

422: Rastertunnelmikroskopie

Leonie Dessau & Lena Beckmann

1.-2.12.2025

1 Einleitung

1.1 Versuchsziel

Rastertunnelmikroskopie ist eine wichtige Methode, um Strukturen zu untersuchen, die mit klassischen optischen Mikroskopen nicht aufgelöst werden können. Auch eine atomare Skala der Auflösung ist dabei erreichbar [16, S. 2]. In dem Versuch wird ein Rastertunnelmikroskop (RTM) genutzt, um die Oberflächentopologie und damit die Kristallstruktur von auf Saphir oder Silizium aufgedampften Goldkugelchen und anschließend von hochgeordneten pyrolytischem Graphit (HOPG) zu untersuchen und letzteres auch auf atomarer Skala aufzulösen [16, S. 1]. Außerdem wird auch die Oberflächenstruktur von Molybdändisulfid (MoS_2) mit dem RTM untersucht.

1.2 Funktionsweise eines RTM

Rastertunnelmikroskopie nutzt das Phänomen des messbaren, ortsabhängigen Elektronenstroms (Tunnelstrom) zwischen einer elektrisch leitfähigen Oberfläche einer Probe und einer feiner Metallspitze, wenn diese in einem kleinen Abstand z über die Oberfläche bewegt wird. Dabei wird die Bewegung der Spitze über die Probe als fein über Piezokristalle gesteuerte Rasterbewegung in der x-y-Ebene vorgenommen und die Höhe $z > 0$ und der Tunnelstrom I für jeden Rasterpunkt (Pixel des entstehenden Bildes) gemessen. So können Strukturen der Probenoberfläche untersucht werden. Eine Skizze des Gesamtaufbaus ist in Abbildung 1.1 zu sehen. Die einzelnen Komponenten werden noch detaillierter erläutert.

1.2.1 Tunnelstrom

Bei klassischer Betrachtung wird überhaupt kein Tunnelstrom erwartet, da Elektronen aus leitfähigen Materialien, mit Energien unterhalb des Betrags einer Potentialbarriere $E < V$ sich niemals innerhalb oder hinter der Barriere aufhalten können. In der quantenmechanischen Betrachtung von Elektronen als Wellenfunktion gibt es jedoch eine nichtverschwindende Wahrscheinlichkeit, dass sich ein Elektron auch im Bereich der Barriere oder dahinter aufhält.

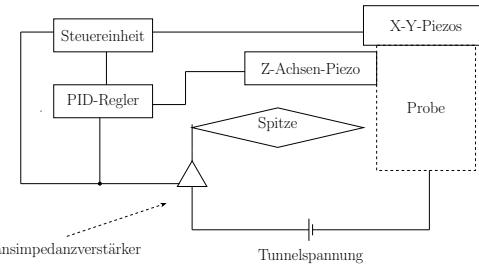


Abbildung 1.1: Schematische Funktionsweise des RTM

dass sich ein Elektron auch im Bereich der Barriere oder dahinter aufhält. Bei quantenmechanischer Betrachtung können Teilchen durch Potentialbarrieren Tunneln, die bei klassischer Betrachtung das Teilchen stoppen sollten. [8, S. 707–709]

Bei klassischer Betrachtung wird überhaupt kein Tunnelstrom erwartet, da Elektronen aus leitfähigen Materialien, mit Energien unterhalb des Betrags einer Potentialbarriere $E < V$ sich niemals innerhalb oder hinter der Barriere aufhalten können. In der quantenmechanischen Betrachtung von Elektronen als Wellenfunktion gibt es jedoch eine nichtverschwindende Wahrscheinlichkeit, dass sich ein Elektron auch im Bereich der Barriere oder dahinter aufhält.

Der resultierende Tunnelstrom ist hängt exponentiell vom Abstand ab und ist sehr empfindlich bei Änderungen in den Größenordnungen weniger Angström. Es gilt die folgende Proportionalität [4]:

$$I \propto U_T \exp(-A\Phi^{1/2}z) \quad (1.1)$$

Wobei z der Abstand von Spalte zu Probe darstellt. [geschlossene Form für Strom. ggf gerthsen S.708/709]

1.2.2 Piezoeffekt

Der Piezoeffekt beschreibt den Zusammenhang zwischen elektrischer Spannung und Verformung von Materialien mit polaren Achsen. Dieser Zusammenhang ist näherungsweise linear;

$$\Delta x = \delta U \quad (1.2)$$

Dieser Effekt ist in der Größenordnung von $10^{-11} - 10^{-9} \text{ m V}^{-1}$ und erlaubt somit relativ einfach Positionsregelung auf atomaren Größenskalen. [8, S. 339–341]

1.2.3 Regelkreis

Der Abstand der Spitze über der Probe muss geregelt werden, damit der Abstand stets klein genug ist, damit ein messbarer Tunnelstrom fließt ohne jedoch die Probe zu berühren und so potentiell die Spitze zu zerstören.

Zu diesem Zweck wird eine PID-Schleife verwendet. Dies ist eine in der Regelungstechnik übliche Art, ein System zu regeln, so dass es sich möglichst effizient einem Sollpunkt annähert und diesen auch bei äußeren Störungen stabil beibehält. [3]

Eine übliche Darstellung für das Regelsignal ist gegeben durch [1]:

$$u(t) = K_P e(t) + K_I \int_0^t e(\tau) d\tau - K_D \frac{dy(t)}{dt} \quad (1.3)$$

Die Konstanten müssen so gewählt und eingestellt werden, dass der gewünschte Effekt (meist Stabilität um den Sollpunkt) erzielt wird. Dabei dient K_P dazu, proportional zur Abweichung vom Sollwert zu regeln, K_I integriert die Abweichung, reagiert also auf langfristigere Auslenkungen und wirkt diesen entgegen. Der Differentialterm dient der Dämpfung des Systems, insbesondere gegen äußere Störung. Letzterer ist bei dem genutzten RTM stets null, da eine Mechanische abschirmung gegen Erschütterung erfolgt.

Dabei ist $e(t)$ die Abweichung vom Sollpunkt und $y(t)$ der aktuelle Punkt. Im weiteren wird die Konvention genutzt, dass $I = K_I$, $P = K_P$ und $D = K_D$.

Es besteht die Möglichkeit dem Integralterm eine Integrationsuntergrenze, $t - 1/I$ hinzuzufügen. In der Praxis kann die konkrete Implementierung der Steuersoftware nicht nachvollzogen werden.

Im konstanten Höhen Modus (CHM) werden die Parameter so gewählt, dass der Sollpunkt möglichst exakt und stabil eingehalten wird, also dem Höhenprofil in gleichmäßigem Abstand gefolgt wird.

Wird der Proportionalfaktor auf Null gesetzt und die Integrationszeit sehr lang gewählt, folgt die Spitze nur noch der generellen Tendenz oder Schieflage der Oberfläche, nicht mehr aber Unebenheiten. Dies entspricht dem Wechsel vom konstanten Strom Modus (CCM) zum CHM. [16]

2 Untersuchung von Gold im RTM

Um die Funktionsweise des RTM im Bereich größer der atomaren Auflösung von Graphit-Gittern zu überprüfen, wird zunächst die Oberflächentopologie einer mit Gold bedampften Silizium- oder Saphir-Probe untersucht. Welche der beiden Probenarten untersucht wurde, kann anhand des erhaltenen RTM-Bilds festgestellt werden, die Proben waren jedoch nicht beschriftet. Es werden die beiden Goldproben (Probe 1: Nummer 16, Probe 2: Nummer 14) nacheinander mit dem RTM untersucht.

