

**Versuchsbericht**  
**P422 Rastertunnelmikroskopie**

Gabriel Remiszewski und Christian Fischer

durchgeführt am 2/3.11.2023

# Inhaltsverzeichnis

<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2 Bedienung des Rastertunnelmikroskops</b>	<b>2</b>
<b>3 Gold-Probe</b>	<b>5</b>
<b>4 HOPG-Probe</b>	<b>7</b>
<b>5 Fazit</b>	<b>9</b>

## 1. Einleitung

Mithilfe eines Rastertunnelmikroskops (RTM) lassen sich Oberflächen von elektrisch leitfähigen Materialien atomar auflösen. Dies ist besonders nützlich, wenn z.B. die Oberflächenstruktur eines Materials untersucht werden soll. Bei einem RTM wird sich der quantenmechanische Tunneleffekt zunutze gemacht, indem zwischen abrasternder Messspitze und der zu untersuchenden Oberfläche eine Spannung angelegt wird, sodass sich die Fermi-Niveaus der Messspitze und der zu untersuchenden Oberfläche gegeneinander verschieben, womit ein Tunnelstrom messbar wird. Dieser gemessene Tunnelstrom dient dann in zwei verschiedenen Betriebsmodi des RTMs zur Darstellung der Elektronenverteilung an der Oberfläche des zu untersuchenden Materials, womit Rückschlüsse auf dessen Oberflächenstruktur getroffen werden können.

In diesem Versuch soll die Funktionsweise und die technische Umsetzung eines RTMs verstanden werden. Außerdem soll der Umgang mit einem RTM erlernt werden, indem eine Gold-Probe und eine HOPG-Probe (hochgeordnetes pyrolytisches Graphit) mikroskopiert werden. Hier ist insbesondere das Ziel, die Oberfläche des HOPGs mit atomarer Auflösung abzubilden, um die Eichung der RTM-Piezos zu überprüfen.

## 2. Bedienung des Rastertunnelmikroskops

Bei der Versuchsdurchführung wird ein RTM mit einem externen Controller und der zugehörigen Software **Easyscan 2** verwendet. Der Experimentierplatz ist in Abb. 1 gezeigt.

