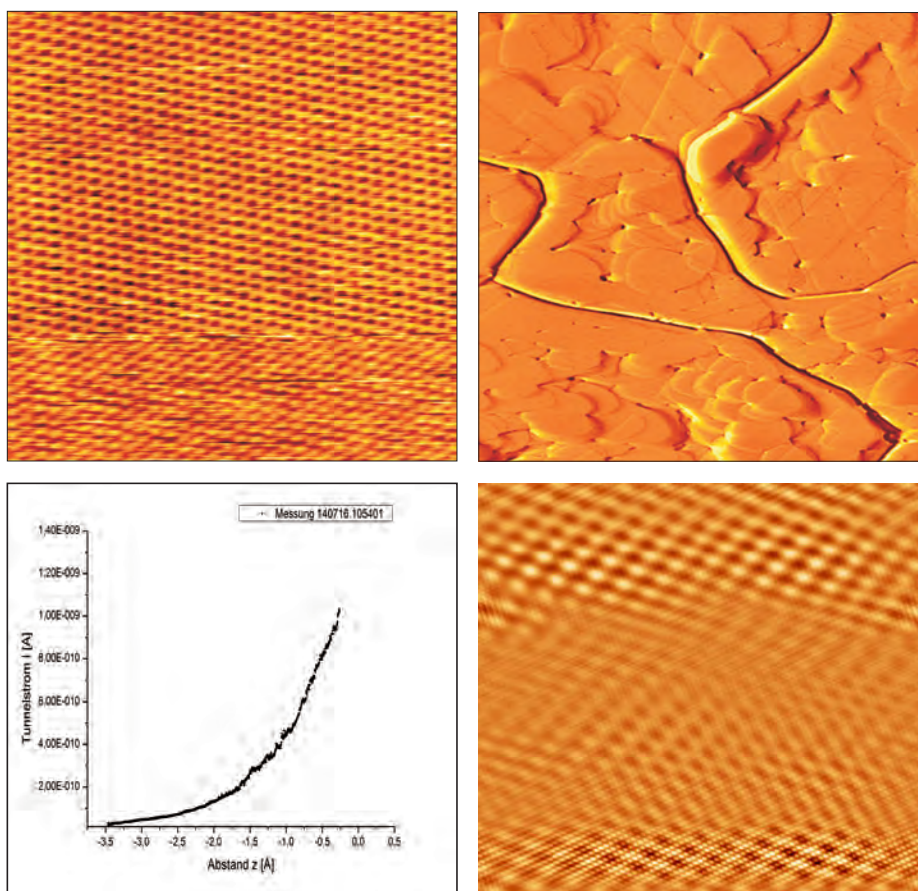


Universität zu Köln
Praktikum B

Versuch 2.5:
Rastertunnelmikroskopie
Praktikumsraum: 103, II. Physikalisches Institut



Rastertunnelmikroskop (STM)

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	3
2. Theoretische Grundlagen	4
2.1. Tunneleffekt	4
2.2. Das Rastertunnelmikroskop	6
2.3. Rastertunnelspektroskopie	8
3. Messprinzip und technischer Aufbau des STM	9
3.1. Proben	12
4. Versuchsdurchführung	16
4.1. Hochorientiertes pyrolytisches Graphit (HOPG)	16
4.2. Gold	17
4.3. Ladungsdichtewellen auf TaS ₂	18
5. Protokoll	20
A. Anhang	21

Voraussetzungen

Kenntnisse der unten aufgeführten Themen sind Voraussetzung für die Durchführung des Versuchs Rastertunnelmikroskop (engl. scanning tunneling microscope, daher auch kurz STM). Diese Anleitung und die darin enthaltenen Referenzen können zur Einarbeitung genutzt werden. Zudem ist eigene Recherche zwingend erforderlich.

- Versuchsaufbau
- Tunneleffekt, Abhängigkeit des Tunnelstroms von Barriere und Abstand
- Auflösung des STM
- Piezoeffekt, Grob- und Feinbewegung
- Topographie und Tunnelspektroskopie, Messmodi, Bestimmung der Austrittsarbeit
- Regelkreis und technisches Funktionsprinzip des STM
- Struktur von Graphit und Gold (Gitter, Einheitszelle, Basis), sowie der verwendeten Oberflächen
- Kristall- und Oberflächendefekte: Korngrenzen, Versetzungen, Gleitebenen, Stufen

Um aufgenommene Datensätze zu Hause bearbeiten zu können, ist es überdies notwendig, einen **USB-Stick** zum Versuchstag mitzubringen.

1. Einleitung

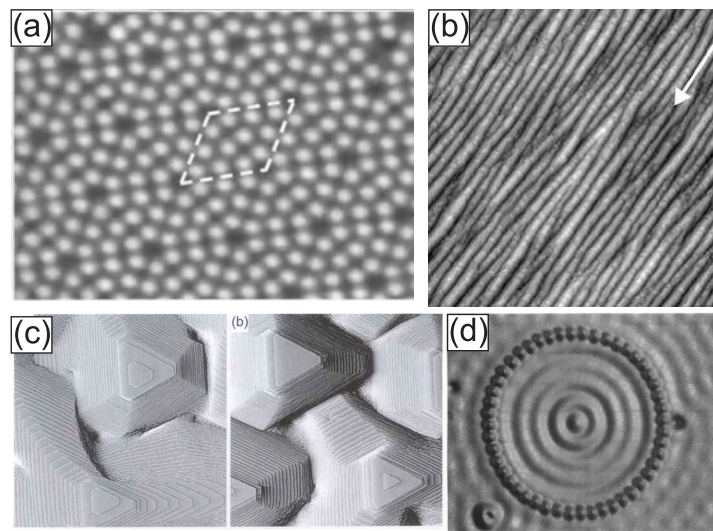


Abbildung 1: Übersicht über einige topographische Abbildungen, aufgenommen mit dem Rastertunnelmikroskop. (a) Die Si(111) (7×7)-Oberflächenrekonstruktion [5]. (b) Pt(111)-Oberfläche nach Beschuss mit streifenden Ionenstrahlen. Auf der Oberfläche wurde ein periodisches Muster mit einer Wellenlänge im Nanometerbereich erzeugt [4]. (c) Abbildung der Pt(111)-Oberfläche nach Deposition von 90 Lagen Platin. Die Oberfläche zeigt dreidimensionales Wachstum [8]. (d) Stehende Elektronenwellen in einem Quantenkäfig aus 48 Eisenatomen auf Cu(111) [3].

Das Rastertunnelmikroskop wurde 1982 von G. Binnig und H. Rohrer erfunden [2]. Beide wurden 1986 mit dem Physik-Nobelpreis ausgezeichnet. Das STM macht es möglich, metallische und halbleitende Oberflächen mit atomarer Auflösung abzubilden und ihre elektronische und magnetische Struktur zu bestimmen. Die Leistungsfähigkeit des STM wurde erstmals eindrucksvoll durch die Aufklärung der atomaren Struktur der Si(111) (7×7) Oberfläche demonstriert (Abb. 1 (a)). Kurz nach dem STM wurde 1986 das Rasterkraftmikroskop (engl. atomic force microscope, kurz AFM) entwickelt, das es ermöglicht auch Isolatoren in atomarer Auflösung abzubilden. Heute gibt es eine ganze Familie von mikroskopischen Verfahren, die auf der Abtastung von Oberflächen mit einem atomar kleinen Fühler beruhen und insgesamt als Rastersondenmikroskopie (engl. scanning probe microscopy) bezeichnet werden. Außerhalb der Physik sind AFMs heute weit verbreitet, etwa in der Biologie oder auch in der industriellen Forschung.

Rastertunnelmikroskopieexperimente werden zumeist im Ultrahochvakuum durchgeführt, da nur unter solchen Bedingungen auch reaktive Oberflächen sauber präpariert werden können und ein adsorbatfreier Zustand über längere Zeit aufrechterhalten werden kann. Dennoch können auch mit Experimenten an Luft interessante Ergebnisse erzielt werden, solange die Proben inert sind. Dieser Versuch gibt einen Einblick in die Funktion und Anwendung der Rastertunnelmikroskopie. Mit Hilfe des STM werden eine Graphit- sowie eine Goldprobe untersucht und dabei atomare Auflösung demonstriert, wichtige Oberflächendefekte identifiziert und ein einfaches spektroskopisches Verfahren angewendet. Optional können Ladungsdichtewellen in einem Übergangsmetallchalkogenid untersucht werden.

2. Theoretische Grundlagen

2.1. Tunneleffekt

Wichtige Aspekte der dem Rastertunnelmikroskop zugrunde liegenden Physik können bereits in einem einfachen eindimensionalen Modell verstanden werden. Wir betrachten daher zunächst den eindimensionalen quantenmechanischen Tunneleffekt. Sei dazu folgende Situation gegeben:

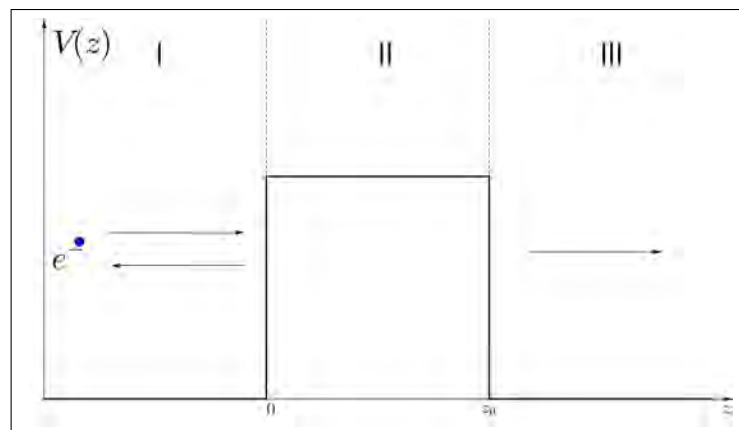


Abbildung 2: Elektron vor Kastenpotential.

In Abb. 2 sind drei verschiedene Bereiche zu erkennen. Im ersten Bereich (I) befindet sich ein Elektron mit einer bestimmten kinetischen Energie $E_{kin}(e^-)$. Das Potential hat in diesem Bereich den Wert $V = 0$. In dem zweiten Bereich (II) befindet sich ein Kastenpotential mit einer endlichen Höhe, und im dritten Bereich (III) gilt wieder Potential $V = 0$. Um das Kastenpotential zu überwinden, muss im klassischen Fall die kinetische Energie des Elektrons höher

sein als das Kastenpotential. Demzufolge können wir zwei verschiedene Fälle unterscheiden:

$$\begin{cases} E_{kin}(e^-) > V(z) & (i) \\ E_{kin}(e^-) < V(z) & (ii) \end{cases}$$

Im zweiten Fall (ii) ist die Energie des Elektrons klassisch gesehen zu gering, um hinter der Potentialstufe beobachtet werden zu können. Aufgrund des von Friedrich Hund 1926/1927 entdeckten Tunneleffekts kann das Elektron jedoch mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit auch hinter der Potentialbarriere beobachtet werden, d. h. durch das Kastenpotential hindurch tunneln. Wie ist das zu erklären?

In der klassischen Mechanik kann die Energie des Elektrons in einem Kastenpotential durch die folgende Gleichung beschrieben werden.

$$\frac{p_e^2}{2m_e} + V(z) = E$$

p_e entspricht dem Impuls des Elektrons, m_e der Masse und $V(z)$ dem Kastenpotential. Die zugehörige eindimensionale Schrödingergleichung für die Wellenfunktionen $\psi(z)$ des Elektrons lautet:

$$\left(-\frac{\hbar^2}{2m_e} \frac{d^2}{dz^2} + V(z) \right) \psi(z) = E\psi(z).$$

$\hbar = 6,582119282 \cdot 10^{-16} eV \cdot s$ bezeichnet das reduzierte Plancksche Wirkungsquantum und E die Energie des Elektrons.

