

V42

Rastertunnelmikroskopie

Amelie Hater

amelie.hater@tu-dortmund.de

Ngoc Le

ngoc.le@tu-dortmund.de

Durchführung: 02.06.2025

Abgabe: xx.06.2025

TU Dortmund – Fakultät Physik

Inhaltsverzeichnis

1 Zielsetzung	3
2 Theorie	3
2.1 Grundlagen der Rastertunnelmikroskopie	3
2.2 Positionierung und Regelung mit Piezokristallen	3
2.3 Regelung des Spitzenabstands über PID-Kontrolle	4
2.4 Nichtlineare Effekte und Fehlerquellen bei Piezokristallen	5
2.5 Eigenschaften der Proben	6
2.5.1 HOPG	6
2.5.2 Gold	7
3 Durchführung	7
4 Auswertung	8
4.1 Untersuchung der Gitterstruktur von HOPG	8
4.2 Untersuchung der Oberfläche von Gold	9
5 Diskussion	12
Literatur	12
Anhang	13
Originaldaten	13

1 Zielsetzung

Das Ziel des Versuchs ist die Untersuchung der atomaren Gitterstruktur einer Graphitprobe sowie das Analysieren des Höhenprofils einer Goldoberfläche mithilfe eines Rastertunnelmikroskops.

2 Theorie

2.1 Grundlagen der Rastertunnelmikroskopie

Die beschriebenen Grundprinzipien eines Rastertunnelmikroskops basieren auf den Beschreibungen in [1]. Ein Rastertunnelmikroskop (STM) ist ein Messgerät, was zur Darstellung der atomaren Struktur vor Oberflächen verwendet wird. Seine Funktionsweise basiert auf dem quantenmechanischen Tunneleffekt. Dabei durchqueren Elektronen eine im klassischen Sinne unüberwindbare Potentialbarriere. Diese Potentialbarriere befindet sich zwischen der metallischen Spitze des STMs und der leitfähigen Probe und besteht in der Regel aus Vakuum. In diesem Versuch ist die Potentialbarriere allerdings Luft. Wird eine Spannung U zwischen der Spitze und der Probe angelegt, können Elektronen durch die Vakuumlücke tunneln, wodurch ein Tunnelstrom entsteht. Der entstehende Tunnelstrom I_T hängt exponentiell vom Abstand d zwischen der Spitze und der Probe ab. Es gilt die folgende Relation:

$$I_T \propto \frac{U}{d} \exp(-Kd\sqrt{\varphi}) , \quad (1)$$

wobei φ die mittlere Austrittsarbeit und U die angelegte Spannung bezeichnen. Für Vakuum gilt dabei $K = 1,025 \text{ \AA}^{-1}(\text{eV})^{-1/2}$.

Durch die exponentielle Abhängigkeit des Tunnelstroms vom Abstand d ergibt sich eine hohe Auflösung im Sub-Ångström-Bereich. Bereits eine Änderung des Abstands um etwa 1 \AA kann den Tunnelstrom um eine Größenordnung verändern. Dies macht das STM besonders empfindlich für kleinste topographische Veränderungen an der Probenoberfläche. Neben der Topographie der Oberfläche wird der Tunnelstrom zusätzlich durch die lokale elektronische Zustandsdichte beeinflusst. Daher ist das STM-Bild eine Überlagerung aus topographischer und elektronischer Information.

Die Spitze fährt die Oberfläche der Probe rasterförmig ab, wobei der Tunnelstrom im Modus konstanten Stroms aufgezeichnet wird. Hierfür wird der Abstand zur Probe durchgängig angepasst, sodass sich ein konstanter Tunnelstrom I_0 ergibt. Die Steuerung des Spitzenabstands wird über Piezokristalle geregelt, welche eine Bewegung der Spitze in x -, y - und z -Richtung mit subatomarer Präzision ermöglichen.

2.2 Positionierung und Regelung mit Piezokristallen

Die präzise Positionierung der STM-Spitze relativ zur Probe wird mithilfe von Piezokristallen kontrolliert. Diese bestehen meistens aus keramischen Materialien, wie beispielsweise

Blei-Zirkonat-Titanat (PZT), die den piezoelektrischen Effekt nutzen. Dabei verformt sich das Material mechanisch, wenn eine elektrische Spannung angelegt wird (inverser piezoelektrischer Effekt). Umgekehrt wird beim direkten piezoelektrischen Effekt eine elektrische Spannung erzeugt, wenn das Material mechanisch verformt wird. Damit dieser Effekt möglich ist, müssen die Piezokristalle bei der Herstellung polarisiert werden. Hierzu werden die Kristalle auf etwa 200 °C erhitzt und gleichzeitig einer Gleichspannung ausgesetzt, wodurch sich die elektrischen Dipole ausrichten [2].