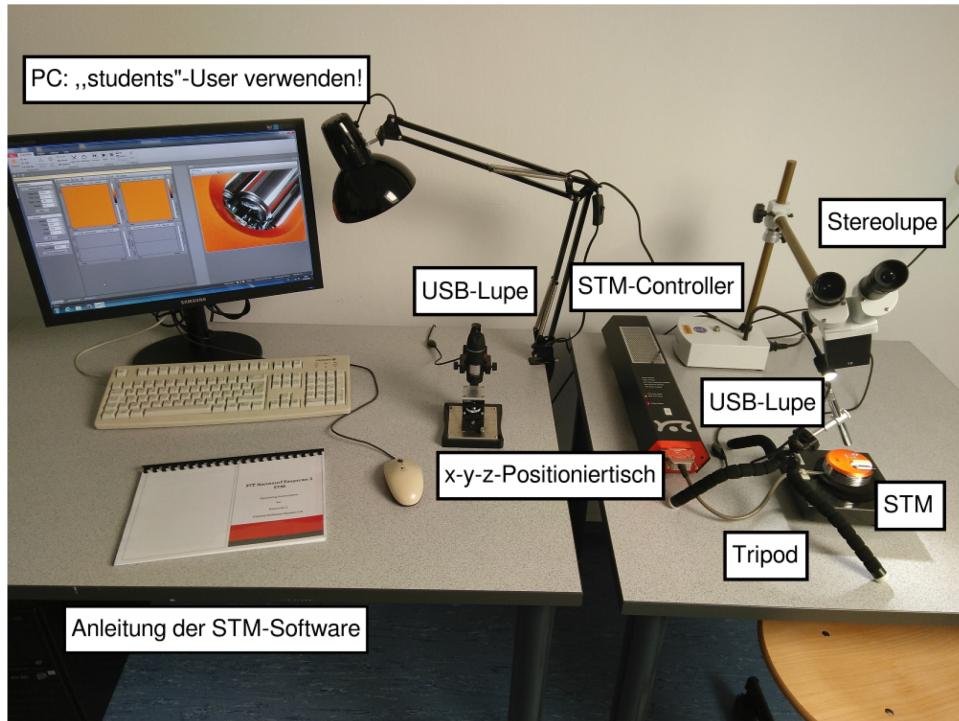


Abbildung 1: Experimentierplatz mit RTM und dem notwendigen Zubehör (Quelle: [skript])

Um mit dem RTM arbeiten zu können, wird der RTM-Controller über einen Kippschalter eingeschaltet. Anschließend wird der beistehende Rechner hochgefahren, um die für den RTM-Controller benötigte Software **Easyscan 2** zu öffnen. Außerdem ist der Arbeitsbereich mit den Eingabegeräten des Rechners (Tastatur und Maus) auf einem anderen Tisch als das RTM platziert, sodass die vielen Berührungsstellen der Hände, Arme, Füße und Beine mit dem Tisch während der Bedienung der Software keinen Einfluss auf die Arbeitsweise des RTMs haben. Ohnehin ist das RTM auf einem schwingungsdämpfenden Körper befestigt, um den Einfluss von Vibrationen auf die Messungen zu verringern, allerdings hat sich bei der Versuchsdurchführung tatsächlich gezeigt, dass leichte Zusammenstöße mit dem RTM-Tisch zu kurzezeitigen Ausreißern während eines Messprozesses führen, weshalb eine Aufteilung der beteiligten Arbeitsgeräte definitiv sinnvoll ist.

Auf dem Tisch mit dem Rechner ist zudem eine USB-Lupe positioniert, mit der die verwendeten Proben und Spitzen auf ihre Qualität untersucht werden können. Für diese USB-Lupe wird eine separate Software verwendet.

Das RTM weist eine Öffnung auf, in welche die Spitze und Probe eingesetzt werden können. Diese Öffnung ist mit einer Schutzhülle abgedeckt, welche aber für die Versuchsdurchführung entfernt werden kann. Darüber hinaus wird eine weitere USB-Lupe (montiert auf einem Dreibein) auf die Öffnung des RTMs gerichtet, um später die Annäherung der Probe an die Spitze beobachten zu können. Das resultierende Bild dieser USB-Lupe kann in **Easyscan 2** dargestellt werden.

Die Proben, der Spitzendraht und das benötigte Zubehör befindet sich in einer Box (siehe Abb. 2). Wenn eine bestimmte Probe untersucht werden soll, wird zunächst der Probenhalter mit Isopropanol gereinigt. Ebenso wird die Rückseite der Probe mit Isopropanol gereinigt, bevor sie mit der Probenpinzette auf dem Probenhalter magnetisch befestigt wird. Vor einer Messung wird immer die zu untersuchende Probe unter der USB-Lupe betrachtet. Die Messspitze wird mit einem Seitenschneider aus einem Platin-Iridium-Draht zugeschnitten. Die angefertigte Messspitze wird ebenfalls unter der USB-Lupe auf ihre grobe Qualität hin betrachtet. Um die Spitze handzuhaben, wird eine Spaltenpinzette benutzt. Um eine Spitze unter der USB-Lupe zu untersuchen, kann diese in einem separaten RTM-Innenleben befestigt werden.

Nun kann die angefertigte Messspitze in dem RTM befestigt werden. Anschließend kann der Probenhalter mit der zu untersuchenden Probe auf die Kontaktstellen des *Stick-Slip*-Piezos gelegt werden.

