

Versuchsbericht
P422 Rastertunnelmikroskopie

Gabriel Remiszewski und Christian Fischer

durchgeführt am 2/3.11.2023

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung	1
2 Bedienung des Rastertunnelmikroskops	2
3 Gold-Probe	5
4 HOPG-Probe	10
5 Fazit	14
Literaturverzeichnis	15

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 Tunneleffekt¹ 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.

¹ Die relevanten Kenntnisse zum Tunneleffekt (und Tunnelstrom) sind in Standard-Lehrwerken wie [1] und [2] zu finden.

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.

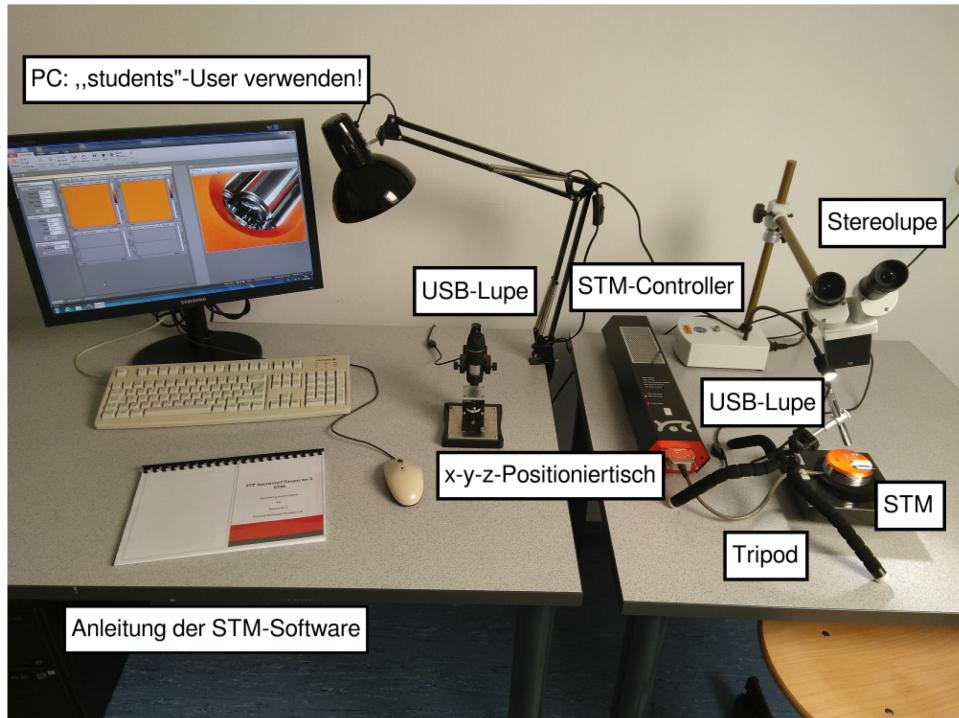


Abbildung 1: Experimentierplatz mit RTM und dem notwendigen Zubehör [3].

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.

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 Schutzkappe 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 Spitzenspitze 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 Spitzenspitze handzuhaben, wird eine Spitzenspinzette benutzt. Um eine Spitzenspitze 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.

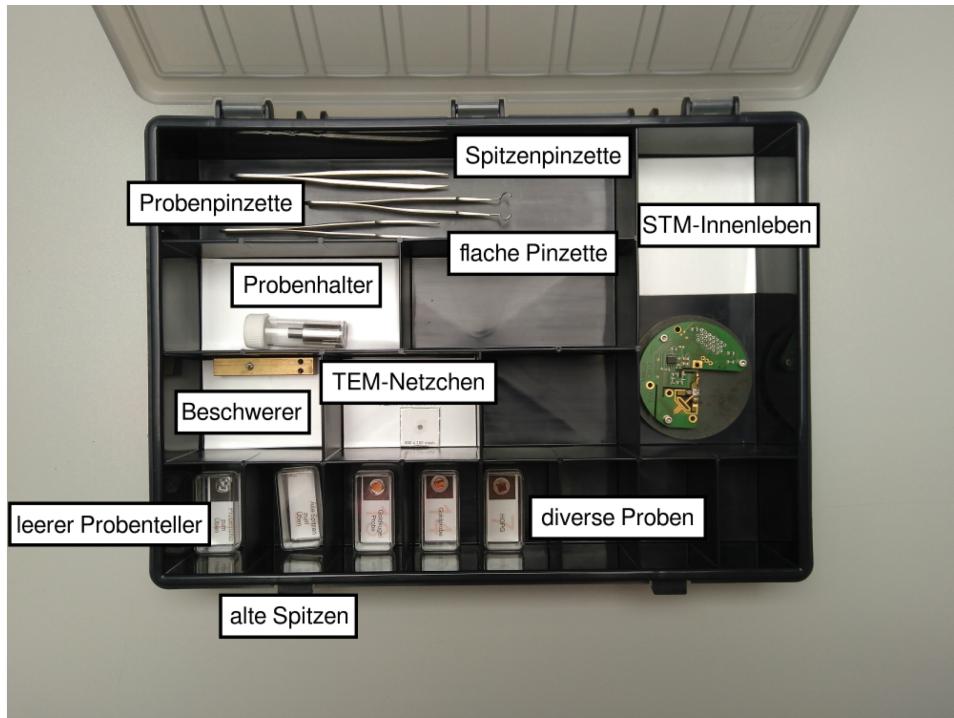


Abbildung 2: Box mit den Proben und dem benötigten Zubehör [3].

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 Haftreibung 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 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 Draht wird zur Kalibrierung der eingezeichneten Maßstäbe verwendet.