Im Rastertunnelmikroskop wird die Spitze mit einem sogenannten Röhrenscanner bewegt, wie in Abbildung 1 abgebildet. Dieser besteht aus einem zylinderförmigen Piezoelement mit vier Elektroden an der Außenseite, welche Bewegungen in x - und y -Richtung erzeugen, sowie eine Elektrode in der Mitte für die Bewegung entlang der z -Achse. Wenn die äußeren Elektroden unterschiedlich stark angesteuert werden, verformt sich die Röhre und die Spitze bewegt sich in x - oder y -Richtung. Wird hingegen auf alle äußeren Elektroden die gleiche Spannung angelegt, dehnt oder staucht sich die Röhre entlang der z -Richtung. Auf diese Weise lassen sich mit hoher Präzision atomare Bewegungen ermöglichen, die für eine rasterförmige Oberflächenabbildung erforderlich sind.

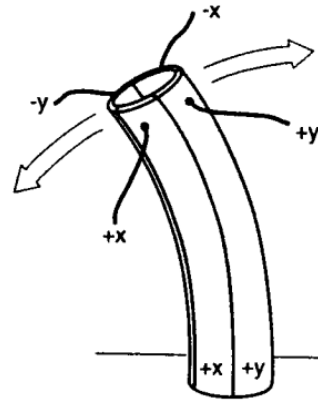


Abbildung 1: Schematischer Aufbau eines Röhrenscanners [2].

2.3 Regelung des Spitzenabstands über PID-Kontrolle

Im Konstantstrommodus des Rastertunnelmikroskops wird der Abstand zwischen Spitze und Probe kontinuierlich angepasst, um den Tunnelstrom I_0 konstant zu halten. Dafür sorgt eine elektronische Rückkopplungsschleife, in der ein sogenannter PID-Regler (proportional-integral-differential) die nötige Spannung für die Steuerung des z -Piezos berechnet. Der Regler besteht aus drei Komponenten, die zusammen eine präzise und stabile Steuerung des Spitzenabstands ermöglichen.

Der proportionale Anteil (P) reagiert direkt auf die momentane Abweichung zwischen Ist- und Sollstrom und sorgt für eine unmittelbare Korrektur. Der integrale Anteil (I) summiert die vergangenen Abweichungen und gleicht so systematische Fehler über die Zeit aus. Der differentielle Teil (D) berücksichtigt die Änderungsrate der Abweichung und wirkt stabilisierend, indem er ein Überschwingen der Regelung unterdrückt. Da der Tunnelstrom exponentiell vom Abstand abhängt, reagiert der D-Anteil besonders empfindlich und wird daher typischerweise schwach eingestellt.

Eine genaue Einstellung dieser Parameter ist entscheidend für die Bildstabilität. Ist die

Regelverstärkung zu niedrig gewählt, reagiert das System nur träge auf Änderungen der Probenoberfläche. Ist sie hingegen zu hoch, kann es zu Instabilitäten oder Überspringen kommen. Somit ist der PID-Regler essentiell, um den Spitzenabstand exakt zu steuern [3].

2.4 Nichtlineare Effekte und Fehlerquellen bei Piezokristallen

Bei der Positionierung der STM-Spitze mithilfe von Piezokristallen treten verschiedene nichtlineare Effekte auf, die sich direkt auf die Bildqualität und Messgenauigkeit auswirken können. Zu den wichtigsten zählen Nichtlinearität, Hysterese, Creep, Cross Coupling sowie Alterung [2].

Nichtlinearität beschreibt das Verhalten, dass die Auslenkung der Piezokristalle nicht proportional zur angelegten Spannung verläuft. Dies führt insbesondere bei größeren Scanbereichen zu geometrischen Verzerrungen, da die Bewegung nicht linear skaliert. Der Zusammenhang folgt nicht einem linearen Verlauf, sondern einer S-förmigen Linie.

Hysterese tritt auf, wenn der Piezokristall beim Zurückfahren der Spannung einen anderen Verlauf hat, als beim Erhöhen der Spannung. Dieses Verhalten entsteht, weil sich die elektrischen Dipole im Kristall verzögert zurückbilden. In STM-Bildern führt dies häufig dazu, dass Vorwärts- und Rückwärtsscan nicht identisch sind.