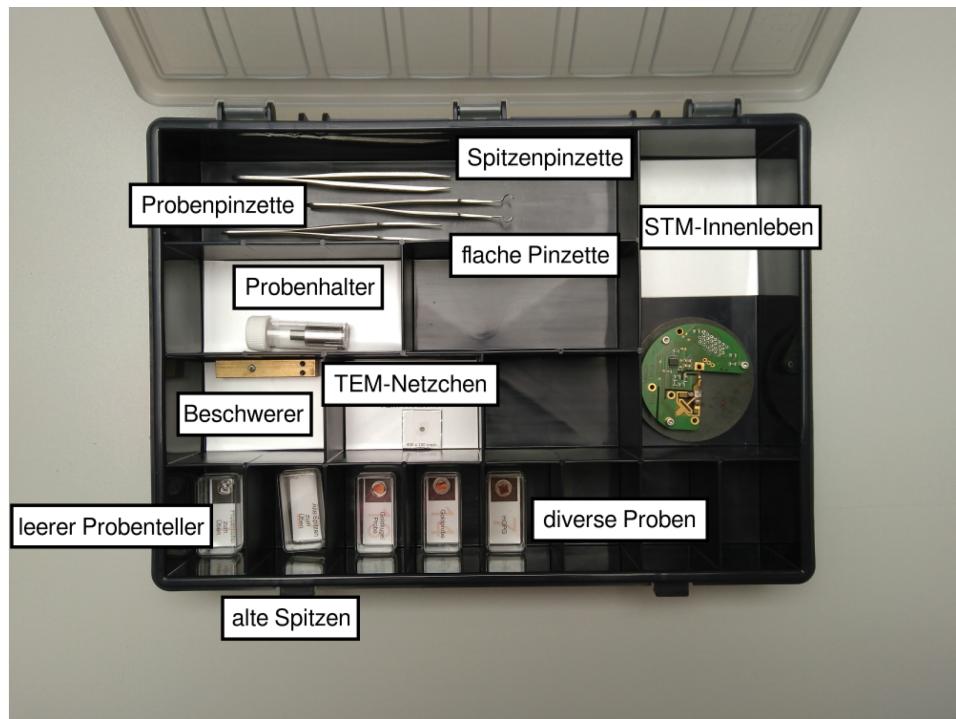


Abbildung 2: Box mit den Proben und dem benötigten Zubehör (Quelle: [skript])

Da der zu messende Tunnelstrom exponentiell mit dem Abstand zwischen Spalte und Probe abnimmt, ist es für die Arbeitsweise des RTMs notwendig, den Abstand zwischen Spalte und Probe auf etwa einen Atomdurchmesser ( $0,1\text{ nm}$ ) einzustellen. Um dies technisch zu ermöglichen, wird der *Stick-Slip*-Piezo benötigt. Ein piezoelektrisches Stellelement verformt sich unter Anlegung einer Spannung, da die Ladungsschwerpunkte gegeneinander verschoben werden. Da diese physischen Verformungen auf sehr kleinen Längenskalen stattfinden, sind mit Piezos feine Bewegungen im sub-nm-Bereich möglich. Bei Benutzung des *Stick-Slip*-Piezos wird eine Sägezahnspannung an dieses angelegt, sodass der Probenhalter zunächst um eine kleine Distanz verschoben werden kann (zur Spalte hin oder von der Spalte weg). Hier haftet der Probenhalter aufgrund der Haftriebung an den Kontaktstellen des Piezos. Zudem wird ein Beschwerer auf den Probenhalter gelegt, damit die Funktionsweise des *Stick-Slip*-Antriebs verbessert wird. Dann bewegt sich das Piezo ruckartig in die entgegengesetzte Richtung, wobei aber der Probenhalter (inklusive Beschwerer) aufgrund seiner Trägheit seine Position nicht verändert. Da sich dieser Prozess mit der angelegten Sägezahnspannung periodisch wiederholen lässt, kann der Probenhalter gleichzeitig fein und über größere Distanzen bewegt werden.