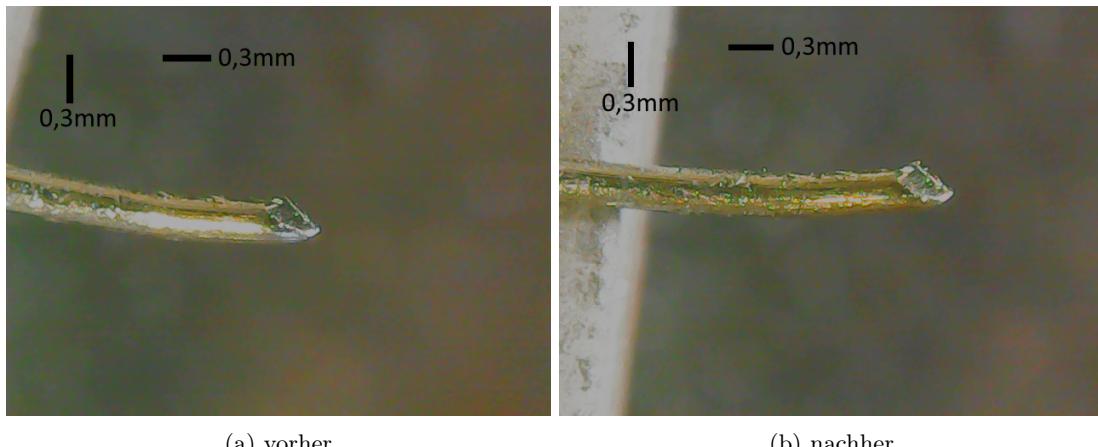


Abbildung 3: Messspitze (Spitz 1) zur Untersuchung der Gold-Probe unter dem USB-Mikroskop.

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 400×100 -Mesh benutzt. Zur Kalibrierung werden die 100 Mesh verwendet. Dies bedeutet, dass sich auf einem Zoll 100 Öffnungen befinden (vgl. [4]). 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 [5]). 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. Alle aufgenommenen Bilder der Gold-Probe und der HOPG-Probe sind in <https://uni-bonn.sciebo.de/s/wz3neQLAKV4slns> hinterlegt.

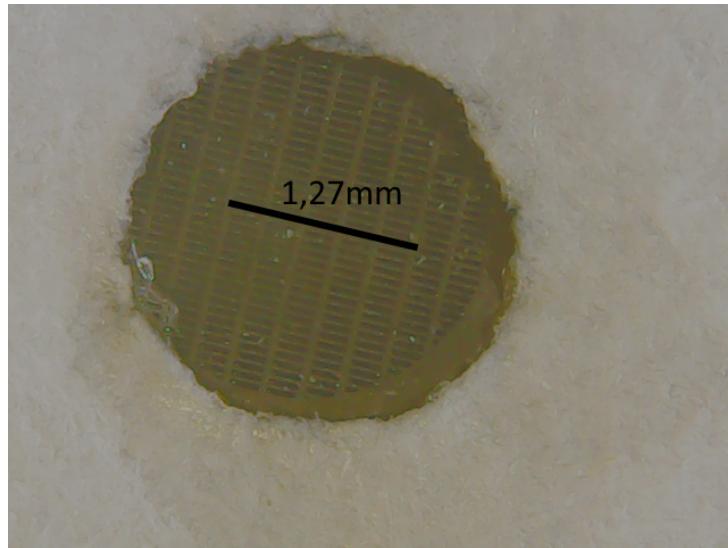


Abbildung 4: 400×100 -Mesh zur Kalibrierung des Maßstabes des USB-Mikroskops.

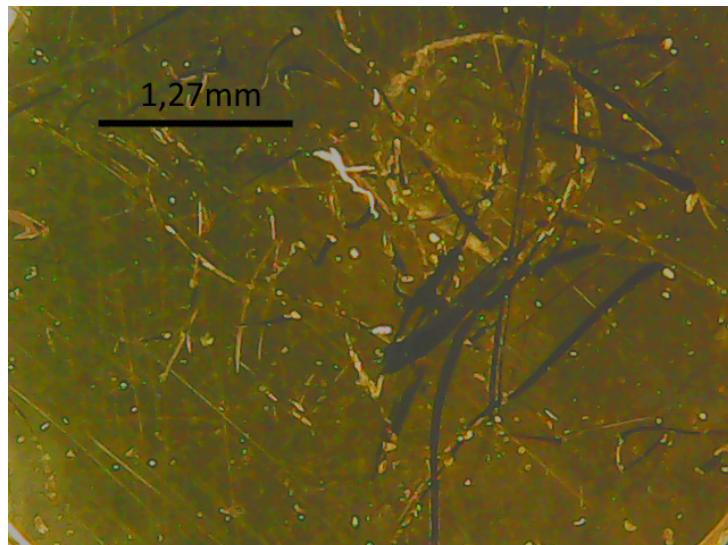


Abbildung 5: Mit dem USB-Mikroskop aufgenommene Oberfläche der verwendeten Gold-Probe (Gold-schicht auf Saphir).

Zunächst wird ein Bildausschnitt der Größe $200\text{ nm} \times 200\text{ nm}$ ausgewählt, woraufhin einige Bilder aufgenommen werden. Bei den aufgenommenen Bildern ist stets die sogenannte *Time per line* hinterlegt, also in diesem Fall die Zeit, die die Spitze benötigt, um die Strecke einer Linie (200 nm) zurückzulegen. Diese Größe lässt sich einfach in die tatsächliche Rastergeschwindigkeit umrechnen, indem die Länge einer Linie durch die *Time per line* geteilt wird. Die aufgenommenen Bilder werden mit der Software **Gwyddion** bearbeitet. Hier kann z.B. automatisch ein Maßstab hinzugefügt werden. Außerdem wird die Farbgebung etwas geändert, sodass die Höhenunterschiede besser zu erkennen sind. In Abb. 6 sind einige der RTM-Aufnahmen der Gold-Probe der Bildgröße 200 nm dargestellt. Es ist sofort zu erkennen, dass die Gold-Oberfläche tatsächlich sehr rau ist, da hier Höhenunterschiede in der Größenordnung von bis zu 30 nm zu erkennen sind. Hier können jedoch nicht zwangsläufig Rückschlüsse auf die Oberflächentopographie der Gold-Probe getroffen werden, da hier mit dem RTM im Wesentlichen die Elektronenverteilung (welche den Tunnelstrom verursacht) gemessen wird. Gold ist ein Leiter, weshalb die Elektronen frei beweglich und delokalisiert sind. Dennoch ist es aus diesem Grund besonders einfach, gelungene Bilder der Gold-Probe zu erzielen.