Creep bezeichnet die zeitverzögerte Nachverformung des Kristalls nach einer plötzlichen Spannungsänderung. Auch bei konstanter Spannung verändert sich die Position noch über Minuten hinweg leicht. Dies kann insbesondere bei langen Scans zu einem langsamen Drift im Bild führen.

Cross Coupling bezeichnet die ungewollte Wechselwirkung zwischen verschiedenen Raumrichtungen. Da alle Bewegungsrichtungen im Röhrengescannern in einem Bauteil zusammengeführt sind, kann eine Bewegung in x - oder y -Richtung unbeabsichtigt auch eine Bewegung in z -Richtung auslösen. Dies erschwert eine präzise Interpretation des Tunnelstroms.

Alterung beschreibt die Veränderung der piezoelektrischen Eigenschaften über die Zeit. Wird ein Piezokristall häufig verwendet, richten sich zunehmend mehr Dipole aus, was zu einer stärkeren Dehnung bei kleinen Spannungen führt. Umgekehrt führt eine seltene Nutzung dazu, dass sich die Dipole zufällig ausrichten, wodurch höhere Spannungen erforderlich sind, um dieselbe Auslenkung zu erreichen.

Um diese Effekte zu minimieren, gibt es sowohl software als auch hardwarebasierte Korrekturen. Bei der Software können Kalibrierungen mit bekannten Referenzstrukturen durchgeführt werden. So können Algorithmen z.B. geometrische Verzerrungen und Hysterese zu einem gewissen Grad korrigieren. Bei der Hardware besteht die Möglichkeit, über kapazitive oder optische Sensoren die tatsächliche Position direkt zu messen und aktive

gegenzusteuern. Zusätzlich können Dehnungsmessstreifen zur exakten Auslenkungsmessung beitragen. Im hier verwendeten Aufbau des STM werden keine Hardwarekorrekturen durchgeführt. Die verwendete Scansoftware führt allerdings grundlegende Softwarekorrekturen durch. Diese beruhen auf der Kalibrierung des Scansystems mit bekannten Strukturen, um systematische Abweichungen wie Verzerrungen, Skalenfehler oder Hystereseverläufe zu kompensieren. Eine vollständige Korrektur aller Effekte ist auf diesem Weg jedoch nicht möglich, da die Abweichungen von der Probe abhängig sind.

2.5 Eigenschaften der Proben

2.5.1 HOPG

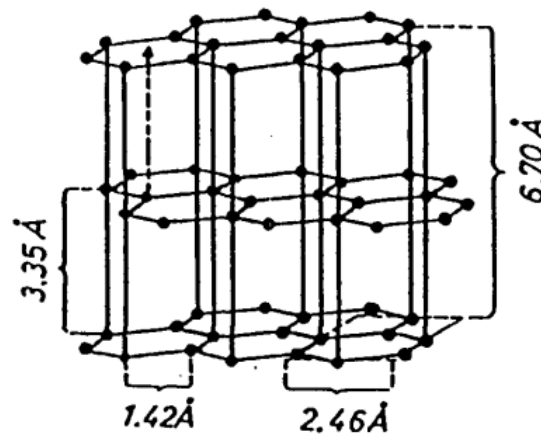


Abbildung 2: Struktur von HOPG auf atomarer Ebene [4].

Hochorientierter pyrolytischer Graphit (HOPG) ist eine spezielle Form von Graphit, bei der die Kohlenstoffschichten besonders regelmäßig und parallel zueinander angeordnet sind, wie in Abbildung 2 dargestellt. Im Gegensatz zu natürlichem Graphit besitzt HOPG eine deutlich höhere kristallographische Ordnung. Dies macht das Material besonders gut spaltbar und ist damit ideal geeignet für die Untersuchung im Rastertunnelmikroskop.

Die Kristallstruktur von HOPG ist hexagonal mit einer Gitterkonstanten von $a = 2,46 \text{ \AA}$. Die einzelnen Schichten sind durch Van-der-Waals-Kräfte mit einem Abstand von $c = 3,35 \text{ \AA}$ aneinander gebunden. Die Schichten sind in einer ABAB-Stapleung angeordnet. Dabei unterscheidet man innerhalb einer Schicht zwischen A- und B-Sites. A-Sites sind die Kohlenstoffatome, die sich direkt über Atomen der darunterliegenden Schicht befinden. Dahingegen liegen B-Sites über den Zentren der Sechsecke. Diese geometrische Anordnung führt dazu, dass die elektronische Kopplung zur unteren Schicht bei A-Sites stärker ausgeprägt ist als bei B-Sites, was die lokale Zustandsdichte an der Oberfläche beeinflusst.