Um die Probe an die Spalte anzunähern, wird in der Software zunächst die Funktion *Advance* benutzt. Damit wird die Probe manuell möglichst nah an die Spalte herangefahren. Sobald unter der USB-Lupe über dem RTM kein Abstand mehr zwischen Spalte und Probe zu erkennen ist, wird die Funktion *Approach* benutzt. Mit dieser Funktion wird die Probe automatisch in möglichst feinen Abständen an die Spalte herangefahren. Dieser Annäherungsprozess endet, sobald ein Tunnelstrom messbar wird. Soll die Probe später von der Spalte entfernt werden, wird zunächst die Funktion *Withdraw* (Zurückfahren in feinen Abständen) und dann die Funktion *Retract* (grobes Entfernen der Probe von der Spalte) benutzt.

Die Spalte wird über insgesamt drei Piezoelemente bewegt. Eines dieser Piezoelemente dient zur feinen Änderung der Höhe der Spalte über der Probenoberfläche. Die anderen beiden Piezoelemente dienen zur Rasterbewegung der Spalte. Hier kann die Rastergeschwindigkeit manuell eingestellt werden. Ebenso lässt sich die Spannung zwischen Spalte und Probe manuell einstellen. Soll nun die zu untersuchende Oberfläche abgerastert werden, stehen im wesentlichen zwei Betriebsmodi (*constant-current-mode* und *constant-height-mode*) zur Verfügung.

Bei dem *constant-current-mode* arbeitet das RTM so, dass der zu messende Tunnelstrom konstant gehalten wird. Dafür muss laufend die Höhe der Spalte über der Probenoberfläche geändert werden. Um auf diese Änderungen zu reagieren, arbeitet das RTM mit einem Regelkreis. Im wesentlichen wird dem

Regelkreis ein Strom-Sollwert vorgegeben, wodurch mit dem Strom-Istwert eine Fehlerfunktion berechnet wird. Bei diesem Versuch wird ein PI-Regelkreis (*Proportional-Integral*) verwendet, wobei das *Proportional*-Glied eine zu der Fehlerfunktion proportionale Stellgröße berechnet und das *Integral*-Glied die Fehlerfunktion über eine gewisse Integrationszeit integriert. Um das RTM im *constant-current-mode* zu betreiben, werden die Parameter für P und I entsprechend groß gewählt (z.B. P = 1000 und I = 2000), sodass auf rasche Änderungen möglichst schnell reagiert werden kann. Dieser Betriebsmodus sollte bei einer ersten Messung einer Probe verwendet werden, da hier verhindert wird, dass die Spitze in die Probe reinfährt.

Im *constant-height-mode* wird der Regelkreis prinzipiell nicht benötigt, da die Höhe der Spitze über der Probenoberfläche konstant gehalten werden soll. Damit werden hier Parameter für P und I nahe null gewählt. Dieser Betriebsmodus sollte erst dann gewählt werden, wenn ein möglichst flacher Bereich der Probenoberfläche abgerastert wird, sodass die Spitze nicht in die Probe gefahren wird.

Mithilfe von **Easyscan 2** kann der gewünschte abzurasternde Bereich auf der Probenoberfläche ausgewählt werden. Für eine gelungene Messung müssen häufig Parameter wie Spannung und Rastergeschwindigkeit variiert werden.