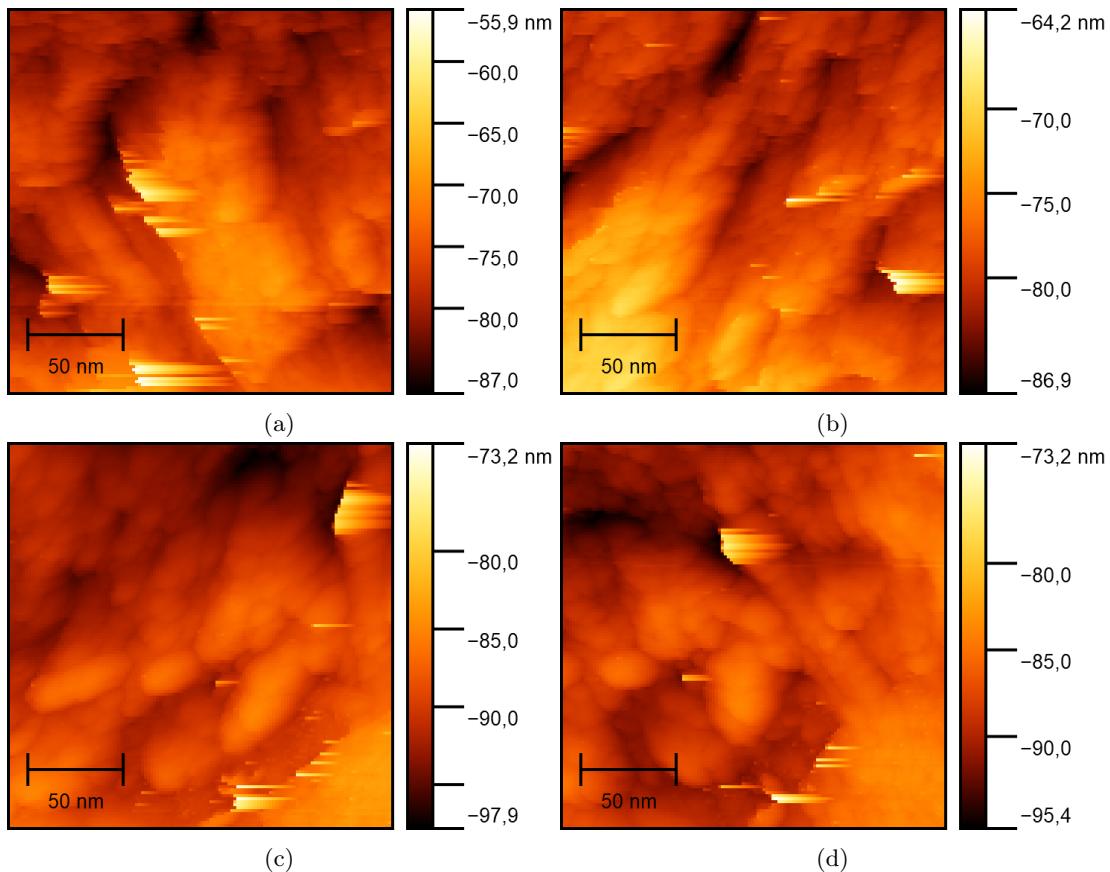


Abbildung 6: RTM-Aufnahmen der Goldprobe. *Image size* 200 nm, *Rastergeschwindigkeit* $1 \mu\text{m s}^{-1}$, *Set-point* 1 nA, *Tip voltage* 1 V, *P-Gain* 1000, *I-Gain* 2000, *D-Gain* 0, Spitze 1.

Die lokale Veränderung der Elektronenverteilung äußert sich in Abb. 6 darin, dass ständig der gleiche Ausschnitt der Gold-Probe betrachtet wird, die resultierenden Bilder jedoch unterscheidbar sind. Ein weiterer Grund für die unterschiedlichen Bilder des gleichen Probenausschnitts lassen sich auch durch einen Temperatur-Drift erklären. In dem Versuchsraum kommt es ständig zu Änderungen der Temperatur (z.B. durch die Anwesenheit/Abwesenheit von Menschen), wodurch sich die Probe ausdehnt/zusammenzieht, was den betrachteten Bildausschnitt leicht verändert. Temperaturänderungen tragen auch zu Änderungen der elektrischen Leitfähigkeit der Gold-Probe bei. Dennoch konnten hier gelungene Bilder der Gold-Probe aufgezeichnet werden. Es ist eine wolkenartige Struktur zu erkennen. Diese Wolken scheinen sich wiederum aus kleinen Goldkugeln zusammenzusetzen, welche hier aber noch nicht scharf genug aufgelöst sind. Außerdem sind mehrere sehr helle Punkte/Streifen zu erkennen, was darauf hindeutet, dass die Höhe der Spitze über der Probe aufgrund eines plötzlichen hohen Tunnelstroms verändert werden musste. Die Ursache hierfür könnten kleine Verunreinigungen auf der Spitze oder auf der Probe sein.

Nun wird ein etwas kleinerer Bildausschnitt der Größe $84 \text{ nm} \times 84 \text{ nm}$ ausgewählt, um die Struktur der kleinen Goldkugeln besser auflösen zu können. Zwei der resultierenden Bilder sind in Abb. 7 dargestellt. Hierbei wurde auch mit verschiedenen Rastergeschwindigkeiten und Werten für das *I-Gain* experimentiert. Für die darauffolgenden Aufnahmen wurde jedoch der Wert für das *I-Gain* wieder auf 2000 gestellt, da die damit resultierenden Bilder meist besser aussahen. In Abb. 7 sind tatsächlich die Goldkugeln wesentlich besser zu erkennen. Viele von diesen Goldkugeln sind etwa in der Größenordnung von 10 nm bis 30 nm, weshalb es sich hier auf keinen Fall um Goldatome sondern um Goldkugeln bestehend aus sehr vielen Goldatomen handelt. Eine atomare Auflösung bei dieser Goldprobe ist aufgrund der hohen elektrischen Leitfähigkeit ohnehin nicht möglich. Um den Umgang mit dem RTM etwas zu üben, wurde die Probe nun mit *Withdraw* und *Retract* von der Spitze entfernt. Dann wurde die Probe leicht gedreht, um einen anderen Ausschnitt der Oberfläche zu untersuchen. Mit *Advance* und *Approach* wurde die Probe dann wieder an die Spitze angenähert, was erneut ohne Probleme funktionierte.