Durch Umformen kann die Schrödingergleichung auf die Gestalt

$$\frac{\hbar^2}{2m_e} \psi'' + (E - V(z)) \psi = 0$$

gebracht werden. Für diese homogene Differentialgleichung zweiter Ordnung gilt für die allgemeine Lösung [17] :

$$\frac{\hbar^2}{2m_e} \lambda^2 + (E - V(z)) = 0 \quad (1)$$

$$\Leftrightarrow \lambda_{1,2} = \pm \frac{\sqrt{2m_e(V(z) - E)}}{\hbar}, \quad (2)$$

wobei (λ ist zugehörige Eigenwert des Systems ist. Nun kann die allgemeine Lösung der Differentialgleichung bestimmt werden,

$$\psi(z) = A \cdot e^{\lambda_1 z} + B \cdot e^{\lambda_2 z} \quad (3)$$

die Konstanten A, B müssen dann mithilfe der Randbedingungen angepasst werden. In den Bereichen (I) und (III) gilt

$$V(z) = 0.$$

Wird diese Bedingung auf (1) angewandt, ergeben sich die Eigenwerte zu

$$\lambda_{1,2} = \pm i \frac{\sqrt{2m_e E}}{\hbar}$$

und als Lösung in diesem Bereich ($k = \frac{\sqrt{2m_e E}}{\hbar}$)

$$\psi_I(z) = A \cdot e^{ikz} + B \cdot e^{-ikz}$$

$$\psi_{III}(z) = C \cdot e^{ikz}$$

Es sind also ebene Wellen, wobei es sich um eine einlaufende und eine auslaufende bzw. reflektierte Welle handelt. In Bereich (III) gibt es nur eine auslaufende Welle. Wie sieht es aber in dem Bereich (II) der Potentialbarriere aus? Dort gilt

$$V(z) > E$$

und demnach für die Eigenwerte

$$\lambda_{1,2} = \pm \frac{\sqrt{2m_e(V(z) - E)}}{\hbar}$$

Also sieht die Lösung in diesem Bereich etwas anders aus ($\kappa = \frac{\sqrt{2m_e(V(z) - E)}}{\hbar}$)

$$\psi_{II} = A' \cdot e^{-\kappa z} + B' \cdot e^{\kappa z} = A' \cdot e^{-\kappa z}$$

Hierbei wurde bei der Lösung zu λ_2 die Konstante B' gleich 0 gesetzt, da sie sonst physikalisch keinen Sinn machen würde. Wir erhalten also einen exponentiellen Abfall mit der Zerfallskonstante κ . Wie kann dieses Ergebnis nun interpretiert werden?

Die Wellenfunktion selber ist keine Observable, jedoch beschreibt ihr Betragsquadrat die Aufenthaltswahrscheinlichkeit der Elektronen [21].

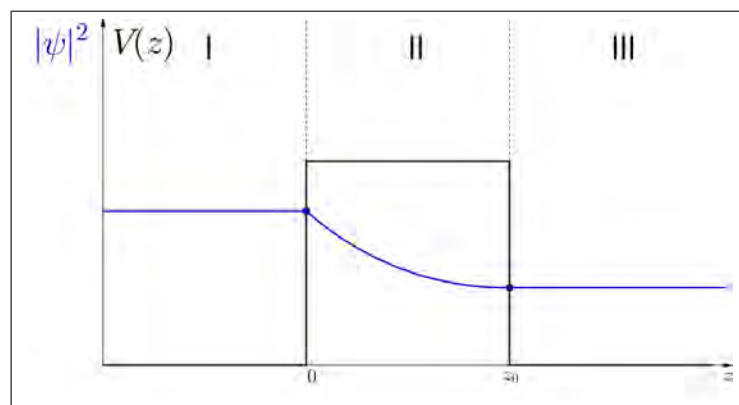


Abbildung 3: Aufenthaltswahrscheinlichkeit eines Elektrons an einem Kastenpotential.

In Abb. 3 ist die Aufenthaltswahrscheinlichkeit des Elektrons skizziert dargestellt. In Bereich (I) und (III) ist sie konstant, während sie in Bereich (II) exponentiell abfällt. Demnach ist also die Wahrscheinlichkeit $P(z)$ ein Elektron am Punkt z_0 zu messen:

$$P(z_0) = |\psi(0)|^2 \cdot e^{-2\kappa z_0}. \quad (4)$$

2.2. Das Rastertunnelmikroskop

Im Folgenden wird betrachtet, wie der Tunneleffekt im STM nutzbar gemacht werden kann. Die Abb. 4 stellt ein Energiediagramm für Elektronen in einem eindimensionalen Tunnelkontakt zwischen zwei Elektroden (Spitze und Probe) dar.

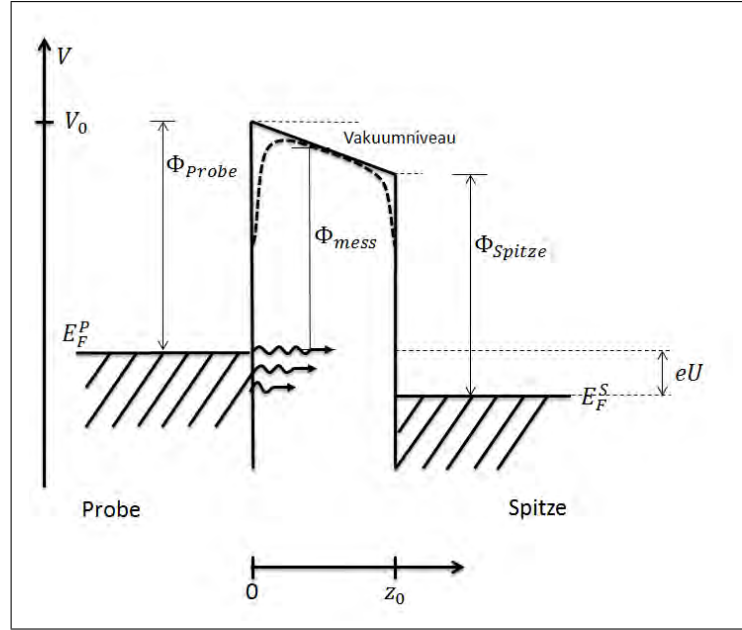


Abbildung 4: Tunneleffekt angewandt auf das STM.

Im Falle des STMs wird eine metallische Spitze sehr nahe (ca. 10 \AA) an die leitfähige Probe gebracht. E_F^p bzw. E_F^s bezeichnen die Fermi-Niveaus von Probe und Spitze, die durch eine angelegte Spannung U um die Energie eU gegeneinander verschoben sind. Bei $T = 0 \text{ K}$ (und in guter Näherung auch bei Raumtemperatur) sind alle Elektronenzustände unterhalb des Fermi-Niveaus vollständig besetzt und darüber vollständig unbesetzt. Die Austrittsarbeit ϕ ist definiert als die Energie, die aufgebracht werden muss, um ein Elektron von der Fermikante auf das Vakuumniveau anzuheben, d. h. die notwendige Energie um ein Elektron aus dem Festkörper ins Vakuum zu befördern. Im Allgemeinen sind die Austrittsarbeiten von Spitze und Probe unterschiedlich. Die Tunnelbarriere, wird durch die Austrittsarbeiten von Probe und Spitze bestimmt. Die reale Barriere (gestrichelt) ist jedoch durch Bildpotential effekte abgerundet wird für kleine Tunnelabstände auch abstandsabhängig.

Ein Tunnelprozess eines Elektrons zwischen Spitze und Probe kann nur aus einem besetzten Zustand in einen unbesetzten Zustand erfolgen. Ohne eine äußere Tunnelspannung U liegen die Fermi-Niveaus von Spitze und Priobe auf der gleichen Höhe im Energiediagramm, so dass keine Tunnelprozesse stattfinden können und der Tunnelstrom Null ist. Legt man dagegen eine positive (negative) Spannung U an die Probe an, so bewirkt dies eine Relativverschiebung der Fermi-Niveaus um eU , und die Elektronen in besetzten Zuständen haben die Möglichkeit in unbesetzte Zustände der Probe (Spitze) zu gelangen. Dabei wird die Energie erhalten (elastisches Tunneln). Es resultiert also ein Tunnelstrom, der das fundamentale Messsignal beim STM ist.

Wie genau sieht jetzt der Tunnelstrom in unserer eindimensionalen Theorie aus? Die zentrale Aussage des letzten Abschnitts ist, dass die Wahrscheinlichkeit zur Detektion eines Elektrons exponentiell von der Entfernung z_0 abhängt (siehe (4)). Die Anzahl der Elektronen, die tunneln können ist proportional zur Anzahl der Zustände, die sich im Intervall eU befinden. Deswegen ist der Strom proportional zu der Summe über all diese Zustände. Demnach ergibt sich für den Tunnelstrom

$$I \propto \sum_{E_n=E_F-eU}^{E_F} |\psi_n(0)|^2 e^{-2\kappa z_0}.$$

Um diesen Ausdruck noch etwas zu vereinfachen, wird die lokale Zustandsdichte $\rho_{Probe}(0, E_F)$ am Fermi-Niveau E_F der Probe eingeführt. Da die angelegte Spannung U klein ist, befinden

sich alle Energieniveaus, die in Frage kommen, ganz nahe am Fermi-Niveau. ($\varepsilon > 0$, klein)

$$\rho_{Probe}(0, E_F) = \frac{1}{\varepsilon} \sum_{E_n=E_F-\varepsilon}^{E_F} |\psi_n(0)|^2$$

Damit gilt nun für den Tunnelstrom ($\varepsilon = eU$)

$$I \propto eU \rho_{Probe}(0, E_F) \cdot e^{-2\kappa z_0}. \quad (5)$$

Der gemessene Tunnelstrom hängt also von der angelegten Spannung, der Zustandsdichte der Probe und exponentiell vom Abstand der Probe zur Spitze ab. Das bedeutet also, dass selbst eine kleine Änderung des Abstandes eine große Änderung des Tunnelstromes hervorruft. Als Beispiel soll eine Änderung um $\Delta z = 1 \text{ \AA}$ betrachtet werden. Ein typischer Wert für die Austrittsarbeit ist $\phi = 4 \text{ eV}$. Der Zusammenhang zwischen Austrittsarbeit und κ ist

$$\kappa = \frac{\sqrt{2m_e(V-E)}}{\hbar} = \frac{\sqrt{2m_e \cdot \phi}}{\hbar} = 0,51 \sqrt{\phi(\text{eV})} \text{ \AA}^{-1} \quad (6)$$

Zur Vereinfachung wird der Quotient des Tunnelstromes betrachtet.

$$\frac{I_z}{I_{z+\Delta z}} = \frac{eU \rho(0, E_F) \cdot e^{-2\kappa z}}{eU \rho(0, E_F) \cdot e^{-2\kappa(z+\Delta z)}} = e^{2\kappa \Delta z} = 8,2$$

Der Unterschied beläuft sich also bei einer Änderung des Abstandes um 1 \AA auf einen Faktor 8. Diese extreme Abstandsabhängigkeit des Tunnelstroms ist die Ursache für die enorme vertikale Auflösung des STMs. In einem sauberen Tunnelkontakt sind Abstandsänderungen im Bereich von 10^{-12} m oder $0,01 \text{ \AA}$ problemlos messbar. Indirekt ist diese Abstandsabhängigkeit auch die Ursache für die laterale Auflösung des STMs. Eine Spitze besitzt immer ein letztes Atom, das der Probe am nächsten ist. Aufgrund der starken Abstandsabhängigkeit des Tunnelstroms, wird dieser also durch den Strom zwischen diesem nächsten Atom und der Probe dominiert und alle weiteren Atome der Spitze in größerem Abstand zur Probe tragen nur wenig zu ihm bei. Durch die Bewegung dieses Abtastatoms kann daher ein Bild der Probe in atomarer Auflösung erhalten werden.

2.3. Rastertunnelspektroskopie

Mit dem STM ist es aber nicht nur möglich die Topografie der Probe abzubilden, sondern es können noch weitere Informationen über die Probe erlangt werden. Eine Möglichkeit ist die Spektroskopie. Die Funktionsweise ist die folgende: Das STM rastert nicht mehr die Probe ab, sondern wird an einer bestimmten Stelle fixiert. Dabei werden zwei verschiedene Arten von Spektroskopie unterschieden.

1. $I(V)$ - Spektroskopie

Ein Punkt wird fixiert, die Tunnelspannung V verändert und der Tunnelstrom aufgezeichnet. Die Höhe der Spitze bleibt hierbei konstant. Dadurch werden Informationen über die Zustandsdichte erhalten. In dieser Arbeit wird jedoch nicht näher darauf eingegangen.

2. $I(z)$ - Spektroskopie

Ein Punkt wird fixiert, die Spitze nach oben weggezogen und der Tunnelstrom aufgezeichnet. Hier wird dann die Spannung V konstant gehalten. Dadurch ist es möglich, eine Messung der Austrittsarbeit durchzuführen.

I(z)- Spektroskopie

Wie schon in (5) deutlich wurde, hängt der Tunnelstrom exponentiell vom Abstand ab und es gilt

$$I(z) \propto e^{-2\kappa z}. \quad (7)$$

Für die einzelnen Koeffizienten gilt

$$\kappa = \frac{\sqrt{2m_e(V_0 - E)}}{\hbar} = \frac{\sqrt{2m_e \cdot \phi}}{\hbar}.$$

Zur besseren Veranschaulichung der einzelnen Parameter siehe Abb. 4. Ausgangspunkt sind zwei Materialien, die durch eine Tunnelbarriere getrennt sind. Im vorliegenden Fall handelt es sich um die Spitze des STMs und die zu untersuchende Probe. Idealerweise haben sie die gleiche Austrittsarbeit (was in der Realität jedoch nicht der Fall ist).