2.1 Theoretische Überlegungen

Es wird nicht direkt Gold untersucht, welches aufgrund seiner elektrisch relativ flachen kristallinen Struktur isoliert zu nur wenige kontrastreichen Aufnahmen führen würde [5, S. 59–60]. Stattdessen werden Proben von Silizium bzw. Saphir verwendet, auf welche Gold aufgedampft wurde [16, S. 13]. Auf der glatten Si- oder Saphir-Oberfläche sind daher kleine Goldkugelchen ohne festes Muster angeordnet. Sie sollten so bei supra-atomaren Auflösungen des Mikroskops gut sichtbar sein. Durch das Erhitzen muss damit gerechnet werden, dass die Goldkugelchen in ihrer Oberfläche stufenförmige Strukturen aufweisen anstatt vollständig glatt zu sein. Die Ausprägung der Stufen ist stark von der erreichten Temperatur während des Erhitzens abhängig [5, S. 59]. Die vermessenen Proben bestehen aus jeweils zwei verschiedenen Atomsorten (Gold und Silizium bzw. Gold und Saphir). Die Austrittsarbeiten der Elemente unterscheiden sich [15, Anhang A], weshalb nicht unbedingt direkt auf ein räumliches Höhenprofil geschlossen werden kann [16, S. 3]. Es wird davon ausgegangen, dass die Oberfläche im wesentlichen komplett mit Goldkugeln bedeckt ist oder deren Höhe (in der Größenordnung von $\mathcal{O}(\text{nm})$) zumindest so groß ist, dass die Messung in guter Näherung die Topologie der Oberfläche widerspiegelt.

2.2 Durchführung

2.2.1 Verwendete RTM-Spitze und Proben

Zunächst werden die beiden Goldproben sowie die verwendete Spalte mit dem USB-Mikroskop dokumentiert. Durch letzteres kann zwar keine quantitative Einschätzung der Qualität der Spalte liefern (dafür müsste das Mikroskop atomare Auflösung haben, da dies die ideale Dicke der Spalte ist), kann aber einen guten Anhaltspunkt liefern, ob der Reißvorgang bei der Spaltenpräparation wie erwünscht eine schräge Kante entstanden ist¹. Es werden zunächst mehrere Spitzen ausprobiert, gute RTM-Aufnahmen liefert jedoch nur eine der Spitzen. Diese ist in Abb. 2.1 in einer USB-Mikroskop-Aufnahme abgebildet ist.



Abbildung 2.1: USB-Mikroskopaufnahme der für die RTM-Aufnahmen genutzten Spalte. Der eingezeichnete Maßstab ergibt sich aus dem Durchmesser des genutzten Platin-Iridium-Draht von $r = 0,3 \text{ mm}$ [16, S. 8]. Zum Einfügen des Maßstabs wurde das Bildbearbeitungsprogramm GIMP [9] genutzt.

Um die USB-Mikroskopaufnahmen der ersten Goldprobe mit einer Skala versehen zu können, wird jeweils ein Kalibrationsnetzchen mit bekannt-

¹Eine schräge Kante erhöht die Chance auf eine atomar dünne Spalte, kann aber keine konkrete Aussage treffen

ten Dimensionen in der gleichen Brennebene wie die Aufnahmen der Probe aufgenommen. Aus der so berechenbaren Bildskala wird eine Skala für die Probenaufnahme bestimmt. Analog wird im Folgenden auch für die USB-Mikroskopaufnahmen der weiteren Proben (zweite Goldprobe, HOPG, MoS₂), jeweils mit individuellen Kalibrationsaufnahmen des Netzhens, vorgegangen. Das Kalibrationsnetz besitzt ein Netz aus Divisionen der Größe 1 Zoll/100 in vertikaler Richtung und 1 Zoll/400 in horizontaler Richtung, siehe Abbildung 6.1. Aus der Entsprechung 1 Zoll = 25,4 mm[2, S. 11] ergibt sich als Unterteilung 254 µm × 63,5 µm (vertikale × horizontale Division). Die Aufnahmen für die erste Goldprobe sind in Abbildungen 6.1 und 2.2 dargestellt. Auf Abbil-

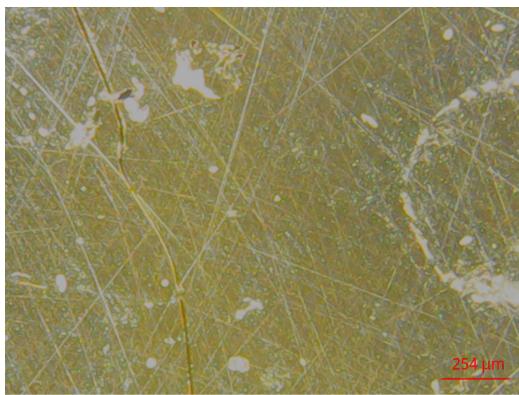


Abbildung 2.2: USB-Mikroskopaufnahme der ersten Goldprobe. Maßstab mithilfe der Kalibrationsaufnahme 6.1 bestimmt.

dung 2.2 sind deutliche Oberflächenunreinheiten erkennbar, die RTM-Aufnahmen haben aber einen deutlich kleineren Bildausschnitt (quadratische Abmessung von 200 nm), sodass nicht davon ausgegangen werden kann, dass die dort sichtbaren Strukturen diesen mit dem optischen Mikroskop sichtbaren Kratzern entsprechen. Die korrespondierenden Aufnahmen für die zweite Goldprobe sind in Abbildungen 6.2 und 2.3 dargestellt.

2.2.2 Einstellung des RTMs

Da die Goldproben durch die relativ großen Goldkugelchen auf den flachen Basismaterialien hohe Korrugation aufweisen (siehe Abschnitt 2.1), wird im Folgenden das RTM immer im CCM betrieben. Die Parameter des Regelkreises waren dabei auf $P = 1000, I = 2000$ eingestellt. Eine ge-

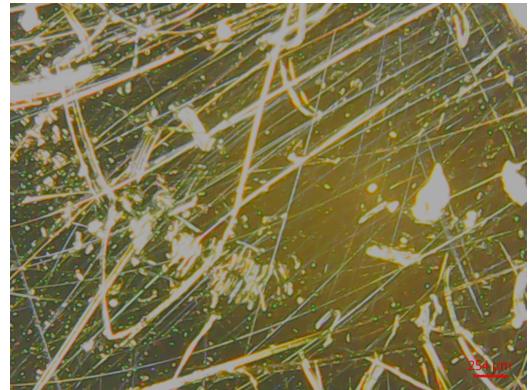


Abbildung 2.3: USB-Mikroskopaufnahme der zweiten Goldprobe, Maßstab mithilfe der Kalibrationsaufnahme 6.2 bestimmt.

nauere Auflösung, wie sie durch den CHM erreicht hätte werden können, hätte zu keinen zusätzlichen Informationen geführt. Es ist zu beachten, dass für die beiden Proben, die sich in den Basismaterialien unterscheiden, verschiedene Goldkugelchen-Verteilungen zu erwarten sind, was auch in unterschiedlichen Strukturen auf dem RTM-Aufnahmen sichtbar werden sollte [16, S. 13].

