
Skript zum Versuch

Rastertunnelmikroskopie

Versuch zum Fortgeschrittenenpraktikum in Physikalischer Chemie

Betreuer: Florian Neuberger, Mail: neuberger@cluster.pc.chemie.tu-darmstadt.de

Version: Florian Neuberger, Mai 2018

Erstausgabe: Benjamin Waldschmidt, 2009



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
DARMSTADT

Eduard-Zintl-Institut
Fachbereich Chemie

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Theoretische Betrachtung	2
2.1	Der Tunneleffekt	2
2.2	Tunnelkontakt im Bändermodell	6
2.3	Scanning Tunneling Spectroscopy (STS)	8
2.4	Piezoelektrischer Effekt	9
3	Das Rastertunnelmikroskop	10
3.1	Realisierung der Rasterbewegung	11
3.2	Die Tunnelspitze	11
3.3	Signalverlauf	12
3.4	PID-Regelung	12
3.5	Betriebsmodi und Bedeutung der Meßsignale	14
3.5.1	Konstant-Strom-Modus	14
3.5.2	Konstant-Höhen-Modus	16
3.5.3	Überblick: Weitere Möglichkeiten des STMs	16
3.6	Aufbau des Mikroskops	17
4	Bedienung	18
4.1	Herstellung der Tunnelspitze	18
4.2	Grobannäherung	19
5	Probensysteme und Aufgaben	20
5.1	Gold	20
5.2	Hochorientiertes pyrolytisches Graphit (HOPG)	21
5.3	Zusammenfassung der Aufgabenstellung und Hinweise für das Protokoll	23
5.4	Steuerungssoftware	24
5.4.1	EasyScan 2	24
5.4.2	Gwyddion	27

1 Einleitung

Seit der ersten Realisierung des Rastertunnelmikroskops 1981 durch Binnig und Rohrer^[1] hat sich im Bereich der Oberflächenphysik eine ganze Palette von Rastersondentechniken mit einem breiten Anwendungsbereich entwickelt. Allen diesen Techniken ist gemeinsam, dass die Oberfläche einer Probe durch eine sehr feine Spitze zeilenweise abgetastet (gerastert) und die Wechselwirkung zwischen Spitze und Probe ortsabhängig gemessen wird. Mit Hilfe einer Datenaufnahmeelektronik entsteht auf diese Weise eine Karte der Spitze-Oberfläche-Wechselwirkung $W(x,y)$.

In dem hier durchgeführten Praktikumsversuch führt diese Wechselwirkung zu einem quantenmechanischen Tunnelstrom zwischen einer metallischen Spitze und einer leitenden Probenoberfläche. Als Bezeichnungen haben sich Rastertunnelmikroskopie (RTM) bzw. Scanning Tunneling Microscopy (STM) eingebürgert. Die extreme Abstandsabhängigkeit des Tunnelstroms ermöglicht es, die räumliche Auflösung bis in atomare Dimensionen voranzutreiben. Sogar die Manipulation von einzelnen Atomen ist möglich. Für die Entwicklung des Rastertunnelmikroskops erhielten Binnig und Rohrer bereits 1986 den Nobelpreis in Physik.

Ziel dieses Versuches ist es zunächst das Mikroskop und die bestimmenden Parameter der Abbildung durch die Untersuchung einer Gold (111) Oberfläche kennenzulernen. Mit diesen Kenntnissen sollen dann anhand einer Graphitprobe (HOPG) die atomare Auflösung des Gerätes demonstriert und die Abbildung des Kristallgitters zur Bestimmung der lateralen Kalibrierung des Rasterbereichs verwendet werden. Des Weiteren sollen die Möglichkeiten der Rastersondenspektroskopie demonstriert werden. Diese Versuchsanleitung soll das notwendige Wissen zur Durchführung des Versuchs bereitstellen. Für weitere Informationen über Theorie und Anwendungen der Rastertunnelmikroskopie sei auf die Literatur verwiesen^[1-6].

2 Theoretische Betrachtung

2.1 Der Tunneleffekt

Trifft ein Teilchen auf eine Potentialbarriere, so kann es nach klassischen Maßstäben nicht in die Barriere eindringen, wenn seine Energie kleiner als die Höhe (potentielle Energie) der Barriere ist. Quantenmechanisch verschwindet die Wellenfunktion und damit die Aufenthaltswahrscheinlichkeit (Betragsquadrat der Wellenfunktion) aber nicht sofort an der Barriere, sondern fällt exponentiell mit zunehmender Tiefe in der Barriere ab. Hat die Barriere eine begrenzte Ausdehnung, so kann sich die Wellenfunktion nach der Barriere wieder frei ausbreiten. Es besteht also eine gewisse Wahrscheinlichkeit, die abhängig von der Energie des Teilchens, seiner Masse sowie der Höhe und Breite der Barriere ist, dass das Teilchen durch die Barriere gelangt. Das Teilchen tunnelt durch die Barriere. Das zugrundeliegende Problem ist in Abbildung 1 dargestellt. Die dazugehörige Wellenfunktion wird durch Lösen der Schrödingergleichung in den drei Gebieten I, II und III erhalten. Da die Wellenfunktion an den Gebietsgrenzen stetig und differenzierbar sein muss, lassen sich die Koeffizienten der allgemeinen Lösungen ermitteln. Die eindimensionale Schrödingergleichung für die Wellenfunktion $\Psi(x)$ (Energieeigenfunktion) eines Teilchen der Masse m und der Energie E (Energieeigenwert) in einem Potential V lautet:

$$\frac{d^2\Psi(x)}{dx^2} = \frac{2m}{\hbar^2} (V(x) - E) \Psi(x) . \quad (1)$$

Die allgemeine Lösung dieser Gleichung für ein konstantes V_0 ist:

$$\Psi(x) = Ae^{kx} + Be^{-kx} \quad \text{mit} \quad k = \left(\frac{2m(V_0 - E)}{\hbar^2} \right)^{\frac{1}{2}} . \quad (2)$$

Im Gebiet I und im Gebiet III ist das Potential $V = 0$, damit ergibt sich für k ein negatives Vorzeichen unter der Wurzel, k ist also rein imaginär. Durch Einsetzen von $k_1 = -ik$ ergibt sich für die Lösung der Schrödingergleichung in I und III:

$$\Psi_I(x) = Ae^{ik_1x} + Be^{-ik_1x} \quad \text{mit} \quad k_1 = \left(\frac{2mE}{\hbar^2} \right)^{\frac{1}{2}} . \quad (3)$$