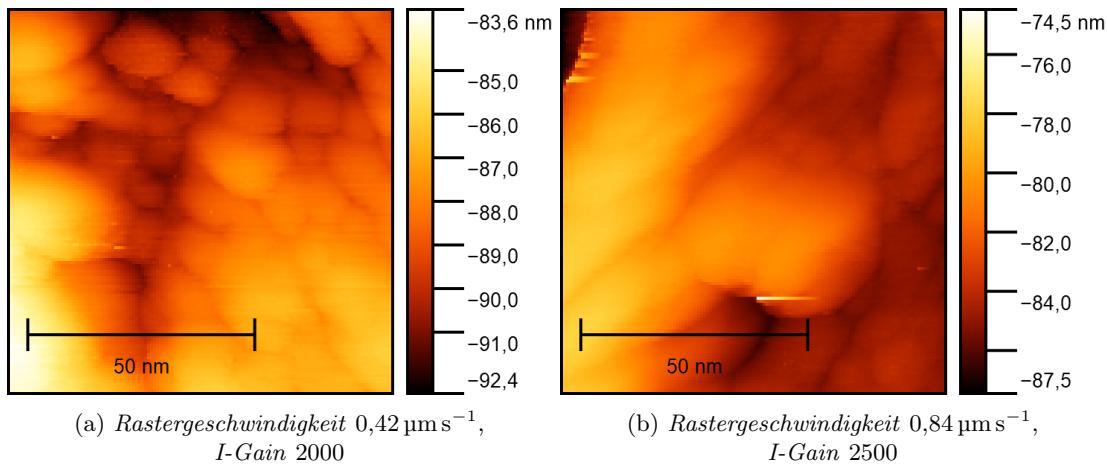


Abbildung 7: RTM-Aufnahmen der Goldprobe. *Image size* 84 nm, *Setpoint* 1 nA, *Tip voltage* 500 mV, *P-Gain* 1000, *D-Gain* 0, Spitze 1.

Erneut wird ein Bildausschnitt der Größe $200 \text{ nm} \times 200 \text{ nm}$ ausgewählt. Das resultierende Bild ist in Abb. 8 dargestellt. Im Vergleich zu Abb. 6 sind hier keine neuen Auffälligkeiten zu beobachten.

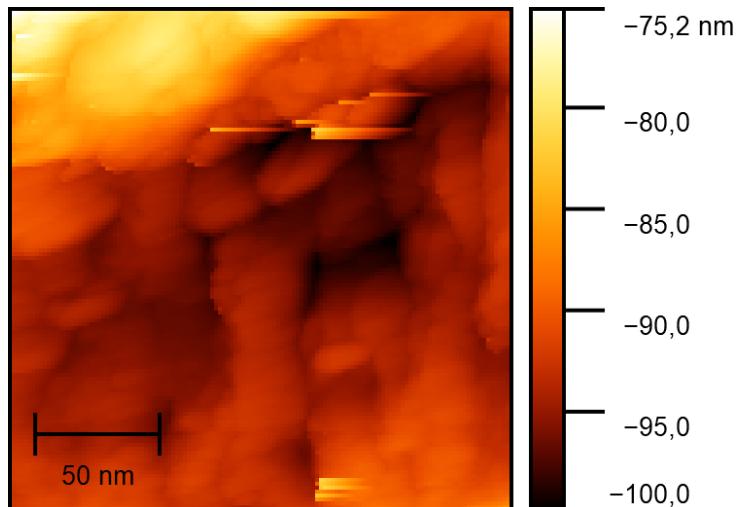


Abbildung 8: RTM-Aufnahme der Goldprobe. *Image size* 200 nm, *Rastergeschwindigkeit* $1 \mu\text{m s}^{-1}$, *Setpoint* 1 nA, *Tip voltage* 500 mV, *P-Gain* 1000, *I-Gain* 2000, *D-Gain* 0, Spitze 1.

Nun werden einige Bilder der Größe $50 \text{ nm} \times 50 \text{ nm}$ aufgenommen (siehe Abb. 9). Hier sind nun die einzelnen Goldkugeln besser zu erkennen (zumindest in dem linken Bild). Das rechte Bild ist entweder sehr unscharf (was evtl. an einer zu hohen *Tip voltage* liegt) oder in diesem Bildausschnitt ist die Elektronenverteilung zum Zeitpunkt der Aufnahme etwas gleichmäßiger verteilt.

In Abb. 10 sind Bilder eines noch kleineren Bildausschnittes ($20 \text{ nm} \times 20 \text{ nm}$) dargestellt. In dem linken Bild sind kaum noch Strukturen der Goldoberfläche zu erkennen, die visuell getrennt werden können. In dem rechten Bild ist jedoch eine Abgrenzung von wahrscheinlich zwei Goldkugeln zu erkennen.

Abschließend sind in Abb. 11 Bilder eines sehr kleinen Ausschnittes ($5 \text{ nm} \times 5 \text{ nm}$) gezeigt. Auf dieser Größenskala können kaum noch differenzierte Strukturen aufgelöst werden, was durch die delokalisierte Elektronenverteilung zu begründen ist. Lediglich in dem rechten Bild ist eine leichte Abgrenzung von zwei Strukturen zu erkennen, wobei hier aufgepasst werden muss, da die visuelle Darstellung trügen kann. Wie zu sehen ist, sind hier Höhenunterschiede von nur 2 nm vorhanden, weshalb es sich unter Umständen sogar um die gleiche Struktur handeln kann.

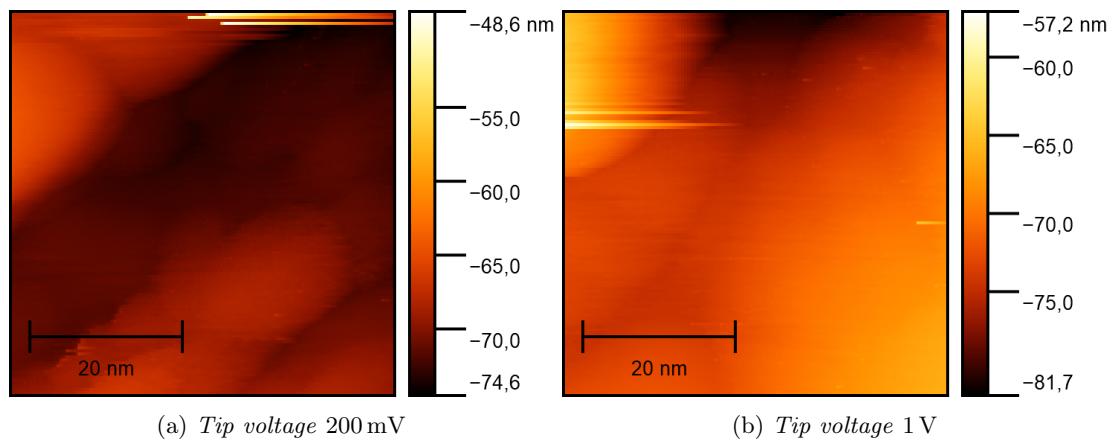


Abbildung 9: RTM-Aufnahmen der Goldprobe. *Image size* 50 nm, *Rastergeschwindigkeit* $0,5 \mu\text{m s}^{-1}$, *Setpoint* 1 nA, *P-Gain* 1000, *I-Gain* 2000, *D-Gain* 0, Spitz 1.