2.3 Messergebnisse

Zur Darstellung und nachträglichen Bearbeitung der Daten wird das Programm gwyddion [10] genutzt. Da die Proben teilweise noch eine Restverkippung gegenüber der x-y-Ebene der Spitzenrasterung sowie eine sichtbare Streifencharakteristik der Rohdaten aufwiesen, wird für alle hiernach aufgeführten RTM-Aufnahmen (außer explizit anders angegeben) standardmäßig die folgende Bildarbeitung mithilfe der Funktionalitäten von gwyddion durchgeführt [12]:

1. *Plane Level*-Funktionalität: Die Datenpunkte werden analysiert, eine gemeinsame Ebene wird aus ihnen berechnet und von den Datenpunkten einzeln subtrahiert. Dies führt zu einem Ausgleich einer möglichen Verkippung der Probe.
2. *Remove Scars*-Funktionalität: Automatisches Finden und Ausgleich von Liniendefekten in den Datenpunkten, die parallel zur x-Rasterachse auftreten. Sie sind in der Regel durch lokale Regelkreisfehler verursacht und werden durch Interpolation benachbarter, defektfreier Linien ausgeglichen.

Die so erhaltenen RTM-Aufnahmen zeigten bes-

seren Kontrast und weniger Bildfehler (Linienfehler), ohne dass sich die zu untersuchenden Strukturen (in diesem Abschnitt Verteilung der hellen und dunklen Stellen, in Abschnitten zu den Proben mit HOPG und MoS₂ die geometrischen Abmessungen der atomaren Aufnahmen) verändern, wodurch die genaue Analyse dieser Strukturen einfacher wurde. In den Abbildungen 6.5, 6.6 und 2.4 sind die RTM-Aufnahmen der ersten Goldprobe (Nummer 16) dargestellt. In Abbildung 2.5 ist zusätzlich noch eine RTM-Aufnahme der zweiten Goldprobe (Nummer 14) dargestellt. Zur besseren Übersichtlichkeit ist von der ersten Probe nur eins der Bilder hier dargestellt, die anderen beiden sind im Anhang (Abschnitt 6.2) zu finden. Die Aufnahmen wurden wie oben erläutert alle im CCM aufgenommen.

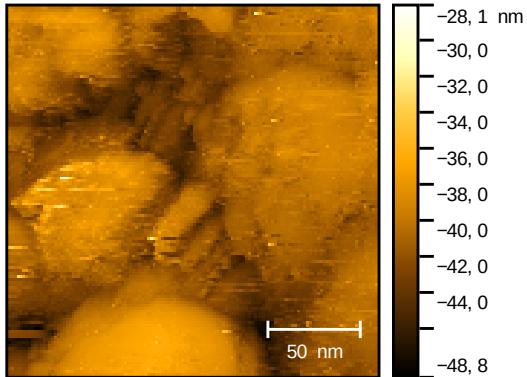


Abbildung 2.4: RTM-Aufnahme (Bildgröße: 200 nm, z-Darstellung) von Goldprobe 1 mit Spitze 2.1. Aufnahmeparameter: $P = 1000, I = 2000, I_{\text{Setpoint}} = 1 \text{ nA}$, Rastergeschwindigkeit $v_R = 250,3 \text{ nm s}^{-1}$.

Die Aufnahmen der Goldproben weisen wie erwartet eine raue Struktur auf. Es sind auf den Aufnahmen der ersten Probe wolkenförmige, nicht ganz runde Strukturen mit für sich jeweils recht ebener Oberfläche zu erkennen. Es ist hier immer das Höhenbild dargestellt. Man erkennt verschiedene große Goldflocken. In Abbildung 6.5 gibt auch noch kleinere Bereiche mit helleren (höheren) Flecken, dies könnte entweder von kleineren Goldflocken oder (ggf. durch das Erhitzen hervorgerufenen) Stufen (siehe Abschnitt 2.1 stammen). Messungenauigkeiten durch eine nicht-ideale, d.h. nicht einatomige, Spalte sind allerdings hier auch denkbar als Ursache. Insgesamt ist auf den Auf-

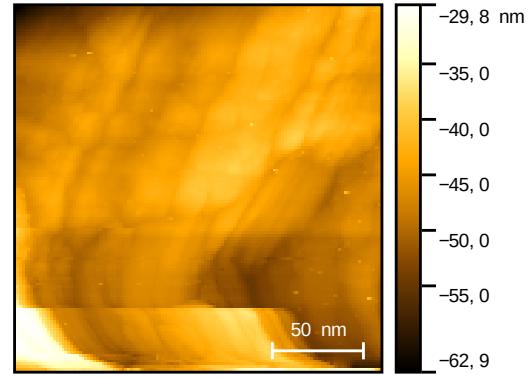


Abbildung 2.5: RTM-Aufnahme (200 nm, z-Darstellung) von Goldprobe 2 mit Spitze 2.1. Aufnahmeparameter: $P = 1000, I = 2000, I_{\text{Setpoint}} = 1 \text{ nA}, v_R = 200,2 \text{ nm s}^{-1}$.

nahmen der ersten Goldprobe eine Struktur zu erkennen, die darauf hinweist, dass die Probe aus Gold und Saphir bestand. Vergleiche hierzu auch die Referenzaufnahme zu Gold auf Saphir in [16, S. 13], die eine ähnliche Struktur aufweist.

Die Aufnahme der zweiten Probe weist auffallend im unteren Bildteil eine Stufe auf. Hierbei handelt es sich vermutlich um einen Messfehler. Daher wird dieser Bereich der Probe nicht weiter beachtet und nur der obere Teil untersucht. Hier ist eine deutlich homogener Struktur zu erkennen als bei den Aufnahmen der ersten Goldprobe. Dies deutet darauf hin dass es sich hier um eine Aufnahme von Gold auf Silizium handelt. Die Kugelchen konnten hier nicht einzeln aufgelöst werden. Für eine Verbesserung der Auflösung wäre eine CHM Aufnahme eines kleinen Teilstücks des Bildausschnitts sinnvoll. Eine Aufnahme im CHM führt in der Regel zu besserer Auflösung der tatsächlichen Oberflächenstruktur, da Resonanzen und Störeffekte des Regelkreises so stark reduziert werden können. Um die eingebaute Spalte zu schonen, wurde für diese Probe jedoch auf eine solche Aufnahme verzichtet. Die gemachten Bilder, insbesondere von der ersten Probe, zeigen insgesamt ein gut funktionierendes RTM.

3 Highly Ordered Pyrolytic Graphite (HOPG)

Highly Ordered Pyrolytic Graphite (HOPG) ist ein Kristall, bestehend aus Schichten von jeweils hexagonal angeordneten Kohlenstoffatomen. Die Schichten sind zueinander verschoben, sodass jeweils die Hälfte der Kohlenstoffatome über solchen aus der nächsten Lage liegen und die andere Hälfte über entsprechenden Hohlstellen [11]. Dies ist skizziert in Abbildung 3.1.

