Atome, die dann als freie Radikale auf die Probe treffen, Atome herauslösen, und an sich binden. Durch die Pumpen wird das so abgetragene Material abgeleitet.

Das Aluminium wird bei dem Prozess nicht sichtbar angeätzt. Die möglicherweise etwas wachsende Oxidschicht bleibt aber noch klein gegenüber der 100 nm Engstelle.

Abbildung 3.15 zeigt das Ergebnis nach 17 minütigem Ätzen, nach Abtragen von ca. 340 nm Polyimid (REM-Aufnahme in Falsch-Farben, nach dem Experiment aufgenommen).

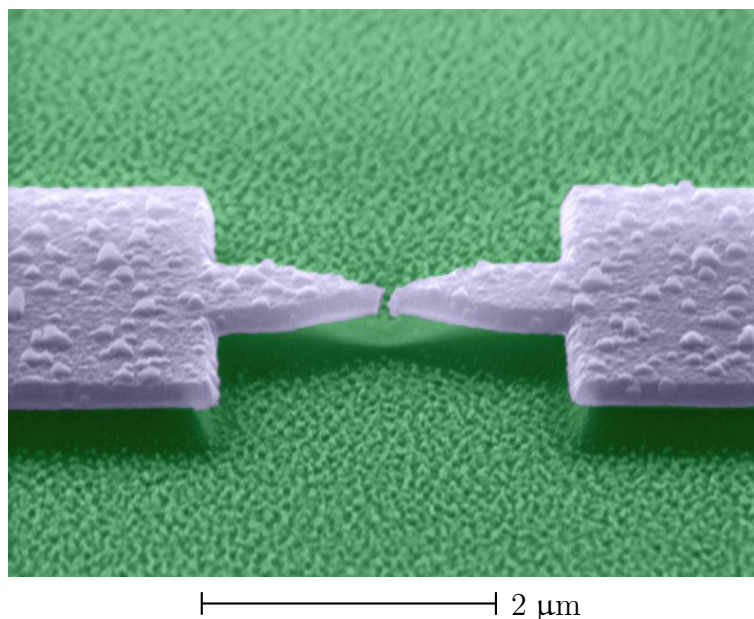


Abbildung 3.15: Bereits gebrochene freitragende Brücke, nach der Durchführung des Experiments

Zum Schluss werden in Tabelle 3.2 nochmals alle verwendeten Parameter für die Herstellung der Proben zusammengefasst.

3 Vorbereitung des Experiments

Prozessschritt	Gerät	Parameter und Daten
Bronzesubstrat schneiden	Metall-Drehbank	runde Scheiben: \varnothing 5,5 cm aus 300 μm Bronzeblech
Polieren	Bohrmaschine mit Polieraufsatz	Kontrolle durch Augenmaß
Trocknen	Heizplatte	1 min bei 100 °C
Polyamid aufbringen	Streifen aus Alufolie	Polyamid-Säure „Durimide 115 A“ etwas verstreichen
Schleudern	Lackschleuder	30 s bei 300 U/Min, beschleunigt in 3 s 90 s bei 5000 U/Min, beschleunigt in 3 s
Vorbacken	Labor-Ofen	5 Min. bei 130 °C
Ausbacken	Vakuum-Heizplatte	30 min bei 400 °C (\rightarrow Polyimid)
Trocknen	Heizplatte	1 min bei 100 °C
Lackschicht: MMA-MAA	Lackschleuder	4,5 s bei 400 U/Min, beschleunigt in 3 s 90 s bei 2500 U/Min, beschleunigt in 3 s
Zwischenbacken	Heizplatte	5 min bei 100 °C
Lackschicht: PMMA	Lackschleuder	4,5 s bei 400 U/Min, beschleunigt in 3 s 60 s bei 5000 U/Min, beschleunigt in 3 s
Ausbacken	Labor-Ofen	30 min bei 170 °C
Zerteilen	spezielles Schneidegerät	18 \times 3 mm ² große Stücke
Belichten	Raster-Elektronen-Mikroskop	30 kV, Belichtungs-dosis 300 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$, große Flächen mit 88 %, Bruchstelle mit 120 %
Entwickeln	in 1:3 MIBK:IPA	20 Sekunden
	in Isopropanol	2 Minuten (anschließend mit Stickstoff abblasen)
Bedampfen	Elektronenstrahl-MBE	130 nm Aluminium, in ca. 35 Minuten, bei einer Stromstärke von 168 mA
Ätzen	Reaktive-Ionen-Ätzanlage	17 (in Zukunft 25) Minuten im Sauerstoffplasma (1 mbar, 50 Watt)
Kontaktsilber aufbringen	Mikroskop, hölzerner Zahnstocher	1-2 mm große Leitsilber-Kleckse auf beide Kontaktflächen. Trocknungszeit: 25 Minuten

Tabelle 3.2: Zusammenfassung der Prozessschritte bei der Probenherstellung mit Angabe aller wichtiger Parameter und Daten.

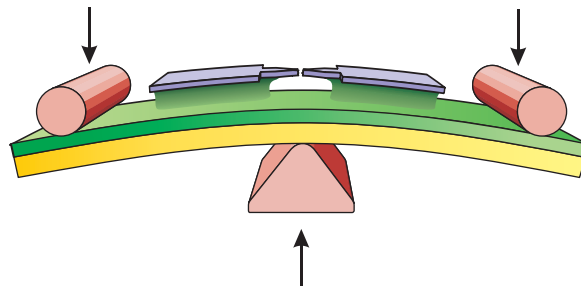


Abbildung 3.16: Die Probe wird zwischen einem Keil und zwei Gegenlagern eingespannt und durch eine gegenläufige Bewegung (siehe Pfeile) gebogen. Die Metall-Leiterbahn wird auf der Oberfläche gedehnt und bricht an ihrer Engstelle.

3.3 Bruch-Mechanik

Zum Biegen der Proben und damit zum langsamen Brechen der Engstelle wird die Probe wie in Abbildung 3.16 gezeigt eingespannt. Ein sogenannter Stempel mit keilförmigem Kopf drückt in die Mitte der Probe, die auf zwei Gegenlagern aufliegt. In Wirklichkeit befindet sich der Stempel oberhalb, und die Probe wird durch die Gegenlager (und durch den gesamten Probenhalter) nach oben gedrückt. Den tatsächlichen Aufbau zeigt Abbildung 3.17. Trotz des hohen Übersetzungsverhältnisses der Biege- zur Bruchbewegung muss die Relativbewegung zum Stempel sehr präzise gesteuert werden können und dabei mechanisch stabil bleiben. Eine Auflösung der Bruchbewegung im pm-Bereich sollte erreicht werden können. Dies geschieht mit dem abgebildeten Prinzip. Die von der Vakuum-Drehdurchführung kommende Motor-Achse ist durch eine Schraube mit zwei Gewindetypen von $50\ \mu\text{m}$ Steigungsdifferenz verbunden. Die Gewinde an den unterschiedlichen Abschnitten bewegen sich pro Umdrehung der Achse um diese Strecke auseinander bzw. zusammen. Eine vertikale Achsenbewegung wird mit einem gleitenden Paddel in einem geschlitzten Achsenstück ausgeglichen. Die Auflösung von $50\ \mu\text{m}$ wird von einem Getriebe außerhalb der Vakuums um den Faktor 1734 vergrößert. Der Motor selbst kann mit einer Lichtschranken-Scheibe seine Position auf ein Tausendstel einer Umdrehung genau bestimmen und diese entsprechend genau (PID-geregt) anfahren. Die Untersetzung beim Biegen liegt weit unter einem Tausendstel, so dass die geforderte Auflösung rein rechnerisch mehr als erreicht ist.⁷

Probleme traten jedoch mit der Reibung der Schraube am Gewinde auf, welche durch die große Hebelkraft des auf die Probe drückenden Stempels verursacht wurden. Bei den hergestellten Proben war teilweise die Opferschicht etwas zu schwach weggeätzt. Dies brachte zwar eine höhere Auflösung, verursachte aber ein spätes Brechen bei sehr weit durchgebogener Probe. Hier ist die Federkraft der Probe und damit die Hebelkraft auf das Gewinde

⁷Weitere Details zum Aufbau der Mechanik können der Diplomarbeit VON H.-F. PERNAU entnommen werden [21].

3 Vorbereitung des Experiments

bereits so stark, dass sich beim Drehen ein knarrendes Geräusch bemerkbar macht. Dies äußert sich in der Aufnahme der Öffnungskurven als periodisches Störsignal. Dieses Verhalten wurde in [21] auch bei kleinerer Kraft festgestellt, in welchem ein Piezo-Plättchen gebogen wurde, dessen mechanische Verformung als elektrisches Signal kontrolliert werden konnte. Bestimmte Peaks deuteten auf ungleichmäßige Reibung der Achse im Gewinde, verursacht von kleinen Unwuchten. In einer inzwischen fertiggestellten verbesserten Version der Mechanik wurde darauf geachtet, dass die Führungsschiene, wie Abbildung 3.17 sie zeigt, die Kraft besser abfängt. So wurden 4 Führungsschienen angebracht, die näher zur Schraube liegen.

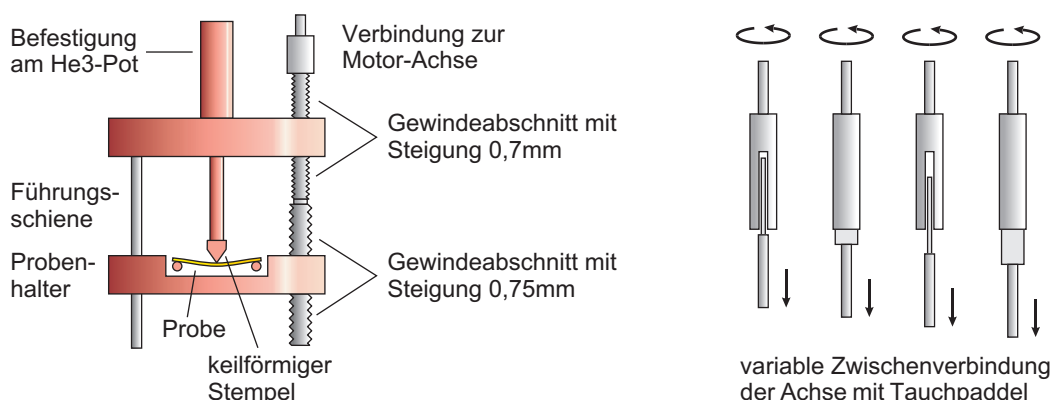


Abbildung 3.17: Prinzip der Mechanik. Links: Eine Schraube hat an der oberen und unteren Hälfte Gewinde mit verschiedenen Steigungen, jedoch gleichem Drehsinn. Beim Drehen der Schraube bewegt sich der Probenhalter mit der Differenz der Steigungen, lediglich mit $50 \mu\text{m}$ pro Schrauben-Umdrehung, nach oben bzw. unten. Rechts: Ausgleich der vertikalen Achsenbewegung durch ein Zwischenstück mit Tauchpaddel.