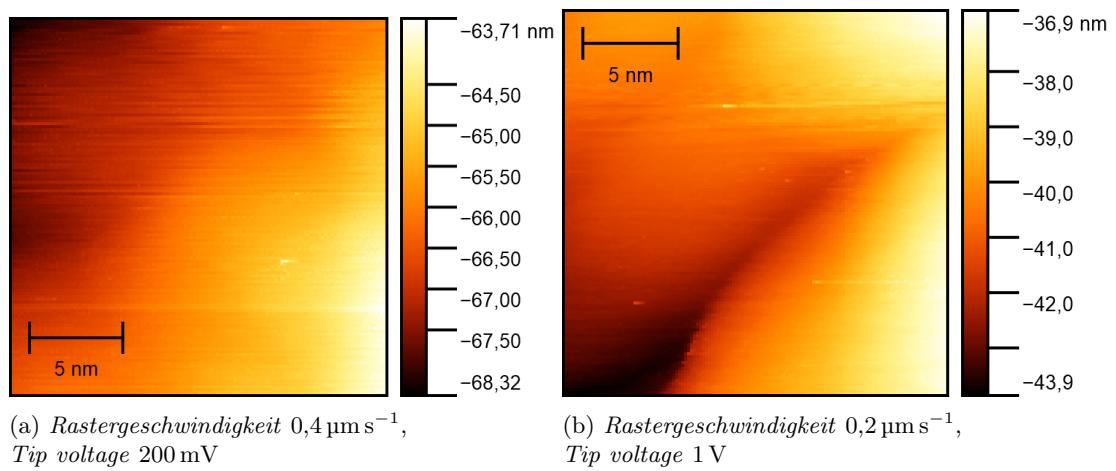


Abbildung 10: RTM-Aufnahmen der Goldprobe. *Image size* 20 nm, *Setpoint* 1 nA, *P-Gain* 1000, *I-Gain* 2000, *D-Gain* 0, Spitz 1.

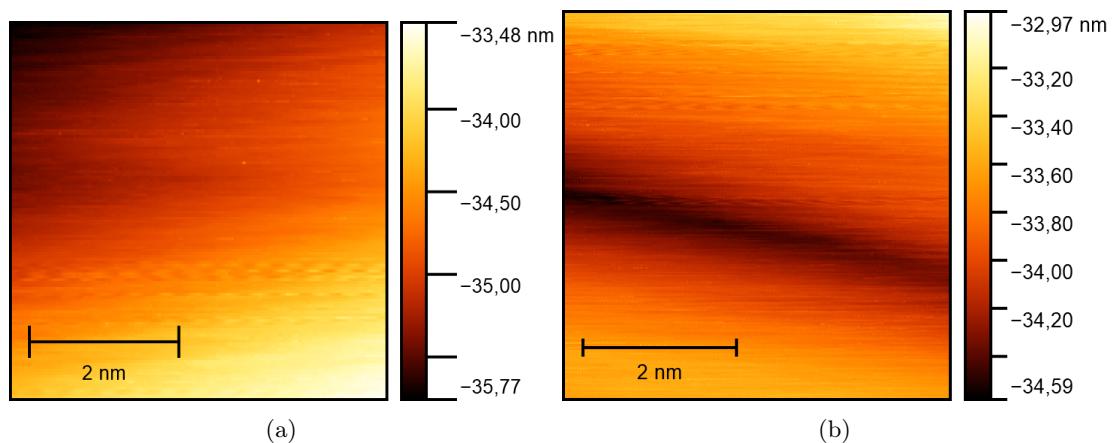


Abbildung 11: RTM-Aufnahmen der Goldprobe. *Image size* 5 nm, *Rastergeschwindigkeit* 50 nm s^{-1} , *Setpoint* 1 nA, *Tip voltage* 500 mV, *P-Gain* 1000, *I-Gain* 2000, *D-Gain* 0, Spitz 1.

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° verbunden ist. Zwei Schichten dieses Gitters sind versetzt übereinander geordnet (siehe Abb. 12), weshalb durch die untere Ebene die Ladungsverteilung auf der Oberfläche beeinflusst wird.

Wie in Abb. 12b 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 [6].

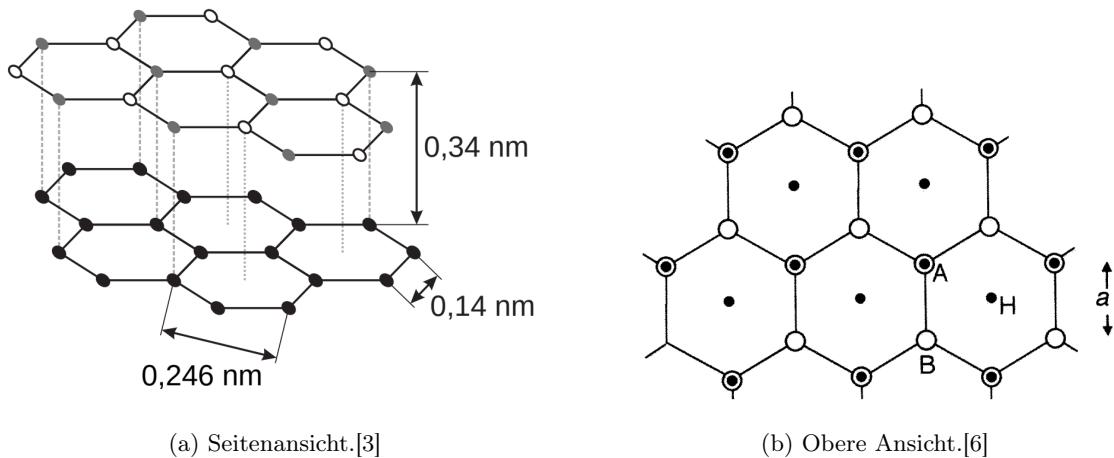


Abbildung 12: Hochorientierter pyrolytischer Graphit.