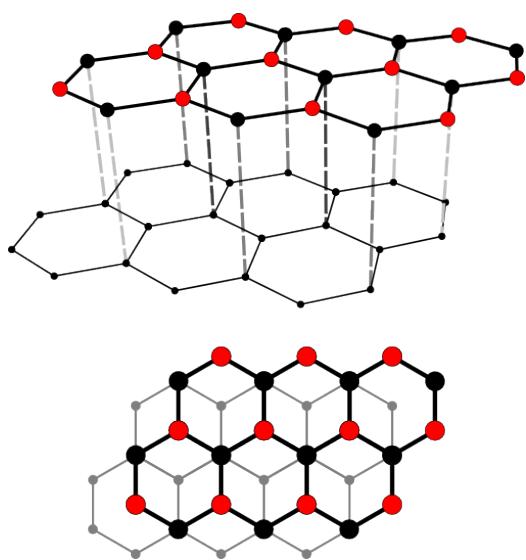


Abbildung 3.1: Schematische Darstellung der Kristallstruktur von HOPG[7]

Die Schichten zueinander sind nur schwach über Van-der-Vaals Kräfte gebunden, innerhalb der Brücken sind die Kohlenstoffatome kovalent, also deutlich stärker gebunden [11]. Dies wird beim Vorbereiten der Probe ausgenutzt, da es erlaubt, ganze Schichten relativ leicht abzulösen während diese in sich jeweils intakt bleiben.

Die Verschiebung der Schichten zueinander führt dazu, dass jedes zweite Elektron an die darunterliegende Schicht gebunden ist, während die übrigen keine Bindung zu dieser haben. Dies führt durch nach unten verschobene Elektronenorbitale, die an die untere Schicht gebundenen Elektronen, dafür, dass diese Elektronen weit weniger über den Tunneleffekt im RTM messbar sind. Infolgedessen wird mit dem RTM nur jedes zweite Elektron gemessen. Diese haben dann in der Aufnahme einen

Abstand von $d = 0,246 \text{ nm}$ und lassen sich so als gleichseitige Dreiecke beobachten [16, S. 13].

3.1 Durchführung

Die HOPG Probe wird zunächst unter dem USB Mikroskop dokumentiert (siehe Abbildung 3.2 und Skalierungsnetzchen in Abbildung 6.3).

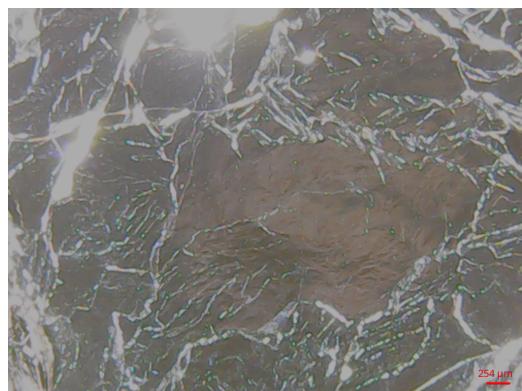


Abbildung 3.2: USB-Mikroskop Aufnahme der genutzten HOPG-Probe.

Anschließend wird die Probe vorbereitet indem ein Stück Klebeband-Film auf die Probe geklebt und dann abgezogen wurde. Dies sorgt dafür, dass eine frische, unverschmutzte und näherungsweise ebene Graphitschicht freigelegt wird. Es wird zunächst im CCM ein $200 \text{ nm} \times 200 \text{ nm}$ RTM-Bild 3.3 aufgenommen und eine geeignete flache Stelle gesucht.

In der unteren linken Hälfte der Aufnahme 3.3 findet sich eine Stufe, ansonsten wird die Oberfläche als eben identifiziert. Es wird im weiteren ein Ausschnitt in der rechten oberen Hälfte von Abbildung 3.3 genutzt. Schrittweise wird der Ausschnitt verkleinert und im CCM die Glätte des Ausschnitts verifiziert. Bei einer Größe von $4 \text{ nm} \times 4 \text{ nm}$ wird anschließend auf den konstanten Höhen-Modus (CHM) gewechselt, in dem die Konstante P auf 0 und I auf 4 gesetzt werden. Nun werden Aufnahmen mit atomarer Auflösung hergestellt (siehe 3.4).

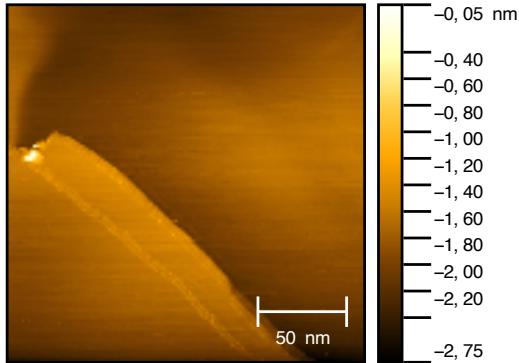


Abbildung 3.3: Übersichtsaufnahme der Graphitoberfläche im konstanten Strom Modus (200 nm , z-Darstellung), $v_R = 1000,0 \text{ nm s}^{-1}$, $I_{\text{Setpoint}} = 1 \text{ nA}$, $P = 1000$, $I = 2000$

3.2 Auswertung

In den Aufnahmen erwarten wir entsprechend Abbildung 3.1, ein Muster gleichseitiger Dreiecke mit Seitenlänge $0,246 \text{ nm}$ [11]. Dieses Muster ist in den Aufnahmen (3.4, 6.7) optisch zu erkennen, die Gleichseitigkeit der Dreiecke wird im folgenden überprüft.

Eine gelungene Aufnahme wird nun genutzt um dort den Abstand mehrerer Maxima zueinander zu vermessen. Hierzu wurde die Mess-Funktionalität von gwyddion [10] verwendet.

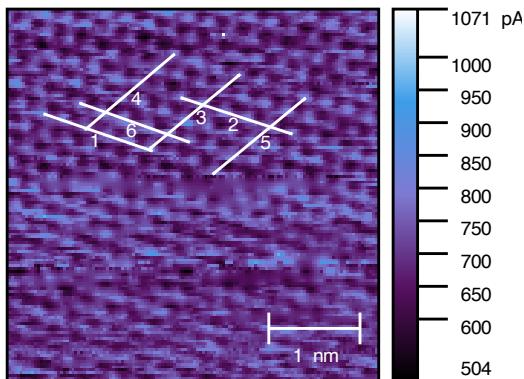


Abbildung 3.4: Messung des HOPG mit Messlinien zur Bestimmung des Kristallgitters. Bildgröße $4,04 \text{ nm}$, Strombild, $v_R = 157,20 \text{ nm s}^{-1}$, $I_{\text{Setpoint}} = 751 \text{ nA}$, $P = 0$, $I = 4$

Zum besseren Mitteln wurde jeweils der Abstand von fünf Maxima bestimmt. Außerdem werden die Winkel der Linien in denen die Maxima liegen vermessen.