Die Höhe der Tunnelbarriere lässt sich durch die Austrittsarbeit ϕ der einzelnen Materialien beschreiben. Durch die $I(z)$ - Spektroskopie lässt sich demnach ein Näherungswert für die Austrittsarbeit der einzelnen Materialien bestimmen. Hierbei wird ein Mittelwert der Austrittsarbeiten von Probe und Spitze bestimmt (aus [22], S. 30)

$$\phi_{mess} = \frac{\phi_{Probe} + \phi_{Spitze} - eU}{2}.$$

In der Realität werden jedoch Materialien mit unterschiedlicher Austrittsarbeit genutzt. Genauso ist die Annahme einer rechteckigen Tunnelbarriere nur eine Näherung. Zuletzt wird durch thermische Drift und Verunreinigungen aufgrund der Luftatmosphäre die Messung der Austrittsarbeit verfälscht.

Die Austrittsarbeit wird nun wie folgt berechnet:

$$\begin{aligned} I(z) &\propto e^{-2\kappa z} \\ \Leftrightarrow I(z) &= c \cdot e^{-2\kappa z}. \end{aligned}$$

c bezeichnet eine Konstante, die hier nicht weiter betrachtet wird. Später wird auch deutlich, dass dieses für unsere Berechnung auch nicht nötig ist.

Einsetzen von κ (Gl. 6) ergibt

$$\begin{aligned} \Rightarrow I(z) &= c \cdot e^{0.51\sqrt{\phi}z} \\ \Leftrightarrow \ln(I(z)) &= \ln(c) + 0.51 \cdot \sqrt{\phi} \cdot z. \end{aligned}$$

Dabei muss ϕ in eV und z in Å eingesetzt werden. Durch das Auftragen des Logarithmus des Stromes I gegen den Abstand zwischen der Probe und der Spitze z können die Daten mit einer Geraden gefittet werden, und aus der Steigung kann dann die Austrittsarbeit bestimmt werden.

3. Messprinzip und technischer Aufbau des STM

Der Versuchsaufbau ist schematisch in Abb. 5 skizziert. Zentrale Funktionselemente im Rastertunnelmikroskop des Praktikumsversuches sind 4 Röhrrchen aus Piezokeramik, die mit Elektroden versehen (s.u.) und in einer Basisplatte montiert sind. Drei Piezoröhrrchen sind in einem Winkel von 120° angeordnet (Abb. 5(c)). Auf diesen drei äußeren Piezos (auch Piezobeine) sind kleine Halbkugeln aufgeklebt. Ein Probenhalter, der in Abbildung 5 (d),(e) zu sehen ist, kann auf die Piezobeinchen abgesetzt werden. In der Mitte des Probenhalters ist die zu untersuchende Probe angebracht. In der Mitte der Basisplatte befindet sich ein weiteres Piezo

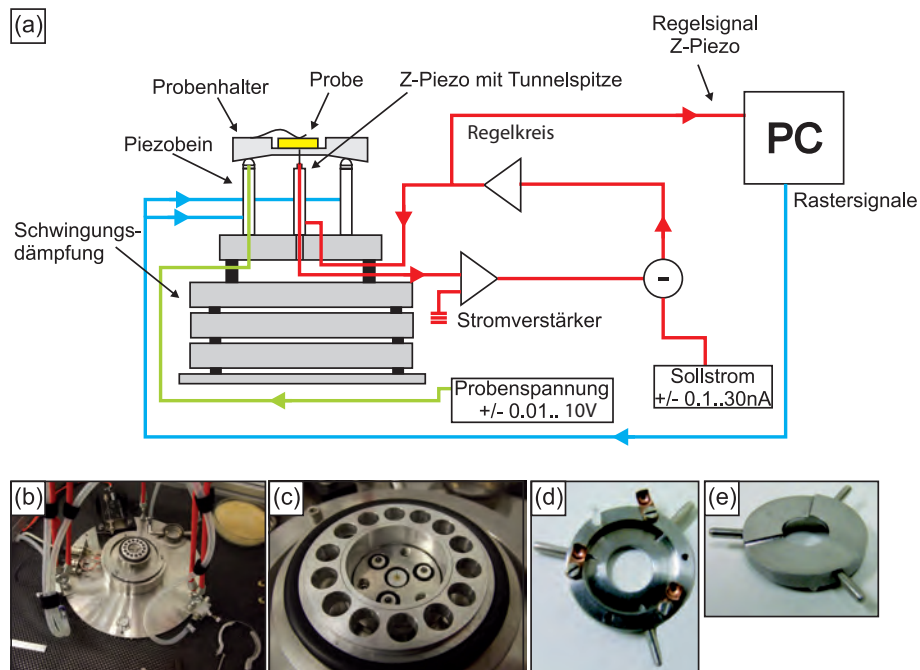


Abbildung 5: (a) Schematischer Aufbau des Rastertunnelmikroskops. (b) Photo des Rastertunnelmikroskops mit Schwingungsdämpfung und z-Translator zum Absetzen des Probenhalters auf den STM Beinchen. (c) Photo der Piezoelemente (Draufsicht). (d), (e) Probenhalter

(z-Piezo), in dem eine Metallspitze, die Tunnelspitze, steckt. Durch Anlegen von Spannungen an die Elektroden der Piezos können die Spitze aber auch die Halbkugeln an den Enden der Piezobeine bewegt werden. Die genaue Funktionsweise der einzelnen Piezos wird in Abschnitt 3 erläutert. Das Mikroskop liegt auf mehreren Edelstahlplatten, die durch Viton, einen dämpfenden Kunststoff, voneinander getrennt sind. Dies ist notwendig, damit das Rastertunnelmikroskop nicht durch mechanische Schwingungen aus der Umgebung gestört wird.

Wie vorhin erläutert ist es notwendig, eine elektrische Spannungsdifferenz zwischen Probe und Spitze anzulegen, damit ein Tunnelstrom fließt. Im Praktikumsversuch kann ein Potential von bis zu $\pm 10\text{V}$ an die Probe angelegt werden, die Spitze ist auf Erdpotential. Der Tunnelstrom wird durch einen Vorverstärker, der nahe am Mikroskop angebracht ist, verstärkt und in eine Spannung umgewandelt. Der Verstärkungsfaktor liegt in diesem Fall bei $1 \cdot 10^9 \text{ V/A}$. Dadurch wird das empfindliche Stromsignal in ein niederohmiges und unempfindliches Spannungssignal umgewandelt, das dann durch die Elektronik weiterverarbeitet wird. Die zum Tunnelstrom proportionale Spannung aus dem Vorverstärker wird mit einem Sollwert verglichen, den man in der Steuersoftware einstellen kann. Weicht der gemessene Wert vom Sollwert ab, so wird über eine Regelschleife die Spannung am z-Piezo so verändert, dass die Spitze in z-Richtung nachgeführt wird und sich der Istwert wieder dem Sollwert angleicht. Durch die Bewegung der Spitze in einem (x,y)-Rasterfeld einstellbarer Größe über die Probe tastet die Spitze die Probe ab (siehe Abbildung 6). Höhenunterschiede in der Probe (Stufen, atomare Korruption) führen durch die Wirkung des Regelkreises (konstanter Strom !) zu Veränderungen in der Regelspannung am z-Piezo. Die Regelspannung wird im Computer als Grauwert für jeden Punkt (x,y) dargestellt. Die Darstellung der Regelspannung als Funktion der lateralen Spitzenposition im Computer ist in dem hier besprochenen „constant current mode“ also das Tunnelmikroskopiebild der Probe.

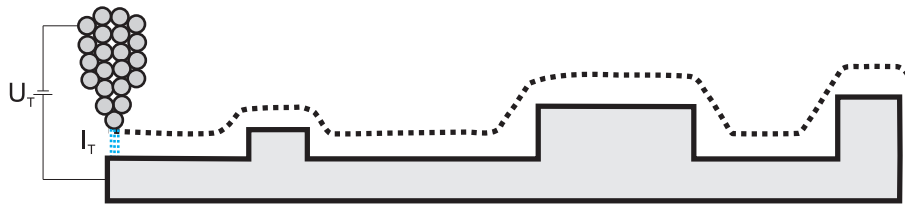


Abbildung 6: Skizze des constant current Modus des STMs. Die Spitze folgt wegen der extremen Abstandsabhängigkeit der Spitze jeder Änderung in der Zustandsdichte der Oberfläche. Diese folgt im Allgemeinen der Topografie der Probe.

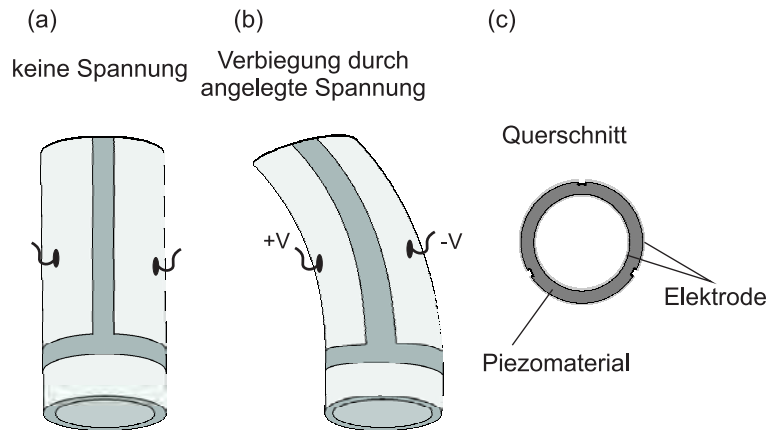


Abbildung 7: Skizze der Piezoelemente die mit Elektroden beschichtet sind. Die Elektroden sind in 90° Schritten geschlitzt. Durch Anlegen einer Spannung kann das Piezoelement verbogen werden.

Piezoelemente

Die Bewegung des Rastertunnelmikroskops, sowohl bei der Grobannäherung an das Substrat als auch beim Rastern der Tunnelspitze über die Probe, muss mit hoher Genauigkeit erfolgen. Es müssen in alle drei Raumrichtungen Verschiebungen im Pikometerbereich möglich sein. Dies erreicht man mit Hilfe von Piezoelementen. Diese bestehen aus Blei-Zirkonat-Titanat Keramiken (PZT-Keramiken), in denen unter Einwirkung von mechanischem Druck eine elektrische Polarisation entsteht (Piezo-Effekt). Als inversen Piezo-Effekt bezeichnet man die Verformung des Kristalles durch Anlegen einer Spannung. Kristalle die mindestens eine polare Achse aufweisen, d.h. keine Inversionssymmetrie entlang dieser Achse, können piezoelektrisch sein. Durch mechanische Deformation verschieben sich die verschiedenen geladenen Ionen im Kristall unterschiedlich stark, was zu einer elektrischen Polarisation führt. Besitzt der Kristall auch ohne Anlegen von äußerem Druck eine elektrische Polarisation, so spricht man von Ferroelektrizität. In der Rastertunnelmikroskopie werden polykristalline Röhren-Keramiken verwendet. Jedes Korn besitzt zunächst eine zufällig orientierte Polarisation. Durch Anlegen sehr großer Spannungen in radialer Richtung werden nun alle Körner radial polarisiert, d. h. ihre Polarisationsrichtung liegt auf einer Kristallachse des Kornes nahe der radialen Richtung.

Rasterbewegung

Damit die Piezoelemente in der Rastertunnelmikroskopie verwendet werden können, wird das Material mit einer leitenden Elektrode beschichtet. Anschliessend wird die Elektrode in 90° Schritten geschlitzt, so dass keine elektrische Verbindung zwischen den einzelnen Segmenten besteht. Es können nun alle Segmente einzeln mit elektrischen Spannungen angesteuert

werden, was zu einer Verbiegung des Piezos führt, wie es in Abb. 7 skizziert ist. Durch Verbiegung aller Piezos in eine Richtung bewegt sich der Probenhalter, der auf den Piezos liegt, ebenfalls in dieselbe Richtung. Durch geschickte Wahl der angelegten Spannungen kann ein quadratisches Feld der Probe abgerastert werden (siehe Abb. 7 (b)).

