



Universität Freiburg

Versuchsanleitung
**Fortgeschrittenen
Praktikum**
Teil I

Rastertunnelmikroskop



Rastertunnelmikroskop

INSTITUT FÜR MATHEMATIK UND PHYSIK
ALBERT-LUDWIGS-UNIVERSITÄT
FREIBURG IM BREISGAU

7. OKTOBER 2013

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Vorkenntnisse	1
3	Aufgabenstellung	2
4	Versuchsaufbau	2
5	Versuchsdurchführung	3
6	Aufnahmen von Graphit	5
7	Literatur	6

1 Einleitung

Das Rastertunnelmikroskop (*Scanning Tunneling Microscopy*, STM) ist ein Messgerät zur Untersuchung topographischer Strukturen, für dessen Entwicklung Gerd Binnig und Heinrich Rohrer 1986 mit dem Nobelpreis für Physik ausgezeichnet wurden. Dreidimensionale Bilder von Oberflächen mit atomarer Auflösung können mit dieser Untersuchungsmethode erhalten werden.

Grundlage der Rastertunnelmikroskopie ist der quantenmechanische Tunneleffekt. Eine feine Metallspitze wird mit Hilfe von Piezostellelementen so nahe ($\leq 1\text{ nm}$) an die zu untersuchende, leitfähige Probe herangefahren bis bei Anlegen einer Spannung ein Tunnelstrom einsetzt. Die Spitze wird anschließend rasterförmig über die Oberfläche bewegt.

Die Tunnelmikroskopie bedarf nicht a priori Vakuumbedingungen, sie kann auch in Gasen oder flüssigen Medien durchgeführt werden. Die Auflösung des STM hängt stark von den verwendeten Piezostellelementen und der Abschirmung gegenüber mechanischen, akustischen und elektrischen Störungen ab. Für eine einatomige Spitze beträgt die Auflösung in der Ebene der topographischer Strukturen $\gtrsim 0,1\text{ nm}$, für die Auflösung der Höhe der Strukturen wurden schon Werte von 1 pm erzielt.

Die wesentliche Herausforderung bei der Tunnelmikroskopie ist die Präparation der Platin-Iridium-Spitze. Sie ist mehr oder weniger dem Zufall überlassen. Eine „Multi-Tip“-Metallspitze führt so zu einer anderen periodischen Struktur als eine „Single-Tip“-Spitze. Artefakte treten auf, wenn der Regelkreis durch falsche Einstellung oder zu schnelle Scangeschwindigkeit übersteuert wird. Die Hysterese des Piezostellelementes und die thermische Ausdehnung sind weitere Fehlerquellen der Rastertunnelmikroskopie.

2 Vorkenntnisse

Im Vorfeld sollen die Grundzüge folgender Themengebiete verstanden sein:

- Grundlagen der Festkörperphysik, Bändermodell, Fermienergie, Elektronengas, Pauliprinzip, Austrittsarbeit, chemische Bindung in Festkörpern, lokalisierte und delokalisierte Elektronen, Blochwellen
- Unterschiede zwischen Metallen, Halbmetallen, Halbleitern und Isolatoren
- Struktur von Graphit und Molybdändisulfid (MoS_2)
- Quantenmechanischer Tunneleffekt, Tunneleffekt bei Halbleitern, Tunnelstrom
- Funktionsweise von Piezokristallen und Regelung mit PID-Controllern
- Prinzipien der Rastertunnelmikroskopie, Arbeitsmodi, Komponenten eines STM
- Mögliche Störungen und Artefakte von STM-Messungen
- Familie der Rastersondentechniken, weitere Vertreter daraus

Manche Grundlagen hierzu finden sich in der Zulassungsarbeit von D. RITZMANN: *Einrichtung eines Versuchs: Rastertunnelmikroskopie für das Fortgeschrittenen-Praktikum 2*. Die Versuchsdurchführung in dieser Arbeit beschreibt allerdings einen anderen Versuchsaufbau.

