

1.10 Rastertunnelmikroskopie

Vorausgesetzte Kenntnisse:

- Quantentunneleffekt (Tunneln von Elektronen zwischen zwei Metallen, die durch eine Vakuumbarriere voneinander getrennt sind).
- Piezoelektrischer Effekt.
- Aufbau und Betriebsarten eines Rastertunnelmikroskops (STM).
- Prinzip der Regelung mittels eines Regelkreises.
- Atomare und elektronische Struktur einer Graphitoberfläche (insbesondere HOPG).

Literatur

[1] R.J Dwayne Miller, H.A Mizes and, A. Samsavar. Intructional Scanning Tunneling Microscope, Workbook, Burleigh Instrument, (1992).

→ Anleitung für den Versuchsaufbau mit zusätzlichen Informationen zur Geschichte und zum grundlegenden Funktionsprinzip des Rastertunnelmikroskops (STM) sowie einigen beispielhaften Untersuchungen, einschließlich HOPG.

[2] E. Mayer, R. Bennewitz, H. J. Hug, Scanning Probe Microscopy: the lab on a tip, 2nd ed., Springer (2021).

→ Grundkonzept und technische Anwendung des Rastertunnelmikroskops; Theorie des Tunneleffekts und dessen Anwendung auf das STM. (Kapitel 1 und 2)

[3] C. Kittel: *Introduction to Solid State Physics*, 4th ed., Ch 14

→ Piezoelektrizität

[4] G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber, and E. Weibel, Phys. Rev. Lett. **49** (1982) 57

→ Erste Demonstration und Veröffentlichung des Rastertunnelmikroskops.

[5] Sang-II Park and C.F. Quate, Appl. Phys. Lett. **48** (1986) 112

[6] F. Atamny, O. Spillecke and R. Schögl. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 1(17), 4113-4118 (1999)

→ STM-Untersuchungen an HOPG

Ziel des Experiments

Das Hauptziel dieses Experiments besteht darin, die Funktionsprinzipien der Rastertunnelmikroskopie (STM) zu verstehen. Zunächst werden Sie eine Probe mit einer wohldefinierten Oberflächenstruktur untersuchen, die aus einem Goldgitter im Mikrometerbereich besteht. Diese Probe dient dazu, die x-y-Kalibrierung des Instruments zu überprüfen und zu untersuchen, wie sich die verschiedenen einstellbaren Abbildungsparameter auf die gemessene Topografie auswirken.

Im zweiten Teil des Experiments werden Sie eine Probe aus hoch orientiertem pyrolytischem Graphit (HOPG) untersuchen. Durch die Optimierung der experimentellen Bedingungen sollen Sie eine atomare Auflösung erreichen und das charakteristische atomare Gitter der Graphitoberfläche abbilden.

Gang des Versuchs

1. Präparation der Messspitze durch Abschneiden eines Pt/Ir-Drahtes und anschließendes Montieren auf dem entsprechenden Spitzenhalter.
2. STM-Untersuchung der Kalibrierprobe, bestehend aus einem goldbeschichteten Gitter mit einer Linienstruktur von 2400 Linien/mm.
 - a) Scannen Sie die Probe im Konstantstrommodus über einen großen Scanbereich ($4\text{ }\mu\text{m} \times 4\text{ }\mu\text{m}$), um die parallele Linienstruktur des Gitters abzubilden. Bestimmen Sie die Gitterperiode anhand des topografischen Bildes und überprüfen Sie die x-y-Kalibrierung des Piezoscanners.
Typische Scanparameter sind: Tunnelstrom 1 nA, Spannung 1 V, CI-Feedback: 0,0005.
 - b) Nehmen Sie topografische Bilder mit unterschiedlichen Scangeschwindigkeiten, Tunnelströmen, Spannungen und Parametern des Regelkreises auf. Wählen Sie einen Scanbereich zwischen $0,5\text{ }\mu\text{m} \times 0,5\text{ }\mu\text{m}$ und $1\text{ }\mu\text{m} \times 1\text{ }\mu\text{m}$, die eindeutig identifizierbaren Oberflächenstrukturen enthält. Beschreiben Sie, wie jeder Abbildungsparameter die Qualität und das Erscheinungsbild der aufgenommenen Bilder beeinflusst.
 - c) Nehmen Sie, ohne die Abbildungsparameter zu verändern, mehrere aufeinanderfolgende topografische Bilder desselben Oberflächenbereichs auf. Verwenden Sie eine ähnliche Scangröße wie in Teil (b) sowie die Messbedingungen, die die besten Ergebnisse geliefert haben. Vergleichen Sie die aufeinanderfolgenden Bilder, um mögliche Messartefakte zu identifizieren, und diskutieren Sie deren wahrscheinlichen Ursprung.
3. STM-Untersuchung der frisch gespaltenen Graphitprobe (HOPG).