Grobannäherung

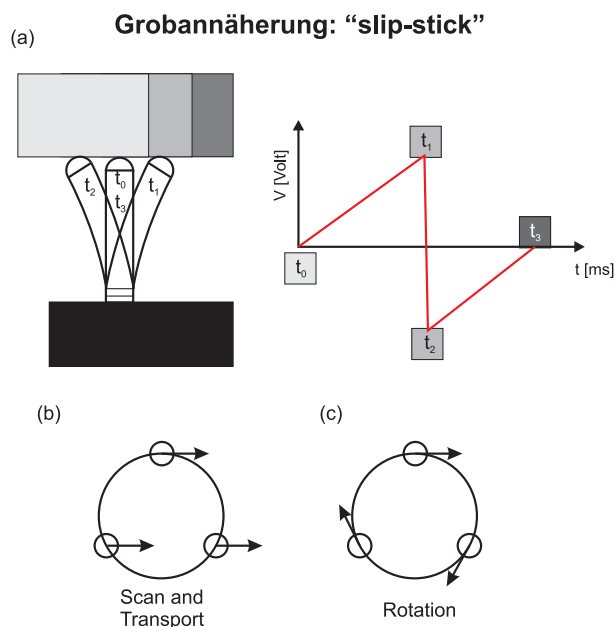


Abbildung 8: Funktionsweise der Grobannäherung und Rasterung des Rastertunnelmikroskops (Erklärung siehe Text).

Die Grobannäherung wird durch das „slip-stick“ Verfahren gewährleistet (Abb. 8). Durch Anlegen von Sägezahn-Pulsen werden die Piezos erst langsam verbogen ($t_0 \rightarrow t_1$) und anschließend schnell in die Ausgangssituation zurückbewegt (Flanke des Sägezahns ($t_1 \rightarrow t_2$)). Der Probenhalter bewegt sich während des Spannungsanstieges mit den Piezos mit, kann jedoch aufgrund seiner Trägheit der Bewegung der Piezos in der steil abfallenden Flanke von t_1 nach t_2 nicht folgen. Die halbkugelförmigen Köpfe der Piezobeine überwinden die Haftreibung und rutschen über den Probenhalter, bis sie eine neue Haftposition zum Zeitpunkt t_2 erreichen („slip-stick“). Der Probenhalter hat sich somit um eine geringe Strecke gegenüber den Piezos verschoben. Wie in Abb. 5 zu sehen ist, besteht der Probenhalter aus drei Rampen, die zentrisch um die Probe angeordnet sind. Durch geeignete Wahl der Piezospannungen bewegen sich alle drei Piezobeine tangential zum Probenhalter (Abb. 8(c)). Slip-stick führt dann zur Rotation des Probenhalters. Die Bewegung der Beine relativ zu den Rampen führt zur Annäherung der Probe an die Spitze. Während des Annäherns wird der Tunnelstrom gemessen. Die Probe wird solange angenähert, bis ein Tunnelstrom fließt.

3.1. Proben

Hochorientiertes pyrolytisches Graphit

Hochorientiertes pyrolytisches Graphit besteht aus Kohlenstoffatomen, die in einer Wabenstruktur aufgebaut sind (Abb. 9 (a)). Die Gitterkonstante von Graphit beträgt $a = 2,4612 \text{ \AA}$ und der nächste Nachbarabstand $1,42 \text{ \AA}$. Innerhalb einer Lage liegt eine sp^2 -Hybridisierung der Atome vor, während die Verbindung zwischen den Lagen nur durch schwache van der Waals Kräfte zustande kommt. Zwei Lagen sind immer so gegeneinander verschoben, dass ein

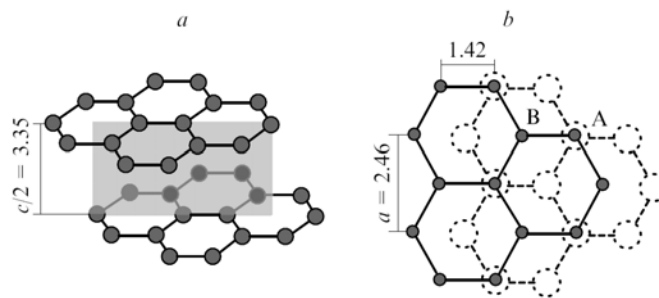


Abbildung 9: Kristallstruktur von hochorientiertem pyrolytischen Graphit (HOPG) [10].

Atom der untersten Lage in der Mitte der darüberliegenden Wabe liegt (Abb. 9 (b)). Dies führt dazu, dass drei der sechs Atome in einem Ring ein direktes Nachbaratom in der darunterliegenden Lage besitzen (Abb. 9 (b)). Die Stapelfolge des HOPG ist dementsprechend ABAB mit einem Lagenabstand von 3,35 Å.

Da die Bindung der einzelnen Graphitlagen nur schwach ist im Vergleich zur Bindung innerhalb einer Lage, kann eine saubere Oberfläche durch folgende Methode erzeugt werden. Ein Stück Klebeband wird auf das Substrat aufgeklebt. Es ist dabei zu beachten, dass sich unterhalb des Klebebandes keine Luftblasen gebildet haben. Anschließend wird das Klebeband langsam und vorsichtig abgezogen, wodurch man eine Lage Graphit vom Substrat löst. Man erhält somit eine Oberfläche, die zunächst frei von Verunreinigungen ist.

Die atomare Auflösung von HOPG hat in der Anfangszeit der Rastertunnelmikroskopie zu vielen Spekulationen und Modellen geführt. In den wissenschaftlichen Artikeln [14], [15] kann einiges zur Interpretation der Bilder herausgefunden werden. Diese sind auf der Website des Versuchs verlinkt, bzw. werden vom Versuchsbetreuer ausgegeben. Eine typische Abbildung von mit dem STM atomar aufgelöstem HOPG ist in Abbildung 12 zu sehen.

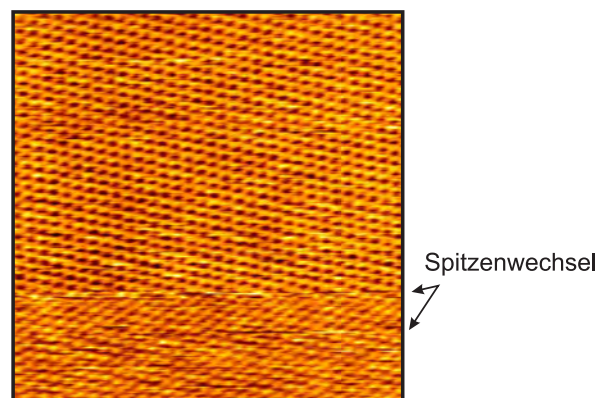


Abbildung 10: Atomare Auflösung des HOPG Substrates. 7,2 nm x 7,2 nm , I=24 nA, U=+0.6 V. Im unteren Teil des Bildes hat es eine Veränderung des Spitze gegeben. Dies führt dazu, dass die Atome anders abgebildet werden.

Gold auf Glimmer

In diesem Versuchsteil soll eine dünne Goldschicht auf Glimmer untersucht werden. Glimmer ist ein Mineral, das in vielen verschiedenen Formen erhältlich ist. In diesem Fall wird Muskovit Glimmer verwendet, das lagenförmig aufgebaut ist. Innerhalb einer Lage besteht das Mineral aus Aluminiumsilikat und die einzelnen Lagen werden durch Kaliumionen schwach gebunden ($\text{KAl}_2[\text{AlSi}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2]$). Das Material kann deshalb gespalten werden und dabei

entsteht eine sehr glatte Oberfläche. Das Substrat musste erst im Vakuum ausgegast werden und anschließend wird Gold thermisch verdampft, so dass sich eine Goldschicht auf dem Substrat abscheidet. Durch anschließendes Glühen des Substrates kann die Struktur geglättet und gesäubert werden. Die Schicht besteht dann aus unterschiedlich orientierten Körnern, die aber alle ihre (111)-Ebenen parallel zur Oberfläche haben. Es ist eine [111]-texturierte, polykristalline Au-Schicht. Die Oberfläche wird also durch (111)-Terrassen gebildet, die durch monoatomar hohe Stufenkanten getrennt werden.

Als Korngrenze bezeichnet man die Trennung von Bereichen gleicher Kristallstruktur aber unterschiedlicher Orientierung. Sie können zwei Arten von Stufenkanten unterscheiden. Ge-

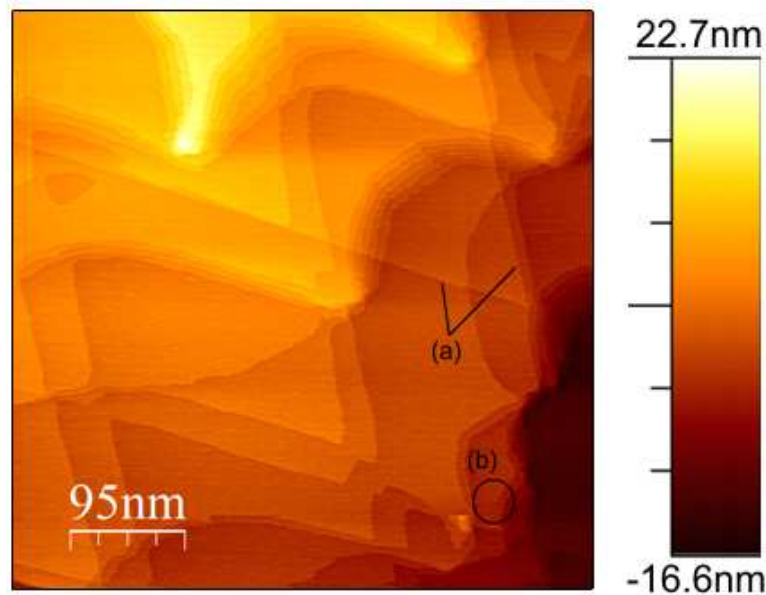


Abbildung 11: Rastertunnelmikroskopie Aufnahme der Gold Oberfläche. $I=1$ nA, $U=1$ V.

schwungene Stufenkanten und Stufenkanten, die exakt längs bestimmter Richtungen verlaufen, die um 120° zueinander versetzt sind. Letztere Stufenkanten verlaufen entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen. Beim Abkühlen nach dem Ausglühen der Goldschicht wandern aufgrund thermischer Spannungen Versetzungen durch die Schicht. Als Versetzung bezeichnet man die linienförmige Störung des perfekten Kristallaufbaus (vgl. B Praktikum B2.8). Eine Versetzung entsteht dort, wo eine Ebene im Kristall endet. Die Begrenzungslinie dieser Teilebene bezeichnet man als Stufenversetzung (siehe [6] S. 622). Man kann sich Versetzungen auch so vorstellen, dass man einen perfekten Kristall teilweise entlang einer Ebene aufschneidet, ihn senkrecht zur Begrenzungslinie verschiebt und anschließend wieder zusammenbaut. Es entsteht eine Stufenversetzung. Verkipppt man den Kristall nicht senkrecht sondern parallel zur Begrenzungslinie, so entsteht eine Schraubenversetzung (siehe [6] S. 623).

Versetzungen wandern in fcc-Kristallen auf $\{111\}$ Ebenen. Wandert nun der Endpunkt einer Schraubenversetzung aufgrund thermischer Spannung über die Oberfläche, so wandert dieser Punkt auf der Schnittlinie zweier $\{111\}$ -Ebenen. Diese Schnittlinie ist eine $\langle 110 \rangle$ -Richtung. Daher sehen Sie exakt in $\langle 110 \rangle$ -Richtungen orientierte Stufen (Abb. 11 (a)).

Außerdem können auch Durchstoßpunkte von Schraubenversetzungen zu sehen sein, die sich dadurch auszeichnen, dass eine Stufenkante an einer Stelle der Oberfläche beginnt (Abb. 11(b)).

Das Glättungs- und Reinigungsverfahren wird mit Hilfe eines Heissgasbrenners durchgeführt. Die Probe wird in eine Pinzette eingeklemmt und mit Hilfe eines Kupferblocks auf dem Tisch fixiert. Das Labor wird abgedunkelt und das Substrat wird langsam erhitzt. Sobald das Substrat dunkelrot glüht, muss mit dem Heizen aufgehört werden und das Substrat wird anschlie-

ßend auf den Kupferblock gelegt, damit es möglichst schnell abkühlt. Die Probe kann nun in den Probenhalter gespannt und abgebildet werden.

Goldblech

Bei dem Goldblech handelt es sich um ein Blech von 1 cm x 1 cm x 0,3 cm Größe, das zu 99.9% aus Gold besteht. Es liegt polykristallin vor, und die Textur ist nicht so stark ausgeprägt wie bei der Goldschicht auf Glimmer. Man findet neben Körnern mit (111)-Terrassen auch Körner, die andere Oberflächenorientierungen aufweisen. Um die Oberfläche zu reinigen und zu glätten wurde es bei 700°C in 10% Wasserstoff gegläht, sowie eine längere Zeit von Hand poliert.

Das Goldblech wird ebenso wie das Gold auf Glimmer mittels des Heizgasbrenners erhitzt um die Oberfläche zu reinigen. Gegebenenfalls kann es noch vorher von dem Versuchsbetreuer über Nacht im Ofen bei 700°C gegläht werden, um die Terrassen weiter auszubilden.