3.4 Kryostat

3.4.1 Funktionsweise des ^3He -Kryostaten

Der verwendete Kryostat zur Kälteerzeugung bis 250 mK kühlt mit dem Prinzip des Verdampfungskühlens von flüssigem He3 (^3He -Isotop). Für eine hohe Verdampfungsrate sorgt eine Sorptionspumpe (kurz: Sorb). Diese besteht aus einem Aktivkohlefaserverflüssiger, das im gekühlten Zustand He3 im Material absorbiert und bindet, so dass eine Saugwirkung einige Zeit aufrechterhalten wird.

Das gesamte Kühlsystem mitsamt dem Experiment befindet sich in einem Dewar mit flüssigem He4 (^4He) und wird auf diese Weise auf etwa 8K vorgekühlt. Das He3 ist zunächst in der Aktivkohle der Sorb gespeichert und kann durch Erwärmen des Materials (mit elektrischem Heizelement, auf 30 K) freigesetzt und gasförmig gemacht werden. Um das He3

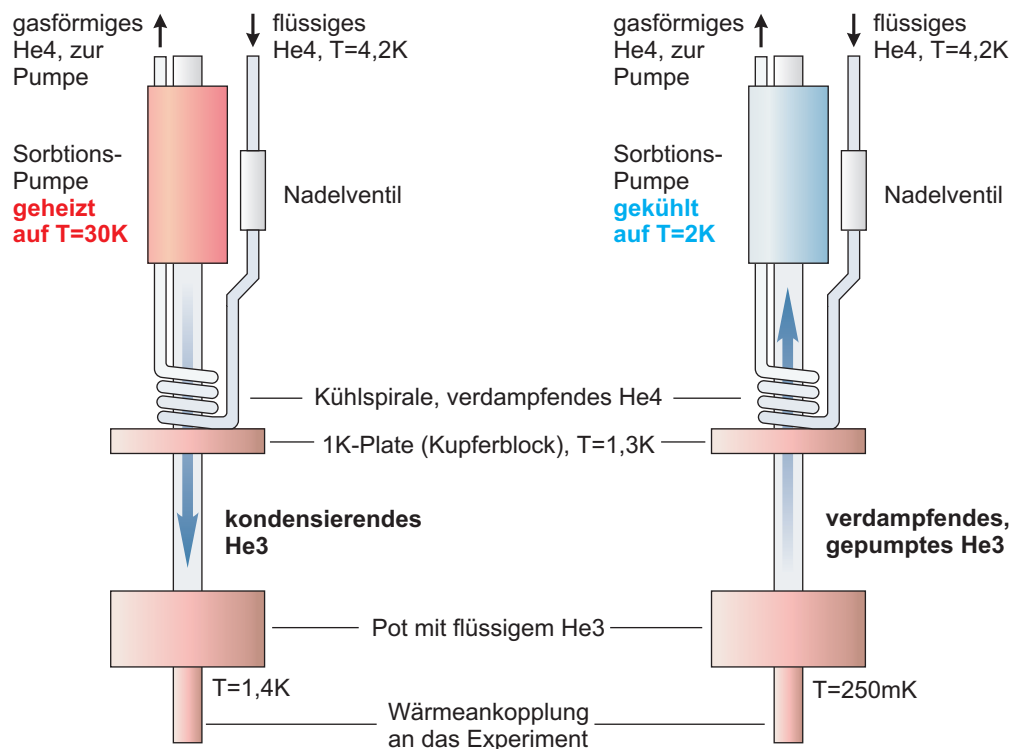


Abbildung 3.18: Prinzip des Helium-3-Kryostaten. Linkes Bild: Durch Heizen der Sorb (Sorbtiions-Pumpe) strömt He3 aus, kondensiert an der Kühlspirale und tropft in den He3-Pot. Rechtes Bild: Wird die Sorb gekühlt, pumpt sie das verdampfende He3 wieder ab und senkt die Temperatur im Pot bis 250 mK. Das eigentliche Experiment befindet sich mit diesem Kältereservoir im Wärmekontakt.

in den flüssigen Zustand zu überführen, wird durch Verdampfungskühlen von He4 eine Temperatur von etwa 1,4K erzeugt, das abdampfende He4 von außen mit einer Drehschieberpumpe abgepumpt und zur Flüssig-Helium-Rückgewinnungs-Anlage geleitet. Das gasförmige He3 kondensiert an der Stelle des geschlossenen He3-Systems, wo das verdampfende He4, dosiert mittels eines Nadelventils, durch eine Kühlspirale verbunden mit einem Kupfer-Block (1K-Plate) die nötige Kälte einbringt. Das Kondensat schlägt sich in einem Behälter nieder, dem He3-Pot, der mit dem Experiment im Wärmekontakt steht. Nach etwa einer Stunde Kondensieren kann der Verdampfungsvorgang des He3 gestartet werden. Dies geschieht durch Kühlen der Sorb, die das bisher emittierte He3 wieder abpumpt und absorbiert. Eine Kälte von fast 250 mK konnte so über 14 Stunden aufrecht erhalten werden, die das Experiment in dieser Zeit (vermutlich) unter 300 mK hielt. Abbildung 3.18 zeigt das Prinzip schematisch. Temperatur-Sensoren befinden sich an der Sorb, der 1K-Plate und am He3-Pot, so dass der Vorgang ständig überwacht werden kann.⁸

⁸Weitere Details zum Aufbau des verwendeten Kryostaten werden in der Diplomarbeit [21] von H.-F. PERNAU gegeben.

3.4.2 Versuche zur Verbesserung der Standzeit

Da die Achse der Bruchmechanik in der Durchführung durch den He3-Pot einen Berührungspunkt hatte, war die Endtemperatur des He3-Pots nur selten unter 300 mK und die Standzeit nie länger als 3 Stunden. Die Achse übertrug möglicherweise Schwingungen, die einen Wärmeeintrag erbrachten. Dieses Problem wurde leider erst nach langen Versuchsreihen erkannt. Dabei wurde jedoch entdeckt, dass eine starke Verringerung des Austauschgas eine positive Wirkung auf den Kühlvorgang hatte. Das Austauschgas ist nötig, um das System in der Vakuumkammer zunächst durch das flüssige He4 vorzukühlen. Ohne das Gas bleiben nach 24 Stunden immer noch 80 K Wärme im System. Beim ersten Kühlen mit der He4-Pumpe wird das Gas von einer daran angebrachten Kohlefaser absorbiert, so dass das Vakuum wieder hergestellt und das System zum 4,2 K „warmen“ He4 isoliert ist. Doch bei einer großen Menge von Austauschgas, wie sie der Hersteller (Oxford Instruments) empfiehlt (ca. 10 ml), kann die Temperatur an der 1K-Plate durch langsames Schließen des Nadelventils nicht beliebig herab gesenkt werden. Ab etwa 1,45 K steigt die Temperatur plötzlich wieder rapide an. Dieses Verhalten tritt bei wenig Austauschgas nicht auf. Eine Vermutung war nun die, dass das Austauschgas als suprafluides He4 die Metall-Oberflächen benetzt, bis zu kritischen Stellen wie der Kühlspirale vordringt und den Verdampfungsvorgang beeinflusst. Bei sehr viel kleineren Mengen des Austauschgases (<1 ml) kann die 1K-Plate bis 1,3 K gekühlt werden, was die Sorb im Pumpmodus kälter (bis 2,0 K) und damit höher in der Saugleistung macht, wie es bei der höheren Menge Austauschgas der Fall war. Abbildung 3.19 zeigt den Fall der längsten bisher erzielten Standzeit und tiefsten Temperatur (253 mK) mit eingebautem Experiment. Aufgetragen ist der Widerstand der Aluminium-Probe, die durch ihre Supraleitung anzeigt, dass die Kälte über 14 Stunden an der Probe anhielt.

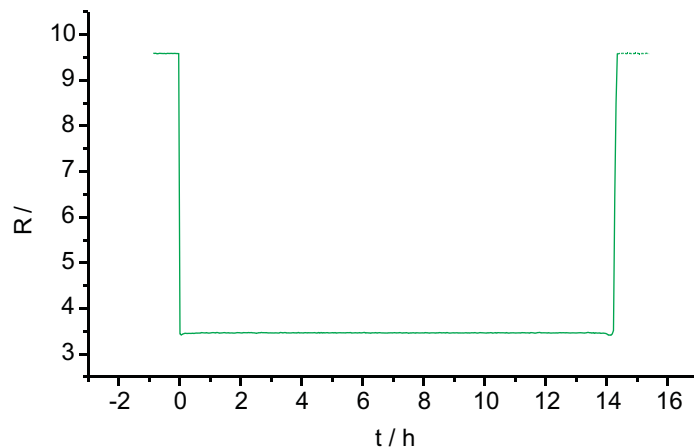


Abbildung 3.19: Supraleitung als Indiz für das Anhalten der Kälte über 14 Stunden.