### 3. Gold-Probe

Um den Umgang mit dem zur Verfügung stehenden RTM zu erlernen, wird zunächst eine Gold-Probe (Gold auf Saphir) untersucht, da hier die vorkommenden groben Strukturen leicht abzubilden sind. In einem ersten Schritt wird eine Messspitze mit einem Seitenschneider aus dem Platin-Iridium-Draht zugeschnitten. Hier wird darauf geachtet, dass der Platin-Iridium-Draht an einer Seite möglichst spitz zugeschnitten wird. Um eine Oberfläche mit atomarer Auflösung abzubilden, ist es notwendig, dass die Spitze einatomig ist. Zuerst scheint es etwas unrealistisch, einen Draht auf eine einatomige Spitz zuzuschneiden. Allerdings wird es in der Praxis meist der Fall sein, dass die zugeschnittene Spitz einatomig ist, da es immer ein Atom gibt, was im Vergleich zu seinem Nachbaratom noch ein wenig weiter vorne ist. Dies reicht bereits für eine atomare Auflösung aus, da der Abstand zwischen Spitz und Probe in der Größenordnung eines Atomdurchmessers liegt. Somit wird ein Elektron immer zu dem einzelnen vordersten Atom der Spitz tunneln, da die Tunnelwahrscheinlichkeit zu einem leicht dahinter liegenden Atom exponentiell mit dem Abstand (bereits ungefähr zwei Atomdurchmesser) abfällt.

Die zugeschnittene Spitz kann nun in dem RTM-Innenleben zur Betrachtung unter der USB-Lupe befestigt werden. Diese Spitz wird für die gesamte Untersuchung der Gold-Probe verwendet. In Abbildung Abb. 3 ist die verwendete Spitz dargestellt. Links ist der Zustand der Spitz vor und rechts nach der Untersuchung der Gold-Probe abgebildet. Der 0,3 mm-dicke Platin-Iridium wird zur Kalibrierung der eingezeichneten Maßstäbe verwendet.

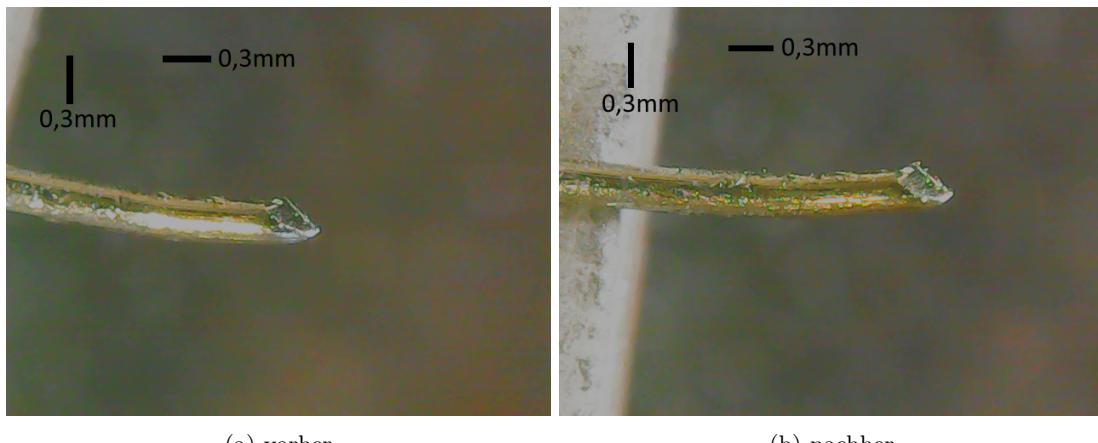


Abbildung 3: Messspitze zur Untersuchung der Gold-Probe unter dem USB-Mikroskop

Mit dem USB-Mikroskop kann allerdings keine Aussage über die Qualität der Spitz getroffen werden. Es lässt sich auch nicht erkennen, ob sich die Struktur der Spitz vorne während der Versuchsdurchführung maßgeblich verändert hat. Auch ist leider nicht zu erkennen, ob die Spitz während der Versuchsdurchführung Dreck aufgesammelt hat, was unter anderem für schlechtere Messergebnisse gesorgt haben könnte.