Tantaldisulfid TaS₂

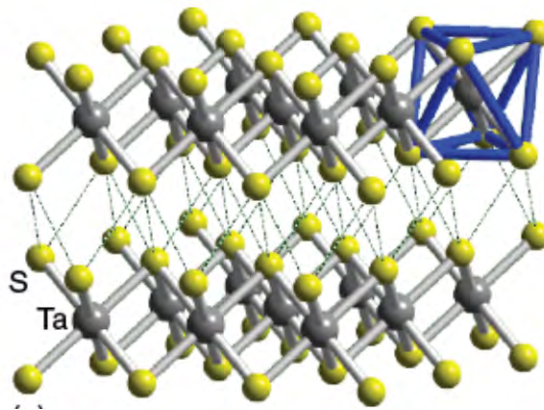


Abbildung 12: Kristallstruktur von TaS₂, aus [19].

In einem optionalen Versuchsteil, der bei vorhandenem Interesse nach den Untersuchungen von HOPG und Au durchgeführt werden kann, wird die Ladungsdichtewelle-Phase auf Tantaldisulfid (TaS₂) untersucht. TaS₂ gehört zu den sogenannten 2D-Materialien. Zu erkennen ist, dass jede Lage aus drei Unterlagen besteht. In der Mitte befindet sich eine Lage Tantal-Atome, darüber und darunter jeweils eine Lage Schwefel-Atome. Innerhalb dieses 3-Lagen-Sandwich sind die Atome mittels kovalenter Bindung gebunden. Die einzelnen Lagen sind durch van der Waals-Bindungen gebunden, die deutlich schwächer sind. Aufgrund dieser Eigenschaft ist es genauso wie beim Graphit möglich dieses Material zu spalten. Jede einzelne Lage besteht aus einer hexagonal dichtesten Kugelpackung. Die verwendete Probe ist 1T-TaS₂.

TaS₂ zeigt bei Raumtemperatur eine sogenannte Ladungsdichtewelle, eine periodische Modulation der Ladungsdichte. Diese entsteht einfach gesagt, da der Kristall seine elektronische Energie durch eine leichte Gitterverzerrung minimieren kann. Dadurch entsteht eine Modulation in der Ladungsdichte mit einer größeren Periodizität als der atomaren, die beispielsweise mit dem STM gemessen werden kann. Dies ist in Abbildung 13 dargestellt. Hierzu ist es notwendig die elektronischen Zustände in der Nähe der Fermi-Energie zu messen, was in einer STM-Messung einer geringen Bias-Spannung von wenigen 10 mV entspricht. Vor der Messung muss das Substrat grundsätzlich nicht präpariert werden. Sollten keine zufriedenstellenden Ergebnisse erreicht werden, kann es gegebenenfalls vom Betreuer neu abgezogen werden.

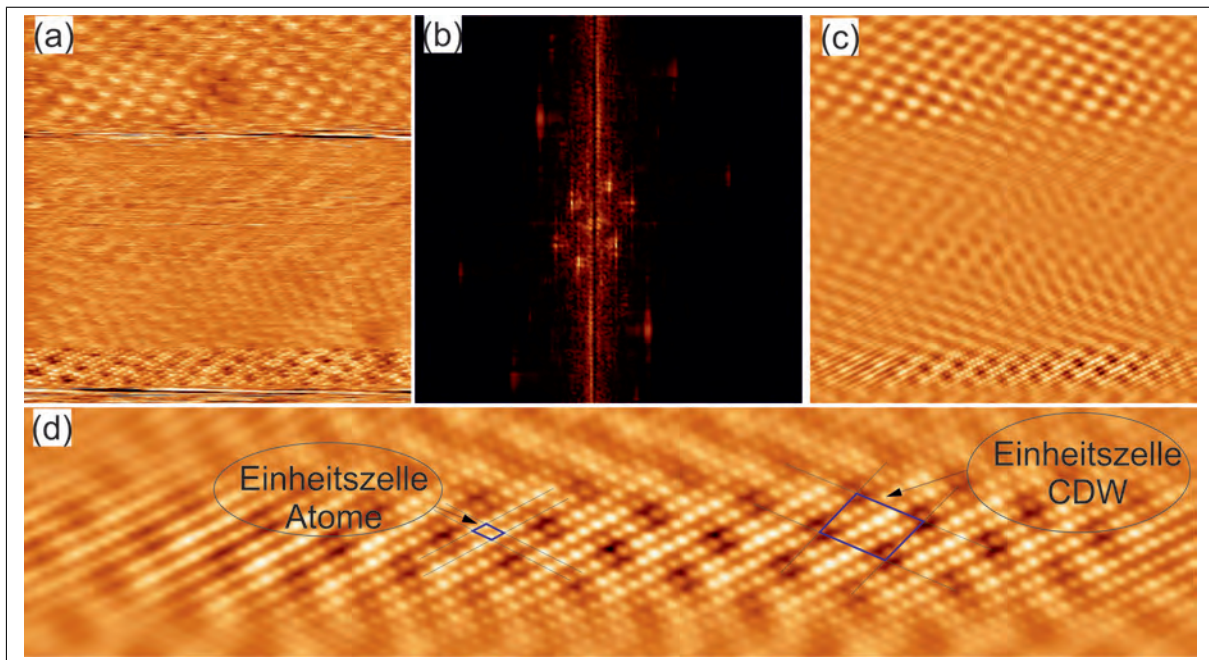


Abbildung 13: (a) Ladungsdichtewellen und atomare Auflösung auf TaS₂ bei $I = 3 \text{ nA}$ und $U_{Bias} = 8,8 \text{ mV}$, Bildgröße $28 \text{ nm} \times 28 \text{ nm}$. Es sind einige Spitzenwechsel zu sehen. (b) Fourier-Transformierte von (a), zu erkennen sind die Peaks der Ladungsdichtewellen nahe am Mittelpunkt und die Peaks der atomaren Auflösung weiter außen. (c) Mittels der Fourier-Transformation gefiltertes Bild von (a). (d) Unterer ausschnitt aus (C), $27,1 \text{ nm} \times 5,8$ Größe. Eingezeichnet sind jeweils die Einheitszelle der atomaren Auflösung, sowie die Einheitszelle der Ladungsdichtewellen

4. Versuchsdurchführung

4.1. Hochorientiertes pyrolytisches Graphit (HOPG)

Folgende Arbeitsschritte sind im Experiment durchzuführen:

1. Großes Bild von HOPG ($1000 - 2000 \text{ \AA}$), Auffinden einer **Stufenkante** durch manuelle Verschiebung des Scan-Piezos (siehe A). Verwenden Sie hierzu Tunnelströme von $1,0 \text{ nA}$ bis $5,0 \text{ nA}$ und Spannungen von $\pm 0,5 \text{ V}$ bis $\pm 1,5 \text{ V}$. Es ist darauf zu achten, dass der Regelkreis richtig eingestellt ist (siehe Abb. 22). Die Stufenkante sollte scharf abgebildet werden, was auf eine gute Spitze schließen lässt. Bei einer Doppelspitze hat nicht immer das gleiche Atom der Spitze den geringsten Abstand zum Substrat. Es kommt zur Überzeichnung und die gleiche Stufenkante wird doppelt abgebildet.
 - Handelt es sich um eine Doppel- oder Mehrfachspitze, kann durch leichtes Klopfen am Gehäuse, durch das kurze Anlegen einer hohen Spannung (max. 10 V), das Schwingen des Regelkreises oder durch vorsichtiges Eintauchen in das Substrat die Spitze verändert werden. (Es bedeutet allerdings nicht, dass die Spitze zwingend besser wird.) Speichern der Bilder nicht vergessen.
2. Die Oberfläche des HOPG soll mit **atomarer Auflösung** abgebildet werden, wie dies in Abb. 12 zu sehen ist. Dazu muss die Bildgröße auf ca. $10 - 50 \text{ \AA}$ gestellt werden. Durch die Variation von Spannung und Strom kann bei einer guten Spitze relativ schnell atomare Auflösung erreicht werden.

- Nehmen sie jeweils **2 Bilder** unterschiedlicher **Größe** mit je zwei verschiedenen **Scangeschwindigkeiten** auf und speichern sie diese.

Auswertung

- zu 1. Die großen Übersichtsbilder mit den Stufenkanten sollen beschrieben werden. Außerdem soll die Höhe der Stufenkante ermittelt (siehe Abb. 26), und mit dem Literaturwert verglichen werden. Sonstige auffällige Bereiche kurz beschreiben.
- zu 2. Zunächst diskutieren Sie, was anhand der atomaren Auflösung von Graphit zu sehen ist. Dazu lesen Sie das Paper [14] und diskutieren Sie Ihre Ergebnisse.

Ebenfalls soll mithilfe der atomaren Auflösung von Graphit die Korrugation bestimmt werden. Dazu legen sie ein Profil über möglichst viele Atome entlang der drei dichtgepackten Richtungen, und bestimmen den Mittelwert mit Fehler der Korrugation. Jeweils an zwei verschiedenen Bildgrößen. Vergleichen sie diese mit der Literatur [15], und diskutieren sie ihre Ergebnisse. Zur Interpretation der atomaren Auflösung kann ebenfalls das Paper [7] herangezogen werden.

4.2. Gold

In diesem Versuchsteil ist es möglich zwischen zwei verschiedenen Proben zu wählen. Einmal kann das Goldblech untersucht werden, oder Gold auf Glimmer. Die Aufträge sind aber beide gleich.

1. Aufnahme von großen Bildern der Goldoberfläche. Verwenden Sie hierzu Tunnelströme von 0.5 bis 5 nA und Spannungen von 0.5 bis 1.5 V. Gute Bilder speichern.
2. Aufnahme von $I(z)$ - Spektren. Dazu wird der Spektroskopie Modus geöffnet (siehe A). Die Bias- Spannung sollte auf den gleichen Wert der Spannung eingestellt werden, mit der das Spektrum aufgenommen wird. Nun sollen **5 gute Spektren** aufgenommen werden. Unter *Load Vert Parameter* müssen erst einmal die Grundeinstellungen geladen werden.

Überlegen Sie sich, was gute Ergebnisse sind. Dazu gibt es einige Parameter, die eingestellt werden können:

- Spectlength - Die Länge der einzelnen Spektren
- SpecAvgCount- Die Anzahl der Spektren über die gemittelt wird
- SpecAvgdelay - Die Zeit zwischen den einzelnen Spektren über die gemittelt wird

Überlegen Sie sich welche Einstellungen sinnvoll sind und **probieren Sie es aus** (Begründung?).

Außerdem ist es wichtig auf den **Z-Drift zu achten**. Durch thermischen Drift ändert sich die Höhe der Probe, was in dem $I(z)$ Spektrum gut zu erkennen ist.

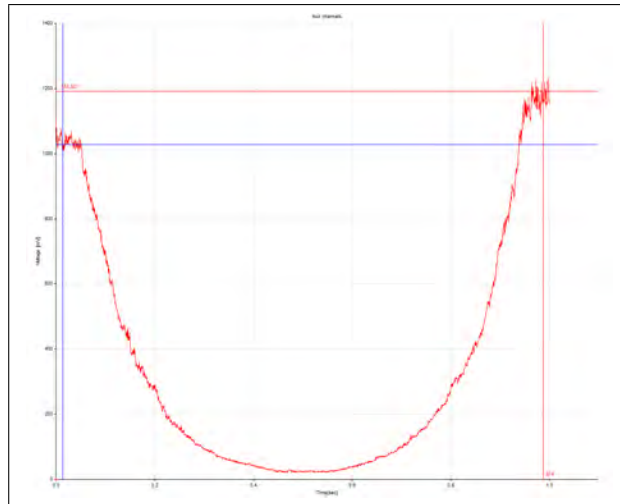


Abbildung 14: $I(z)$ -Spektrum, durch thermischen Drift sind die beiden Enden des Spektrums nicht auf der gleichen Höhe.

Hierbei kann durch die Einstellung **Z-Drift** ein Ausgleich angegeben werden, sodass das Spektrum wieder auf der richtigen Höhe ist.

Gute Spektren wurden bei $U_{Bias} = 0,5 \text{ V}$, $Z = -3 \text{ \AA}$, Spectlength=1 s, SpecAvrg-Count=10, SpecAvrgdelay=0,3 s aufgenommen.

- Als letztes in diesem Versuchsteil soll die **Spitze in das Substrat eingetaucht werden** und danach **noch einmal 5 gute Spektren aufgenommen werden**. Dazu stellen Sie in der V, Z Tabelle (Abbildung 24,(1)) die Änderung in Z-Richtung nicht negativ sondern positiv ein. Die Spitze wird dann in Richtung Probe gefahren. Beginnen sie mit kleinen Änderungen, damit die Spitze nicht zu tief in die Probe eingetaucht wird. Was ändert sich im Spektrum wenn die Spitze in der Probe steckt? Speichern Sie das Spektrum, an dem es gut zu erkennen ist. Danach gehen Sie wie in Punkt 2. vor und nehmen 5 Spektren auf.