3.5 Messelektronik

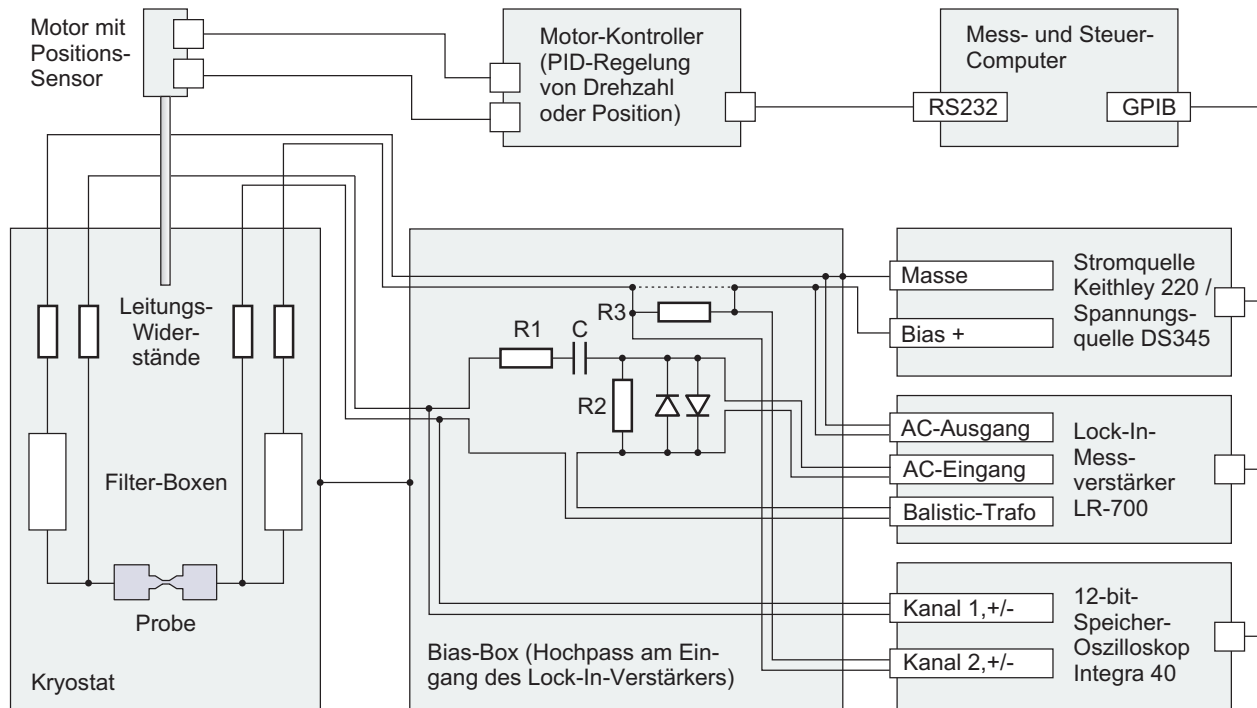


Abbildung 3.20: Schematischer Messaufbau mit Vierpunkt-Messung und Schaltung zum Schutz des Lock-In-Vorverstärkers bei angelegtem Bias-Signal.

Abbildung 3.20 zeigt die Verkabelung des Experiments. Nicht eingezeichnet ist hier die Steuereinheit vom Kühlsystem des Kryostaten, die ebenfalls vom Computer aus (rechts oben) kontrolliert wird. Unterhalb des Computers sind die Messgeräte zur Messung des differentiellen und absoluten Leitwertes abgebildet. Diese werden in einer Bias-Box zusammengeführt und an das Experiment im Kryostaten weitergeleitet. Die Leitungswiderstände im Kryostaten sind temperaturabhängig. Um die Probe unabhängig von ihnen messen zu können, wird eine Vierpunkt-Messung verwendet. Dazu werden die Anregungsströme (Lock-In- und Bias-Signal) in einem Paar von Kabeln bis zum Experiment geführt. Durch ein weiteres Paar wird die Spannung über der Probe zu den Messeingängen geführt (Lock-In-Eingang und Oszilloskop). Sind die Leitungswiderstände sehr viel kleiner als die Innenwiderstände der Messgeräte (jeweils $1\text{ M}\Omega$), wird nur der Widerstand der Probe gemessen, unabhängig vom Leitungswiderstand.

Ein Problem tauchte auf, als die Spannungsquelle DS345 verwendet wurde, die einen niederohmigen Innenwiderstand von nur $50\ \Omega$ besitzt. Hier wirkte sich dieser Innenwiderstand als Parallelwiderstand zur Probe aus. Das eigentliche Signal, das einem Widerstand von $12\text{ k}\Omega$ entspricht, ging dabei verloren. Zwar konnte der Innenwiderstand durch Vorschalten

3 Vorbereitung des Experiments

eines seriellen Widerstands vergrößert werden (siehe Widerstand R3), jedoch nicht beliebig hoch, da bei maximal 5 Volt am Gerät immer noch ein Volt an der Probe ankommen sollte. Im Bereich von 18 k Ω konnte das Signal noch mit genügender Messauflösung herausgerechnet werden, jedoch zeigte die Lock-In-Messbrücke ein Phasenproblem, das den herausgerechneten Widerstand um 30 % ungenau machte. Durch Entfernen der Filterboxen der Anregungsleitungen und Korrektur mit einem Faktor konnte der Widerstand besser als 1 % genau bestimmt werden. Als sich herausstellte, dass die Spannungsquelle DS345 per Computer nicht dazu gebracht werden konnte, in einem vorgegebenen Takt Schritte einer Spannungsrampe durchzuführen (ohne zwischendrin Sprünge auf 0 Volt zu machen), musste auf eine Stromquelle (Keithley 220) ausgewichen werden. Diese hatte den Vorteil, dass der Innenwiderstand hochohmig wurde (ca. 1 M Ω) und somit die Messung nicht beeinflusst. Außerdem brauchte zur Bestimmung des absoluten Widerstandes nicht der Strom (als Spannung über dem seriellen Widerstand) gemessen werden, da die Stromquelle den Strom genau kennt. Der serielle Widerstand konnte jetzt überbrückt werden, um thermisches Rauschen zu vermeiden. Nachteil der Stromquelle ist, dass der Widerstand meist nicht stetig gegen die Spannung aufgetragen werden kann.

Auf Vorverstärker musste verzichtet werden, da die Lock-In-Messbrücke damit unverträglich ist. Um dennoch Spannungen rauscharm messen zu können, wurde eine Mittelwertfunktion im Speicheroszilloskop eingestellt, die über 500 ms und über 1000 Messpunkte mittelt. In dieses Zeitfenster passt sehr genau eine gerade Anzahl Perioden des Lock-In-Signals, die sich dabei herausmitteln. Die Bias-Spannung konnte so vom Wechselspannungssignal getrennt gemessen werden.

3.6 Computer-Steuerung

Das Messprogramm wurde in Delphi geschrieben, einer objektorientierten Pascal-Sprache. Vorteile gegenüber anderen im wissenschaftliche Bereich verbreiteten Programmiersprachen wie z.B. Lab-View oder C ist das gute Mittelmaß an tiefgründiger Beherrschbarkeit und gleichzeitig schneller und einfacher Handhabung des Programms.

Das Grundprinzip des Programms zeigt in Abbildung 3.21 der umrandete Bereich rechts oben. Hier kann zunächst in einer List-Box ein Messvorgang ausgewählt werden. Unterhalb lässt sich ein Messtakt bestimmen werden, in dem alle Geräte synchron arbeiten sollen. Z.B. soll am Anfang eines Messtaktes die Bias-Spannung gesetzt, und am Ende des Taktes der Widerstand gemessen werden. Messungen haben gezeigt, dass nach dem Umschalten zu einer anderen Bias-Spannung durch kapazitive Effekte ein Nachschwingen von zwei Sekunden Dauer folgt. So konnte mit diesem Prinzip und einem Takt von drei Sekunden das Problem behoben werden. Die Motor-Position wird ebenfalls synchron zum Messtakt ausgelesen, um bei schwankender Motordrehzahl eine lineare Skala bei Öffnungskurven zu garantieren.

Neben dem Messtakt befinden sich die Bedientasten zum Starten und Beenden der Messung. Dabei wurde die Symbolik von Videorekordern und ähnlichen Geräten verwendet. Der rote Kreis z.B. bedeutet „Aufnahme“. Hier werden die Daten auf der Festplatte ge-

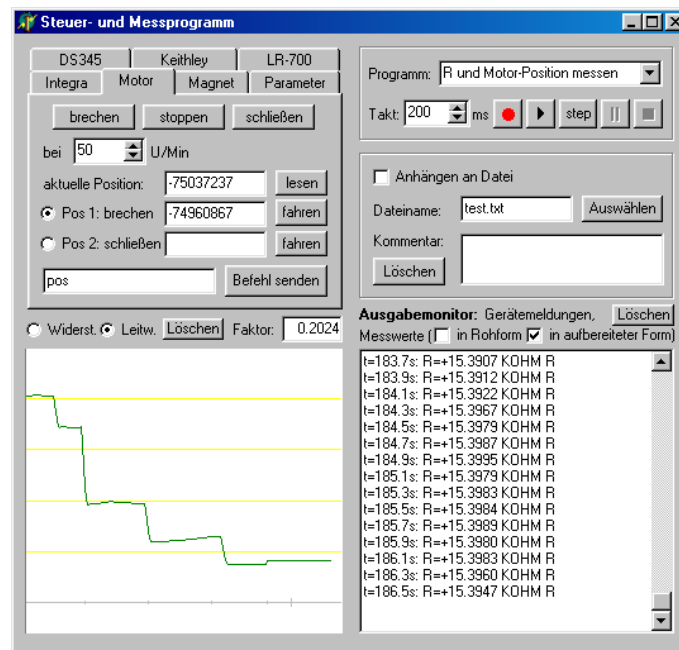


Abbildung 3.21: Messprogramm während der Steuerung des Motors: Öffnungskurve der Probe S19

speichert unter dem weiter unten angegebenen Dateinamen. Dort ist auch ein wichtiges Feld „Kommentare“ zu sehen, wo beliebiger Text der Messdatei beigefügt werden kann. Es erwies sich als sehr nützlich, bestimmte Zusatzinformationen immer mit der Messdatei zu verknüpfen, um späteren Verwechslungen bei der Auswertung vorzubeugen. Sämtliche dem Programm zur Verfügung stehende Informationen werden ebenfalls automatisch in der Messdatei gespeichert (insbesondere Bedeutungen der Zahlenspalten mit Angabe der Einheiten). Damit wird sichergestellt, dass Inhalte und Struktur der Dateien auch nach Jahren noch leicht verständlich sind.

Für die einzelnen angesteuerten Geräte existiert links eine Sammlung von „Tab-Sheets“, über die das jeweilige Gerät gesteuert werden kann. Die Abbildungen 3.21 und 3.22 zeigen zwei solcher Tab-Sheets, die zur Steuerung des Motors bzw. der Stromrampe dienen.

Unten rechts werden alle Gerätemeldungen ausgegeben, die als Antworten von den einzelnen Geräten zurückgesendet werden. Rechts wird der differentielle (grün) und absolute (magenta) Widerstand bzw. Leitwert gegen die Zeit geplottet. Als gelbe Linien werden die Leitwertquanten dargestellt.