In STM-Aufnahmen sind jedoch nicht alle Atome sichtbar. Die A-Sites erzeugen aufgrund ihrer geringeren lokalen Zustandsdichte einen deutlich schwächeren Tunnelstrom. Die B-Sites hingegen tragen durch ihre höhere lokale Zustandsdichte stärker zum gemessenen Tunnelstrom bei. Im STM-Bild erscheint dadurch nur jedes zweite Atom, was zu einem Dreiecksmuster führt. Diese Selektion der B-Sites erklärt, warum das sechseckige Gitter optisch nicht vollständig sichtbar ist [4].

2.5.2 Gold

Als Vergleichsprobe wird eine (111)-orientierte Oberfläche von Gold untersucht. Im Gegensatz zu HOPG lässt sich unter den im Versuch verwendeten Bedingungen keine atomare Auflösung erzielen. Der Grund dafür liegt in der homogenen Elektronenverteilung auf der Goldoberfläche, wodurch sich keine deutlichen Tunnelunterschiede zwischen benachbarten Atomen ergeben.

Stattdessen werden auf der Goldoberfläche größere topographische Strukturen sichtbar. Insbesondere die Stufenkanten sind erkennbar, die entweder durch die natürliche Kristallstruktur des Materials oder als Folge einer mechanischen Vorbehandlung entstehen. Diese Stufen bilden Höhenunterschiede im Bereich weniger Atomlagen, die mit einem großen Scanbereich zwischen 300 nm und 500 nm abgebildet werden können. Für eine möglichst kontrastreiche Darstellung der Stufenkanten empfiehlt sich eine erhöhte Punktdichte pro Linie, da die Regelschleife bei Gold aufgrund der schwächeren Tunnelstromkontraste langsamer arbeitet [5].

3 Durchführung

Für die Messung wird ein Rastertunnelmikroskop mit einer Spitze aus PtIr-Draht verwendet. Vor Beginn der Messung werden das STM, der Draht sowie das verwendete Werkzeug zur Herstellung der Spitze gründlich gereinigt und desinfiziert, um Störungen durch Schmutz oder Staub zu vermeiden. Zusätzlich werden Handschuhe während der Durchführung getragen, um ebenfalls Schmutz und Staub zu verhindern.

Die STM-Spitze wird hergestellt, indem der Draht mit einer Zange fixiert und mit einem Seitenschneider in einem Winkel von ca. 45° gerissen wird. Dabei wird der Seitenschneider gleichzeitig zugepresst und vom Draht weggezogen. Diese Spitze wird in die dafür vorgesehene Vertiefung unter dem Bügel des STMs mithilfe einer Pinzette eingesetzt.

Die Probe wird mithilfe eines Magneten am Messkopf befestigt. Der Messkopf wird mit der Probe an die Spitze herangeführt, wobei darauf zu achten ist, dass die Spitze die Probe nicht berührt, um die Spitze nicht zu beschädigen.

Um Luftströmungen während der Messung zu minimieren, wird eine Abdeckung über das Rastertunnelmikroskop gesetzt. Mithilfe der Messsoftware wird die Probe näher an die

Spitze positioniert. Durch den Befehl „Approach“ startet die automatische Annäherung, bis ein Tunnelstrom detektiert wird. Die Messung beginnt anschließend automatisch. Für die Messung der HOPG Probe wird eine Bildgröße zwischen 2 und 5 nm und eine Scan-Geschwindigkeit v_{scan} von 0,05 – 0,15 s/line eingestellt. Bei der Vermessung der Gold Probe eine Bildgröße von ca. 300 – 500 nm und eine langsamere Scan-Geschwindigkeit im Vergleich zur HOPG Probe gewählt. Um die STM-Abbildungen zu optimieren, werden die Werte des PID-Reglers angepasst.