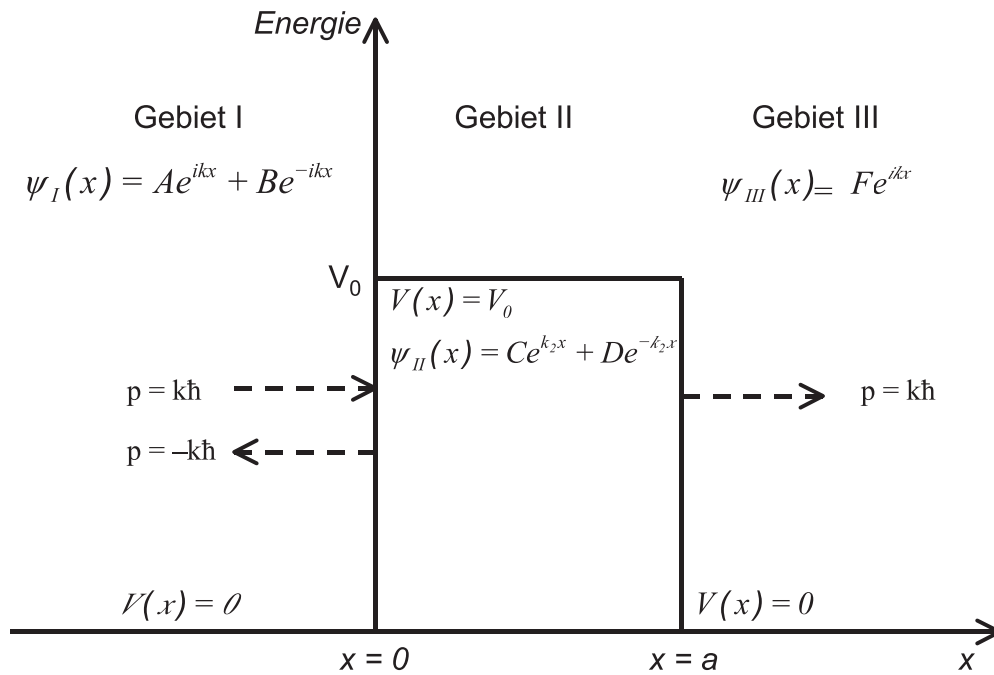


Abbildung 1 Schematische Darstellung des eindimensionalen Tunneleffekts durch eine endliche Potentialbarriere. Gezeigt ist die räumliche Einteilung zur Separation der Wellenfunktion: Das Gebiet I vor der Potentialbarriere, das Gebiet 2 in der Barriere und Gebiet 3 nach der Barriere. Zudem ist die Impulsrichtung der korrespondierenden Wellenfunktionen zu erkennen.

$$\Psi_{III}(x) = F e^{ik_1 x} + G e^{-ik_1 x} \quad \text{mit} \quad k_1 = \left(\frac{2mE}{\hbar^2} \right)^{\frac{1}{2}} . \quad (4)$$

Dies sind Gleichungen einer ebenen Welle bzw. eines freien Teilchens. Der erste Term von $\Psi_I(x)$ beschreibt ein in positiver x -Richtung laufendes Teilchen, also das einlaufende Teilchen (mit dem Impuls $k\hbar$). Dieses Teilchen wird zum Teil an der Barriere reflektiert, was durch den zweiten Term von $\Psi_I(x)$ beschrieben wird (Impuls $-k\hbar$). Nach der Barriere besteht nur ein Impuls in $+x$ -Richtung, so dass der Koeffizient G gleich Null zu setzen ist. In der Barriere (Bereich II, $V_0 > E$) ist das k der allgemeinen Lösung reell:

$$\Psi_{II}(x) = C e^{k_2 x} + D e^{-k_2 x} \quad \text{mit} \quad k_2 = \left(\frac{2m(V_0 - E)}{\hbar^2} \right)^{\frac{1}{2}} . \quad (5)$$

Diese Funktion beschreibt im ersten Term ein exponentielles Wachstum und im zweiten Term einen exponentiellen Abfall der Wellenfunktion. Um die verbleibenden Koeffizienten A , B , C , D und F bestimmen zu können, wird die Bedingung der Stetigkeit der Wellenfunktion und ihrer Ableitung an den Gebietsgrenzen, also bei $x = 0$ und bei $x = a$, verwendet.

Aus den vier Randbedingungen können folgende Gleichungen erhalten werden:

$$A + B = C + D \quad (6)$$

$$ik_1(A - B) = k_2(C - D) \quad (7)$$

$$Ce^{k_2a} + De^{-k_2a} = Fe^{-ik_1a} \quad (8)$$

$$k_2(Ce^{k_2a} - De^{-k_2a}) = ik_1Fe^{ik_1a} \quad (9)$$

Addition bzw. Subtraktion der beiden letzten Gleichungen ergibt:

$$C = \frac{1}{2}Fe^{ik_1a} \left(1 + i\frac{k_1}{k_2}\right) e^{-k_2a} \quad (10)$$

$$D = \frac{1}{2}Fe^{ik_1a} \left(1 - i\frac{k_1}{k_2}\right) e^{k_2a} \quad (11)$$

Durch Kombination der beiden Gleichungen lässt sich B umschreiben zu:

$$B = \frac{1}{2} \left[C + D - \frac{k_2}{ik_1} (C - D) \right] \quad (12)$$

Daraus folgt wiederum für die Amplitude der einlaufenden Welle:

$$A = Fe^{ik_1a} \left[\frac{e^{k_2a} + e^{-k_2a}}{2} - \frac{i}{2} \left(\frac{k_1}{k_2} - \frac{k_2}{k_1} \right) \frac{e^{k_2a} - e^{-k_2a}}{2} \right] \quad (13)$$

Ausgedrückt mit Hilfe von Hyperbelfunktionen:

$$\frac{A}{F} = e^{ik_1a} \left[\cosh(k_2a) - \frac{i}{2} \left(\frac{k_1}{k_2} - \frac{k_2}{k_1} \right) \sinh(k_2a) \right] \quad (14)$$

Aus den Koeffizienten für die einlaufende Welle A und die auslaufende Welle F kann der sogenannte Transmissionskoeffizient T abgeleitet werden, der die Wahrscheinlichkeit für das Tunneln durch die Barriere wiedergibt.

$$T = \frac{|F|^2}{|A|^2} . \quad (15)$$

Es folgt:

$$T = \left[\cosh^2(k_2 a) + \frac{1}{4} \left(\frac{k_1}{k_2} - \frac{k_2}{k_1} \right)^2 \sinh^2(k_2 a) \right]^{-1} . \quad (16)$$

Mit $\cosh^2(x) - \sinh^2(x) = 1$ folgt:

$$T = \left[1 + \left(1 + \frac{1}{4} \left(\frac{k_1}{k_2} - \frac{k_2}{k_1} \right)^2 \right) \sinh^2(k_2 a) \right]^{-1} . \quad (17)$$

Wenn T in Abhängigkeit von E und V_0 ausgedrückt wird, ergibt sich:

$$T = \left[1 + \frac{1}{4} \frac{V_0^2}{E(V_0 - E)} \cdot \sinh^2 \left\{ \left(\frac{2ma^2(V_0 - E)}{\hbar^2} \right)^{\frac{1}{2}} \right\} \right]^{-1} . \quad (18)$$

Für $k_2 a \gg 1$, also für Energien nicht zu nahe an der Obergrenze der Barriere, kann folgende Näherung für T angegeben werden (Taylor-Reihenentwicklung für $\sinh^2(k_2 a)$):

$$T = \frac{16E(V_0 - E)}{V_0^2} e^{-2k_2 a} . \quad (19)$$

Bestimmend für den Transmissionskoeffizienten ist der exponentielle Faktor. Die Wahrscheinlichkeit für ein Teilchen durch eine Barriere zu tunneln nimmt also exponentiell mit der Dicke a der Barriere ab. Zudem fällt die Wellenfunktion eines schweren Teilchens schneller innerhalb der Barriere ab, als diejenige eines leichten Teilchens (Abbildung 2).

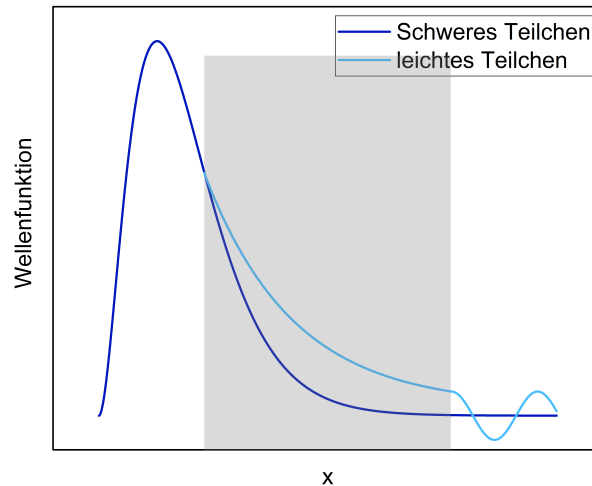


Abbildung 2 Amplituden der Wellenfunktion eines leichten und schweren Teilchens beim Durchtunneln einer Potentialbarriere (grau).