3 Vorbereitung des Experiments

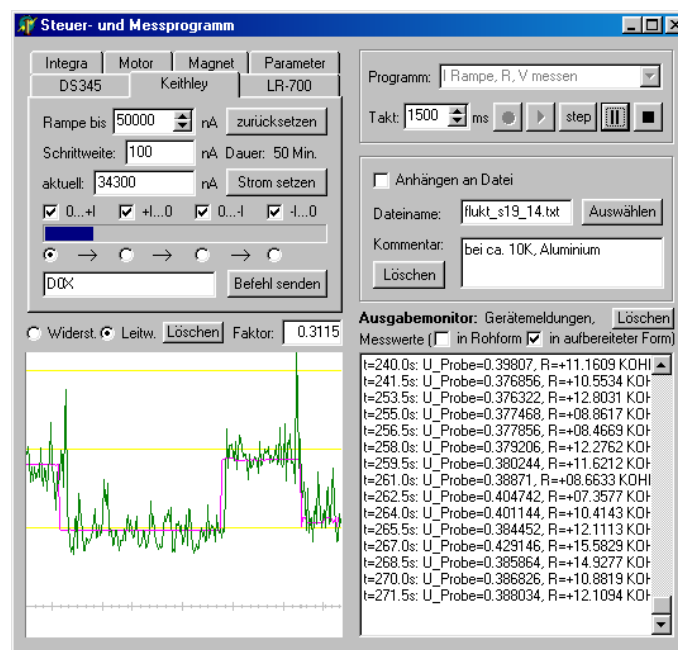


Abbildung 3.22: Messprogramm beim Fahren der Stromrampe. Fluktuationen der Probe S19

4 Durchführung und Ergebnisse

4.1 Vorbemerkung

Die folgenden Ergebnisse stammen von zwei Aluminium-Proben (mit Bezeichnung „S7“ und „S19“). Bis zu den hier gezeigten Ergebnissen mussten etwa 15 Proben hergestellt werden, da die Proben im Laufe der Versuche mit dem Kryostaten und der Biege-Mechanik beim wieder Auftauen meistens zerstört wurden. Nach einigen erfolgreichen Messungen an der Probe S7 trat ein Kontakt-Problem auf, das dazu führte, dass sie ausgewechselt werden musste. Probe S19 erwies sich als nahezu „unverwüstbar“, hatte jedoch einige sonderbare Merkmale, die daran zweifeln lassen, dass dies eine repräsentative Probe war. Dies wird Abschnitt 4.6 diskutiert. Zunächst sollen einige Messungen gezeigt werden, die vor der Durchführung des eigentlichen Experiments gemacht wurden.

4.2 Supraleitung

Drei Größen können vor dem Brechen der Probe gemessen und zur Kontrolle des Experiments verwendet werden. Es ist das Zahlentrippl aus den Widerständen der Probe bei Raumtemperatur, bei Flüssig-Helium-Temperatur und unterhalb der Sprungtemperatur der Supraleitung. Bei Probe S19 z.B. lagen diese Werte bei 28, 8,0 und 1,2 Ω .

Der Widerstand bei Raumtemperatur verrät zunächst in etwa, wie breit die Engstelle ist, bzw. wie stark die isolierende Oxidschicht bereits nach innen gewachsen ist, da die Querschnittsfläche der Engstelle proportional zum Leitwert ist. Der Wert bei Helium-Temperatur liegt bei 1/3 bis 1/5 des ursprünglichen. Er wird schon bei etwa -50 °C erreicht und ist umso höher, je mehr Gitter-Störstellen vorhanden sind. Bei Raumtemperatur wird dieser Widerstandsbeitrag durch den der Phononenstreuung dominiert. Als letztes zeigt die Supraleitung den Beitrag der Zuleitungs- und Kontaktwiderstände, da in der Probe kein Widerstand mehr vorhanden ist. Die Supraleitung zeigt auch, ob die Kälte (schnell) an der Probe ankommt. Könnte man die Sprungtemperatur genau messen, wäre dies eine weitere Kontrolle für die Reinheit des Materials, da die Sprungtemperatur von Aluminium bei Verunreinigungen etwas ansteigt. Abbildung 4.1 zeigt den Widerstand im zeitlichen Verlauf beim Kaltfahren des Kryostaten.

4 Durchführung und Ergebnisse

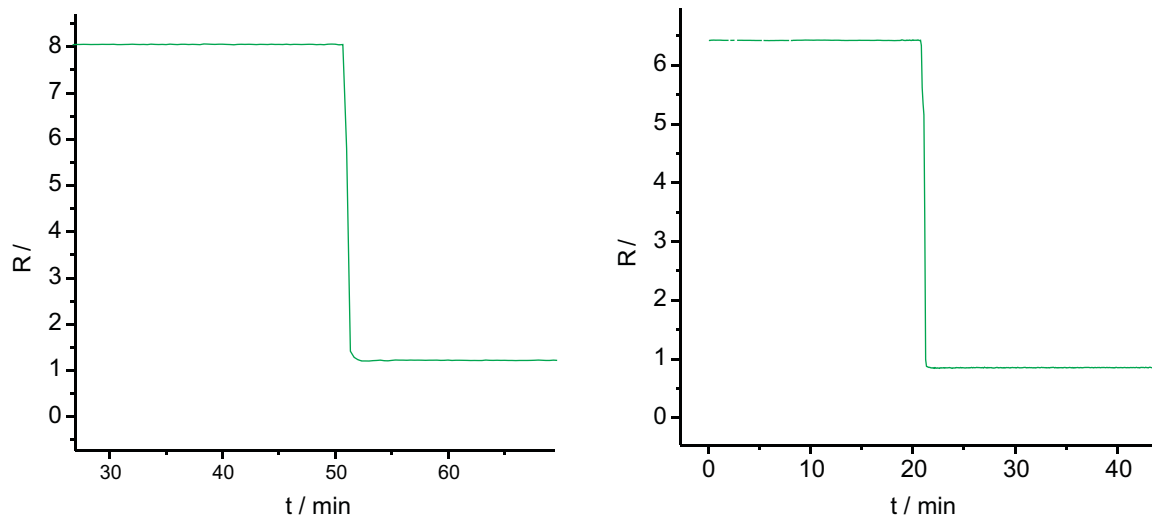


Abbildung 4.1: Eintritt der Supraleitung beim Kühlen auf unter 300 mK. Links: Probe S7, rechts: Probe S19

4.3 Erzeugung des Ein-Atom-Kontaktes

Messungen von Leitwertfluktuationen am Ein-Atom-Kontakt erfordern zunächst die Erzeugung eines solchen. Abbildung 4.2 zeigt, wie der Leitwert im Laufe des Öffnungsvorganges

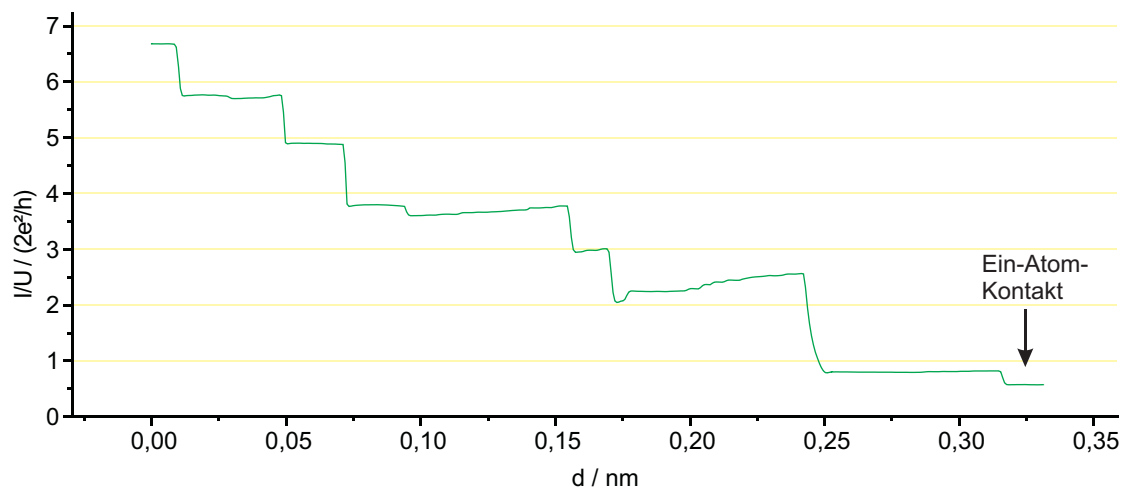


Abbildung 4.2: Leitwert während des Brechens der Sollbruchstelle. Am Ein-Atom-Kontakt wird der Brechvorgang gestoppt, um hier weitere Messungen durchzuführen. (Probe S7)

der Sollbruchstelle stufenförmig abnimmt. Bei den Stufenkanten wird entweder der elektrische Transport durch die sich einschnürende Geometrie um ein Leitwertquant verringert, oder durch abrupte atomare Umordnungen reißen oder verändern sich zum Leitwert beitragende Kanäle. Die letzte Stufe bildet einen Ein-Atom-Kontakt, wo der gesamte Strom über ein einzelnes Atom fließt. Wie in [3] gezeigt wurde, tragen unterhalb eines Leitwertquants meistens drei, mindestens jedoch zwei unabhängige Kanäle zum Stromtransport bei. Die drei Valenzelektronen eines Aluminium-Atoms könnten diese drei Kanäle repräsentieren [4]. Nach dem letzten Plateau würde beim weiteren Öffnen, wie gezeigt werden kann, der Strom abreißen und als kleiner Tunnelstrom exponentiell abklingen. Am Ende der in Abbildung 4.2 gezeigten Kurve ist also von einem Ein-Atom-Kontakt auszugehen.

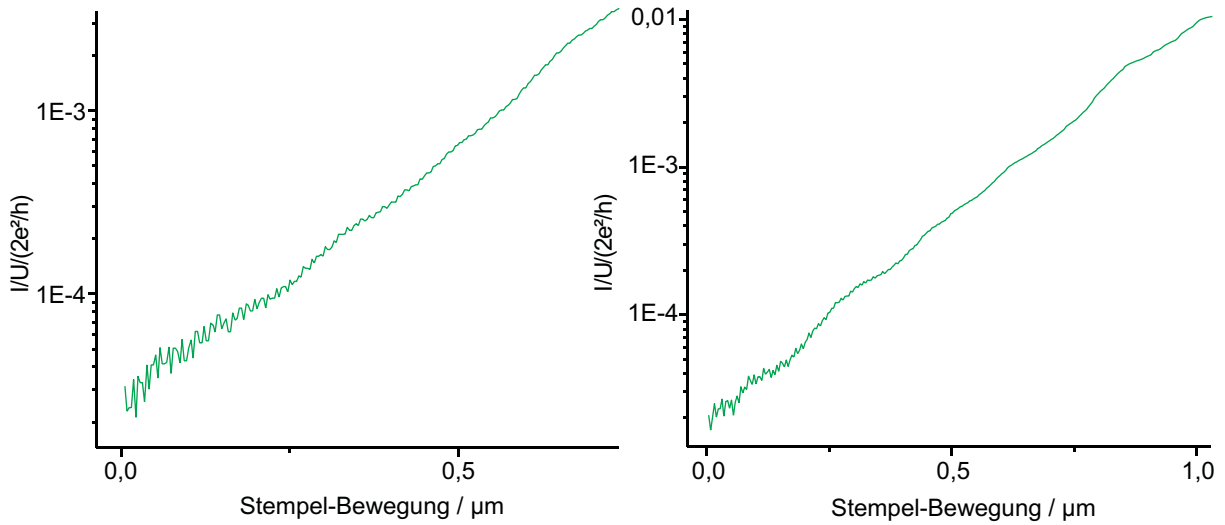


Abbildung 4.3: Zwei Messungen des Tunnelbereichs, kurz vor dem Berühren des Bruchkontaktes (logarithmisch). Aus dem Wert der Steigung kann der Atomabstand und damit das Übersetzungsverhältnis bestimmt werden.