3 Aufgabenstellung

Ziel dieses Versuches ist es, sich mit den Prinzipien der Rastertunnelmikroskopie vertraut zu machen. Dafür soll im Einzelnen untersucht werden:

1. Auflösung und Ausmessung der atomaren Oberflächenstruktur des Halbmetalls Graphit. Da sich die Graphitoberfläche am einfachsten von den vorhandenen Proben vermessen lässt, soll hieran auch jeweils die Qualität der Spitze überprüft werden.
2. Untersuchung einer mit Gold beschichteten Struktur (Scanbereich 200 nm) zur Veranschaulichung des Einflusses der Mess- und Regelparameter.
3. Auflösung und Ausmessung der atomaren Oberflächenstruktur des Halbleiters MoS₂. Dabei soll durch Umpolen der Spannung zwischen den beiden unterschiedlichen Atomsorten unterschieden werden können.

4 Versuchsaufbau

Verwendet wird das in Abbildung 1 dargestellte Rastertunnelmikroskop (Easyscan 2 der Firma Nanosurf) bestehend aus dem schwingungsgedämpft gelagerten Messkopf und der Steuerelektronik. Über die Software Easyscan 2 am angeschlossenen PC lassen sich die Regel- und Messparameter der Steuerelektronik übergeben und die Topographie sowie der Tunnelstrom aufzeichnen.



Abbildung 1: Steuerelektronik (links) und Scankopf mit eingelegtem Probenträger (rechts) des Rastertunnelmikroskops.

Innerhalb des Messkopfes (Abbildung 2 a)) wird die Spitze wie in Abbildung 2 b) unter einer Goldfeder befestigt und gleichzeitig dadurch kontaktiert. Die Spitze kann über drei Piezoaktoren (siehe Abbildung 3) bewegt werden um die Oberfläche abzurastern. Der z-Piezo hat dabei eine Stellgenauigkeit von 3 pm bei einem Scanumfang von 200 nm. Die verwendeten x und y-Piezos erreichen eine Stellgenauigkeit von 7,6 pm auf einen maximalen Scanumfang von 500 nm.

Die drei zur Verfügung stehenden Proben sind bereits leitend auf Metallplättchen befestigt, die jeweils auf den magnetischen Probenträgerzylinder aufgelegt werden können und dann in den Kopf eingelegt werden.

Zur Auswertung empfiehlt sich die freie, für alle Plattformen verwendbare Software Gwyddion (<http://gwyddion.net>)

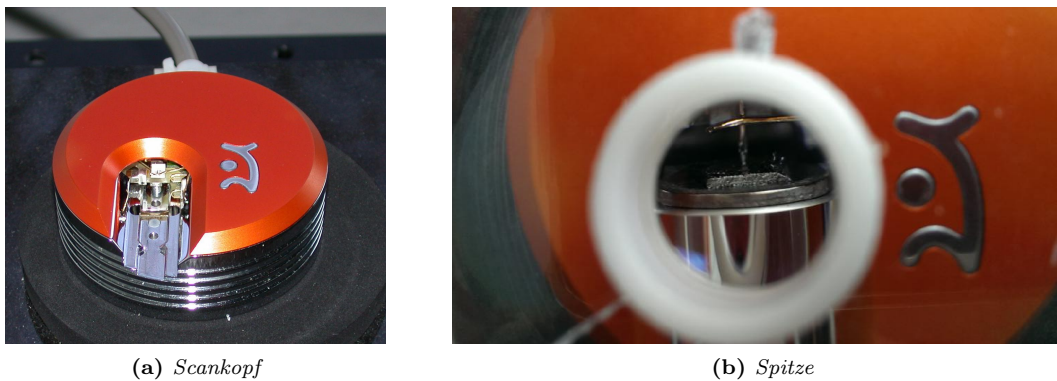


Abbildung 2: Scankopf des STM ohne Spitze und Probe (links) und Befestigung der Spitze bei eingelegter Graphitprobe (rechts).