Als Gold-Probe wird eine solche verwendet, bei der eine Goldschicht auf Saphir aufgetragen ist. Bevor diese Probe untersucht wird, wird ihr Zustand mit dem USB-Mikroskop dokumentiert. Zur Kalibrierung des USB-Mikroskops wird ein  $400 \times 100$ -Mesh benutzt. Zur Kalibrierung werden die 100 Mesh verwendet. Dies bedeutet, dass sich auf einem Zoll 100 Öffnungen befinden (vgl. [mesh]). In Abb. 4 werden fünf solcher Öffnungen abgezählt, womit die eingezeichnete Länge  $\frac{5}{100} = 0,05$  Zoll entspricht. Die Umrechnung in mm wird durch eine Multiplikation mit dem Faktor 25,4 vorgenommen (siehe [umrechnung]). Die verwendete Gold-Probe ist in Abb. 5 dokumentiert. Der zuvor erstellte Maßstab wird mithilfe eines Bildbearbeitungsprogramms in das Bild der Gold-Probe übertragen. Auf der Gold-Probe sind einige Kratzer aber auch einige augenscheinlich flache Stellen zu erkennen.

Nun werden Spitz und Probe in das RTM eingebaut. Der Annäherungsprozess erfolgt wie in Abschnitt 2 beschrieben. Nach einem erfolgreichen Annäherungsprozess wird ein Tunnelstrom gemessen und die Rasterung der Oberfläche kann beginnen. Die Rasterung der Gold-Oberfläche wird ausschließlich im *constant-current-mode* vorgenommen, da die Gold-Probe eine rauere und ungleichmäßige Oberfläche aufweist. So wird verhindert, dass die Spitz in die Probe fährt. Nun können Bilder der Oberfläche der Goldprobe in verschiedenen Bildgrößen aufgenommen werden. Bei der Versuchsdurchführung wurden auch häufig während einer Rasterungs-Periode die Programm-Parameter geändert, wodurch einige miss-

lungene Bilder entstanden sind. Um auch generell den Rahmen der Diskussion nicht zu sprengen, werden hier nur einige der gelungenen Bilder diskutiert. Alle aufgenommenen Bilder der Gold-Probe sind in <https://uni-bonn.sciebo.de/s/wz3neQLAKV4slns> hinterlegt.

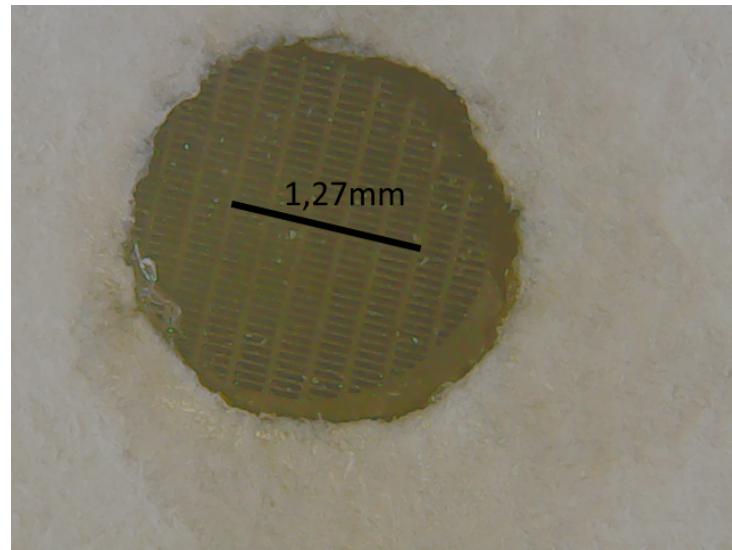


Abbildung 4:  $400 \times 100$ -Mesh zur Kalibrierung des Maßstabes des USB-Mikroskops