Index	$\varphi / {}^\circ$	Länge L/nm
1	161 ± 1	$1,24 \pm 0,03$
2	162 ± 1	$1,26 \pm 0,03$
6	160 ± 1	$1,26 \pm 0,03$
3	40 ± 1	$1,26 \pm 0,03$
4	40 ± 1	$1,26 \pm 0,03$
5	39 ± 1	$1,29 \pm 0,03$

Tabelle 3.1: Längen und Winkel relativ zur horizontalen der in 3.4 markierten Linien. Die Unsicherheiten ergeben sich aus der Ausdehnung der Maxima.

Die Werte in Tabelle 3.1 lassen sich in zwei Gruppen aufspalten, die den zwei Richtungen entsprechen, in denen die Kohlenstoffatome in Reihen liegen. Für jede Richtung wird jetzt der Mittelwert des Abstands zwischen je zwei Maxima berechnet, die Unsicherheit wird mittels Gaußscher Fehlerfortpflanzung berechnet[8, S. 8–9]. Es ergibt sich für die erste Richtung (repräsentiert durch die Linien 1, 2, 6) ein mittlerer Winkel von $\varphi_1 = (161 \pm 1) {}^\circ$ und ein Abstand von $L_1 = (0,251 \pm 0,004) \text{ nm}$. Die selben Berechnungen für die zweite Gruppe (aus Linie 3, 4 und 5) ergeben $\varphi_2 = (40 \pm 1) {}^\circ$ und $L_2 = (0,254 \pm 0,004) \text{ pm}$. Die Gitterabstände L_1 und L_2 sind zueinander konsistent und liegen innerhalb einer Standardabweichung zueinander. Der Erwartete Gitterabstand $d = 0,246 \text{ nm}$ liegt in einer 2σ -Umgebung zu dem Messwert. Der Winkelunterschied beträgt $\Delta\varphi = (121 \pm 1) {}^\circ$, was dem erwarteten Außenwinkel eines gleichseitigen Dreiecks ($120 {}^\circ$) gut entspricht. Somit konnte sowohl die Winkel als auch Abstände des HOPG Kristallgitters gemessen werden, wenngleich bei den Gitterabständen nur eine Übereinstimmung innerhalb einer 2σ -Umgebung vorliegt. Visuell ließ sich die elektronische Struktur von HOPG gut darstellen. Insgesamt lässt dies auf ein recht gut kalibriertes RTM schließen. Die leichten Abweichungen bei den gemessenen Längen lassen sich nicht eindeutig zuordnen, vorstellbar sind aber Hystereseffekte der Piezoelemente oder Temperaturunterschiede zur Temperatur bei der Kalibration und dadurch veränderte elektrische oder mechanische Eigenschaften des Regelkreises oder der Piezoelemente.

4 MoS₂

Zuletzt wird noch eine MoS₂ Probe untersucht. Molybdän-Sulfid (MoS₂) ist eine Kristallstruktur aus Molybdän- und Schwefelatomen, welche ähnlich wie HOPG eine schichtartige Struktur aufweist, bei welcher die einzelnen Schichten nur durch Van-der-Vaals Kräfte zusammengehalten werden. Die Kristallstruktur innerhalb einer Schicht ist in der Regel hexagonal. Hierbei sind an der Oberfläche Schwefelatome, welche gleichseitige Dreiecke mit einem Abstand der benachbarten Atome von $d = 0,316\,04\text{ nm}$ bilden, die dominant messbare Struktur [6]. Die Struktur ist in den Abbildungen 4.1,4.2 dargestellt.

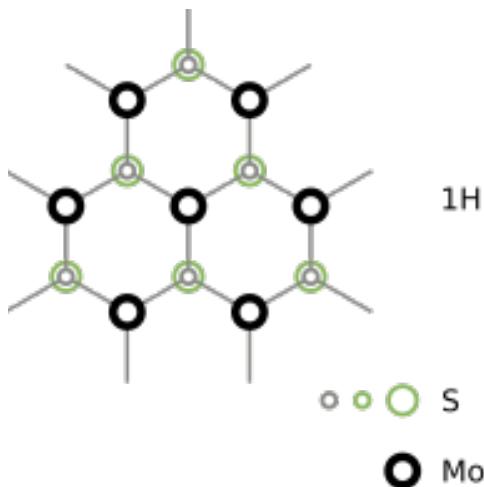


Abbildung 4.1: Darstellung der Kristallstruktur einer Schicht MoS₂. Abbildung modifiziert aus [13]

4.1 Durchführung

Das Messverfahren ist grundsätzlich gleich dem in Abschnitt 3.1 beschriebenen. Zunächst wird die Probe mit einem Tesastreifen präpariert (also die oberste Schicht abgezogen) um eine saubere, möglichst glatte und intakte Fläche zum messen zu haben. Dann wird ein großes Übersichtsbild im CCM erstellt und eine ausreichend glatte, kleinere Stelle gesucht. Ein geeigneter kleinerer Ausschnitt wird gewählt und das Prozedere wiederholt bis ein glatter Ausschnitt mit wenigen Nano-

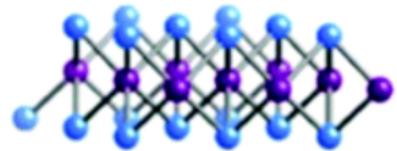


Abbildung 4.2: 3D-Darstellung der Kristallstruktur MoS₂, die Dreiecksstruktur ist hier gut sichtbar. Abbildung modifiziert aus [14]

metern Kantenlänge gefunden ist. Aufnahmen von den Annäherungsschritten sind im Anhang zu finden (Abb. 6.8, 6.9). Es werden Messungen eines kleinen, ebenen Bereichs im CHM angefertigt, zu sehen in Abbildung 4.3. In diese Messung werden nun mit gwyddion [10] Gitterabstände eingezeichnet und vermessen. Diese Messungen der Abstände sind in der Abbildung 4.4 und in Tabelle 4.1 dargestellt.

Die Abstände wurde für jeweils drei Atome gemessen, sodass die Unsicherheit insgesamt kleiner wird. Die drei Richtungen werden wieder separat behandelt. Man berechnet dann die mittleren Abstände und Winkel, aufgelistet in Tabelle 4.2.

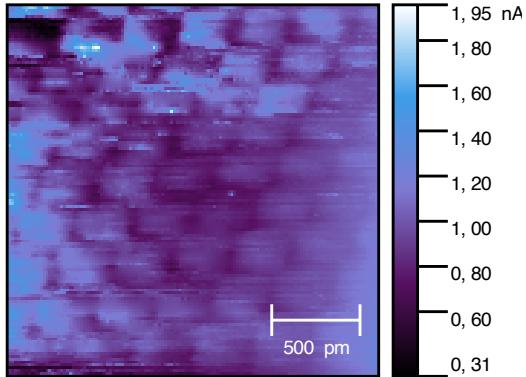


Abbildung 4.3: RTM-Aufnahme (2,09 nm, Stromdarstellung), $v_R = 41,8 \text{ nm s}^{-1}$, $I_{\text{Setpoint}} = 1 \text{ nA}$, $P = 0$, $I = 4$ (nicht korrigierte Version dieser Abbildung siehe Abbildung 6.10)

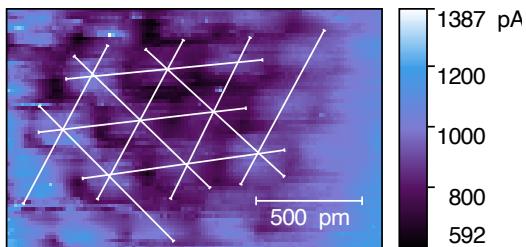


Abbildung 4.4: Ausschnitt von Abbildung 4.3, mit eingezeichnetem Gitter.