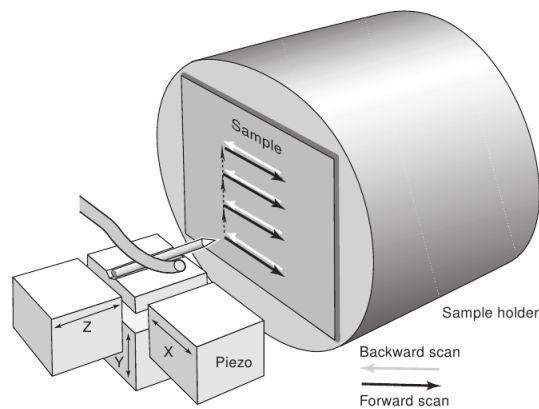


Abbildung 3: Bewegung der Spitze über die Piezostellelemente und dadurch entstehende Rasterung einer Probenoberfläche. Graphik der Bedienungsanleitung entnommen.

5 Versuchsdurchführung

Um Schäden der Piezostellelemente zu vermeiden, soll der Controller bei Wechsel der Spitze oder Einlegen der Probe ausgeschaltet werden. Dabei muss jeweils auch die Software neu gestartet werden.

Vorbereiten der Messung

Folgende Schritte sind notwendig, um den Versuchsaufbau für die Messungen vorzubereiten.

1. Hochfahren des PC.
2. Herstellung einer möglichst einatomigen PtIr-Spitze und Einsetzen der Spitze in den Messkopf.
3. Aufsetzen der Graphitprobe (genauer: HOPG *Highly Oriented Pyrolytic Graphite*) auf den Proben-träger und Einlegen des Probenträgers in den Messkopf. Der Abstand zwischen Probe und Spitze sollte etwa 3 mm betragen.
4. Aufsetzen des Plexiglasdeckels und Kontrolle des Spitze-Proben-Abstands durch die Linse.
5. Einschalten des Controllers und Starten der Software Easyscan2 am PC.
6. Eine Grobannäherung des Probenträgers erfolgt im „Positioning“-Reiter durch die „Advance“- und „Retract“-Buttons. Um Schäden an der Spitze zu vermeiden, sollte beim manuellen Heranfahren des Probenträgers der Abstand zwischen Spitze und Probe durch die Linse kontrolliert werden. Die geschieht am besten, indem man die Bewegung des Spiegelbilds der Spitze auf der Graphitoberfläche

auf die tatsächliche Spitze hin beobachtet und die Grobannäherung vor dem Kontakt von Bild und Spiegelbild beendet. Der Abstand sollte dann ca. 1 mm betragen.

7. Die Feinannäherung erfolgt über den „Approach“-Button. Dabei werden die im Reiter „z-Controller“ verwendeten Parameter der Spitzenspannung verwendet. Die automatische Annäherung erfolgt so lange, bis der unter „Set point“ eingegebene Tunnelstrom gemessen werden kann.
8. Die erfolgreiche Annäherung wird über die Meldung „Approach Done“ und die grün leuchtende LED am Controller bei „Probe Status“ gemeldet. Danach kann in den Reiter „Imaging“ gewechselt und die Aufzeichnung der Bilder begonnen werden.

Aufnahme der Oberflächenstrukturen

Eine gute Auflösung topographischen Strukturen kann erreicht werden, wenn folgende Voraussetzungen gegeben sind:

- Verwendung einer Spitze mit einem bis wenigen Atomen an ihrem Ende. Aufnahmen mit unbrauchbaren Spitzen finden sich ab Seite 51 der Bedienungsanleitung.
- Optimale Einstellung der Messzeit pro Linie und der Regelparameter des PID-Controllers, so dass im Fehlerbild (Tunnelstrom) weder die Oberfläche noch eine Resonanz der Spitze zu erkennen ist.
- Überprüfung, ob vorwärts- und rückwärts-Rasterung zu gleichen Ergebnissen führt.
- Überprüfung, ob ein mehrfacher Scan der gleichen Stelle zu identischen Ergebnissen führt.
- Bei periodischen Strukturen: Überprüfung, ob die Änderung der Messzeit pro Linie einen Einfluss auf die Periodizität hat.
- Bei „größeren“ Strukturen: Überprüfung, ob die Vertauschung von schneller und langsamer Piezoachse (Rotation der Scanrichtung um 90°) die gedrehte Struktur korrekt abbildet. Überprüfung, ob ein Zoom in die Struktur tatsächlich den gewählten Ausschnitt wiedergibt.