Die Barrierenhöhe wird von den Austrittsarbeiten der Materialien bestimmt und beträgt einige Elektronenvolt. Typische Abstände zwischen Spitze und Probe bewegen sich im Bereich von wenigen 10^{-10} m. Für diese Tunnelparameter ändert sich der Transmissionskoeffizient um mehr als eine Größenordnung, wenn der Abstand um nur 1 \AA variiert. Hier liegt der Grund für die extreme Empfindlichkeit des Rastertunnelmikroskops auf Abstandsänderungen.

2.2 Tunnelkontakt im Bändermodell

Bei einem realen Tunnelkontakt sind nicht nur Elektronen einer bestimmten Energie beteiligt. Sowohl in der Spitze als auch in der Probe sind die elektronischen Zustände bis zur Fermienergie E_F bei $T = 0 \text{ K}$ besetzt. Befinden sich nun beide Seiten des Tunnelkontaktes auf gleichem elektrostatischen Potenzial (Tunnelspannung $U = 0 \text{ V}$), so fließt kein Tunnelstrom, da die sich die Fermienergie angleichen. Erst durch Anlegen einer Spannung U verschieben sich die Fermienergie gegeneinander, und Tunnelprozesse werden im Energieintervall eU möglich. Dabei nimmt die Tunnelwahrscheinlichkeit für tiefer liegende besetzte Zustände exponentiell ab, da für sie die Barriere höher erscheint. Abbildung 3 verdeutlicht die Verhältnisse. Wie groß der Tunnelstrom ist, hängt aber nicht nur von der Barrierenhöhe und -breite ab, sondern auch von der Zahl der beteiligten Zustände. Diese wird durch die Zustandsdichte beschrieben, die angibt, wieviele Zustände in einem bestimmten Energieintervall vorhanden sind.

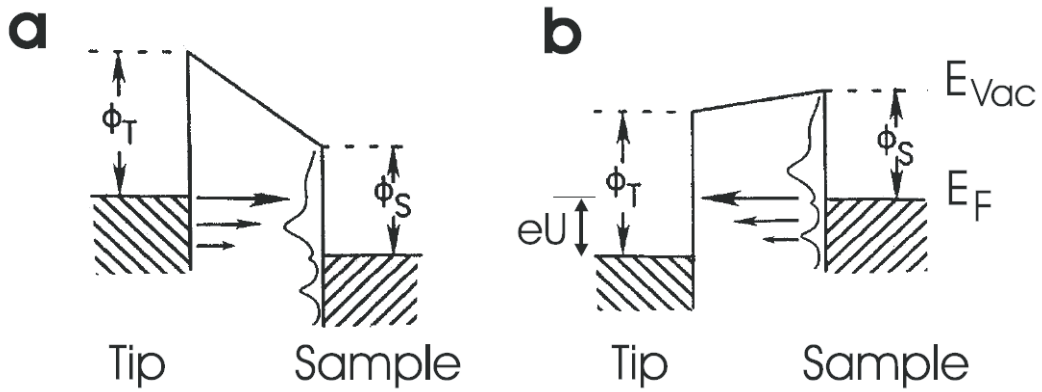


Abbildung 3 Energieschema für den Tunnelkontakt mit negativer (a) und positiver (b) Tunnelspannung (aus^[7]). Die elektronischen Zustände sind jeweils bis zur Fermienergie gefüllt (schraffierter Bereich). Die Barriere wird durch die Austrittsarbeiten Φ_T und Φ_S gebildet. Eine angelegte Spannung U verschiebt die Fermienergie gegeneinander um den Betrag eU . Für den Tunnelprozess kommen Elektronen aus dem Energieintervall eU in Frage. Auf der Seite der Probe ist zusätzlich ein schematischer Verlauf der Zustandsdichte skizziert.

Damit ist noch nichts darüber gesagt, ob diese Zustände auch tatsächlich besetzt sind; das wird durch die Fermienergie festgelegt. Die elektronische Zustandsdichte $\rho(E)$ beiderseits des Tunnelkontaktes spielt also ebenfalls eine große Rolle. Es kann gezeigt werden, dass sich der Tunnelstrom neben der Abstandsabhängigkeit als Integral über die angelegte Spannung darstellen lässt:

$$I = \int_0^{eU} \rho_S(r, E) \rho_T(r, E \pm eU) T(r, E, eU) dE \quad . \quad (20)$$

Hierbe sind ρ_T und ρ_S die Zustandsdichten der Spitze (Tip) und der Probe (Sample). Unter der Annahme, dass die Zustandsdichten im Energieintervall eU annähernd konstant sind und die Barrierenhöhe - sprich die mittlere Austrittsarbeit $\Phi = \frac{\Phi_T + \Phi_S}{2}$ - deutlich größer ist als eU , wird ein linearer Zusammenhang zwischen Strom und Spannung erhalten:

$$I \propto \frac{U \sqrt{\Phi}}{a} e^{-2a \sqrt{\frac{2m\Phi}{\hbar^2}}} \quad . \quad (21)$$

Typische Tunnelspannungen liegen im Bereich einiger Millivolt bis Volt bei Strömen in der Größenordnung weniger Nanoampere.

2.3 Scanning Tunneling Spectroscopy (STS)

„Scanning Tunneling Spectroscopy“ (STS) bietet die Möglichkeit, elektronische Eigenschaften einer Probenoberfläche lokal zu bestimmen. Ausgangspunkt dafür ist die Tatsache, dass beim Tunneleffekt die drei Variablen a , U und I nach Gleichung (21) voneinander abhängen. Es ergeben sich also drei Möglichkeiten zur Spektroskopie: $I(a)$, $U(a)$ und $I(U)$, wobei jeweils der dritte Parameter konstant bleibt. Mit den ersten beiden Spektroskopieformen lässt sich die Barrierenhöhe - die mittlere Austrittsarbeit - bestimmen, und mit der letzten kann eine Aussage über die Zustandsdichte der Probe getroffen werden.

Durch Aufnahme einer $I(a)$ Kennlinie kann der Exponentialteil $-2a\sqrt{\frac{2m\Phi}{\hbar^2}}$ von Gleichung (21) bestimmt werden und damit die Höhe der Potenzialbarriere, also die mittlere Austrittsarbeit. Dazu wird zunächst $\ln(I)$ nach dem Abstand a differenziert:

$$\frac{d\ln(I)}{da} = -\frac{1}{a} - 2\sqrt{\frac{2m\Phi}{\hbar^2}} . \quad (22)$$

Unter der Annahme, dass $\frac{1}{a}$ deutlich kleiner ist als $2\sqrt{\frac{2m\Phi}{\hbar^2}}$, lässt sich die Höhe der Potentialbarriere Φ folgendermaßen berechnen:

$$\Phi = \frac{\hbar^2}{8m} \left(\frac{d\ln(I)}{da} \right)^2 . \quad (23)$$

Ausgehend von Gleichung (20) kann angenommen werden, dass die Tunnelwahrscheinlichkeit T und die Zustandsdichte ρ_T der Spitze unabhängig von der angelegten Spannung sind. So lässt sich zeigen, dass die normierte differentielle Leitfähigkeit $\frac{dI/dU}{I/U}$ proportional zur Zustandsdichte ρ_S der Probe ist:

$$\frac{dI/dU}{I/U} = \frac{d\ln(I)}{d\ln(U)} \propto \rho_S . \quad (24)$$

Sowohl die mittlere Austrittsarbeit als auch die Zustandsdichte lassen sich also mit einem Rastertunnelmikroskop ortsaufgelöst bestimmen.