Auswertung

- zu 1. Im Versuchsprotokoll sollen die Versetzungen anhand einer Abbildung gezeigt werden und die Ursache soll kurz beschrieben werden (siehe Abb. 11 (a)). Die aufgenommenen Bilder sollen interpretiert werden sowie Korngrenzen und Schraubenversetzungen identifiziert werden (Gold auf Glimmer).
- zu 2. und 3. Bestimmen Sie jeweils die Austrittsarbeit mit Fehler sowie den Mittelwert. Achten Sie besonders auf die richtigen Einheiten. Vergleichen Sie Ihr Ergebnis mit dem Literaturwert und führen Sie eine Fehlerdiskussion durch. Bei der zweiten Messung mit der Goldspitze bestimmen Sie ebenfalls die Austrittsarbeit und vergleichen diese mit dem vorherigen Wert. Erklären Sie außerdem, woran und warum am Spektrum zu erkennen ist, dass die Spitze in der Probe steckt.

4.3. Ladungsdichtewellen auf TaS_2

Sollten nach gründlicher Durchführung der beiden vorangegangenen Experimente noch genügend Zeit und ein ausreichendes Interesse vorhanden sein, kann in diesem Teil das Phänomen der Ladungsdichtewelle auf einer TaS_2 -Oberfläche untersucht werden.

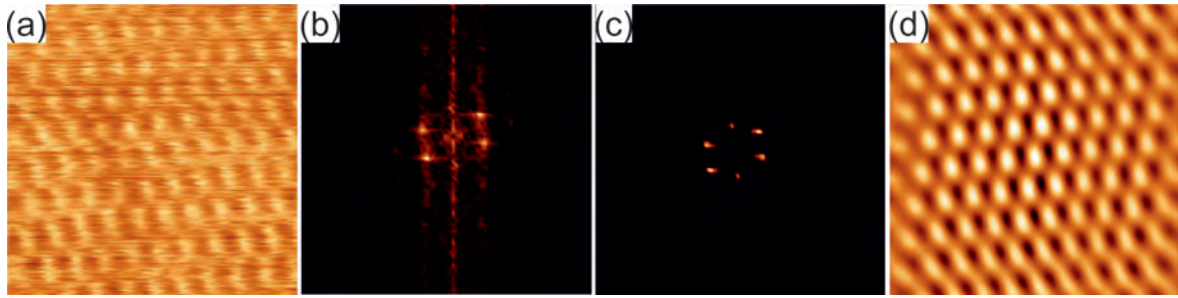


Abbildung 15: (a) Ladungsdichtewellen auf TaS₂, Bildgröße 10,4 nm x 10,4 nm, ungefiltertes STM Bild bei $U_{Bias} = 10$ mV und $I = 2$ nA. (b) Fourier-Transformation von (a). (c) Die Wellenlänge der Punkte mit der größten Helligkeit wird ausgeschnitten. (d) Anwenden des Filters auf (a), die Ladungsdichtewellen sind deutlich zu sehen.

1. Nehmen Sie ein Übersichtsbild (Bildgröße etwa 100 nm) auf, und suchen Sie mittels Variation der Offset-Spannung an den Scan-Piezos eine flache Stelle.
2. Nun sollen die Ladungsdichtewellen abgebildet werden. Dazu wählen Sie eine Bildgröße im Bereich 20 nm - 5 nm. Dann fahren Sie die Spannung langsam runter, um die geeigneten Zustände zu betrachten. Gute Werte sind $U = 10$ mV und $I = 3$ nA. Nehmen Sie mindestens drei verschiedene Bildgrößen der Ladungsdichtewellen auf.
3. Zuletzt soll ein Bild aufgenommen werden, in dem Ladungsdichtewellen und die atomare Auflösung zu sehen sind. Einstellung von Strom und Spannung bleiben wie oben, Bildgröße ca. 15 nm - 20 nm.
Ist die Spitze nicht so gut, kann die gleiche Stelle immer weiter gescannt werden. Die Spitze verändert sich währenddessen und es besteht die Möglichkeit eine gute Spitze zu bekommen. Dies kann in *Scan* \rightarrow *Autorepeat* eingestellt werden. Möchte man zusätzlich alle Bilder direkt speichern, so wählt man *Autofilesave* an.

Auswertung

- zu 1. **Beschreiben** Sie das Bild
- zu 2. Hier soll die **Periodizität der Ladungsdichtewellen** bestimmt werden. Die Bilder sollten zunächst mit einem Fourier-Filter bearbeitet werden (siehe Abb. 15). Anhand **einer** Orientierungsrichtung des Gitters (warum nur eine? Welche Richtung ist sinnvoll?) soll die Periodizität der Ladungsdichtewellen bestimmt werden. Dazu legen Sie ein Profil über möglichst viele Maxima und bestimmen die Wellenlänge. Dies soll bei drei verschiedenen Bildgrößen durchgeführt werden. Mitteln Sie ihr Ergebnis und vergleichen Sie Ihr Ergebnis mit der Literatur.
- zu 3. Filtern Sie das Bild wie in (2.), mit dem Unterschied das nun jeweils die atomare Auflösung und die Ladungsdichtewellen zu sehen sein sollen. Wie macht sich die atomare Auflösung in dem Fourier-Transformierten Bild bemerkbar? Bestimmen Sie nun die **Wellenlänge der Ladungsdichtewellen in Einheiten der Gitterkonstante** von TaS₂. Bestimmen Sie ebenso den **Winkel** der Ladungsdichtewellen relativ zum atomaren Gitter.
Führen Sie für Ihre Ergebnisse eine Fehlerdiskussion durch und vergleichen Sie diese mit der Literatur.

5. Protokoll

Die Auswertung der STM-Daten erfolgt mit dem Programm WSxM, welches aus dem Internet herunter geladen werden kann [9]. Die wichtigsten Funktionen sind im Anhang in Abb. 26 gekennzeichnet. Das Protokoll soll wissenschaftlich aufgebaut sein; Dazu gehört eine verständliche Ausdrucksweise, ein klarer Aufbau und eine entsprechende Präsentation der Ergebnisse. Zur Hilfe ist hier der grobe Aufbau eines solchen Protokolls angegeben:

- Abstract (**kurz** und auf englisch): Eine knappe Motivation des Versuchs und eine Übersicht über die Ergebnisse.
- Einleitung: Eine Zusammenfassung der für das Verständnis des Versuches notwendigen Grundlagen
- Versuchsaufbau und Durchführung
- Versuchsergebnisse und Diskussion
- Zusammenfassung (kurz)

Im Versuchsprotokoll sollen alle wichtigen STM-Abbildungen, die für die Auswertung benutzt wurden, gezeigt und beschrieben werden. Dazu ist es nötig, zu jedem Bild die wichtigsten Parameter (Tunnelstrom, Spannung, und Bildgröße) anzugeben. Die Auswertungsmethoden sollen nachvollziehbar dokumentiert werden. Zu allen Auswertungen muss eine Fehlerdiskussion durchgeführt werden. Abbildungen bzw. Passagen/Formeln/Ideen, die aus anderen Quellen entnommen werden, müssen korrekt zitiert werden.

A. Anhang

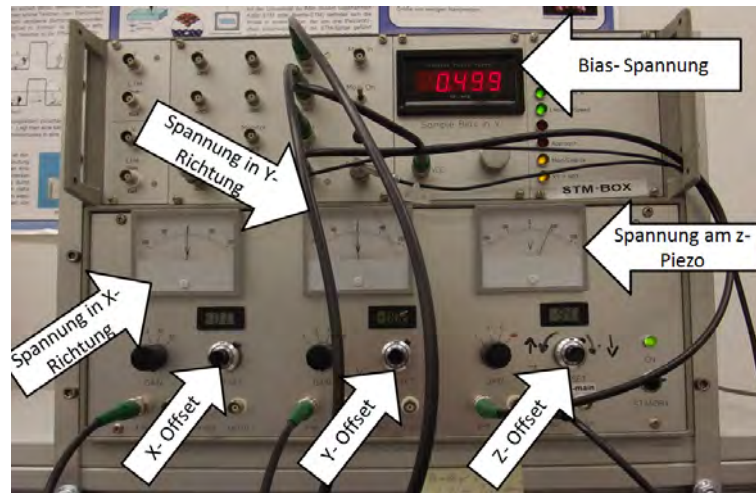


Abbildung 16: Frontansicht der Elektronik.

Beschreibung der einzelnen Bedienelemente der STM Elektronik

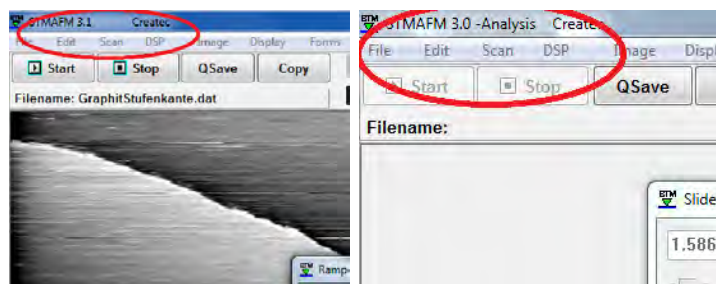
Die STM-Elektronik, mit der das STM angesteuert wird, ist in Abb. 16 abgebildet. Die Bias-Spannung ist die Spannung, die an der Probe anliegt. An der Spannung am z-Piezo ist erkennbar, wie sich die Spitze bewegt. 100 V bedeutet, die Spitze ist vollständig ausgefahren, und -100 V sie ist maximal von der Probe zurückgefahren. Die Spannung in x- und y- Richtung zeigt die Bewegung der Spitze. X läuft beim Scan hin und her, es zeigt die Bewegung die die Spitze beim Scannen über die Probe vollführt. Y bewegt sich nur langsam in eine Richtung, da die Spitze nach jeder Bewegung in x-Richtung eine Einheit weiter in y-Richtung fährt. Die Nullstellung der Anzeigen ist auf 5, diese Einstellung kann an dem jeweiligen Offset eingestellt werden. Damit besteht auch die Möglichkeit, von Hand etwas nachzustellen und somit einen anderen Bereich auf der Probe abzufahren.

Die Steuerung des STMs läuft über das Programm *PSTMAFM*, das Icon befindet sich auf dem Desktop. In der nun folgenden Beschreibung wird einfach der natürliche Verlauf einer Messung beschrieben, indem die einzelnen Parameter erklärt werden. Zum einfacheren Verständnis wird die Messung in mehrere Bereiche aufgeteilt.

1. Elektronik und Programmstart
2. Annäherungsphase
3. Scan
4. Aufnahme von Spektren

Die Annäherungsphase

Das Programm kann in 2 verschiedenen Versionen starten. Das ist zum einen der Analysemodus, indem die aufgenommenen Bilder analysiert werden können. Das Programm startet automatisch in diesem Modus, wenn es nicht mit der Hardware verbunden ist oder es Verbindungsprobleme gibt. Um das zu vermeiden, sollte das USB-Verbindungskabel erst in den PC eingesteckt werden, wenn dieser hochgefahren und die Elektronik vollständig eingeschaltet ist. Der Status wird in der oberen Leiste angezeigt.



(a) Mess-Zustand.

(b) Analysis-Zustand.

Abbildung 17: Software-Status.

Weiterhin sollte die Anzeige der Spannung am z-Piezo im Auge behalten werden. Diese befindet sich in dem Intervall $[-100 \text{ V}, 100 \text{ V}]$. Wenn die Spitze maximal ausgefahren ist steht die Anzeige auf 100 V . Wenn sie eingezogen ist auf -100 V .

Der erste Schritt zu einer neuen Messung besteht darin, ein altes Bild zu laden um die entsprechenden Parameter nicht alle von Hand einstellen zu müssen. Dies geschieht durch *File* -> *Open*.DAT* und im entsprechenden Verzeichnis (Desktop -> Praktikum -> Standardeinstellungen) wird eine Datei ausgewählt. Die Parameter werden dann überschrieben und wir befinden uns in der richtigen Einstellung.

Es öffnet sich nun das *Slider*- Fenster.

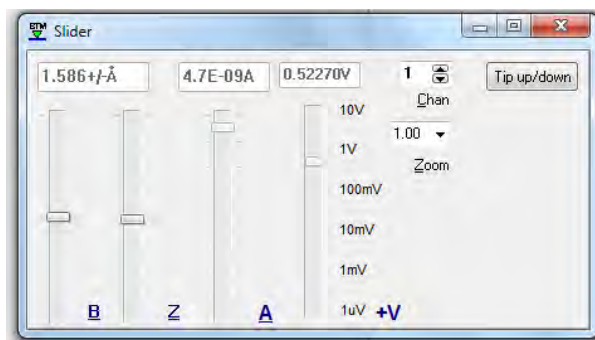


Abbildung 18: Slider.