- a) Scannen Sie die Probe über einen Bereich von ungefähr $100\text{ nm} \times 100\text{ nm}$ und suchen Sie Stufenkanten, die unterschiedlichen Graphitschichten entsprechen (gegebenenfalls müssen Sie mehrere Bereiche untersuchen, bevor Sie geeignete Stufen finden). Messen Sie die Stufenhöhen mithilfe von Linienprofilen und vergleichen Sie die Ergebnisse mit dem erwarteten Schichtabstand von HOPG. Um die Genauigkeit zu erhöhen, bestimmen Sie die mittlere Stufenhöhe aus mehreren verschiedenen Stufen.
- b) Verkleinern Sie den Scanbereich auf ungefähr $3\text{ nm} \times 3\text{ nm}$ und wählen Sie eine flache Terrasse ohne Stufenkanten aus. Optimieren Sie die Abbildungsbedingungen, um eine atomare Auflösung zu erreichen. Bestimmen Sie anhand des resultierenden Bildes die Gitterkonstante von HOPG. Um die x-y-Auflösung zu verbessern, stellen Sie die Vergrößerung auf die elektronische Steuerung auf $\times 50$ und den X-Gain sowie den Y-Gain in der Software auf 0,04.

Hinweis: Die Anpassung des Tunnelstroms, der Probenspannung und der Parameter des Regelkreises kann dabei helfen, eine atomare Auflösung zu erreichen. Zusätzlich können Nachbearbeitungstechniken, wie beispielsweise die Bildfilterung, die Sichtbarkeit des atomaren Gitters verbessern.

Versuchsauswertung

Die Messdaten werden in einem binären Datenformat bereitgestellt, das für die verwendete Messsoftware spezifisch ist. Für die Datenanalyse wird die kostenlose Software **Gwyddion** empfohlen. Download-Link: <http://gwyddion.net/download.php#stablewindows>.

Es kann jedoch auch jede andere geeignete Software zur Datenanalyse verwendet werden.

Für die einzelnen Versuchsteile sind bereits mehrere Anweisungen zur Auswertung in der Aufgabenstellung oben angegeben. Die genaue quantitative Auswertung hängt jedoch von den Ergebnissen des Experiments ab.

Eine qualitative Bewertung der Ergebnisse muss im Diskussionsteil Ihres Laborberichts enthalten sein.

Fragen und Aufgaben zur Versuchsvorbereitung

Tunneleffekt und ihre Anwendung in der STM:

1. Was ist der Tunneleffekt und wie verändert sich die Wellenfunktion eines Elektrons beim Durchqueren einer Potentialbarriere?
2. Wie wird der Tunneleffekt in einem Rastertunnelmikroskop (STM) genutzt, bei dem eine metallische Spitze und eine leitfähige Probe durch einen Vakuumspalt

voneinander getrennt sind? Welche physikalischen Parameter bestimmen die Größe des Tunnelstroms zwischen Spitze und Probe?

3. Um welchen Faktor verändert sich der Tunnelstrom, wenn der Abstand zwischen Spitze und Probe um $3 \text{ \AA}$ verringert wird? Nehmen Sie an, dass sowohl die Spitze als auch die Probe eine Austrittsarbeit von 5 eV besitzen. Warum ermöglicht die starke Abhängigkeit des Tunnelstroms vom Abstand zwischen Spitze und Probe eine atomare Auflösung im STM?

Technischer Betrieb der Rastertunnelmikroskopie:

4. Beschreiben Sie den grundlegenden Aufbau eines Rastertunnelmikroskops und nennen Sie seine wichtigsten Komponenten.
5. Erläutern Sie das physikalische Prinzip des piezoelektrischen Effekts. Wie wird dieser im piezoelektrischen Scanner eines STM genutzt?
6. Welche beiden grundlegenden Betriebsmodi gibt es beim Rastertunnelmikroskop und wie funktioniert der zugehörige Regelkreis in diesen beiden Betriebsmodi?

Hoch orientierter pyrolytischer Graphit (HOPG):

7. Wie ist die atomare Struktur von HOPG innerhalb einer Graphitschicht und zwischen den Schichten aufgebaut, und welche Arten von atomaren Bindungen liegen dabei vor?
8. Wie beeinflusst die besondere atomare Struktur von HOPG das, was man bei einer STM-Abbildung „sieht“?

Über das Experiment hinaus:

9. Warum werden Rastertunnelmikroskope meistens unter Ultrahochvakuum-Bedingungen (UHV) betrieben?
10. STM wird häufig mit der Rastertunnelspektroskopie (STS) kombiniert. Was ist das Prinzip der STS und welche Informationen über die Oberfläche können damit gewonnen werden?