2.4 Piezoelektrischer Effekt

Um das Potenzial der Rastertunnelmikroskopie in Hinblick auf die Ortsauflösung ausschöpfen zu können, ist eine sehr präzise Positionierung der Spitze gegenüber der Probe im sub-Nanometerbereich unerlässlich. Jeder herkömmliche Stellmotor wäre damit hoffnungslos überfordert. Einen Ausweg bietet hier der piezoelektrische Effekt.

Kristalle, die mindestens eine polare Achse aufweisen (keine Inversionssymmetrie entlang dieser Achse) können piezoelektrisch sein, d.h., sie sind in der Lage, bei mechanischer Deformation eine makroskopische elektrische Polarisierung zu erzeugen. Ursache sind unterschiedlich starke Verschiebungen verschiedener Atomsorten innerhalb der Einheitszelle. Besitzt der Kristall auch ohne äußeren Druck eine permanente elektrische Polarisierung, so wird von Ferroelektrizität gesprochen. Der piezoelektrische Effekt ist umkehrbar. Eine Veränderung der elektrischen Polarisierung (z.B. durch Beschichtung des Kristalls mit Elektroden und Anlegen eines elektrischen Potentials) kann also auch eine Deformation des Kristalls bewirken. Die Richtung der Deformation hängt dabei von der relativen Orientierung der Kristallachsen und des elektrischen Feldes ab. Ein technisch wichtiges piezoelektrisches Material ist das Blei-Zirkonat-Titanat-System (PZT), mit dem Längenänderungen im Bereich von etwa einem Nanometer pro Volt erreicht werden, also in der richtigen Größenordnung für die Anwendung in einem Rastertunnelmikroskop.

Piezomaterialien zeigen, ähnlich wie Ferromagneten, eine Hysterese, d.h., die Deformation ist nicht nur von der anliegenden Spannung abhängig, sondern auch von der Vorgeschichte. Zusätzlich reagiert ein Piezoelement auf einen plötzlichen Spannungssprung mit einer schnellen Auslenkung, gefolgt von einem langsamen Nachkriechen (Creep). Außerdem gibt es noch den thermischen Drift, eine langsame, irreguläre Bewegung. Alle diese Effekte können sich beim Betrieb eines Rastertunnelmikroskops als leichte Bildverzerrungen bemerkbar machen. Eine genaue Kenntnis des verwendeten Materials und dessen Verhaltens auf Potentialänderungen ist für eine präzise Positionierung demnach unabdingbar und muss direkt in die Steuersoftware integriert werden.

3 Das Rastertunnelmikroskop

Die grundsätzliche Funktionsweise eines Rastertunnelmikroskops ist in Abbildung 4 dargestellt. Mit Hilfe eines oder mehrerer piezoelektrischer Kristalle wird eine feine metallische Nadel, die Spitze, über die zu untersuchende Probenoberfläche gerastert. Zwischen Spitze und Probe wird eine Tunnelspannung in der Größenordnung von Millivolt bis Volt angelegt. Dabei wird der zwischen Spitze und Probe fließende, abstandsabhängige Tunnelstrom gemessen.

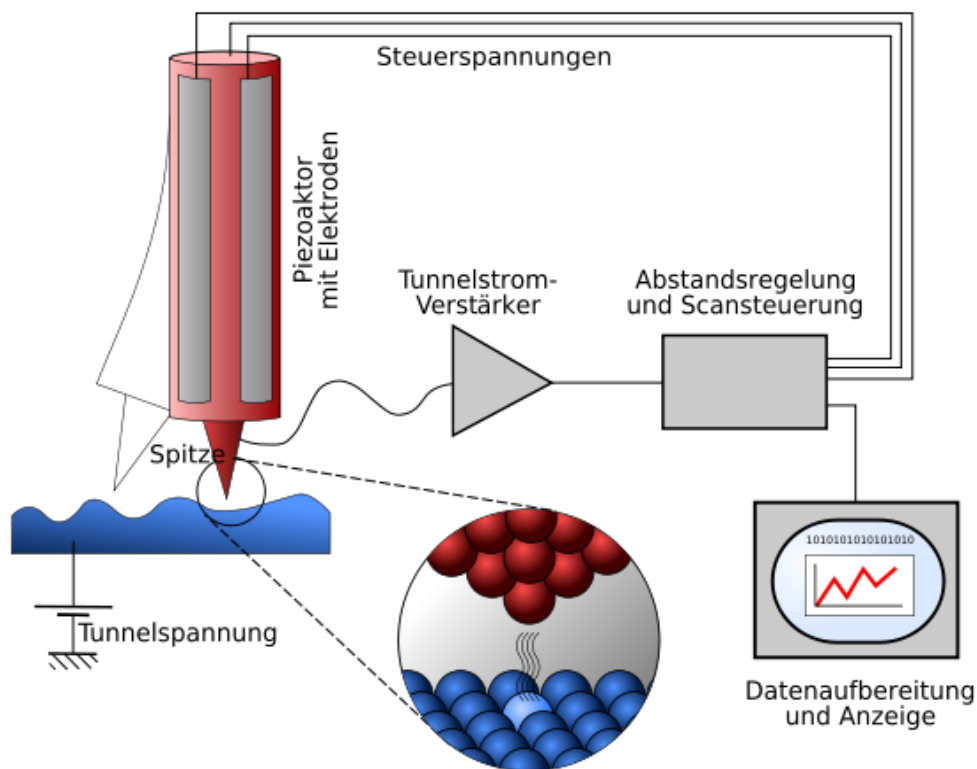


Abbildung 4 Prinzip des Rastertunnelmikroskops. Eine Kontrollelektronik erzeugt die Rasterbewegung, mit der die Spitze relativ zur Probe bewegt wird. Dabei wird der Tunnelstrom I gemessen und in einem Regler mit einem einstellbaren Sollwert verglichen. Daraus wird dann das Stellsignal z für die Abstandssteuerung errechnet. Beide Kanäle (z und I) können zur Abbildung verwendet werden.

Eine Regelung versucht nun, den Abstand zwischen Spitze und Probe so einzustellen, dass der Tunnelstrom gleich einem vorher vom Benutzer eingestellten Sollwert ist (Konstant-Strom-Modus, s. u.). Unter der Annahme einer Zustandsdichte, die nicht vom Ort auf der Probenoberfläche abhängt, folgt die Spitze der Topographie in einem Abstand, welcher vom eingestellten Tunnelstrom abhängig ist. Ein höherer Sollwert des Tunnelstroms erfordert bei gleicher Spannung einen geringeren Abstand zwischen Spitze und Probe. Umgekehrt führt eine größere Tunnelspannung bei gleichem Strom zu einer Vergrößerung des Abstands. Im Folgenden sollen einige Aspekte des Rastertunnelmikroskops eingehender besprochen werden.