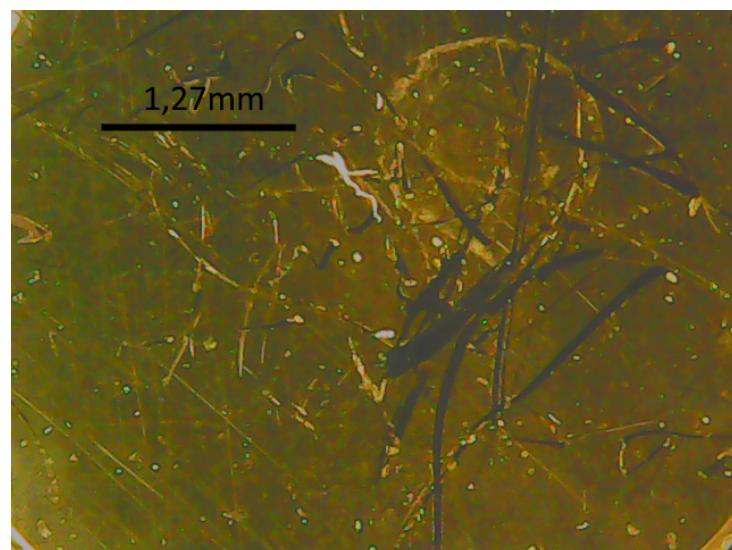


Abbildung 5: Mit dem USB-Mikroskop aufgenommene Oberfläche der verwendeten Gold-Probe (Gold-schicht auf Saphir)

## 4. HOPG-Probe

### Struktur

Hochorientierter pyrolytischer Graphit (HOPG) ist kristalliner Kohlenstoff, wo Atome einer Schicht auf einem hexagonalen Gitter geordnet sind, wodurch jedes Atom auf dieser zweidimensionalen Ebene von drei weiteren Atomen im Winkel von  $120^\circ$  verbunden ist. Zwei Schichten dieses Gitters sind versetzt übereinander geordnet (siehe Abb. 6), weshalb durch die untere Ebene die Ladungsverteilung auf der Oberfläche beeinflusst wird.

Wie in Abb. 6b erkennbar ist bei den H-Atomen die Ladungsverteilung minimal und bei A-Atomen maximal. Die Verteilung bei den B-Atomen befindet sich dazwischen, weshalb diese für das Mikroskop unsichtbar werden, da ein RTM nicht unmittelbar die Oberflächentopographie messen kann, sondern die Aufenthaltswahrscheinlichkeit der Elektronen [**rtm-leitpfaden**].