Hier interessieren die beiden Slider auf der rechten Seite, mithilfe derer der Soll-Strom und die Bias-Spannung geregelt wird. Zur Annäherung sollte die Spannung auf $U = 1 \text{ V}$, und der Strom auf $I = 2 \text{ nA}$ gesetzt werden.

Durch das Betätigen des Buttons *Tip up/down* kann die Spitze eingezogen und ausgefahren werden. Der Slider unter z wird benutzt, um den Kontrast des aufgenommenen Bildes anzupassen. Dazu bewegt man ihn, und klickt danach auf den *DA*- Button. (siehe Abb. 20, blauer Kreis)

Unten rechts befindet sich die Anzeige $+ \text{ V}$, durch klicken darauf kann sie auf $- \text{ V}$ umgestellt werden. Dies bezeichnet die Richtung in der die Spannung angelegt wird. Die Elektronen tunneln also aus der Probe in die Spitze oder umgekehrt.

Annähern

Wenn der Probenhalter auf den Piezo-Beinchen aufgesetzt worden ist, wird mithilfe der Software ein Annäherungsvorgang durchgeführt, um die Spitze in den Tunnelkontakt zu bringen. Nun kann das Annähern gestartet werden. Das Tool hierfür ist der *Ramp-Controller*.

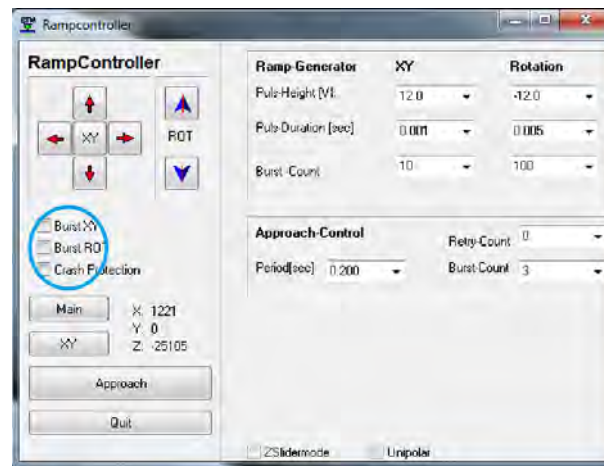


Abbildung 19: Ramp Controller.

Dieser befindet sich unter *Forms* -> *Ramp Controller*. Mithilfe dieses Controllers kann der Probenhalter bewegt werden. Einmal in x-y-Richtung, hier kann der Probenhalter lateral über der Spitze bewegt werden. Zur Annäherung in z-Richtung an die Spitze dienen die Pfeil-Buttons bei denen ROT steht. Der Probenhalter rotiert dabei auf den Piezo- Beinchen und läuft nach unten. Durch das Klicken auf einen der Pfeile bewegt sich der Probenhalter um einen Klick weiter, d.h. es wird ein Sägezahnimpuls an die entsprechenden Piezos angelegt. Durch das Anwählen der Kästchen *Burst XY* oder *Burst Rot* werden mehrere Impulse nacheinander angelegt. Die Anzahl kann unter *Burst - Count* eingestellt werden.

Nun die Annäherung. Gehen sie zunächst einen Schritt durch drücken einer der Tasten ROT (Abb. 19). Dann wird auf den Button *Approach* geklickt, und der Annäherungsvorgang startet. Nun sollte der Vorgang laufen, dies ist einmal an einem leisen Klicken im STM zu merken, sowie an der Spannungsanzeige am z- Piezo. Diese springt hin und her, da die Spitze aus- und eingefahren wird. Der Probenhalter läuft nun die Rampen hinunter, je nachdem wie viele Burst-Counts eingestellt worden sind werden diese in einem Schritt abgelaufen. Es sollten nicht mehr als 3 eingestellt werden. Hier wird die Spitze nun immer wieder ausgefahren und getestet, ob der Tunnelkontakt vorhanden ist. Ist das der Fall, so bricht der Vorgang ab und der Strom wird auf 0 gesetzt. Durch das manuelle Hochstellen des Stromes ist an der Anzeige des z-Piezos zu erkennen, ob der Tunnelkontakt auch wirklich hergestellt ist. Die Nadel sollte sich zwischen 0 V und 100 V befinden, damit sie bei eventueller hoher Oberflächenrauigkeit noch genug Spielraum hat um nach oben weggezogen zu werden, und nicht mit der Probe kollidiert.

Falls es zu Schwierigkeiten beim Annähern kommt, könnte das folgende Ursachen haben:

1. Sie haben versehentlich ein Häkchen im Ramp-Controller (Abb. 19, blauer Kreis) gesetzt.
2. Sie haben vergessen vor Approach einen Schritt zu gehen. Dann müssen Sie das Fenster *Slider* öffnen. Dies geschieht unter *Forms* → *Slider*. Dort stellen Sie den Strom von 0 wieder auf die alte Position, einen Wert im nA-Bereich.

Um den Ramp-Controller zu schließen, sollte die Spitze eingezogen sein. Ansonsten könnte sie beschädigt werden. Nach dem Schließen kann sie wieder ausgefahren werden. Damit hätten wir die erste Phase abgeschlossen.

Der Scanvorgang

Nun können wir die Probe mithilfe des STMs scannen. Dazu wird der Button *Start* angeklickt.

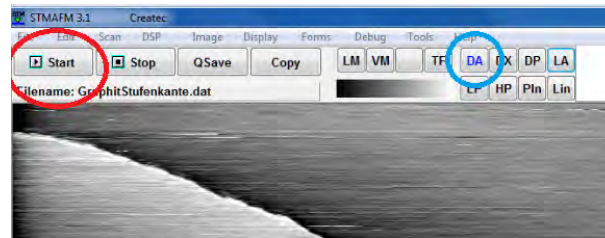


Abbildung 20: Scan Button.

Nun scannt die Spitze einen bestimmten Bereich der Probe. Mit dem Button *Stop* kann die Messung angehalten werden. Soll die Messung gespeichert werden, wird *File -> Save*.DAT* ausgewählt und im gewünschten Ordner gespeichert. Die nun folgenden Messungen können durch den Button *Quicksave* direkt in den gewählten Ordner gespeichert werden. Um den Kontrast der Messung automatisch anzupassen, kann der Button *LA* (Linear Autoscale) angewählt werden.

Wie werden aber jetzt die einzelnen Scan-Parameter wie Bildgröße, Geschwindigkeit etc. geändert? Dazu dient das Fenster *Forms -> Parameter*.

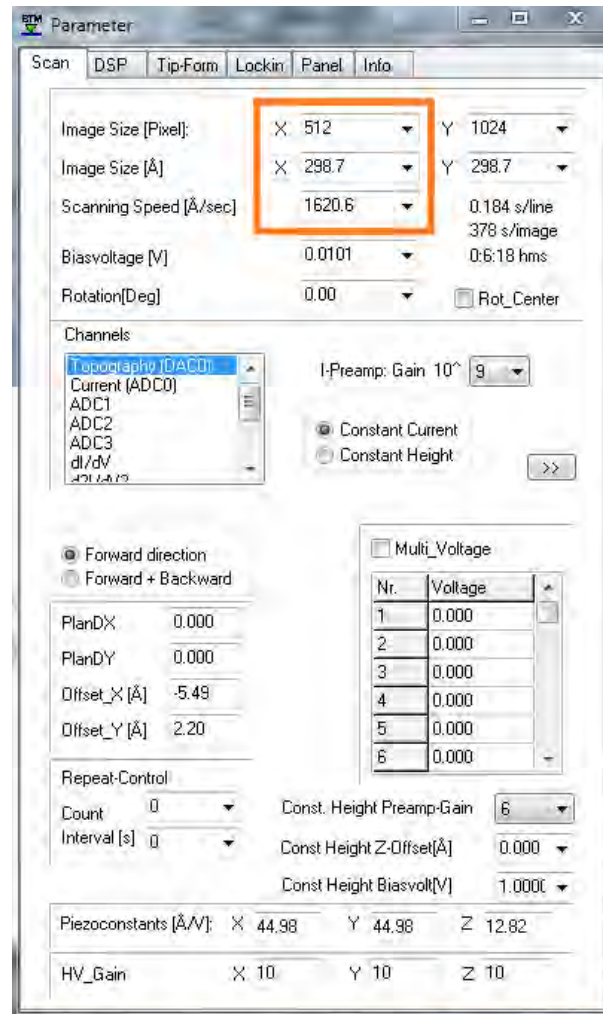


Abbildung 21: Parameter.

Unter dem Reiter *Scan* können alle wichtigen Einstellungen vorgenommen werden. Standard-

mäßig steht die Auflösung auf 512 Pixel. Sollte eine bessere Auflösung gewünscht sein, kann diese auch hochgestellt werden. *Image Size* ändert die Bildgröße und *Scanning Speed* die Scangeschwindigkeit. Die Biasvoltage wird schon mit dem vorherigen Regler gesteuert, hier besteht die Möglichkeit sie genauer festzulegen indem der gewünschte Wert einfach eingegeben wird. Die Piezokonstanten befinden sich unten im Fenster. Diese geben an, um wie viel Angström sich das Piezo verbiegt, wenn ein Volt angelegt wird. Davon ausgehend werden auch die Größen Geschwindigkeit und Bildgröße berechnet. Die richtigen Konstanten beim Scan sind (33,23; 33,23; 12,82). Nun können verschiedene Bilder in unterschiedlichen Größen, Scangeschwindigkeiten, Tunnelstrom und Biasspannung aufgenommen werden. Im Kopf des Fensters befinden sich noch zusätzliche Reiter. Wichtig ist der Reiter *DSP*. Folgendes Fenster öffnet sich nun.

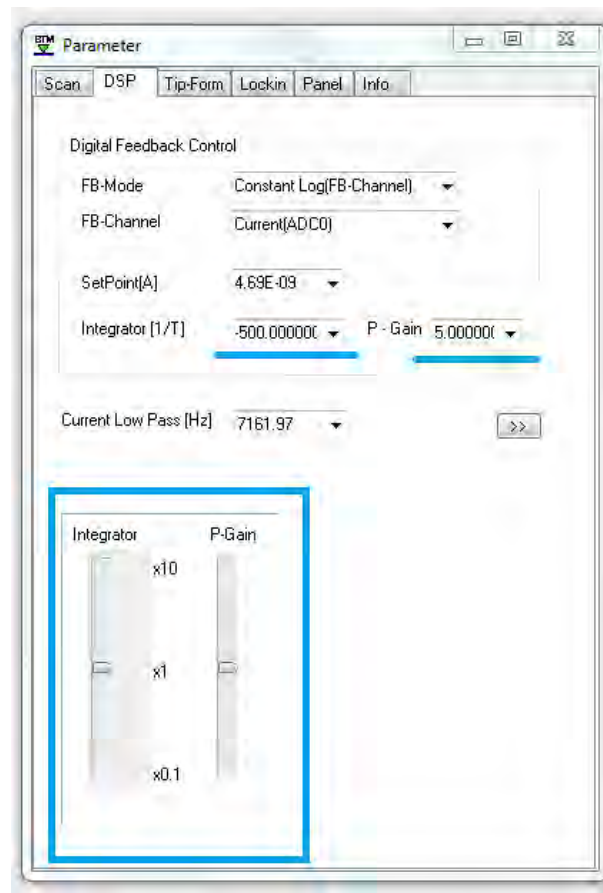


Abbildung 22: Regelkreis

Hier kann der Regelkreis eingestellt werden. Durch die beiden Slider *Integrator* und *P-Gain* können die Konstanten (blau unterstrichen) aus dem Regelkreis angepasst werden. Dazu werden die Slider hoch und runter gefahren. Die manuell eingegebenen Konstanten können um den Faktor 0,1 - 100 verändert werden. Wenn dieser Bereich nicht ausreicht, können die Konstanten manuell verändert werden. Dies geht jedoch nicht während des Scanvorgangs. Die Auswirkungen der Einstellung des Regelkreises sind gut in dem Fenster *LinescanFom1* zu erkennen.

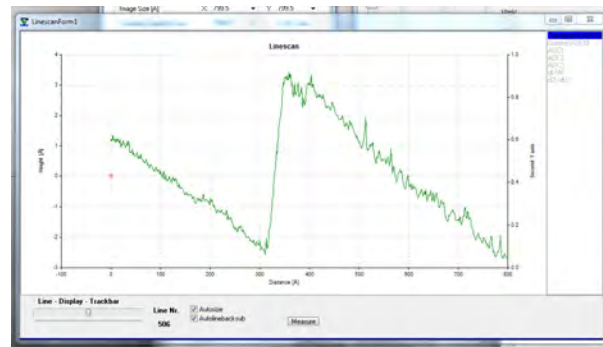


Abbildung 23: Linescan.