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 Spitze. Der Platin-Iridium-Draht vor der Rasterung ist in Abb. 13 abgebildet. Vorne ist eine dünne Spitzte zu erkennen, die sich für die Durchführung eignen sollte.



Abbildung 13: Platin-Iridium-Spitze (Spitze 2) vor Rasterung des HOPG.

Die Graphit-Probe ist in Abb. 14 mit zwei unterschiedlichen Vergrößerungen abgebildet. Zu erkennen ist eine Stufenstruktur auf der Oberfläche, die jedoch deutlich größer ist als die Fläche, die gerastert werden soll. Daher kann mit dieser Probe gearbeitet werden.

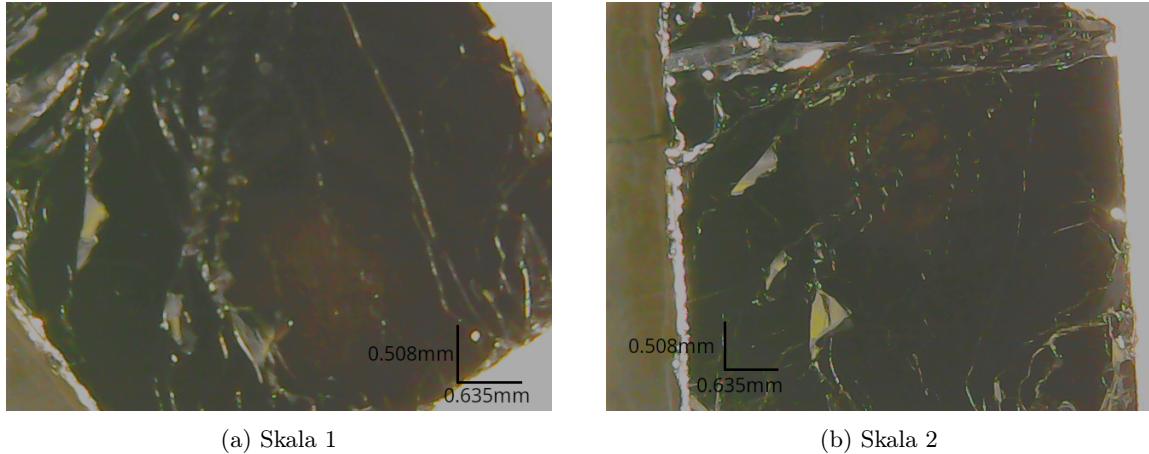


Abbildung 14: USB-Mikroskop Aufnahmen von HOPG nach Abziehen der obersten Schicht.

Auswertung

Nach erfolgreicher Annäherung der Probe an die Spitze wird zunächst ein Bild mit einer großen Breite gemacht, um die Grobstruktur der Oberfläche zu bekommen um damit einen ausreichend flachen Flächenabschnitt finden zu können. Die Abbildungen und die Längenabmessungen der Messdaten wurden mit der Software **Gwyddion** erstellt. Ein Bild bei einer Breite von 200 nm ist in Abb. 15 zu sehen, wobei das obere rechte Viertel von einer flachen Ebene gefüllt wird, wo hier die Höhenschwankung maximal 1 nm beträgt.

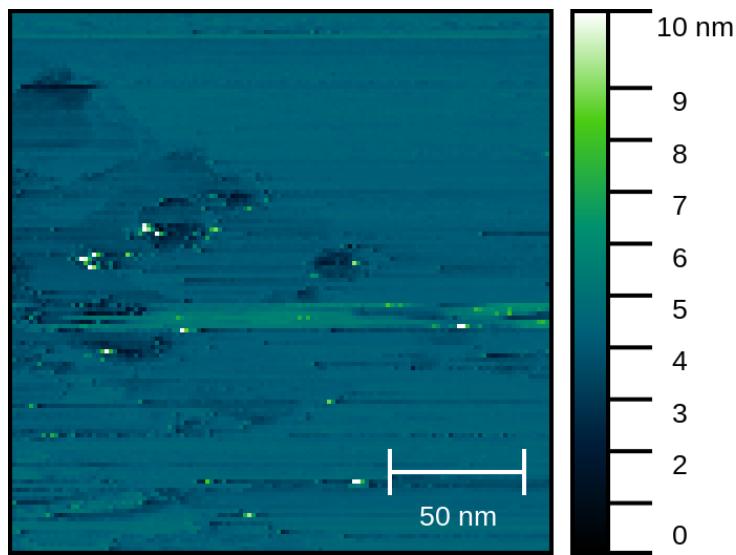


Abbildung 15: RTM-Aufnahmen der HOPG-Probe. *Image size* 200 nm, *Rastergeschwindigkeit* $1 \mu\text{m s}^{-1}$, *Setpoint* 5 nA, *Tip voltage* 0,5 V, *P-Gain* 1000, *I-Gain* 2000, *D-Gain* 0, Spitze 2.

Nach Auswahl eines kleineren Gebiets konnten RTM-Aufnahmen in einer Größenordnung gemacht werden, wo Atomstrukturen sichtbar werden sollen. Diese Aufnahmen sind in Abb. 16 und 17 zu sehen, wobei die linke Aufnahme die Strommessung und die rechte Aufnahme die Abstandsmessung auf dem Hinweg darstellt. Die Abstände wurden dabei auf das Minimum der Messung normiert.

Die Abstandsmessung zeigt, dass die Spitze auf einer horizontalen Linie stets die selbe Höhe aufweist und lediglich auf der vertikalen leicht variiert ist. Diese Variation liegt in Aufnahme 16 unter 57 pm und in