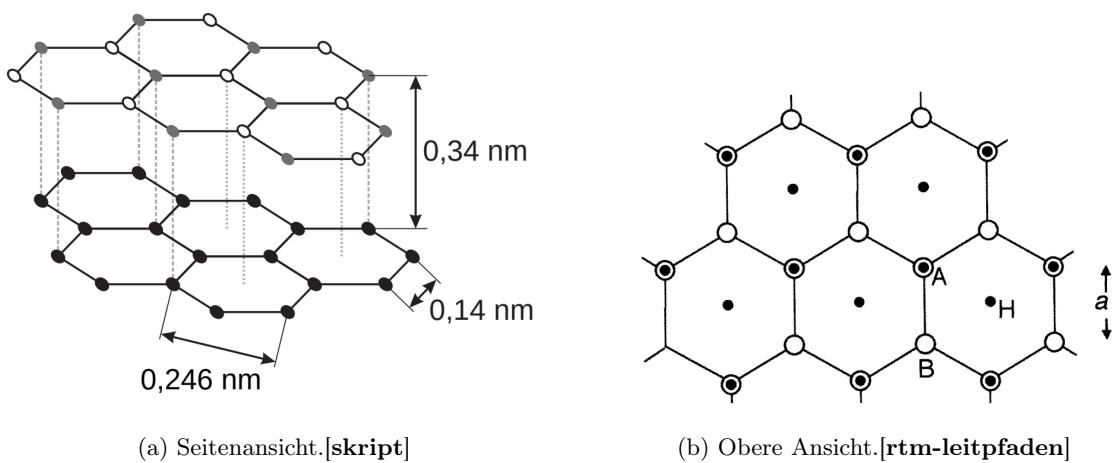


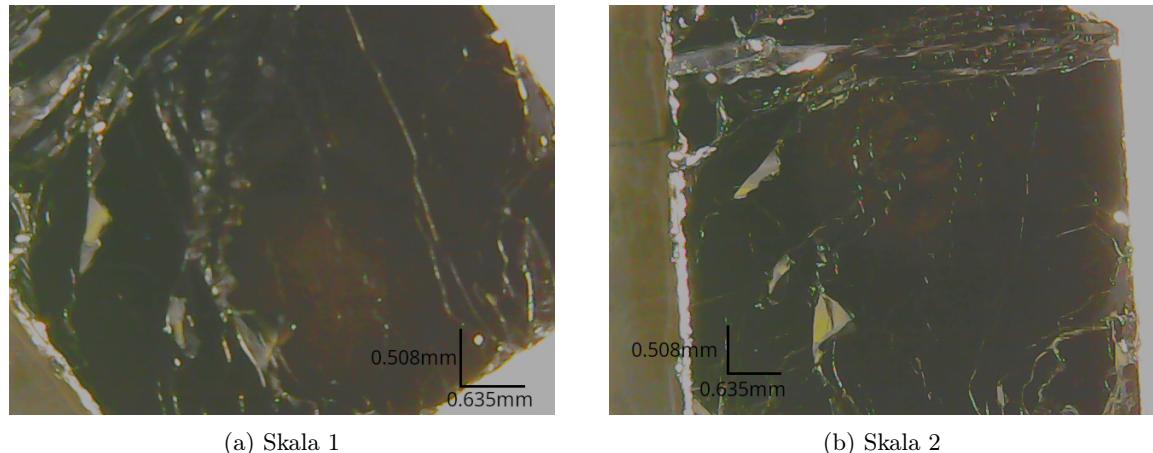
Abbildung 6: Hochorientierter pyrolytischer Graphit.

### Vorbereitung

Im Gegensatz zu Gold wird hier versucht, die atomare Struktur des Graphits aufzulösen. Dies erfordert hohe Präzision in der Durchführung und der Präparation der Spitz. Der Platin-Iridium Draht vor der Rasterung ist in Abb. 7 abgebildet. Vorne ist eine dünne Spalte zur erkennen, die sich für die Durchführung eignen sollte.



Abbildung 7: Platin-Iridium Spalte vor Rasterung des HOPG.



(a) Skala 1

(b) Skala 2

Abbildung 8: USB-Mikroskop Aufnahmen von HOPG nach Abziehen der obersten Schicht.

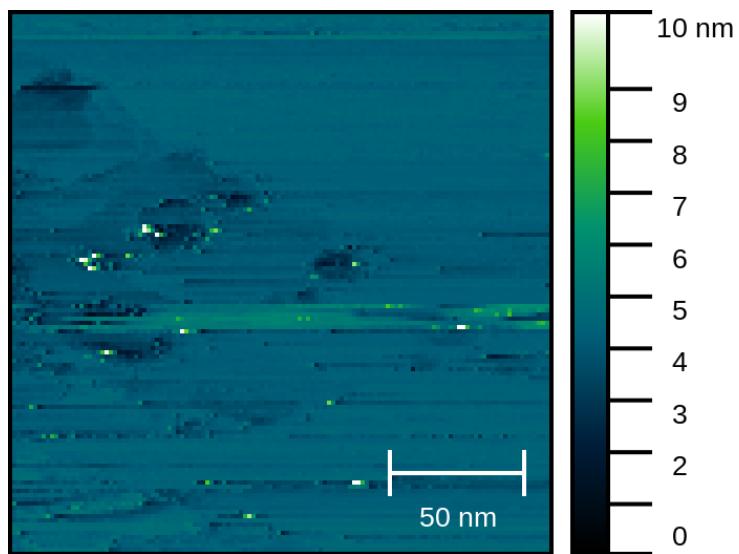


Abbildung 9: HOPG und sonst?

## 5. Fazit