3.1 Realisierung der Rasterbewegung

Am gängigsten sind zwei verschiedene Arten für den Aufbau eines Piezo-Scanners für die x -, y -, z -Bewegung:

- Der Röhrenchenscanner:

Das sind Röhren aus Piezomaterial (meist PZT), bei welchen auf der Innen- und Außenseite Elektroden aufgedampft sind. Wird ein elektrisches Potential zwischen der Innen- und Außenelektrode angelegt, so verlängert bzw. verkürzt sich das Röhrrchen, je nach Vorzeichen der Spannung. Damit lässt sich also eine Abstands-Änderung (z -Richtung) realisieren. Wird die Außenelektrode in vier 90° -Segmente unterteilt und beispielsweise an das rechte Segment eine positive Spannung $+U_x$ und links eine negative Spannung $-U_x$ gegenüber der geerdeten Innenelektrode anlegt, dann wird das Röhrrchen auf einer Seite länger und auf der anderen kürzer und neigt sich damit zur Seite (x -Richtung). Mit den zwei verbleibenden Segmenten kann eine Bewegung in y -Richtung erzeugt werden. Typische Auslenkungen sind einige Nanometer pro Volt, je nach Geometrie des Scanners.

- Der x,y,z -Scanner:

Hierbei gibt es für jede Raumrichtung (x , y und z) einen eigenen Piezokristall. Mit drei verschiedenen Spannungen kann damit die relative Position zwischen Spitze und Probe kontrolliert werden. In unserem Fall liegt dieser Typ von Scanner vor (siehe auch Abbildung 8) mit einer Steuerspannung von maximal ± 10 V.

3.2 Die Tunnelspitze

Um eine hohe räumliche Auflösung zu erzielen, muss die Spitze, mit der die Probe abtastet wird, möglichst scharf sein. Im Idealfall mit nur einem Atom an der Spitze. Das mag zunächst hoffnungslos erscheinen. Allerdings kommt einem die extreme Abstandsabhängigkeit des Tunnelstromes zur Hilfe. Selbst bei einer unregelmäßig geformte Spitze über einer ebenen Probe ist es nahezu immer der Fall, dass irgendein einzelnes Atom den geringsten Abstand zur Probe hat. Dieses Atom ist dann praktisch ausschließlich für den Tunnelstrom verantwortlich, da der Beitrag des zweitnächsten Atoms in den allermeisten Fällen deutlich geringer ist. Ein Problem tritt dann auf, wenn die Probe uneben ist. Dann kann es sein, dass das Messergebnis nur durch eine Faltung mit der Spitzengeometrie beschrieben werden kann.

3.3 Signalverlauf

Zur Abbildung einer Probenoberfläche sind verschiedene Mess- und Steuersignale erforderlich. Zunächst wird in der Datenaufnahmelektronik die Rasterspannung erzeugt, welche eine laterale Relativbewegung zwischen Spitze und Probe induziert. Der während dieser Bewegung auftretende Tunnelstrom wird über eine Verstärkerschaltung in eine Spannung von bis zu einigen Volt umgewandelt und der Aufnahmelektronik zugeführt. Dort wird das Stromsignal mit dem Sollwert verglichen, der vor der Messung vom Benutzer vorgegeben wurde. Dieses Signal kann in Abhängigkeit der angelegten Rasterspannung (also des Ortes) aufgezeichnet werden. Eine Regelung sorgt dafür, dass bei zu geringem (zu hohem) Strom der Abstand zur Probe verringert (vergrößert) wird. Die dazu notwendige z -Spannung wird an das Piezoelement weitergeleitet und ebenfalls von der Elektronik aufgezeichnet.

3.4 PID-Regelung

Damit aus dem gemessenen Stromsignal $I(t)$ (der Regelgröße) und dem Vergleich mit dem Sollwert S eine brauchbare Stellgröße $Y(t)$ zur Steuerung der z -Spannung erzeugt werden kann, wird ein geeigneter Algorithmus benötigt. Die primitivste Realisierung einer Regelung wäre, die Spitze maximal auszufahren, wenn der Strom zu niedrig ist, und sie zurückzufahren, wenn er zu hoch ist. Dabei wird natürlich zwangsläufig die Spitze zerstört.

Eine bessere Methode ist es, die Abweichung vom Sollwert zu messen und proportional dazu den Abstand zu ändern (kleine Abweichung, kleine Reaktion). Diese Abweichung wird als Fehlersignal $E(t) = I(t) - S$ bezeichnet. Die zugehörige Stellgröße ist dann $Y(t) = gE(t)$, wobei g eine Proportionalitätskonstante ist, in diesem Zusammenhang auch Gain genannt. Diese sogenannte Proportionalregelung führt jedoch zu einem permanenten Regelfehler.

Dieser Fehler lässt sich beheben, wenn das Fehlersignal $E(t)$ über einen gewissen Zeitraum T_I integriert und zur Stellgröße hinzuzählt wird:

$$Y(t) = gE(t) + \frac{h}{T_I} \int_{t-T_I}^t E(\tau) d\tau \quad . \quad (25)$$

Dadurch führt ein konstanter Wert $E(t)$ zu einer zeitlich ansteigenden Stellgröße, bis der Sollwert tatsächlich erreicht ist. Dieser Anteil wird Integralteil genannt. Die Integrationszeit T_I lässt sich in eine Frequenz $BW = 1/T_I$ umrechnen, die dann die höchste Frequenz bezeichnet, die

von dem Integralteil noch wahrgenommen werden kann. Schnellere Änderungen, z.B. Oszillationen, werden dabei herausintegriert. Diese Frequenz wird auch als Bandbreite der Regelung bezeichnet.

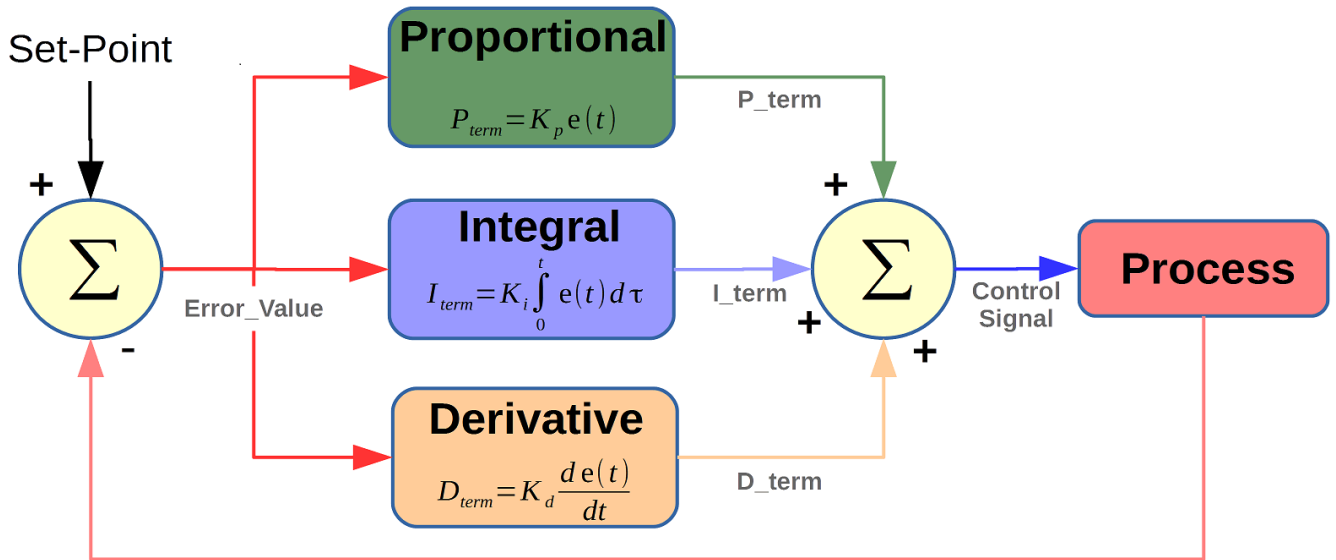


Abbildung 5 Schematische Darstellung eines PID-Reglers.^[8] Dargestellt ist der Unterschied des Regelparameters zum Sollwert (Set-Point). Die drei Regeleinflüsse Proportional, Integral und Differential werden summiert und ergeben die finale Signalantwort und somit das Kontrollsignal.