4 Auswertung

4.1 Untersuchung der Gitterstruktur von HOPG

Zur Untersuchung der Gitterstruktur werden zwei Scandurchgänge verwendet mit jeweils einem vorwärts und einem rückwärts Scan. Diese sind in Abbildung 3 und 4 zu sehen. Zur Bestimmung des Übernächsten-Nachbarn-Abstands d werden die Längen der beiden Gittervektoren \vec{g}_1 und \vec{g}_2 gemessen. Dies erfolgt graphisch über mehrere Einheitszellen hinweg. Der Mittelwert beider Längen der Gittervektoren entspricht d . \vec{g}_1 wird aus den annähernd vertikalen Linien bestimmt und \vec{g}_2 aus den diagonalen Linien. Die graphisch

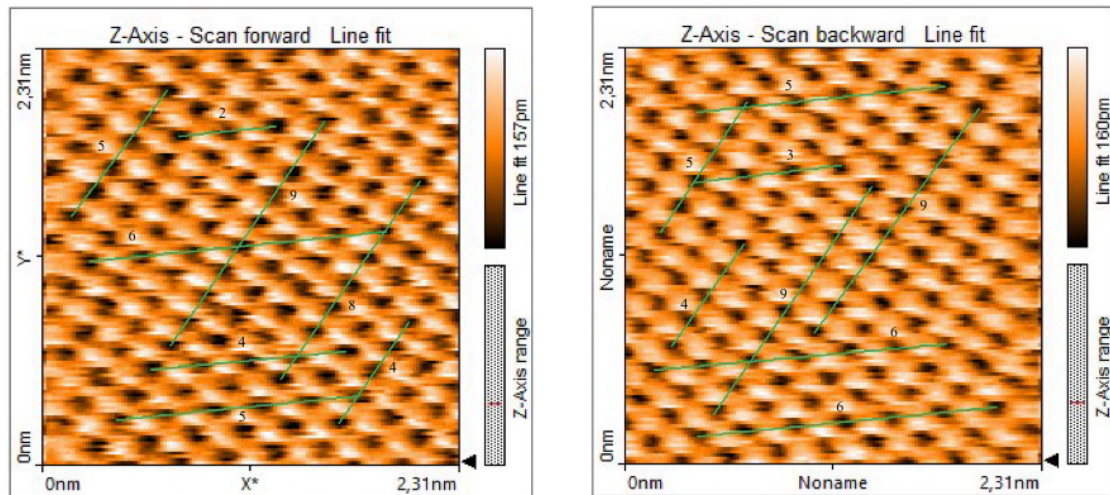


Abbildung 3: Erster Scan der Gitterstruktur von HOPG mit graphischer Auswertung.

ermittelten Längen der aus den Gittervektoren sind in Tabelle 1 und 2 aufgeführt. Die durchschnittliche Länge der Gittervektoren ist $|\vec{g}_1| = (275,2 \pm 1,6) \text{ pm}$ und $|\vec{g}_2| = (171,6 \pm 1,0) \text{ pm}$. Daraus ergibt sich $d = (223,4 \pm 1,0) \text{ pm}$. Der Winkel zwischen den Gittervektoren ergibt sich durch die Berechnung mithilfe von

$$\alpha = \arccos \left(\frac{\vec{g}_1 \cdot \vec{g}_2}{|\vec{g}_1| |\vec{g}_2|} \right)$$

zu $\alpha = (49,37 \pm 0,39)^\circ$.

Tabelle 1: Graphisch ermittelte Länge der Gittervektoren des ersten Graphitscans.

$ \vec{g}_{1,\text{vor}} /\text{pm}$	$ \vec{g}_{2,\text{vor}} /\text{pm}$	$ \vec{g}_{1,\text{rück}} /\text{pm}$	$ \vec{g}_{2,\text{rück}} /\text{pm}$
$276,1 \pm 12,8$	$175,1 \pm 5,1$	$277,6 \pm 5,1$	$173,2 \pm 5,1$
$278,0 \pm 4,3$	$169,6 \pm 2,8$	$272,4 \pm 8,5$	$171,5 \pm 6,4$
$274,1 \pm 6,4$	$169,3 \pm 3,2$	$273,3 \pm 4,3$	$170,8 \pm 2,8$
$274,0 \pm 5,1$	$173,3 \pm 6,4$	$278,0 \pm 4,3$	$171,5 \pm 2,8$