Nach Messung der Graphitoberfläche können die in der Aufgabenstellung beschriebenen Messungen an den anderen Proben analog durchgeführt werden. Die Veränderung der Spitzenspannung auf Skalen $\gtrsim 50$ meV ist dabei jeweils vor der Annäherung an die Probenoberfläche durchzuführen.

Abspeichern der Bilder

Um die Messungen aufzunehmen, sollte man zunächst während der laufenden Messung die „Zielflagge“ (– *Finish Measurement and Stop*) anklicken. Nach Beendigung der Messung kann man dann nach Anklicken von „Photo“ das Bild im nid-Format abspeichern.

Häufige Fehlerquellen des Setups

Falls an dem Messaufbau Fehlfunktionen bei der Probenannäherung auftreten sollten, empfiehlt es sich, je einen der möglichen Lösungsvorschläge auszuprobieren. Hierbei sollte der Controller jeweils ausgeschaltet sein.

Anfahren über „Advance“ und „Retract“ nicht möglich

- Probenzylinder leicht drehen
- Spitze weiter nach hinten setzen und Zylinder nachschieben
- Probenzylinder mit fusselfreiem Tuch und Ethanol reinigen

Annähern über „Approach“ nicht möglich (LED bei „Probe Status“ bleibt lange (> 3 min) orange oder leuchtet rot)

- Prüfen, ob Probenstelle leitfähig verbunden ist (Keine Löcher)
- Andere Probenstelle verwenden, d. h. Zylinder leicht drehen
- Höhere Spitzenspannung und höheren Tunnelstrom wählen

6 Aufnahmen von Graphit

Folgende Beispielmessungen wurden von den Studenten im WS 13/14 aufgenommen:

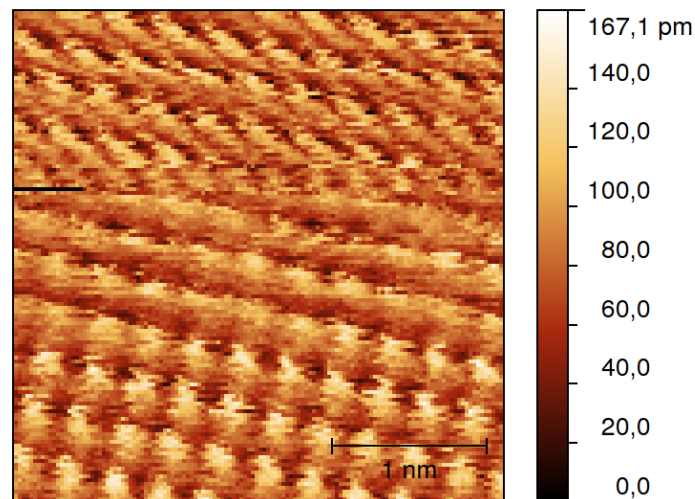


Abbildung 4: Graphitprobe. Während der Messung, die von unten nach oben erfolgt, sieht man einen Übergang von der guten Aufnahme der einzelnen Kohlenstoffatome unten hin zu einer eher linienartigen Struktur.

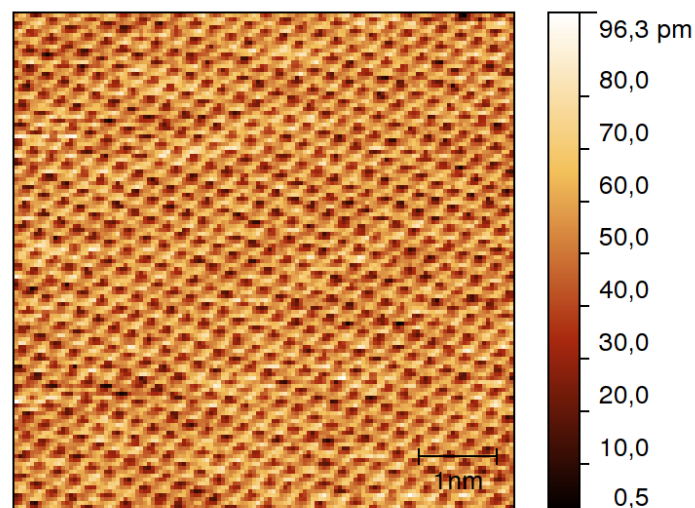


Abbildung 5: Sehr gute Auflösung der Struktur von Graphit.