Nun kann es vorkommen, dass die Regelgröße sich rasch verändert und dementsprechend schnell nachgeregelt werden muss. Hierfür kann die Tendenz des Fehlersignals ausgewertet werden. Eine schnelle Variation der Regelgröße führt dann zu einer schnellen Änderung der Stellgröße, schon bevor durch eine große Abweichung der Proportionalteil in die Regelung eingreift. Dies kann durch die Einführung eines Differentialteils erreichen werden:

$$Y(t) = gE(t) + \frac{h}{T_I} \int_{t-T_I}^t E(\tau)d\tau + jT_D \frac{dE(t)}{dt} . \quad (26)$$

Der Nachteil ist jedoch, dass dadurch auch Störungen von außen verstärkt werden und der Regelkreis versucht, diese auszuregeln. Wenn etwa im Tunnelstrom ein Rauschen auftritt, das durch die Elektronik verursacht wird und nicht durch den Abstand zur Probe, würde der Regelkreis versuchen, dieses Rauschen durch eine Bewegung in z zu minimieren, obwohl die Ursache woanders liegt. Zudem kann es bei einem hoch eingestellten Differentialteil zu Überschwingungen kommen.

3.5 Betriebsmodi und Bedeutung der Meßsignale

Je nach Einstellung in der Software zur Datenaufnahme kann während der Abbildung ein Bild des z -Signals oder des Tunnelstroms I aufgenommen werden. Beide Signale sind für die Beurteilung eines STM-Bildes von großer Bedeutung. Ihr Informationsgehalt ist aber für die beiden typischen Messmodi unterschiedlich.

3.5.1 Konstant-Strom-Modus

Dieser Messmodus ist die Standardbetriebsweise des Rastertunnelmikroskops. Bei fester Tunnelspannung wird ein Sollwert des Tunnelstroms eingestellt, der durch eine entsprechende Regelung des Spitze-Probe-Abstandes (z) erreicht wird. Auf diese Weise kann die Spitze auch Oberflächen mit unebener Topographie folgen. Das Tunnelsignal sollte bei perfektem Regler bis auf sehr schmale Variationen an den Regelstellen konstant sein, in der Praxis ist das aber nicht der Fall, und aus den Abweichungen können Schlüsse über die Qualität der Regelung und des damit aufgenommenen z -Bildes gezogen werden. Der Strom liefert gewissermaßen ein Abbild des Regelfehlers. Abbildung 6 zeigt, wie das STM bei verschiedenen Einstellungen des Regelkreises auf eine plötzliche Veränderung der Topographie reagiert. Auf der linken Seite ist die wahre Topographie sowie das ausgegebene z -Signal dargestellt, auf der rechten Seite das zugehörige Stromsignal. Die grünen Linien repräsentieren einen gut eingestellten Regler: Nach einem anfänglichen Schock, der sich als Maximum im Stromsignal äußert, reagiert die Spitze schnell mit nur geringem Überschwingen, und der Strom beruhigt sich wieder. Das Überschwingen macht sich in der Topographie als leichte Überhöhung der Kante bemerkbar, die außerdem ein wenig in Scanrichtung verschoben scheint. Während im z -Signal annähernd die Topographie dargestellt wird, stellt das Stromsignal im Fall einer guten Regelung dessen Ableitung dar.

Bei einem empfindlich eingestelltem Regler (blaue Kurve), reagiert er zwar schneller auf die Kante, schwingt aber stark über und pendelt sich erst nach einiger Zeit auf den neuen Gleichgewichtswert ein. Diese Überschwingung ist wegen der exponentiellen Abhängigkeit meist deutlicher im Stromsignal zu finden und fällt dort auch zuerst auf. Im Bild kann sie sich als Wellenmuster in Richtung der Rasterbewegung bemerkbar machen. Das ist dann ein deutliches Zeichen für einen zu empfindlichen Regler.

Im umgekehrten Fall eines langsamen Reglers steigt an der Kante der Strom stark an, aber die Spitze reagiert nur langsam. Demensprechend groß ist der Strom über eine längere Zeit. Es wird nicht nur ein deutliches Stromsignal direkt an der Position der Kante erhalten, sondern auch weiter davon entfernt. Dieser Effekt verstärkt sich, wenn die Regelgeschwindigkeit weiter verlangsamt wird, so dass immer mehr von der Topographie in dem Strombild sichtbar wird.

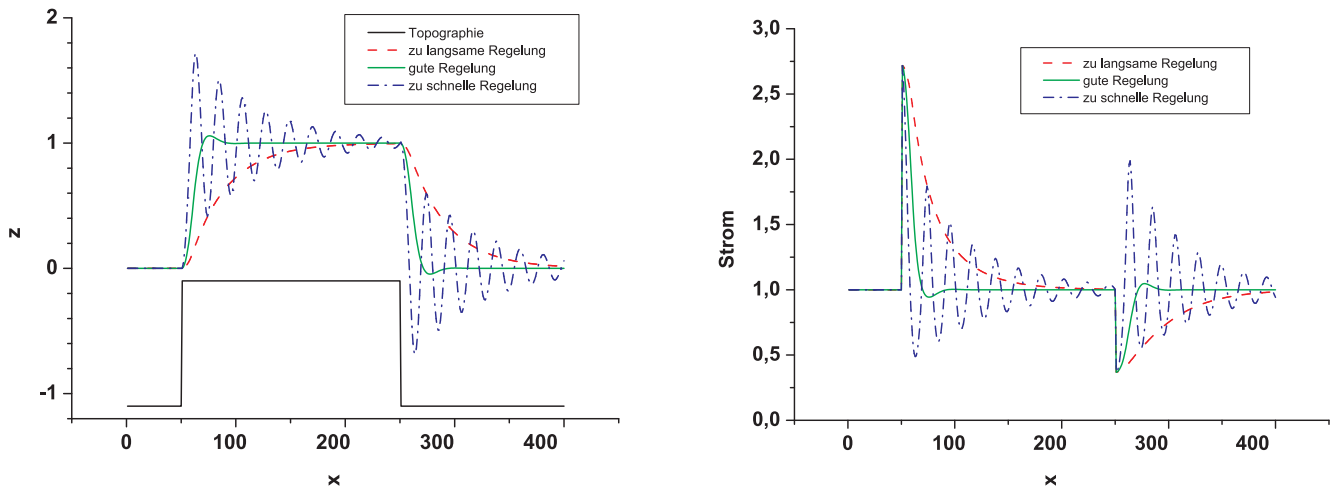


Abbildung 6 Simulation von z - (links) und Strom-Signal (rechts) im Konstant-Strom-Modus bei verschiedenen Regelgeschwindigkeiten. Die Spitze bewegt sich von links nach rechts. Der Idealverlauf wäre ein konstanter Abstand zur Topographie (schwarz), gut angenähert durch die grüne Kurve. Bei zu schnellem Regler (blau) kommt es zum Überschwingen. Bei zu langsamer Regelung (rot) kann die Spitze nur mit Verzögerung folgen.