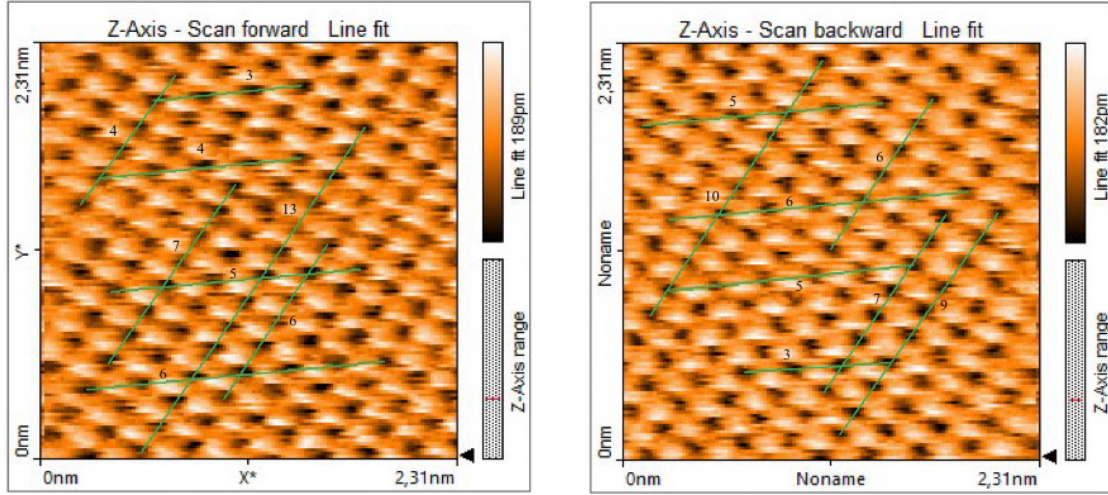
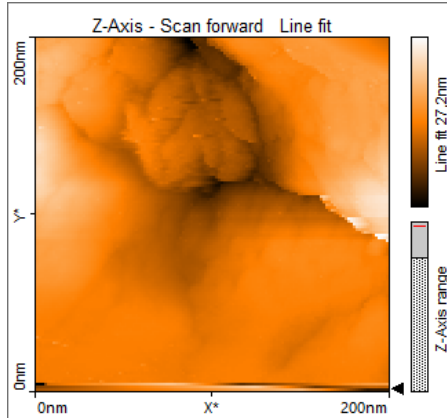


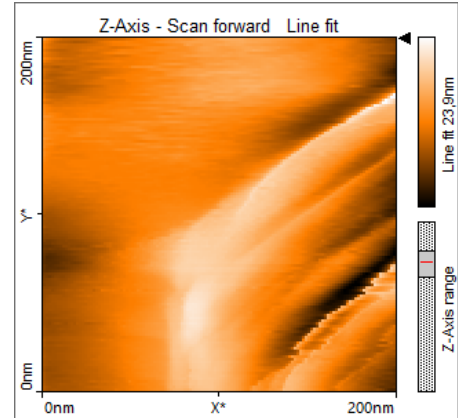
Abbildung 4: Zweiter Scan der Gitterstruktur von HOPG mit graphischer Auswertung.

4.2 Untersuchung der Oberfläche von Gold

Zur Untersuchung der Stufen auf einer Goldoberfläche werden die Bilder, die in Abbildung 5 zu sehen sind, verwendet. Der Scan 5a wurde nicht während der Durchführung selbst aufgenommen, sondern von einer anderen Versuchsdurchführung für die Auswertung zur Verfügung gestellt. Der Scan 5b wurde selbstständig aufgezeichnet. Aus beiden Scans werden vier verschiedene Höhenprofile mithilfe der Software Gwyddith extrahiert und für die Auswertung verwendet. Die ausgewählten Höhenprofile sind in Abbildung 6 und Abbildung 7 dargestellt. Die daraus ausgewählten Höhenunterschiede Δz sind in Tabelle 3 aufgelistet und in Abbildung 8 dargestellt. In Abbildung 8 ist bei beiden Scans eine Lücke zwischen zwei Häufungen zu sehen. Aus den Häufungspunkten wird die Dicke einer Atom-schicht bestimmt. Der Mittelwert der Höhe der einatomigen Stufe des erstens Scans ist $\Delta z_{\text{eigen}} = (0,249 \pm 0,029) \text{ nm}$ und des zweiten Scans ist $\Delta z_{\text{nicht eigen}} = (0,269 \pm 0,030) \text{ nm}$. Die aus beiden gemittelte Höhe beträgt $\Delta z_{\text{beide}} = (0,259 \pm 0,021) \text{ nm}$.



(a) Scan einer Goldoberfläche.



(b) Eigener aufgenommener Scan einer Goldoberfläche.

Abbildung 5: Aufnahme Scans von Goldoberflächen, die zur Erstellung der Höhenprofile verwendet werden.