Index	$\varphi /^\circ$	L / nm
1	61 ± 2	$0,85 \pm 0,03$
2	63 ± 2	$0,85 \pm 0,03$
3	61 ± 2	$0,83 \pm 0,03$
4	61 ± 2	$0,85 \pm 0,03$
5	135 ± 2	$0,89 \pm 0,03$
6	137 ± 2	$0,89 \pm 0,03$
7	-45 ± 2	$0,90 \pm 0,03$
8	-173 ± 2	$0,98 \pm 0,03$
9	7 ± 2	$0,96 \pm 0,03$
10	5 ± 2	$0,93 \pm 0,03$

Tabelle 4.1: Längen L und Winkel φ der in Abbildung 4.4 eingezeichneten Linien. Die Unsicherheit ergibt sich aus der Ablesungsgenauigkeit beim visuellen Suchen der Grenzen der einzelnen Atome. Die Linien wurden zum besseren Mitteln jeweils über den dreifachen Atomabstand gezogen.

Richtung	Index	$\varphi /^\circ$	L / nm
A	1 – 4	62 ± 1	$0,28 \pm 0,01$
B	5 – 7	136 ± 1	$0,30 \pm 0,01$
C	8 – 10	6 ± 1	$0,32 \pm 0,01$

Tabelle 4.2: Mittelwerte der Daten aus Tabelle 4.1.

Die so bestimmten Gitterabstände aus Tabelle 4.2 weichen jeweils geringfügig vom erwarteten Wert $d = 0,31604 \text{ nm}$ ab. Da der Gitterabstand der Kristallstruktur von MoS₂ in alle Raumrichtungen gleich groß ist, ist es zudem noch sinnvoll den Mittelwert der drei Richtungen zu betrachten. Hierbei ergibt sich dann ein Wert von $\bar{L} = (0,30 \pm 0,01) \text{ nm}$, was innerhalb einer 1σ Umgebung des Erwartungswerts liegt. Man findet weiterhin die Winkel zwischen den Gruppen A, B und C als $\Delta\varphi_{A,B} = |\varphi_A - \varphi_B| = (74 \pm 1)^\circ$, $\Delta\varphi_{A,C} = (56 \pm 1)^\circ$ und $\Delta\varphi_{B,C} = (50 \pm 1)^\circ$. Hier ist eine deutliche Abweichung von dem erwarteten $\Delta\varphi_x = 60^\circ$ (für ein gleichseitiges Dreieck) festzustellen. Es fällt weiterhin auf, dass die Länge in Richtung A (vgl. Tabelle 4.2) kleiner als der Erwartungswert, die in Richtung C größer (wenngleich noch in einer 1σ Umgebung zum Erwartungswert) sind. Auch ist in den unkorrigierten Messdaten (vgl. Abbildung 6.10) eine insgesamte Schieflage zu erkennen. Dies passt insofern gut zusammen, da eine Aufnahme, nicht aus der Flächennormalen die Winkel und Längen verzerrt. Im Fall der Gitterabstände hat dies hier keine wichtige Auswirkung, da die Änderung zum einen klein ist, zum anderen die A Richtung gestaucht und die C Richtung gestreckt wird, was im Mittel wieder ein gutes Ergebnis liefert.

Qualitativ ist für die atomaren Aufnahmen von MoS₂ noch anzumerken, dass die Atome eine relativ große Ausdehnung haben, was das exakte Vermessen der Gitterstruktur erschwert. Hierbei mag es sinnvoll sein mit geringerem Abstand der Spitze zur Probe Messungen durchzuführen (Setpoint des Stroms größer und/oder Tunnelspannung kleiner setzen) um so die Lokalisation der Gitteratome genauer zu ermöglichen. Im Versuch wurde dies aufgrund der zeitlichen Einschränkung nicht mehr durchgeführt; auch die vorhandenen Ergebnisse sind allerdings schon eine relativ gute Annäherung an die Literaturwerte und zeigen das gute Auflösungsvermögen des RTMs selbst bei diesem größeren Spitzentstand.

5 Fazit

Die Darstellung von aufgedampften Goldkugeln ist insgesamt gut gelungen. Zunächst musste sowohl das Spitzen reissen als auch die Nutzung des RTM geübt werden. Nachdem einmal eine gut funktionierende Spitze gerissen worden war (siehe Abbildung 2.1) ließen sich beide Golproben darstellen. Die Gold auf Saphir Probe konnte gut dargestellt werden mit klar erkennbaren Goldflocken (vergleiche Abbildungen 6.5, 2.4 und 6.5). Die zweite Goldprobe wurde ebenfalls dargestellt (Abbildung ??), wenngleich hierbei einige Bildfehler aufgetreten sind. Mögliche Ursachen für diese sind ein Suboptimal eingestellter Regelkreis, Setpoint oder Tunnelspannung oder gegebenenfalls ein Staubkorn auf der Probe (da diese Bildfehler nur an einer Stelle und nur bei der zweiten Goldprobe aufgetreten sind ist dies hierbei die wahrscheinlichere Ursache).

Im Folgenden ist die Kristallstruktur von HOPG visualisiert und vermessen worden. Dies hat zufriedenstellend funktioniert, die Gitterkonstante wurde bei einem Erwartungswert von 0,246 nm bestimmt als $L_1 = (0,251 \pm 0,004)$ nm und $L_2 = (0,254 \pm 0,004)$ pm für verschiedene Richtungen. Die Werte passen gut zueinander und mindestens in einer 2σ Umgebung auch zu dem Erwartungswert. Die Winkel entsprachen den erwarteten Winkeln bei der HOPG Struktur.

Somit konnte zum einen die Kristallstruktur von HOPG nachvollzogen als auch die Kalibration des RTM überprüft werden.

Zuletzt wurde noch ein MoS₂Probe vermessen. Erwartet wurde hier, die Struktur der Schwefelatome an der Oberfläche des Kristalls zu messen, welche ähnlich wie beim HOPG als Eckpunkte von gleichseitigen Dreiecken sichtbar sein sollten. Hierbei wurde eine Kantenlänge von $d = 0,316\,04$ nm erwartet. Visuell konten die Oberflächenatome gut dargestellt werden, beim vermessen ergaben sich allerdings leicht verzerrte Dreiecksstrukturen mit Innenwinkeln von $\varphi_i \in \{(74 \pm 1)^\circ, (56 \pm 1)^\circ, (50 \pm 1)^\circ\}$. Die mittlere Kantenlänge war mit $\bar{L} = (0,30 \pm 0,01)$ nm in einer 2σ Umgebung zu dem Erwartungswert. Insgesamt deutet dies auf eine an

sich korrekte Darstellung der Struktur hin, wobei vermutlich eine leichte Schieflage der Oberfläche (relativ zu der Z-Richtung) die Ursache der Verzerrung ist.