Der Linescan kann unter *Scan-> Display Current Scan Profil* aufgerufen werden. Oben rechts sollte *Topography* angewählt sein, und unten *Autolinebacksub*. Dann wird jeweils von einer Scanlinie das aufgenommene Signal angezeigt. Wenn der Regelkreis zu stark eingestellt ist, kann hier das Schwingen sehr gut erkannt werden.

Aufnahme von Spektren

Der letzte Bereich ist die Aufnahme eines Spektrums. Hierzu wird *Vertical Manipulation* verwendet, das wiederum unter *Forms* zu finden ist.

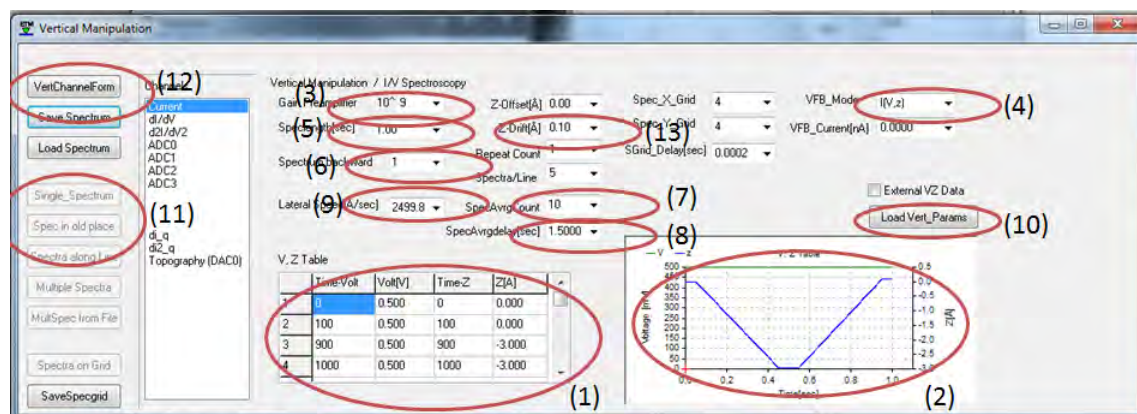


Abbildung 24: Vertical Manipulation zur Aufnahme von Spektren

Die wichtigsten Einstellungen werden in (1) getroffen. Das Spektrum gliedert sich in 3 Bereiche. Zuerst einmal ein kurzer Bereich in dem der Abstand der Spitze zur Probe gleich bleibt, dann ein linearer Anstieg und zuletzt wieder ein konstanter Bereich. Dies ist auch in dem Diagramm (2) zu erkennen. In dem abgebildeten Beispiel wird die Spitze um 3 \AA hochgezogen. In der ersten und dritten Spalte wird die Anzahl der Datenpunkte festgelegt. Die meisten Datenpunkte werden im Anstieg aufgenommen, da hier die relevanten Daten sind. Ein Richtwert sind 1000 Datenpunkte insgesamt. Die Spannung wird konstant gehalten. Zuletzt muss noch die Höhe eingestellt werden, die die Spitze hochgefahren werden soll. Hierbei bedeutet negativ, dass die Spitze hochgezogen wird. Die Grafik (2) zeigt die Einstellungen die in der Tabelle getroffen worden sind. Durch das Einstellen von *Spectrum backward* (6) wird das Spektrum während des Zurückziehens der Spitze ebenfalls aufgenommen. Dies ist in der Grafik auch zu erkennen.

Es ist darauf zu achten, dass die Verstärkung (3) auf 10^9 steht und dass (4) auf $I(V,z)$ steht. (5) gibt die Länge eines Spektrums an, (6) ob auch das Spektrum zurück aufgenommen wer-

den soll, bei (7) kann angegeben werden über wie viele Spektren gemittelt werden soll und (8) bezeichnet die Zeit zwischen den einzelnen Spektren. Unter (9) sollte der größtmögliche Wert gewählt werden. Dieser gibt die Geschwindigkeit der Spitze an, die zu dem Ort des Spektrums fährt. Unter (10) können die einzelnen Parameter dann gespeichert bzw. wieder geladen werden. Unter (11) kann nun ein Spektrum aufgenommen werden. Dazu wird der Button *Single Spektrum* angeklickt, sowie in einem aufgenommenem Bild auf den gewünschten Punkt geklickt. Nun wird das Spektrum aufgenommen. Zusätzlich besteht über den anderen Button die Möglichkeit, noch einmal an der gleichen Stelle ein Spektrum aufzunehmen. Gute Werte sind

- (5): 1s
- (7): 10
- (8): 0,3 s - 1 s

Über (12) kann das nun sichtbar gemacht werden. Es öffnet sich nun ein neues Fenster, das das Spektrum anzeigt.

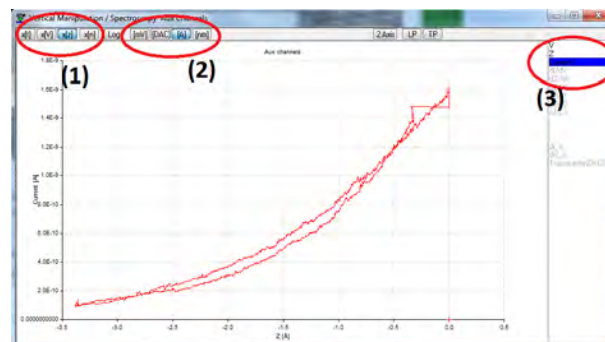


Abbildung 25: Das aufgenommene Spektrum

Den Messwert stellt man unter (3) auf den Strom (*Current I*). Unter (1) besteht die Möglichkeit den Strom in Abhängigkeit von der Zeit zu messen oder direkt von dem Abstand z . Unter (3) kann zwischen Angström und Nanometer gewählt werden. Die Daten des aufgenommenen Spektrum können unter Rechtsklick -> *CopyClipboardData* in eine Text-Datei gespeichert und darüber dann ausgewertet werden. Eine wichtige Sache ist noch die Drift der Probe. Da es sich um sehr kleine Abstände handelt, kann dieser durch z.B. thermische Drift variieren. Das ist daran zu erkennen, dass die Spitze beim Zurückfahren nicht mehr so hoch kommt wie am Anfang (siehe Abb.14). Dem kann entgegengewirkt werden, und zwar durch das Feld *Z-Drift* (13). Hier kann das Spektrum etwas verschoben werden, in Abb. 24 Punkt (2) ist dieses auch zu erkennen. Die rechte Seite ist um $0,1 \text{ \AA}$ nach oben verschoben, um die Drift auszugleichen.

Anhang: Beschreibung WSxM

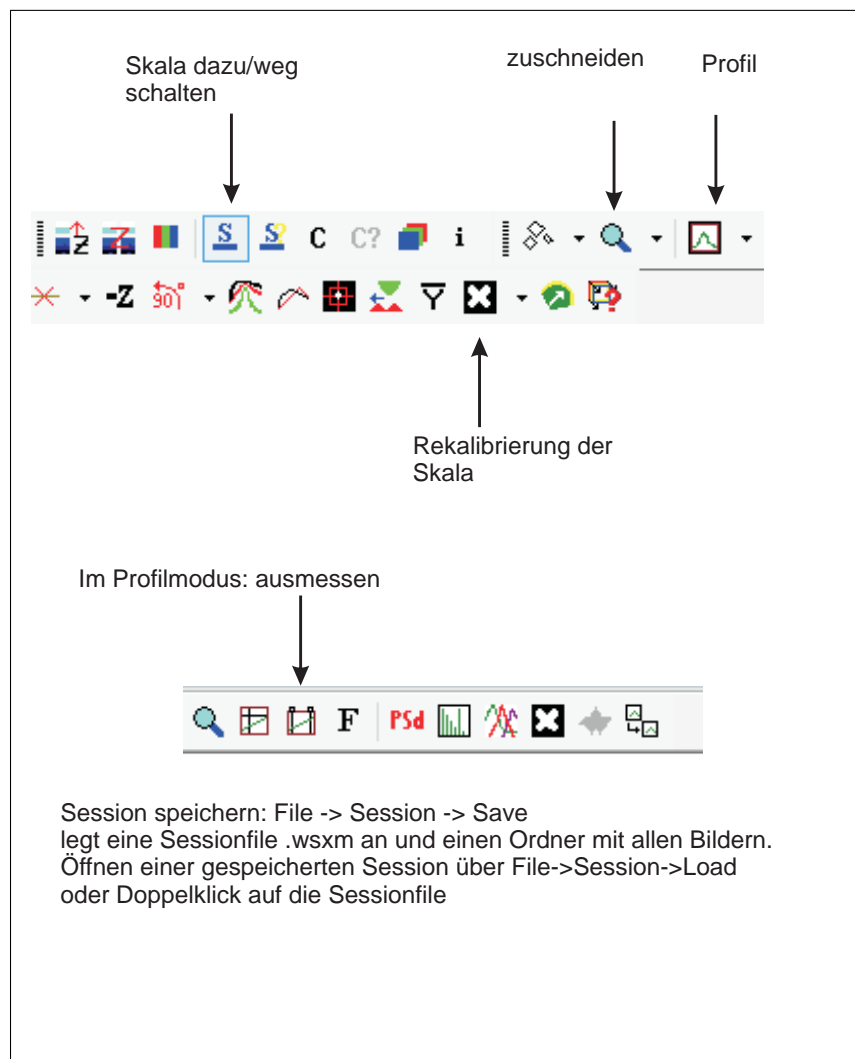


Abbildung 26: Wichtigsten Funktionen WSXM

Literatur

- [1] J. Barth, H. Brune, G. Ertl and R. Behm, *Phys. Rev. B*, **1990**, 42(15), 9307-9318
- [2] G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber and E. Weibel, *Phys. Rev. Lett.*, **1982**, 49, 57-60
- [3] M. Crommie, C. Lutz and D. M. Eigler, *Science*, **1993**
- [4] H. Hansen, A. Redinger, S. Messlinger, G. Stoian, Y. Rosandi, H. M. Urbassek, and T. Michely, *Phys. Rev. B*, **2006**, 73, 235-414
- [5] H. Ibach: *Physics of surfaces and interfaces*, **2006**
- [6] C. Kittel: *Einführung in die Festkörperphysik*, **1999**
- [7] G. Binnig, H. Fuchs, Ch. Gerber, H. Rohrer and E. Stoll, *Europhysics Letters*, **1985**, 1, 31-36
- [8] T. Michely, J. Krug: *Islands, mounds and atoms*, **2004**
- [9] I. Horcas, R. Fernández, J. M. Gomez-Rodriguez, J. Colchero, J. W. S. X. M. Gómez-Herrero and A. M. Baro, *Review of Scientific Instruments*, **2007**, 78(1), 013705
- [10] O. V. Sinitsyna, I. V. Yaminsky, *Russian Chemical Reviews*, **2006**, 75(1), 23-30
- [11] C. J. Chen: *Introduction to Scanning Tunneling Microscopy*, 2. Auflage, Oxford University Press, **1993**.
- [12] S. Hunklinger: *Festkörperphysik*, 3. Auflage, Oldenburg Wissenschaftsverlag, **2011**
- [13] Wikipedia, Bloch- Funktion, Abrufdatum **14.07.2014**, <http://de.wikipedia.org/wiki/Bloch-Funktion>
- [14] H. A. Mizes, Sang-il Park and W. A. Harrison, *Phys. Rev. B*, **1987**, 36, 4491-4494
- [15] H. J. Mamin, E. Ganz, D. W. Abraham, R.E. Thomson and J. Clarke, *Phys. Rev. B*, **1986**, 34, 9015-9018
- [16] <http://www.goodfellow.com/G/Iridium.html>
- [17] G. Sweers, 2012. *Gewöhnliche Differentialgleichungen*, Vorlesungsskript, Universität zu Köln
- [18] J. A. Wilson, F. J. Di Salvo and S. Mahajan, *Advances in Physics*, **1975**, 24, 117-201
- [19] University of Liverpool, <http://www.chemtube3d.com/solidstate/SS-MS2.htm>
- [20] R. E. Thomson: *Scanning Tunneling Microscopy of Charge Density Wave Structure in 1T-TaS₂*, PhD Thesis, University of California, **1991**.
- [21] J. Krug, 2011. *Theoretische Physik in zwei Semestern II*, Vorlesungsskript, Universität zu Köln.
- [22] S. Schumacher: *Structure, Magnetism, and Binding of Novel Two-Dimensional Materials: Europium-Intercalated Graphene, Cluster Lattices, and Polar Oxide Bilayers*, PhD Thesis, Universität zu Köln, **2014**.