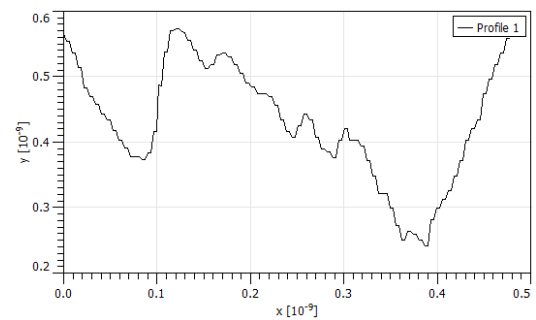
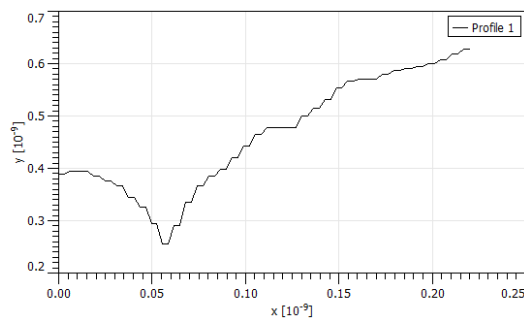
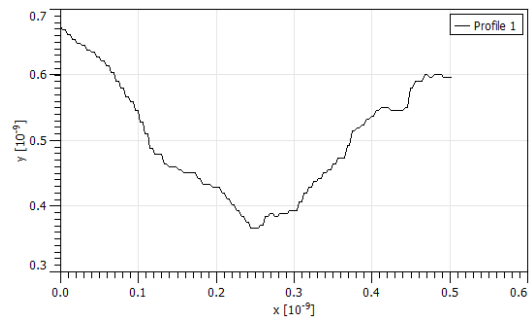
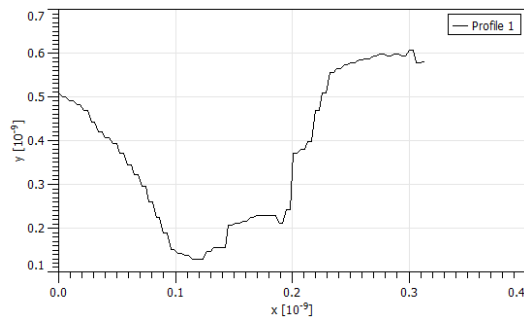


Abbildung 6: Höhenprofile des 1. Scans an ausgewählten Stellen.

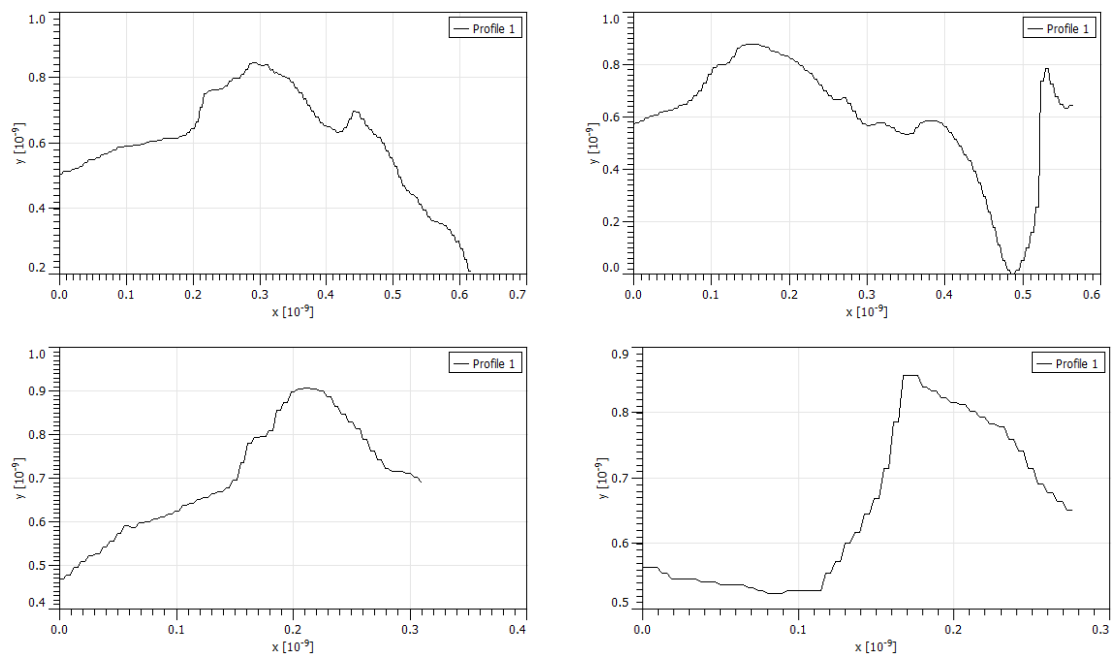


Abbildung 7: Höhenprofile des 2. Scans an ausgewählten Stellen.