6 Anhang

6.1 Kalibrationsaufnahmen des Netzchens

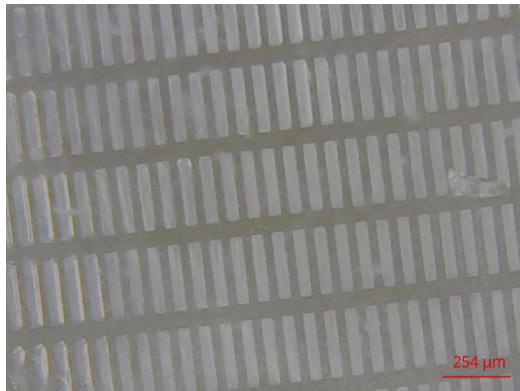


Abbildung 6.1: USB-Mikroskopaufnahme des Kalibrationsnetzchens der Ausmaße $254 \mu\text{m} \times 63,5 \mu\text{m}$ für die erste Goldprobe. Maßstab eingefügt mit GIMP.

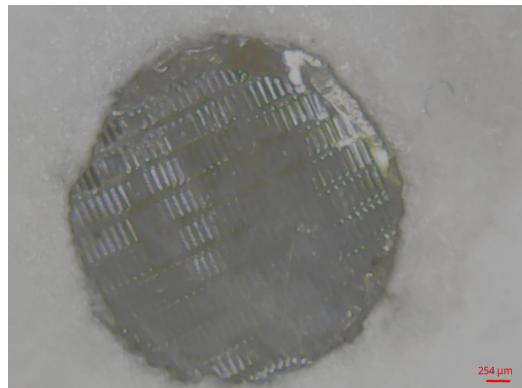


Abbildung 6.3: USB-Mikroskopaufnahme des Kalibrationsnetzchens für die HOPG-Probe. Maßstab aus den Maßen des Netzchens mit GIMP eingefügt.

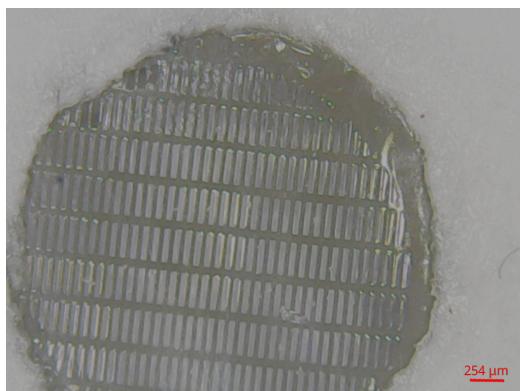


Abbildung 6.2: USB-Mikroskopaufnahme des Kalibrationsnetzchens für die zweite Goldprobe. Maßstab aus den bekannten Maßen des Netzchens bestimmt und mit GIMP eingefügt.

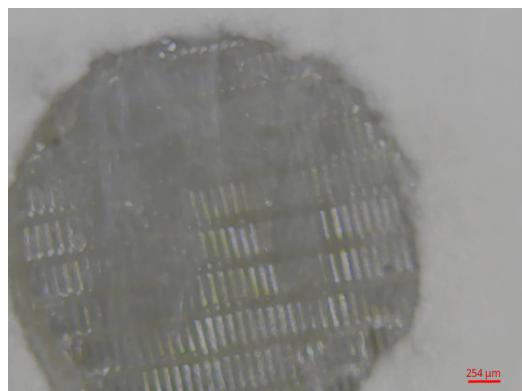


Abbildung 6.4: USB-Mikroskopaufnahme des Kalibrationsnetzchens für die MoS_2 -Probe. Maßstab aus den Maßen des Netzchens mit GIMP eingefügt.

6.2 RTM-Aufnahmen der ersten Goldprobe 6.3 RTM-Aufnahmen der HOPG-Probe

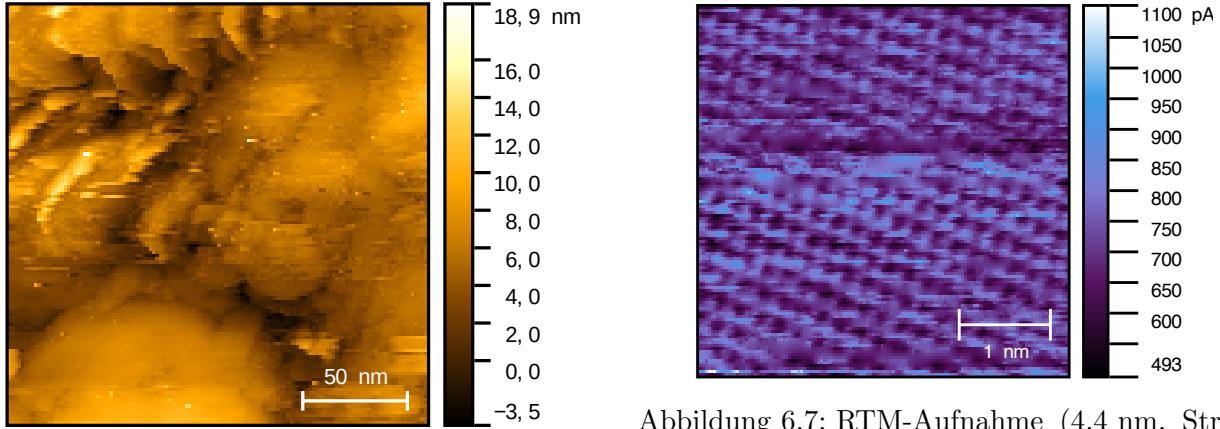


Abbildung 6.5: RTM-Aufnahme (200 nm, z-Darstellung) von Goldprobe 1 mit Spalte 2.1. Aufnahmeparameter: $P = 1000, I = 2000, I_{\text{Setpoint}} = 1 \text{ nA}, v_R = 200,2 \text{ nm s}^{-1}$.

Abbildung 6.7: RTM-Aufnahme (4,4 nm, Stromdarstellung), $v_R = 157,19 \text{ nm s}^{-1}, I_{\text{Setpoint}} = 751 \text{ nA}, P = 0, I = 4$