Der Bildeindruck mag dort zwar wegen der verstärkten Abbildung der Kanten optisch schärfer erscheinen, ist aber kein Zeichen für ein gutes Bild sondern für eine ungenügende Regelung. Im Konstant-Strom-Modus sollte die Höheninformation nahezu vollständig in das z -Bild übergehen. Generell lässt sich sagen, dass durch einen langsamen Regler mehr Anteile des z -Bildes in das Strombild verlagert werden.

Die richtigen Regelparameter in diesem Versuch ergeben sich als Kombination der Werte für Bildgröße, Integrationszeit, Tunnelstrom und Rasterzeit (siehe Abschnitt 5.4). Je größer das Bild und je schneller die Rasterbewegung, umso empfindlicher muss die Regelung arbeiten. In diesem Fall muss der I -Wert erhöht werden. Eine zu hohe I -Wert kann jedoch auch zum Überschwingen führen.

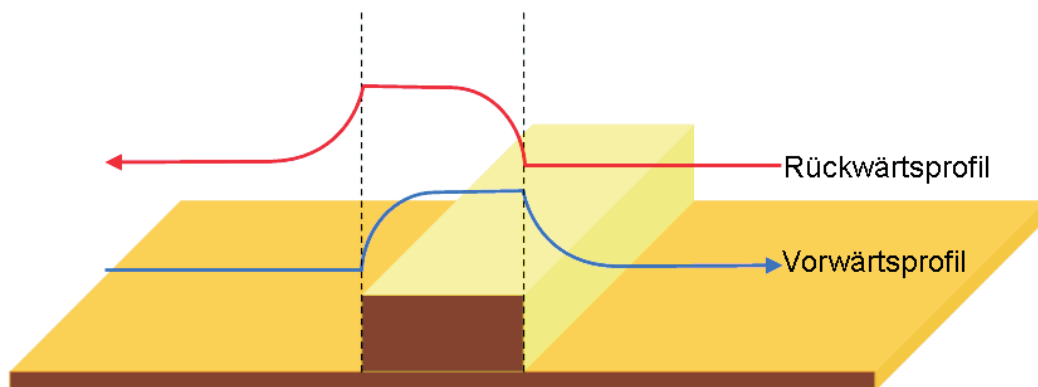


Abbildung 7 Unterschiede im Vorwärts- und Rückwärtsprofil bei zu langsamer Regelung: Die Insel erscheint in der Rasterichtung verschoben. Die Übereinstimmung beider Bilder ist ein erster Anhaltspunkt für gute Regelparameter.

Eine zu langsame Regelung bzw. zu geringe Rasterzeit kann recht leicht am Vergleich der in Vorwärts- bzw. Rückwärtsrichtung aufgenommenen Rasterbildern erkannt werden. Bei langsamer Regelung erscheint die Abbildung von Inseln in der Rasterrichtung verschoben. Sind Vorwärts- und Rückwärtsbild gleich, so ist das ein erstes Zeichen für eine korrekte Regelschwindigkeit (siehe Abbildung 7).

3.5.2 Konstant-Höhen-Modus

Diese Messmethode wird besonders für atomare Auflösung auf ebenen Oberflächen verwendet. Die Spitze wird in einer Ebene parallel zur mittleren Probenoberfläche bewegt. Die Regelung ist dabei fast aus und gleicht nur eine evtl. Probenschräge aus. Im z -Signal ist also kein wesentlicher Kontrast zu erwarten. Jede Unebenheit (lokale Abstandsänderung) ruft jedoch eine starke Variation des Tunnelstroms hervor, die aber wegen des langsamen Regelkreises nicht ausgeglichen wird. Demnach wird ein Abbild der Topographie im Stromsignal aufgenommen. Dieser Messmodus ist der Grenzfall eines zu langsamen Reglers, wie er im letzten Abschnitt beschrieben wurde. Die Bildinformation hat sich fast komplett in das Strombild verlagert.

Um in diesem Modus eine Kollision der Spitze mit der Probe zu vermeiden, muss die Probe auf atomarer Skala flach sein. Die mittlere Neigung der Oberfläche wird mit einem sehr langsam eingestellten Regelkreis ausgeglichen. Der Vorteil ist eine höhere Scangeschwindigkeit und daher eine geringere Empfindlichkeit auf Drift- und Kriecheffekte des Piezos.

3.5.3 Überblick: Weitere Möglichkeiten des STMs

An dieser Stelle soll kurz auf einige weitere interessante Möglichkeiten eines STMs eingegangen werden, wie sie heutzutage in der Forschung verwendet werden. Da verschiedene Materialien unterschiedliche Elektronenzustandsdichten aufweisen, kann durch Bestimmung der differentiellen Leitfähigkeit für verschiedene Tunnelspannungen ein Spektroskopiebild der Oberfläche erstellt werden, mit welchem einen chemischer Kontrast auf atomarer Skala erhalten wird. Bei der Wahl eines geeigneten Potentials, bei dem das Material eine besonders hohe Leitfähigkeit besitzt, erscheinen diese Atome heller als der Rest. Mit Hilfe von magnetischen Tunnelspitzen ist es auch möglich eine atomare magnetische Auflösung zu erhalten.

3.6 Aufbau des Mikroskops

Der schematische Aufbau des hier verwendeten Mikroskops ist in Abbildung 8 dargestellt. Bei diesem Mikroskoptyp ist während der Messung die Probe in Ruhe und die Spitze wird über die Oberfläche mit Hilfe von drei Piezoelementen (x -, y -, z -Richtung), an die eine maximale Spannung von ± 10 V angelegt werden können, gerastert. Das ergibt einen maximalen Rasterbereich von 560 nm in der x -, y -Richtung und 200 nm in der z -Richtung. Die Probe wird hierbei mit Hilfe eines magnetischen Probenhalters auf dem Probenträger (Metallstempel) fixiert. Der Probenträger liegt auf einem sog. Schrittmotorantrieb auf, der eine Grobannäherung der Spitze an die Probe ermöglicht. Dazu wird die Auflage des Probenträgers mit Hilfe eines weiteren Piezokristalls sägezahnartig bewegt (schnell in die eine Richtung und langsam in die andere), so dass aufgrund der Reibungs- bzw. Trägheitskraft eine effektive Bewegung des Probenträgers erreicht wird. Die Tunnelspannung wird zwischen Spitze bzw. Probe angelegt und kann zwischen -10 V und $+10$ V variiert werden. Der Tunnelstrom wird über die Probe abgeleitet, verstärkt und in eine Spannung umgewandelt (Transimpedanzwandler), die der nachfolgenden z -Regelelektronik als Eingangssignal dient.

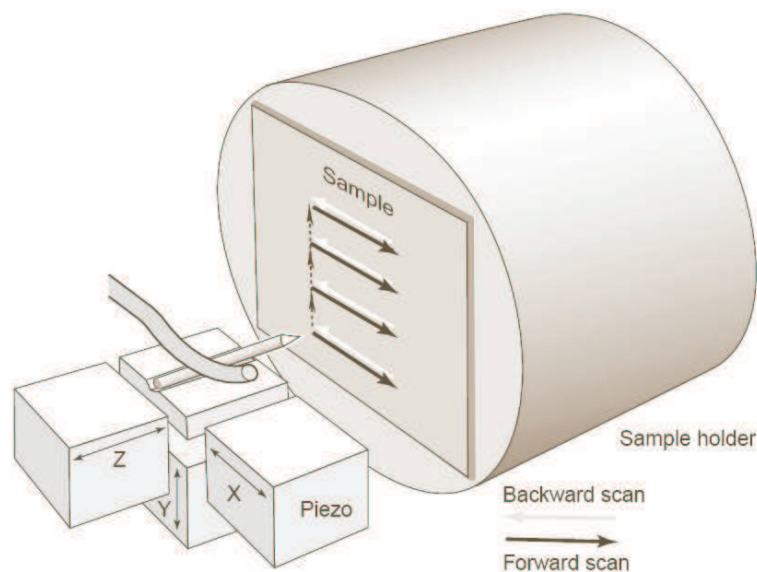


Abbildung 8 Aufbau des Praktikum-STMs. Die Probe befindet sich auf einem Probenträger (Metallstempel), der mit Hilfe eines Schrittmotors grob verfahren werden kann. Die Spitzenposition wird mit Hilfe der x -, y -, z -Piezos über die Probe bewegt.