Die horizontale Achse in Abbildung 4.2 wurde als der Relativ-Abstand der beiden sich auseinander bewegenden Leiter geeicht. Diese Eichung kann aus der bekannten Geometrie des Substrates näherungsweise berechnet, oder wie hier, experimentell bestimmt werden. Der Tunnelstrom eines gebrochenen und sich wieder annähernden Kontakts verrät aufgrund des universellen exponentiellen Anstiegs die Skalierung der Relativbewegung. Für den Tunnelstrom gilt

$$I \sim U \cdot \exp\left(-\frac{2}{\hbar}\sqrt{2m\phi} \cdot D\right)$$

mit der Spannung U , der effektiven Masse m des Elektrons, der Barrierenhöhe ϕ zwischen den im Abstand D befindlichen Atomen. Dividieren wir durch U und betrachten den Logarithmus des Leitwerts $G = I/U$, ergibt sich

4 Durchführung und Ergebnisse

$$\log G = \log \frac{I}{U} = -\frac{2}{\hbar} \sqrt{2m\phi} \cdot D \cdot \log e + \text{const.}$$

und daraus eine Abstands-unabhängige Steigung

$$\frac{d}{dD} \log G = -\frac{2}{\hbar} \sqrt{2m\phi} \cdot \log e.$$

Innerhalb des Zuwachses von G um eine Größenordnung haben sich die zwei Atome also um eine Strecke von $\frac{2}{\hbar} \sqrt{2m\phi} \cdot \log e$ angenähert. Setzen wir für die effektive Masse in Aluminium $m = 1,4 m_e$, für die Barrierenhöhe ϕ die Austrittsarbeit aus dem Aluminium-Bulk 4,25 eV, ergibt sich die Strecke $\approx 92,1$ pm. In Abbildung 4.3 werden zwei solcher gemessenen Geraden gezeigt¹. Als Abszisse wurde die Stempel-Strecke aufgetragen. Der Vergleich liefert ein Übersetzungsverhältnis zur Kontaktbewegung von 3896:1 im linken Bild und 3693:1 im rechten Bild. Der Mittelwert von 3795:1 (entspricht einer Verfeinerung um $2,64 \cdot 10^{-4}$) wurde zur Eichung der Öffnungs- und Schließkurven, wie in Abbildung 4.2, verwendet. Das Übersetzungsverhältnis ist etwas schwächer als erwartet und stimmt nicht mit den typischen Skalen von anderen Arbeiten überein. Das Problem könnte mit der Steuerung des Motors zusammenhängen, was bislang nicht überprüfbar war.

Dass die Kurven in diesem hohen Widerstandsbereich gemessen werden konnten, lag an einem Parallelwiderstand der Bias-Elektronik, der 1,8 M Ω groß war und dafür sorgte, dass der höchste Messbereich der Lock-In-Messbrücke von 2 M Ω nicht überschritten wurde. Im Leitwert äußert sich ein Parallelwiderstand nur als Offset, so dass dieser leicht herausgerechnet werden konnte. Damit wurde der größte messbare Widerstand nur noch abhängig von der Messauflösung des Gerätes. Der Messbereich wurde effektiv auf etwa 400 M Ω vergrößert.

4.4 Supraleitende Strom-Spannungs-Kennlinien

Am Ein-Atom-Kontakt macht sich die Supraleitung nicht durch einen verschwindenden Widerstand bemerkbar. Supraleitung ist ein Effekt des Kristallgitters und in nanoskopischen Strukturen nicht gleichermaßen vorhanden, wie im Bulk-Material. Es zeigen sich jedoch Strom-Spannungs-Kennlinien, die auf das Vorhandensein von Cooper-Paar-Niveaus schließen lassen, der Effekt der multiplen Andreev-Reflexionen, wie oben schon erwähnt. Hier soll nur der Versuch einer Messung gezeigt werden (Abbildung 4.4). Es ergaben sich keine scharfen Kanten. Das konnte damit erklärt werden, dass der Lock-In-Messverstärker eine Anregungsspannung des AC-Signals besitzt, die größer ist, als das erwartete Muster in den Kennlinien. In Zukunft sollten solche Kurven mit dem Oszilloskop gemessen werden.

¹gemessen an der Probe S7

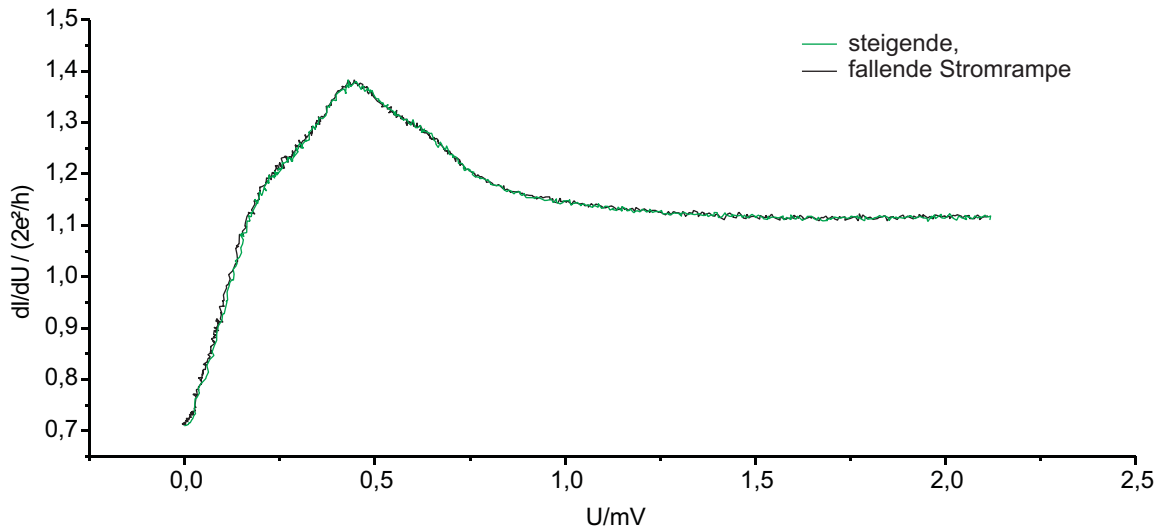


Abbildung 4.4: Multiple Andreev-Reflexionen.

4.5 Stabilität bei steigendem Strom

Die Messung von Leitwertfluktuationen bei variabler Spannung bis zu einem Volt soll Informationen über die atomare Konfiguration des Systems liefern. Das setzt naturgemäß voraus, dass diese sich nicht ändert und insbesondere, dass der Kontakt erhalten bleibt. Beide Voraussetzungen stellten sich als nicht gegeben heraus. Jedoch scheint die untersuchte Probe S19, wie sich im Folgenden zeigen wird, möglicherweise einen Ausnahmefall zu bilden.

Zur Überprüfung der atomaren Stabilität wurde der absolute Leitwert betrachtet, da dieser rauscharm gemessen werden konnte. Abbildung 4.5 zeigt die stabilsten Kurven, die an der Probe S19 gemessen wurden. Wie bereits erwähnt, wurde eine Strom-Rampe gefahren und die Spannung gemessen. Der Leitwert ließ sich in den meisten Fällen nicht als Funktion der Spannung auftragen, da keine monotone Steigung vorhanden war. So wurden hier in den Diagrammen verschiedene Spannungswerte in Form von Geraden eingezeichnet, die vom Ursprung ausgehen. Wie man sieht, bleiben die Konfiguration relativ stabil bis immerhin zu fast einem halben Volt. Danach springt der Wert auf das Spannungsniveau, das am Stromgeber als Spannungsbegrenzung eingestellt wurde (1 oder 2 Volt).

Die Regel sah aber nicht so aus. Abbildung 4.6, zeigt ein typisches Verhalten dieser Probe. Tendenziell nahm der Leitwert zu, der Ein-Atom-Kontakt wurde also breiter. Ein rein elektronisches Verhalten scheint nicht dafür verantwortlich zu sein. Es war deutlich, dass das Verhalten nicht strikt reversibel ist. Dies wurde bisher jedoch nur unzureichend untersucht. Möglicherweise wäre das Zurückfahren des Stromes wieder mit einem tendenziellen Rückgang des Leitwertes verbunden. Meistens brach jedoch der Kontakt vorzeitig, so dass dieser Versuch noch nicht durchgeführt werden konnte. Zunächst war zu vermuten, dass

4 Durchführung und Ergebnisse

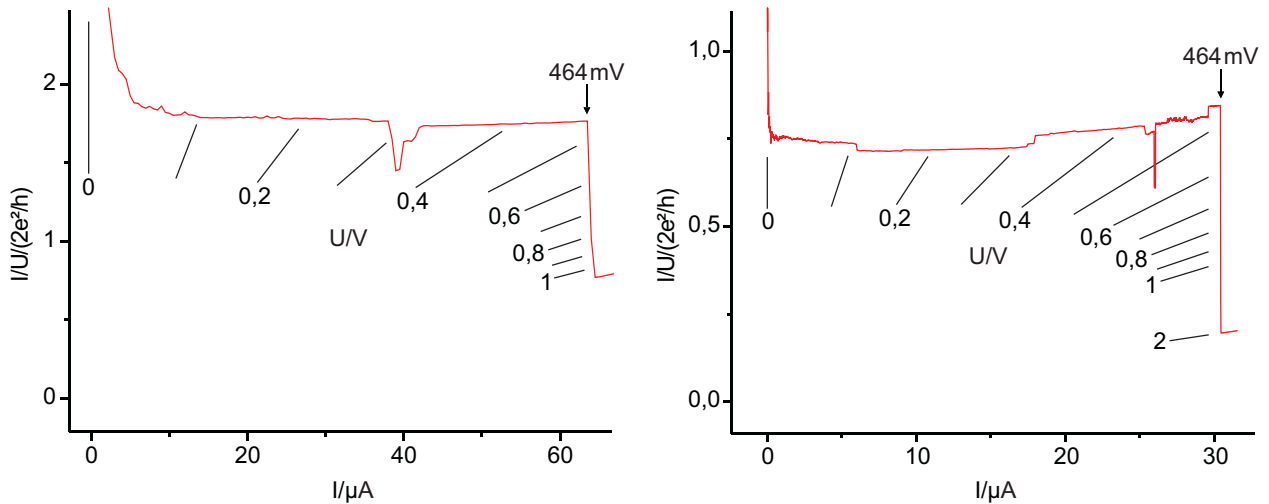


Abbildung 4.5: Zwei besonders stabile Kontakte. Der Kontakt bricht bei jeweils 464 mV ab (zufällig gleiche Werte).

die wachsende Feldstärke im Spalt der Bruchstellen eine Kraft aufbringt, welche die beiden Hälften etwas zusammen zieht, und so den Kontakt leicht vergrößert. Die entstehende Dehnung der Aluminium-Brücke liegt aber nach dem Hook'schen Gesetz etwa drei Größenordnungen unter der dafür nötigen Strecke. Als relevante Kondensatorflächen wurden die Flächen im Spalt in der etwa $130 \times 130 \text{ nm}^2$ Brücke betrachtet, und als Plattenabstand die Spaltbreite, die aus der bis zum Brechen gefahrenen Stempelstecke berechnet wurde. Über das Aussehen des Kontaktes zwischen den Flächen ist wenig bekannt. Es ist daher nicht auszuschließen, dass dort die nötigen elektrostatischen Verformungen auftreten können, welche die Tendenz erklären würden. Dies kann aber nicht abgeschätzt werden, da es sich wahrscheinlich von Probe zu Probe zu sehr unterscheidet.