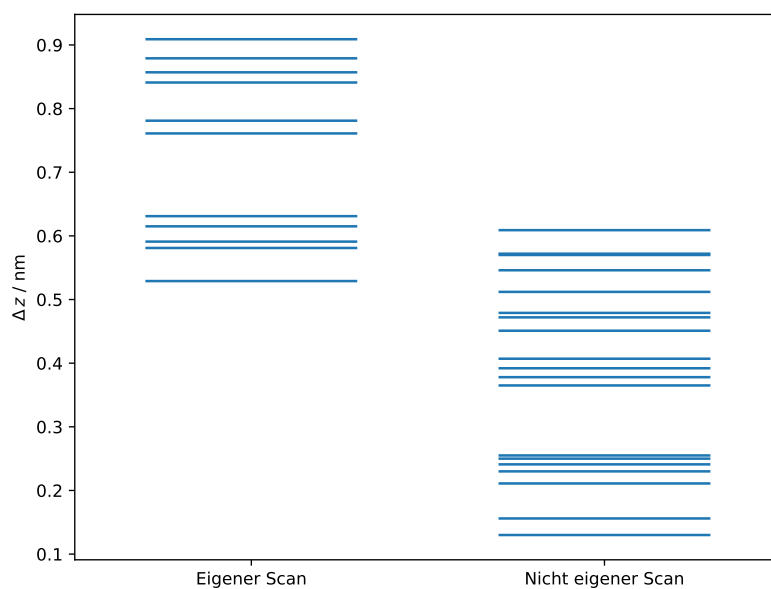


Abbildung 8: Darstellung der Höhendifferenzen beider Scans.

Tabelle 2: Graphisch ermittelte Länge der Gittervektoren des zweiten Graphitscans.

$ \vec{g}_{1,\text{vor}} /\text{pm}$	$ \vec{g}_{2,\text{vor}} /\text{pm}$	$ \vec{g}_{1,\text{rück}} /\text{pm}$	$ \vec{g}_{2,\text{rück}} /\text{pm}$
$267,6 \pm 8,5$	$177,9 \pm 5,1$	$270,1 \pm 5,1$	$172,9 \pm 2,6$
$283,3 \pm 6,4$	$174,6 \pm 3,6$	$276,4 \pm 4,3$	$167,7 \pm 4,3$
$277,3 \pm 5,1$	$168,7 \pm 2,0$	$274,0 \pm 5,1$	$170,6 \pm 3,6$
$276,4 \pm 4,3$	$172,3 \pm 4,3$	$274,3 \pm 8,5$	$167,5 \pm 2,8$

Tabelle 3: Höhendifferenzen Δz verschiedener Stufen aus den ausgewählte Höhenprofilen.

$\Delta z_{\text{eigen}}/\text{nm}$	$\Delta z_{\text{nicht eigen}}/\text{nm}$	$\Delta z_{\text{nicht eigen}}/\text{nm}$
0,84	0,61	0,48
0,76	0,23	0,26
0,63	0,21	0,57
0,62	0,16	0,51
0,88	0,13	0,41
0,78	0,55	0,38
0,58	0,47	0,25
0,91	0,45	0,24
0,59	0,39	
0,86	0,37	
0,53	0,57	

5 Diskussion

Literatur

- [1] H. Lüth. *Surfaces and Interfaces of Solids*. 2. Aufl. Springer Berlin, Heidelberg, 1993.
- [2] R. Howland und L. Benatar. *A Practical Guide to Scanning Probe Microscopy*. Park Scientific Instruments, 1996.
- [3] Nanosurf AG. *NaioSTM Control Software – Operating Instructions, Version 3.7*. 2021.
- [4] J.-H. Gürtherodt und R. Wiesendanger. *Scanning Tunneling Microscopy I*. Springer Verlag, 1994.
- [5] *V42 Rastertunnelmikroskopie*. TU Dortmund, Fakultät Physik. 2025.

Anhang

Originaldaten