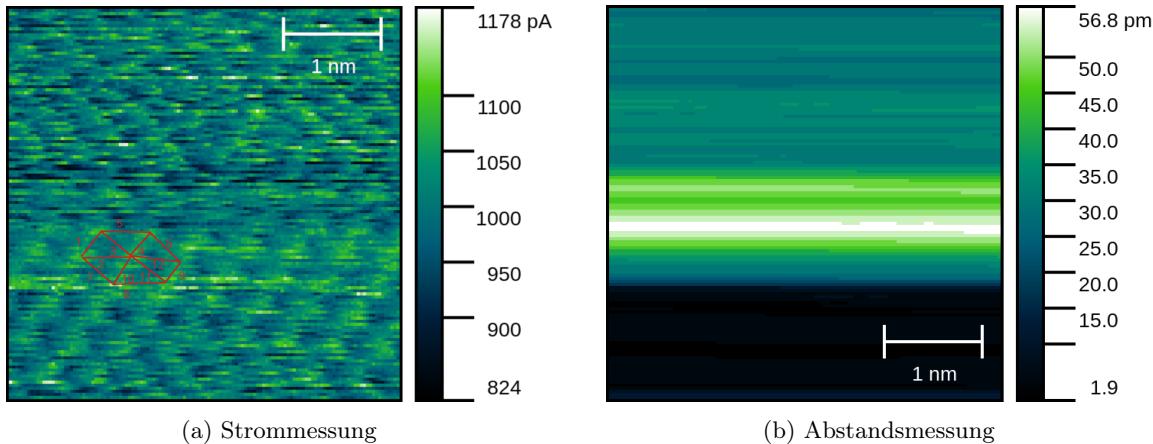


Abbildung 16: RTM-Aufnahmen der HOPG-Probe. *Image size* 4 nm, *Rastergeschwindigkeit* $77,5 \text{ nm s}^{-1}$, *Setpoint* 1 nA, *Tip voltage* 0,1 V, *P-Gain* 0, *I-Gain* 4, *D-Gain* 0, *Spitze* 2, *Rotation* 20° .

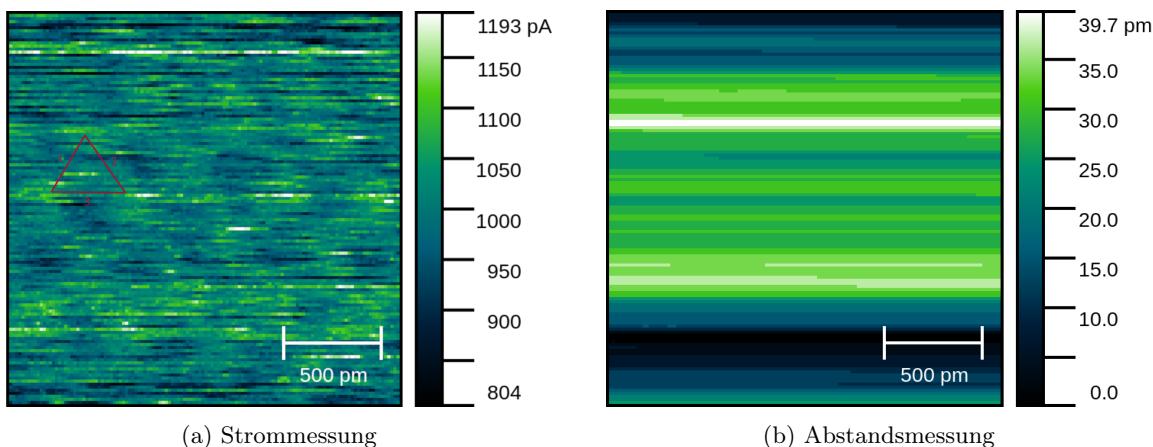


Abbildung 17: RTM-Aufnahmen der HOPG-Probe. *Image size* 2 nm, *Rastergeschwindigkeit* $77,5 \text{ nm s}^{-1}$, *Setpoint* 1 nA, *Tip voltage* 0,1 V, *P-Gain* 0, *I-Gain* 4, *D-Gain* 0, *Spitze* 2, *Rotation* 20° .

Aufnahme 16 unter 40 pm. Diese Schwankungen sind kleiner als ein Atomdurchmesser und könnten durch eine noch vorhandene leichte Neigung der Spitzen-Ebene in Relation zur Proben-Oberfläche entstanden sein, möglich sind auch thermische Ausdehnung oder Störungen durch Vibrationen. Da wie zu sehen diese Schwankungen klein sind, kann trotzdem eine konstante Höhenmessung angenommen werden, womit die Strommessung unmittelbar die Ladungsverteilung der Oberfläche darstellt.

In Abb. 16a ist in der unteren Hälfte deutlich nach Abb. 12b die erwartete Struktur von HOPG zu erkennen, jedoch mit einer geringen Auflösung. Diese konnte nach Variation der RTM-Parameter nicht verbessert werden. Der Grund hierfür ist mit höchster Wahrscheinlichkeit die Topographie der Spitz, da die Höhe dieser konstant gehalten wurde und ebenso ausreichend nah an die Probe herangefahren wurde, sodass Ströme von bis zu 1 nA gemessen wurden.

Trotzdem ist die Auflösung hoch genug, um quantitativ die Atomabstände abschätzen zu können. In Abb. 16a sind in rot Linien eingezeichnet, die die Abstände der A-Atome (siehe Abb. 12b) zeigen. Dies wurde für sieben aneinander liegenden Atomen gemacht. Auffällig ist hierbei, dass die erwartete Symmetrie der Abstände zueinander nicht vorhanden ist, da in x-Richtung die gemessenen Längen größer sind als in y-Richtung. Im Falle, dass das Mikroskop die Linien vertikal abstrahiert, kann diese Streckung der Abstände durch thermische Ausdehnung erklärt werden, weswegen sich während des Versuchs die Probe leicht in ihrer Position verschoben hätte. Eine weitere Option sei hierbei kein Messfehler, sondern eine fehlerhafte Eichung des Piezos, da HOPG aufgrund seiner Struktur in der Praxis zur Eichung genutzt wird. Die Messwerte sind in Tabelle 1 mit φ_1 für den Winkel der Linie relativ zur horizontalen Achse der Aufnahme und r_1 für die Länge denotiert. Die Fehler wurden für den Winkel mit 10° und die Länge mit 90 pm aufgrund der Auflösung gewählt.

Die Linien formen ein Sechseck bestehend aus sechs einzelnen Dreiecken, die nach Graphit-Struktur

alle gleichzeitig zu erwarten sind. Dies ist jedoch hier nicht der Fall. Es ist zu erkennen, dass Längen in y-Richtung sich in einem Bereich von 290 nm befinden, während Längen mit höheren Anteil in x-Richtung größer als 400 pm sind. Die Streckung in x-Richtung wird durch zu kleine Winkel der Linien 3, 6 und 7 deutlich.

Der Mittelwert der Abstände liegt hier bei

$$d_1 = 380(160) \text{ pm}, \quad (1)$$

wobei sich der Fehler aus der Standardabweichung der Messung sowie den einzelnen Fehlern zusammensetzt. Mit einem hohen Fehler von 42 % liegt der in [3] angegebene Literaturwert von 246 nm im 1σ -Bereich der Messung, wobei die Messung eine Abweichung nach oben hin darstellt.