Trotz des häufigen Falls des Zuwachsens traten auch Fälle auf, in denen diese Tendenz nicht so deutlich zu sehen war. Abbildungen 4.7 und 4.8 zeigen zwei solcher Fälle, wo zwar der Leitwert fast verdoppelt wird, aber häufig Sprünge zu kleineren Leitwerten stattfinden. Einmal war sogar eine deutliche Tendenz nach unten vorhanden. In solchen Fällen bricht aber der Kontakt sehr früh, da die Spannung entsprechend schnell ansteigt.

Ob die Spannung für das Abbrechen des Kontakts verantwortlich ist, lässt sich nicht klar beantworten. Abbildung 4.9 zeigt alle Abbruch-Ströme als Funktion der Abbruch-Spannung, die an der Probe S19 gemessen wurden². Der Mittelwert der Spannung war 430 mV, der des Stromes 40 μA . Anhäufungen im Strom oder in der Spannung können bei dieser Anzahl Messpunkte noch keine gefunden werden.

Sicherlich könnte auch die Stromdichte als eine für das Abbrechen relevante Größe ge-

²Der Punkt oberhalb von 750 mV wurde im Tunnelbereich gemessen. Das Abbrechen ist hier nicht genau definierbar.

4.5 Stabilität bei steigendem Strom

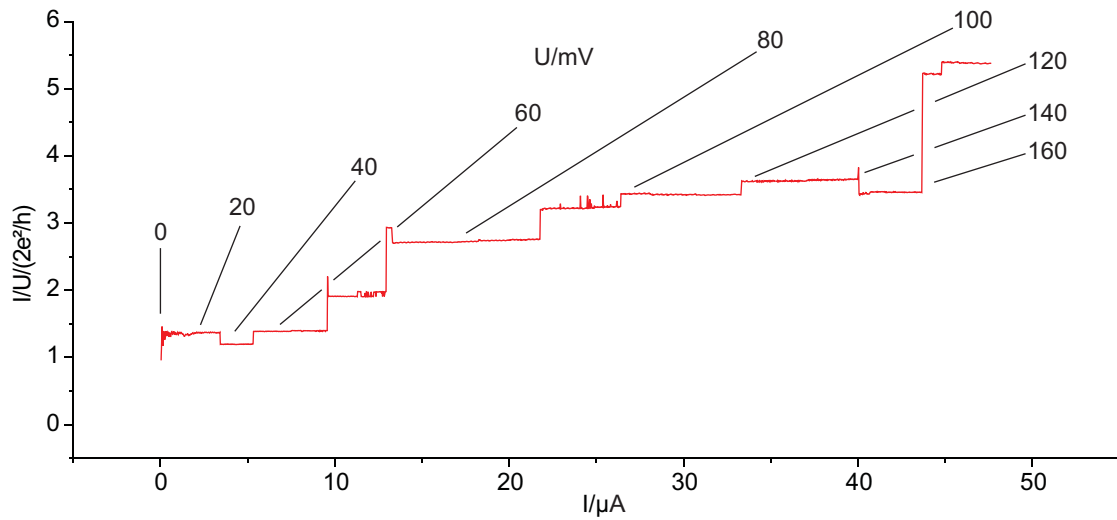


Abbildung 4.6: Sehr starkes Umordnen schon bei kleinen Spannungen mit der Tendenz zum Zuwachsen.

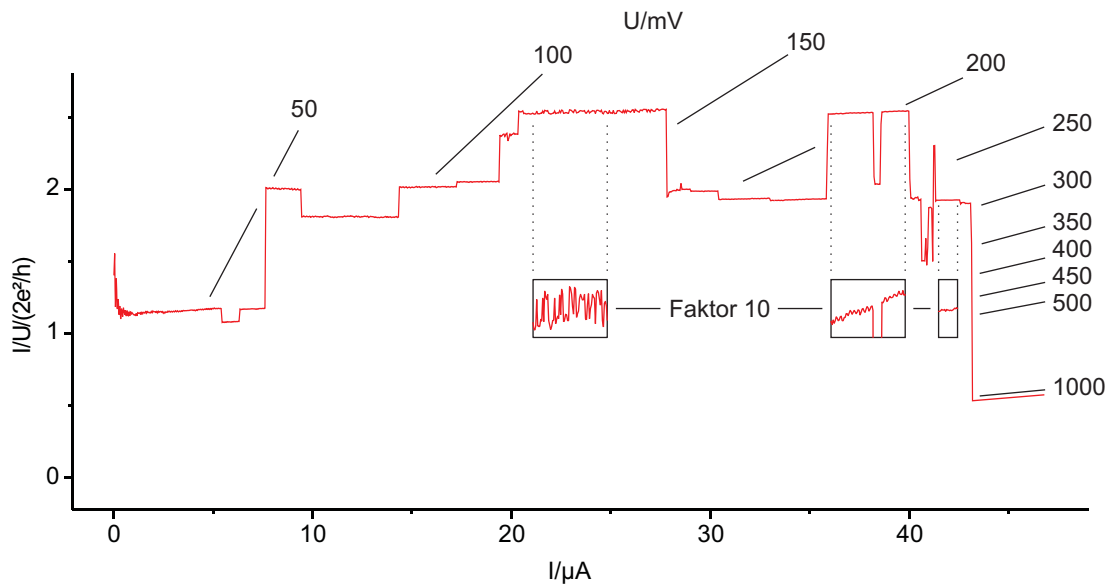


Abbildung 4.7: Starke Umordnung ohne deutliche Tendenz.

sehen werden. Betrachtet man jedoch den Leitwert als Maß für die Querschnittsfläche, so käme die Stromdichte ungefähr einer Spannung gleich ($\frac{I}{A} \sim \frac{I}{I/U} = U$).

4 Durchführung und Ergebnisse

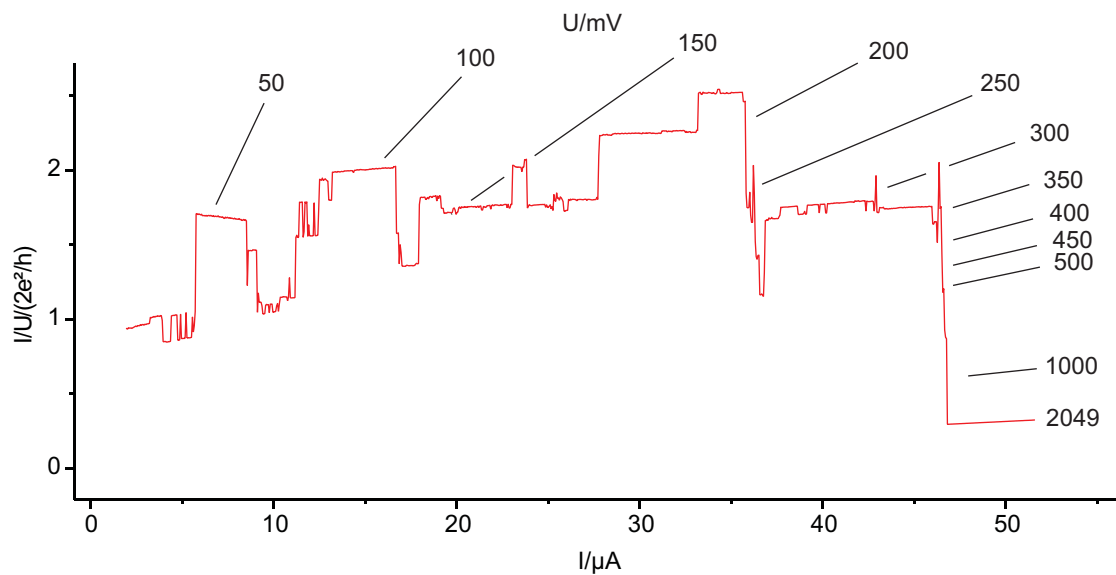


Abbildung 4.8: Sehr unruhiges Verhalten, ebenfalls ohne ausgeprägte Tendenz.

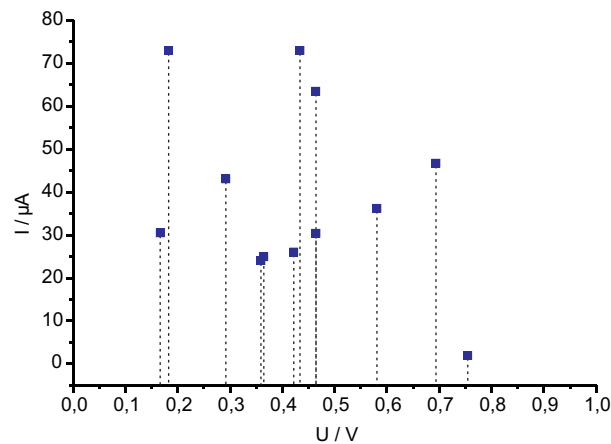


Abbildung 4.9: Die jeweils letzten Werte von Strom und Spannung, kurz vor dem Abbrechen des Kontaktes der Probe S19.