6.4 RTM-Aufnahmen der MoS₂-Probe

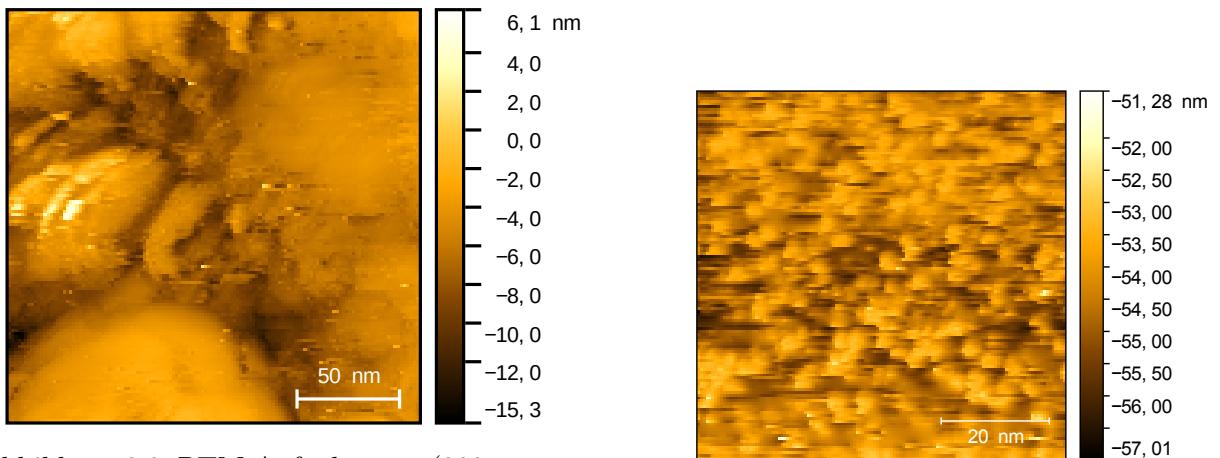


Abbildung 6.6: RTM-Aufnahme (200 nm, z-Darstellung) von Goldprobe 1 mit Spalte 2.1. Aufnahmeparameter: $P = 1000, I = 2000, I_{\text{Setpoint}} = 1 \text{ nA}, v_R = 200,2 \text{ nm s}^{-1}$.

Abbildung 6.8: RTM-Aufnahme (68 nm, z-Darstellung), $v_R = 340,0 \text{ nm s}^{-1}, I_{\text{Setpoint}} = 1 \text{ nA}, P = 1000, I = 2000$

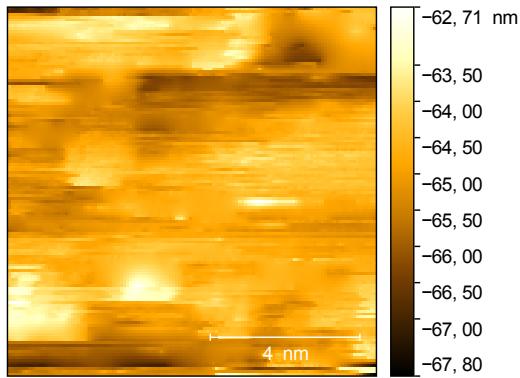


Abbildung 6.9: RTM-Aufnahme (9,82 nm, z-Darstellung), $v_R = 49,1 \text{ nm s}^{-1}$,
 $I_{\text{Setpoint}} = 1 \text{ nA}$, $P = 1000$,
 $I = 2000$

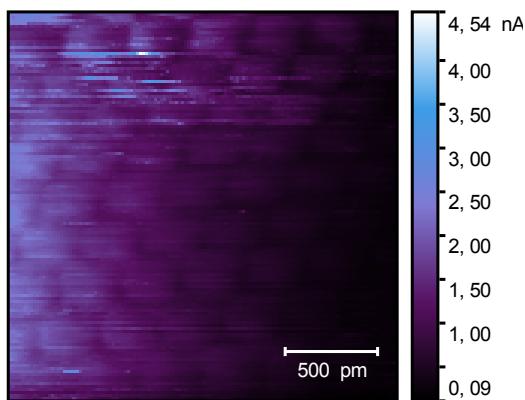


Abbildung 6.10: Gleiche Aufnahme wie 4.3, allerdings ohne Korrektur der Schieflage.

Literatur

- [1] Kiam Heong Ang, G. Chong und Yun Li. "PID control system analysis, design, and technology". In: *IEEE Transactions on Control Systems Technology* 13.4 (2005), S. 559–576. DOI: 10.1109/TCST.2005.847331.
- [2] L.E. Barbow und L. V. Judson. *Weights and Measures of the United States*. National Bureau of Standards Special Publication 447. 1976.
- [3] John Bechhoefer. "Feedback for physicists: A tutorial essay on control". In: *Rev. Mod. Phys.* 77 (3 Aug. 2005), S. 783–836. DOI: 10.1103/RevModPhys.77.783. URL: <https://link.aps.org/doi/10.1103/RevModPhys.77.783>.
- [4] G. Binnig und H. Rohrer. "Scanning tunnelling microscopy". In: *Surface Science* 126.1 (1983), S. 236–244. DOI: [https://doi.org/10.1016/0039-6028\(83\)90716-1](https://doi.org/10.1016/0039-6028(83)90716-1).
- [5] G. Binnig u. a. "Surface Studies by Scanning Tunneling Microscopy". In: *Phys. Rev. Lett.* 49 (1 1982), S. 57–61. DOI: 10.1103/PhysRevLett.49.57.
- [6] R. Coehoorn u. a. "Electronic structure of MoSe₂, MoS₂, and WSe₂. I. Band-structure calculations and photoelectron spectroscopy". In: *Phys. Rev. B* 35 (12 Apr. 1987), S. 6195–6202. DOI: 10.1103/PhysRevB.35.6195.
- [7] DeepKling. *Graphit Gitter*. This work is licensed under the Creative Commons Attribution-Share Alike 3.0 International License. To view a copy of this license, visit <http://creativecommons.org/licenses/by-sa/3.0/>. URL: <https://commons.wikimedia.org/wiki/File:GraphitGitter4.png>.
- [8] Christian Gerthsen und Dieter Meschede. *Gerthsen Physik*. Springer, 2013. DOI: 10.1007/978-3-662-45977-5.
- [9] *GNU Image Manipulation Program (GIMP)*. Version 3.0.6. Open Source Software. URL: <https://www.gimp.org/downloads> (besucht am 06.12.2025).
- [10] *gwyddion*. Version 2.69. Open Source Software. URL: <https://gwyddion.net/> (besucht am 07.12.2025).
- [11] Stefan Hembacher u. a. "Revealing the hidden atom in graphite by low-temperature atomic force microscopy". In: *Proceedings of the National Academy of Sciences* 100.22 (2003), S. 12539–12542.
- [12] David Necas Petr Klapetek und Christopher Anderson. *Gwyddion user guide*. URL: <https://gwyddion.net/download/user-guide/gwyddion-user-guide-en.pdf> (besucht am 08.12.2025).
- [13] Jozef Sivek. *Balls and sticks model of a single layer 1H and 1T molybdenum disulfide*. This file is licensed under the Creative Commons Attribution-Share Alike 4.0 International License. To view a copy of this license, visit <https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/>. 2015. URL: https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Balls_and_sticks_model_of_a_single_layer_1H_and_1T_molybdenum_disulfide.svg.
- [14] Rou Jun Toh u. a. "3R phase of MoS₂ and WS₂ outperforms the corresponding 2H phase for hydrogen evolution". In: *Chem. Commun.* 53 (21 2017), S. 3054–3057. DOI: 10.1039/C6CC09952A.
- [15] Richard Tran u. a. "Anisotropic work function of elemental crystals". In: *Surface Science* 687 (2019), S. 48–55. DOI: 10.1016/j.susc.2019.05.002.
- [16] *Versuchsbeschreibung P422: Rastertunnelmikroskopie*. Physikalisches Institut, Universität Bonn. URL: <https://uni-bonn.sciebo.de/s/OFYPwvfOVjkYhBE> (besucht am 04.12.2025).