In Aufnahme 17a konnte aufgrund von schlechter Auflösung nur für drei Linien am linken Rand der Abbildung der Atomabstand ausgewertet werden. Die Fehler für die Winkel φ_2 sind wieder mit 10° bestimmt worden und der Fehler der Abstände r_2 mit 100 pm. Hier kann ein mittlerer Abstand von

$$d_2 = 390(140) \text{ pm} \quad (2)$$

bestimmt werden, was sich mit dem Messwert 1 überlagert.

Tabelle 1: relative Winkel zur Horizontalen und eingezeichnete Abstände aus Abb. 16a und 17a

Linie	$\varphi_1/^\circ \pm 10^\circ$	$r_1/\text{pm} \pm 90 \text{ pm}$	$\varphi_2/^\circ \pm 10^\circ$	$r_2/\text{pm} \pm 100 \text{ pm}$
1	50	340	50	300
2	0	490	50	400
3	40	410	10	400
4	60	290		
5	10	460		
6	40	420		
7	40	390		
8	0	460		
9	50	290		
10	60	290		
11	50	350		
12	10	430		

Die Rasterspitze nach der Messung ist in Abb. 18 gezeigt. Zu sehen ist wie vorher eine sehr dünne Spitze, die nach visueller Bewertung eine höhere Auflösung hätte erreichen sollen.

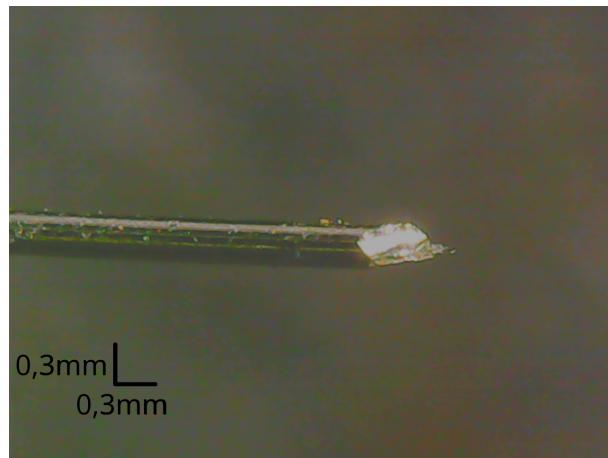


Abbildung 18: Platin-Iridium-Spitze (Spitze 2) nach Rasterung des HOPG.

5. Fazit

Mithilfe dieses Versuchs wurde die Funktionsweise und Bedienung eines Rastertunnelsmikroskops erlernt.

Zunächst wurde die Handhabung des RTMs mit einer Goldprobe getestet, da diese keine hohe Präzision in der Vorbereitung und Durchführung benötigt. Wie zuvor erwartet konnten hier grobe Strukturen im *constant-current-mode* betrachtet werden, die in ihrem Aussehen Wolken oder Kugel ähneln. Aufgrund der hohen elektrischen Leitfähigkeit war die Auflösung einzelner Atome nicht möglich.

Die HOPG-Probe besitzt nach Abb. 12a eine kristalline Struktur und erfordert für deren Auflösung eine höhere Präzision. Diese Struktur ist aufgrund der Oberflächenladungsverteilung nicht vollständig auflösbar, da nur jedes zweite Atom sichtbar gemacht werden kann. Dies ist in Abb. 16a im *constant-height-mode* erkennbar. Die Auflösung der Aufnahmen hat die Bestimmung der Gitterkonstanten erschwert und damit die Unsicherheit erhöht. Da die Auflösung von der Spitzentopographie sowie dem Abstand zur Spitze bestimmt wird, die Probe jedoch ausreichend nah herangefahren werden konnte, ist mit hoher Wahrscheinlichkeit ein nicht ausreichend spitzer Platin-Iridium-Draht benutzt worden.

Mit Aufnahme Abb. 16a konnte ein Abstand von

$$d = 380(160) \text{ pm}$$

gemessen werden, dessen Wert mit Aufnahme Abb. 17a bestätigt wird. Damit liegt der Referenzwert von $d = 246 \text{ pm}$ [6] zwar im 1σ -Bereich der Messung, jedoch ist trotzdem eine deutliche Abweichung (etwa 55 %) nach oben hin zu erkennen. Da die Abweichung in x-Richtung der Rasterung wesentlich höher als in y-Richtung ausfällt, ist eine mögliche Erklärung hierfür, dass durch thermische Ausdehnung die Rasterposition verschoben wurde und somit die Spitze die Ladungsverteilung an einer leicht versetzten Stelle gemessen hat. Bei Skalen von einigen Atomdurchmessern kann dieser Effekt durchaus bemerkbar sein. Eine weitere Erklärung hierfür könnte eine falsche Eichung der Piezo-Elemente sein, vor allem von dem Element, welches für die Verschiebung in x-Richtung zuständig ist. In diesem Falle würde sich das Piezo weniger deformieren als von dem RTM vorgesehen.

Im Rahmen der Versuchunsicherheit kann jedoch die Versuchsdurchführung als erfolgreich angesehen werden.

Literaturverzeichnis

- [1] Wolfgang Demtröder. *Experimentalphysik 3: Atome, Moleküle und Festkörper*; 3rd ed. Springer-Lehrbuch. Berlin: Springer, 2005. URL: <https://cds.cern.ch/record/829119>.
- [2] Gernot Münster. *Quantentheorie*. De Gruyter, 2020.
- [3] Physikalisches Institut der Universität Bonn. *Physikalisches Praktikum Teil IV: Atome, Moleküle, Festkörper. Versuchsbeschreibungen*. 2023.
- [4] LFA Tablet Presses. *Different Wire Mesh Sizes And Its Conversions*. <https://www.lfatabletpresses.com/articles/wire-mesh-sizes-conversions>. Zugriff: 05.11.2023.
- [5] Stecker Express. *Umrechnung Zoll in mm*. <https://www.stex24.de/ratgeber/umrechnen-zoll-mm>. Zugriff: 05.11.2023.
- [6] H.P. Dreyer u. a. *Raster-Tunnel-Mikroskop (Leitprogramm)*. [Online; Datum: 5.11.2023]. URL: <https://educ.ethz.ch/unterrichtsmaterialien/physik/rastertunnel.html>.