4.6 Leitwertfluktuationen

Die eigentliche Messung, die durchgeführt werden sollte, hätte die Messung des differentiellen Leitwertes bei variabler Spannung sein sollen. Dabei trat jedoch ein zeitliches Rauschen auf, welches die Messungen unbrauchbar machte (siehe Abbildung 4.10) Zunächst war anzunehmen, dass ein Problem der Messelektronik, insbesondere am Stromregler vorlag, da

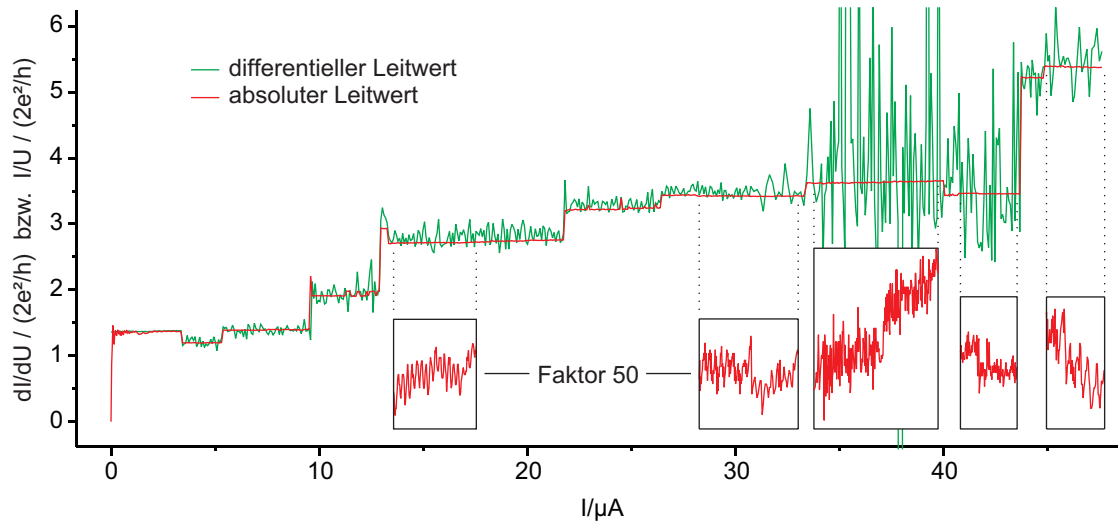


Abbildung 4.10: *Differentieller (grün) und absoluter (rot) Leitwert bei steigendem Strom. Vergrößerungen einiger Abschnitte des absoluten Leitwerts. (Vgl. auch Abb. 4.6).*

eine Testmessung an einem Ohmschen Widerstand bei Raumtemperatur ein ähnliches zeitliches Rauschen zeigte. Doch es hat den Anschein, dass auch eine atomare Eigenschaft das Rauschen beeinflussen kann.

Abbildung 4.10 zeigt zunächst, dass das Rauschen des differentiellen Leitwerts bei atomaren Umordnungen sich häufig abrupt ändert. Sogar ein Rückgang des Rauschens kann auftreten. Da der Lock-In-Verstärker im Verhalten in manchen Fällen etwas undurchsichtig erscheint, wurde der absolute Leitwert etwas genauer untersucht. In Abbildung 4.10 wurden einige Plateaus mit Faktor 50 vergrößert dargestellt. Im ersten, zweiten und letzten Vergrößerungs-Fenster ist ein periodisches Verhalten erkennbar. Dies scheint ein Artefakt zu sein, da während der Messung mehrmals die Schrittweite des Stromes erhöht wurde. Genau dort, wo nun der differentielle Leitwert ein starkes Rauschen zeigt, wird auch diese periodische Signal im absoluten Leitwert von einem Rauschen überlagert.

Die Vermutung war zunächst, dass das Rauschen spannungsabhängig ist, denn wenn man die Spannungsskala in Abbildung 4.6 vergleicht, sinkt am letzten Plateau die Spannung wieder. Ein deutlich umgekehrter Fall liegt jedoch in Abbildung 4.7 vor. Hier nimmt das Rauschen im absoluten Leitwert bei steigender Spannung massiv ab. Das zeigt, dass das Rauschen durch die Anordnung der Atome beeinflusst wird.

B. LUDOPH zeigt in seiner Arbeit [11] wie im Strom-Spannungs-Diagramm (-100 bis +100 mV) dann ein Rauschen auftritt, wenn sich eine atomare Anordnung in einer instabilen Lage befindet. Das wird mit 10 Kurven gezeigt, die bei unterschiedlich gestreckter Bruchstelle aufgenommen wurden. Man sieht anhand sich ähnelnder Kurven deutlich, wie eine atomare Konfiguration eine Zeit lang erhalten bleibt, dann aber in eine andere übergeht. Das Diagramm am genau dem Übergang zeigt dabei ein starkes Rauschen. Hier ist

4 Durchführung und Ergebnisse

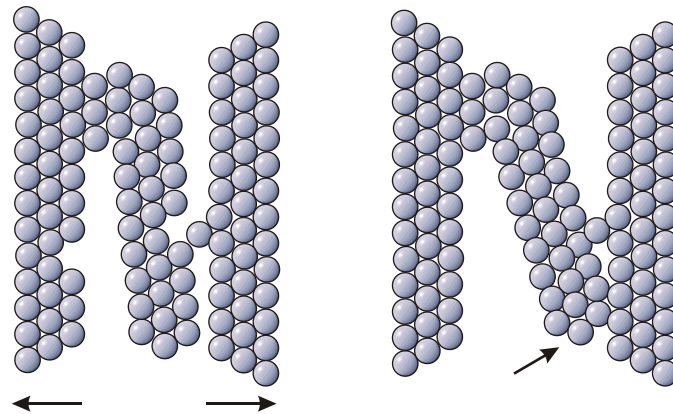


Abbildung 4.11: Ein bewegliches Partikel könnte erklären, wie es möglich ist, dass die Probe S19 beim Brechen eine Erhöhung des Leitwertes zeigt.

das System offensichtlich in einem instabilen Zustand. Möglicherweise sind in den gezeigten Diagrammen dieser Arbeit bestimmte Plateaus instabil. Das passt mit der Tatsache zusammen, dass hier überhaupt Plateaus auftreten und dass das System relativ empfindlich auf höhere Spannungen reagiert.

Entweder scheint hier die atomare Anordnung besonders amorph und metastabil zu sein, oder der Kontakt kommt über ein relativ loses Bruchstück zustande. Letzteres würde mit einer weiteren Beobachtung zusammenpassen: Wurde die gebrochene Probe S19 bis zu ein bis zwei Leitwertquanten geschlossen und anschließend wieder gebrochen, stieg der Leitwert zunächst auf über 10 Quanten an, bis er wieder komplett abbrach. Ein bewegliches Partikel könnte sich beim Ziehen derartig drehen, dass sich weitere Atome berühren. Abbildung 4.11 zeigt schematisch den Grundgedanken zu dieser Erklärungsmöglichkeit.

In Abbildung 4.12 ist noch einmal demonstriert, wie bei sich bei hohen Spannungen der absolute Leitwert mit hoher Messauflösung rauscharm messen lässt. Zwischen jedem Messpunkt liegen 3 s, so dass ausgeschlossen werden kann, dass es sich um ein zeitliches Rauschmuster handelt. Trotzdem ist unwahrscheinlich, dass ein Effekt gemessen wurde, der am Bruchkontakt entstanden ist, da bei einer Nulleichung an einem ohmschen Widerstand bei Raumtemperatur ähnliche Unregelmäßigkeiten zu sehen waren.

Die einzige Fluktuations-Messung, die an Probe S7 durchgeführt wurde, zeigte überhaupt keine Umordnungen von Atomen. In Abbildung 4.13 ist diese Messung dargestellt. Diese Kurve ist erstaunlich rund. Im Vergleich mit den Messungen von B. LUDOPH an Gold sogar langwelliger, doch allemal ähnlicher als die sprunghaften Kurven an S19. Dass diese Messung tatsächlich echt gewesen sein könnte, bestätigen Plateaus, wie z.B. in Abbildung 4.8 oder in Abbildung 4.5 rechts, die positive und negative Steigungen besitzen, die also Teile von langwelligen Fluktuationen sein könnten. Doch andererseits waren vor dieser Messung veränderte Öffnungskurven an Probe S7 beobachtet worden, die keine geraden Plateaus besaßen und somit glauben ließen, dass etwas mit der Probe S7 nicht stimmt.

Dieses Ausschmieren der Niveaus tritt z.B. auf, wenn das Material etwas oxidiert ist [6]. Dennoch bleibt Grund zur Hoffnung, dass die Probe S19 nicht die wahre Natur der Dinge zeigte hat, und dass Aluminium-Bruchkontakte möglicher Weise doch für Messungen von Leitwertfluktuationen geeignet sind. Doch dies können erst weitere Messungen offenbaren.

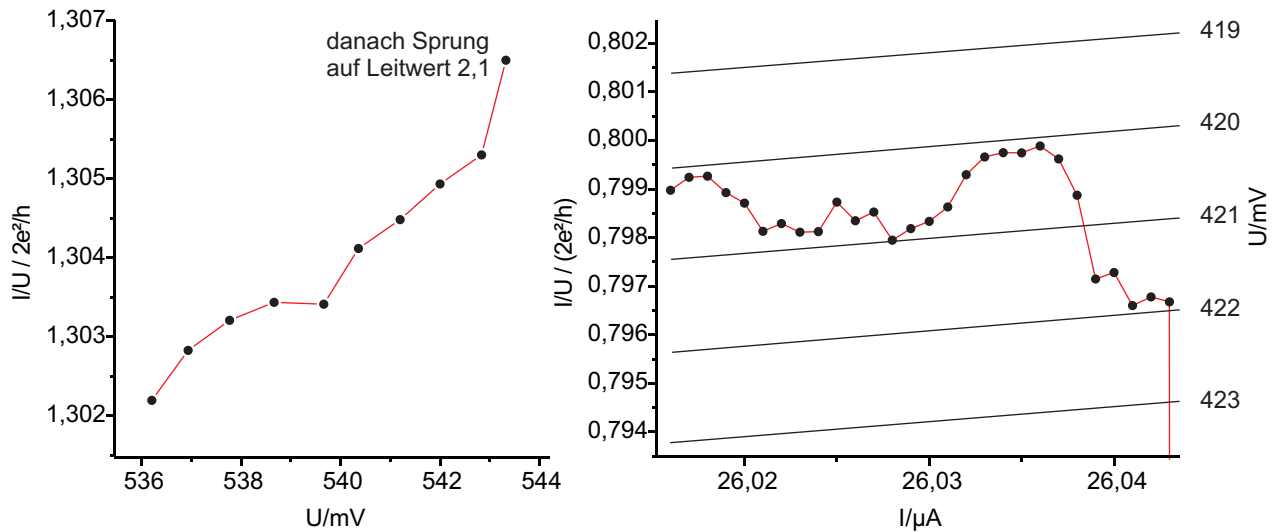


Abbildung 4.12: Vermutlich ein Artefakt. Die Kurven demonstrieren jedoch die hohe Messauflösung bei hohen Spannungen.