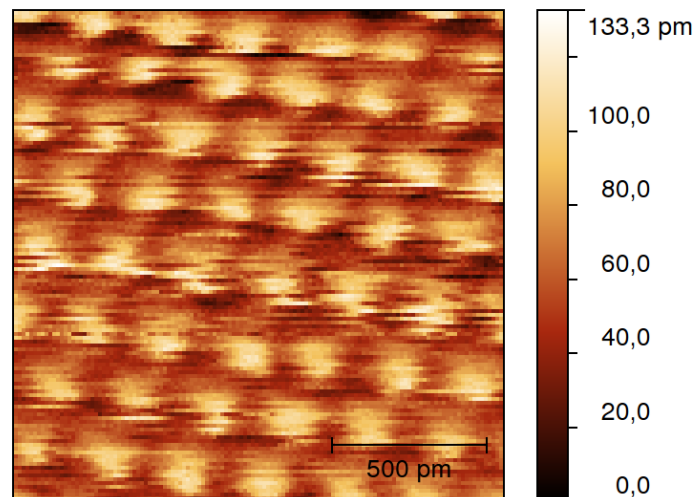


Abbildung 6: Weitere sehr gute Auflösung der Struktur von Graphit.

7 Literatur

Bedienungsanleitung/Gerätebeschreibung

- NANOSURF AG: *Operating Instructions Easyscan2 STM, Version 1.6*, Liestal, Switzerland, 2007

Wissenschaftliche Arbeiten

- RITZMANN, D.: *Einrichtung eines Versuchs: Rastertunnelmikroskopie für das Fortgeschrittenen-Praktikum 2*, Zulassungsarbeit, Universität Freiburg, 1994

Zur Rastertunnelmikroskopie:

- BINNIG G.; ROHRER, H.; GERBER, CH.; WEIBEL, E.: *Tunneling through a controllable vacuum gap*, Appl. Phys. Lett.. 40, Nr. 2, 1982, S. 178180
- BINNIG G.; ROHRER, H.; GERBER, CH.; WEIBEL, E.: *Surface Studies by Scanning Tunneling Microscopy*, Phys. Rev. Lett.. 49, Nr. 1, 1982, S. 5761
- TERSOFF, J.; HAMANN, D.R.: *Theory of the scanning tunneling microscope*, Phys.Rev.B 31, 1985, 805

Zur Struktur von Graphit, Gold und MoS₂:

- PARK, S.; QUATE, C. F.: *Tunneling microscopy of graphite in air*, Appl. Phys. Lett. 48, 1986, 112
- WEIMER, M. ET AL: *Tunneling microscopy of 2H-MoS₂: A compound semiconductor surface*, Phys. Rev. B 37, 1988, 4292

Weiterführende Literatur

Lehrbücher der Festkörperphysik:

- KITTEL, C.: *Einführung in die Festkörperphysik*, Oldenbourg Verlag, 14. Aufl., 2005
- IBACH, H.; LÜTH, H.: *Festkörperphysik*, 5. Aufl., Springer-Verlag, 2002
- HENZLER, M.; GÖPEL, W.: *Oberflächenphysik des Festkörpers*, Teubner, Stuttgart, 1994

Zur Rastertunnelmikroskopie:

- BONNELL, D. A.: *Scanning Tunneling Microscopy and Spectroscopy*, VCH, 1993 (FB 73)
- GÜNTHERODT, H.-J.; WIESENDANGER, R.: *Scanning Tunneling Microscopy*, Band I und II, Springer, 1992 (FMF-Bibliothek: PH 211)