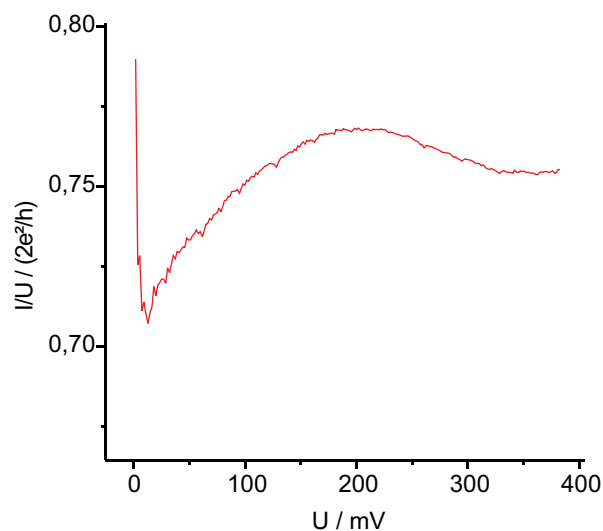


Abbildung 4.13: Leitwertfluktuationen an Probe S7. Abbruch des Kontaktes bei 386 mV.

4 Durchführung und Ergebnisse

5 Zusammenfassung und Ausblick

Gezeigt wurde in dieser Arbeit zunächst, wie die Herstellung der Proben durchgeführt und optimiert wurde. Dabei wurde eine Vakuum-Ausheizvorrichtung entworfen. Anschließend wird beschrieben wie Probleme am Helium-3-Kryostaten behoben werden konnten. Das eigentliche Experiment bestand aus dem Erzeugen und Untersuchen eines Ein-Atom-Kontaktes aus Aluminiums. Hier sollten hohe Spannungen bis zu einem Volt angelegt werden, um Fluktuationen aufgrund von Interferenz-Effekten der Elektronen studieren zu können, die in einem kleinen Bereich um den ein-Atom-Kontakt herum verursacht werden. Zunächst wurde die Stabilität des Ein-Atom-Kontaktes bei hohen Spannungen untersucht. Es zeigte sich nur eine Stabilität bis häufig über 400 mV und in seltenen Fällen über 500 mV. Die untersuchte Probe zeigte auch ein ständiges Umordnen von Atomen, was eine Messung von Fluktuationen verhindert hat. Erklärt wurde dies mit einem zufällig beim Brechen des Bruchkontaktes entstandenen losen Bruchstück von atomarer Größenordnung.

In der Veröffentlichung von B. LUDOPH wurden Messungen dieser Art an Gold bis 300 mV gezeigt, wo keine atomaren Umordnungen auftraten. In Zukunft sollte daher versucht werden, die Messungen der Aluminium-Proben mehrfach zu wiederholen, da ein Bruchkontakt naturgemäß auf nicht vorhersehbare Weise bricht, und deshalb die Möglichkeit nicht ausgeschlossen ist, dass ein stabilerer Bruchkontakt erzeugen werden kann. Auch sollte die elektronische Messanordnung derart verbessert werden, dass neben dem absoluten auch der differentielle Leitwert ohne Rauschen gemessen werden kann. Eine weitere Verbesserungsmöglichkeit wäre eine Elektronik, die Spannungs- anstelle von Stromrampen zu Messung der Fluktuationen erlaubt, da bei der nachträglichen Umrechnung Unstetigkeiten entstehen.

5 Zusammenfassung und Ausblick

Literaturverzeichnis

- [1] R. LANDAUER *Spatial variation of currents and fields due to localized scatterers in metallic conduction*, IBM J. Res. Develop, **1**, 223 (1957)
- [2] E. SCHEER, *Zur Geometrieabhängigkeit der Leitwertfluktuationen in nanostrukturierten Metallschichten*, Dissertation, 1995
- [3] E. SCHEER, P. JOYEZ, D. ESTEVE, C. URBINA, M. H. DEVORET, *Conduction Channel Transmissions of Atomic-Size Aluminum Contacts*, Phys. Rev. Lett. **78**, 3535 (1997)
- [4] E. SCHEER, N. AGRAÏT, J. C. CUEVAS, A. L. YEYATI, B. LUDOPH, A. MARTÍN-RODERO, G. R. BOLLINGER, J. M. VAN RUITENBEEK, C. URBINA, *The Signature of chemical valence in the electrical conduction through a single-atom contact*, Nature **394**, 145-157 (1998)
- [5] E. SCHEER, W. BELZIG, Y. NAVEH, M. H. DEVORET, D. ESTEVE, C. URBINA, *Proximity Effect and Multiple Andreev Reflections in Gold Atomic Contacts*, Phys. Rev. Lett. **86**(2), 284-287 (2001)
- [6] E. SCHEER, *Mündliche Mitteilung*, 2002
- [7] SUPRIYO DATTA, *Electronic Transport in Mesoscopic Systems*, Cambridge University Press, 2001.
- [8] C. KERGUERIS, J.-P. BOURGOIN, S. PALACIN, D. ESTEVE, C. URBINA, M. MAGOGA, C. JOACHIM *Electron transport through a metal-molecule-metal junction*. Phys. Rev. B, **59**(19), 1250512513 (1999)
- [9] M. DREHER, *Computersimulationen zum elektronischen Ladungstransport in Nanostrukturen*, Diplomarbeit, 2002
- [10] R. HÄUSSLER, *Aharnov-Bohm-Oszillationen in mesoskopischen Metallringen: Einfluß einer Gleichspannung und eines inhomogenen Magnetfelds*, Dissertation, Seite 26 bis 27 (Messtechnik), 1999

Literaturverzeichnis

- [11] B. LUDOPH, *Quantum Conductance Properties of Atomic-size Contacts*, Dissertation, 1999
B. LUDOPH, J.M. VAN RUITENBEEK, *Conductance fluctuations as a tool for investigating the quantum modes in atomic-size metallic contacts*, Phys. Rev. B. **61** (2000) 2273-2285
- [12] C. J. MULLER, Dissertation (unveröffentlicht), Universität Leiden, 1992. Zitierung durch [11] von Messungen zu magnetischen Leitwertfluktuationen an Ein-Atom-Kontakten konnte nicht nachgeprüft werden.
- [13] H. E. VAN DEN BROM, *Noise properties of atomic-size contacts*, Dissertation, Universität Leiden, 2000.
- [14] G. BINNIG, H. ROHRER, CH. GERBER AND E. WEIBEL, *Surface studies by scanning tunneling microscopy* Phys. Rev. Lett. **49**, 57 (1982)
- [15] J. M. VAN RUITENBEEK, A. ALVAREZ, I. PIÑEYRO, C. GRAHMANN, P. JOYEZ, M. H. DEVORET, D. ESTEVE, C. URBINA, *Adjustable nanofabricated atomic size contacts*, Rec. Sci. Instrum. **67**, 1 (1996)
- [16] J. MORELAND, J. W. EKIN, *Electron tunneling experiments using Nb-Sn break junctions*, J. Appl. Phys. **58**, 3888 (1985)
- [17] R. CRON, *Atomic Contacts: a Test-Bed for Mesoscopic Physics*, Dissertation, 2001
- [18] G. RUBIO, N. AGRAÏT, S. VIEIRA, *Atomic-Sized Metallic Contacts: Mechanical Properties and Electronic Transport*, Phys. Rev. Lett. **76**/13, 2302 (1996)
- [19] J. GREBING, *Elektronischer Transport durch Größen-selektierte Cluster*, Diplomarbeit, Mai 2002
- [20] VOJKO KUNEJ, *Aufbau der Probenherstellung mittels Elektronenstrahlolithographie und Charakterisierung der elektronischen Eigenschaften von metallischen Nanostrukturen*, Diplomarbeit, Mai 2002
- [21] H.-F. PERNAU, *Aufbau einer Bruchmechanik zur Einregelung atomarer Punktkontakte bei tiefen Temperaturen und Messung des Transportverhaltens von Ein-Atom-Kontakten aus Halbmetallen*, Diplomarbeit, Juli 2002
- [22] R. HACKL, *Leitfähigkeitsmessungen an DNS unter mechanischer Belastung*, Diplomarbeit, Juli 2002
- [23] L. MATHIAS ET AL, *Polymer Science Learning Center*, www.psrc.usm.edu/pslc/index.htm
- [24] D. NÜHRMANN, *Das große Werkbuch Elektronik*, 1998, (Ausg. in 4 Bd.), ISBN 3-7723-6547-7

- [25] G. E. MOORE, *Cramming more components onto integrated circuits*, Electronics, Volume 38, Number 8, April 19, 1965
- [26] FEYNMAN, R. P., *There's Plenty of Room at the Bottom.*, Caltech's Engineering and Science, Februar 1960
- [27] K. E. DREXLER, *Engines of Creation, The Coming Era of Nanotechnology*, 1986, ISBN 0-385-19973-2, oder im Internet unter: www.foresight.org/EOC/index.html
- [28] K. E. DREXLER ET AL, *Unbounding the Future, the Nanotechnology Revolution*, 1991, ISBN: 0-688-12573-5, oder im Internet unter: www.foresight.org/UTF/Unbound_LBW/
- [29] K. E. DREXLER ET AL, *Nanosystems, Molecular Machinery, Manufacturing, and Computation*, 1992, ISBN 0-471-57547-X
- [30] Foresight-Institute, www.foresight.org
- [31] F. MILLER, *Kurs 2025* oder *Das intelligente Haus* , Fraunhofer-Magazin 4 (1999)

Danksagung

Hiermit möchte ich mich bei Elke Scheer bedanken, dass sie mit ihrer interessanten Forschung nach Konstanz kam und mir ein unheimlich vielseitiges und lehrreiches Jahr der Diplomarbeit ermöglicht hat.

Meinen Eltern möchte ich herzlich danken für alle Unterstützung während meines Studiums.

Den vielen Helfern beim Korrekturlesen: Vojko, Jochen, Ursula, Tobias, Hansi, Patrick für ständiges Hinterfragen und meinem Vater für die Korrektur zu gutem Schreibstil vielen Dank.

Bei Roland möchte ich mich bedanken, dass er mir in seinem \LaTeX -Kurs das „Teichen“ beigebracht hat und mich auf die hervorragenden Möglichkeiten von \PDF\LaTeX aufmerksam gemacht hat.

Natürlich auch vielen Dank an die gesamte Arbeitsgruppe für die schöne Zeit. Da verbleiben noch Rainer, Cécile, Christian und Andreas von der Nachbargruppe.