4 Bedienung

4.1 Herstellung der Tunnelspitze

In diesem Versuch wird die Spitze aus einem Platin-Iridium-Draht hergestellt. Dazu wird der Draht mit einem Seitenschneider unter Drehen und Ziehen durchtrennt. Dabei entsteht, so die Hoffnung, im Moment des Abreissens eine feine Spitze an der schwächsten Stelle des Drahtes, wo der Draht förmlich auseinander fließt. Ein einfaches Abschneiden liefert erfahrungsgemäß keine guten Resultate, da hierbei nur der Draht von den mikroskopisch gesehen stumpfen Schneiden des Werkzeuges zusammengedrückt wird. Abbildung 9 zeigt eine elektronenmikroskopische Aufnahme einer Spitze. Auf den ersten Blick erscheint eine solche Spitze stumpf. Wichtig für eine hohe Auflösung ist aber nur, dass der Tunnelstrom im Wesentlichen über ein Atom fließt, das der Probe am nächsten ist (aufgrund der starken Abstandsabhängigkeit des Tunnelstroms). Nach der Herstellung der Spitze muss der Draht noch auf etwa 4 mm gekürzt werden und in den Spitzenhalter eingesetzt werden (siehe Abbildung 10). Bitte nur sehr vorsichtig die Haltefeder mit einer Pinzette anheben, um den Scanner nicht zu beschädigen. Eine weitere Spitzenpräparation kann im Tunnelkontakt mit Hilfe von Spannungspulsen erfolgen. Hierbei wird die Tunnelspannung kurzzeitig erhöht, so dass die hohe Feldstärke an der Spitze einzelne Atomcluster abwerfen kann. Dies beeinflusst wiederum die Abbildungseigenschaften (allerdings nicht immer positiv).

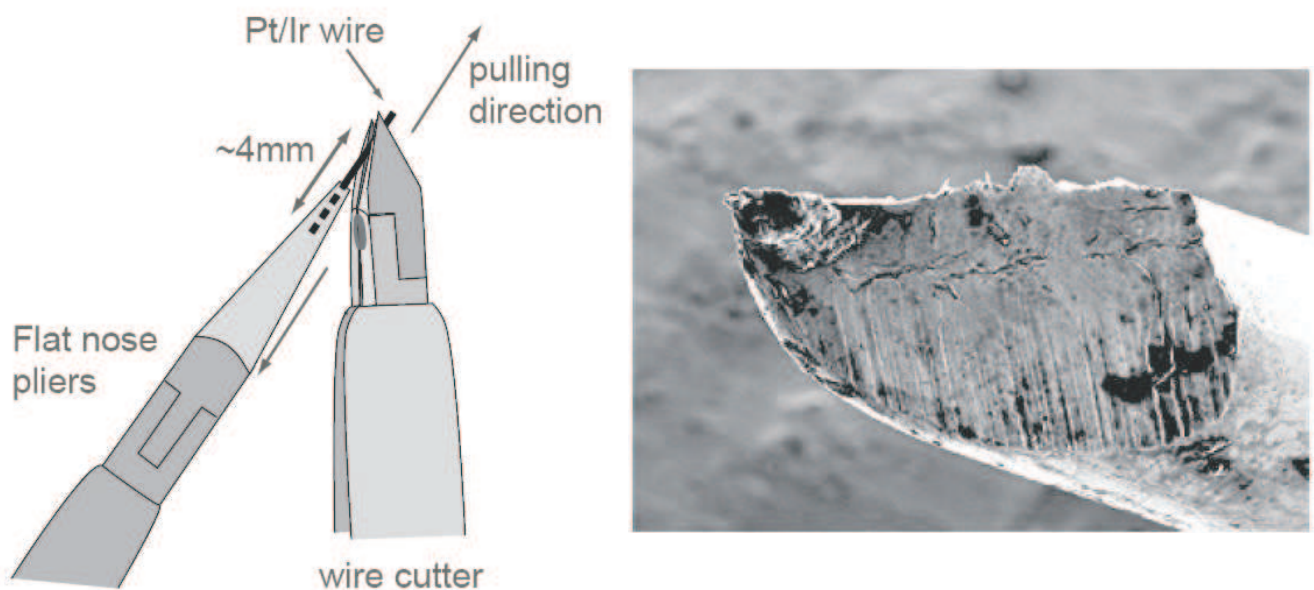


Abbildung 9 Herstellung einer Tunnelspitze durch Abreissen eines Drahtes aus Platin-Iridium und Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme einer gerissenen Pt-Ir Spitze.

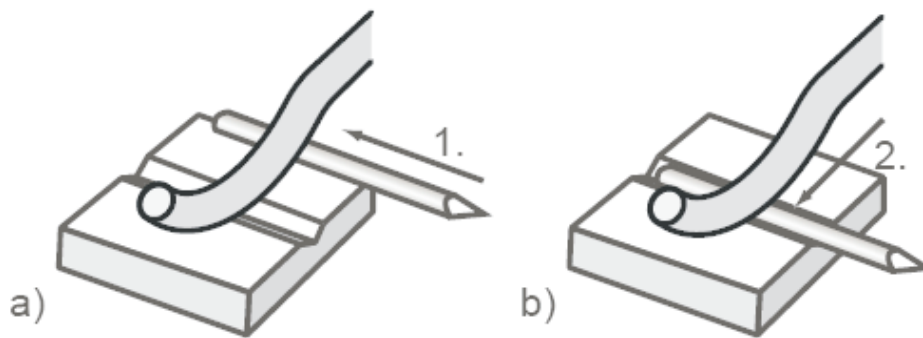


Abbildung 10 Befestigung einer neuen Spitze im Mikroskop: a) Bringen Sie den Spitzendraht parallel zu der Nut im Spitzenhalten. b) Schieben Sie vorsichtig den Spitzendraht seitlich unter die Feder in die Nut. Sollte dies zu schwergängig sein, kann die Feder vorsichtig mit einer Pinzette angehoben werden.

4.2 Grobannäherung

Die Annäherung der Spitze an die Probe stellt ein besonderes technisches Problem eines jeden STMs dar. Da der Tunnelstrom erst in einer Entfernung im nm-Bereich gemessen werden kann, kann dieser Abstand optisch nicht kontrolliert werden. Deshalb muss die Annäherung automatisch erfolgen. Nachdem eine Tunnelspannung und ein Sollwert des Stroms eingestellt wurde, wird der z -Piezo ausgehend vom vollständig zurückgezogenen Zustand langsam ausgefahren. Dabei ist der Regelkreis aktiv, stoppt die Bewegung also, wenn der Tunnelkontakt (Sollwert von I) erreicht ist. Falls kein Strom gemessen wird, obwohl der Piezo ganz ausgefahren ist, wird dieser wieder zurückgezogen, und der Schrittmotor macht einen Schritt in Richtung der Probenoberfläche. Dann wird der z -Piezo von neuem ausgefahren. Je nach Startentfernung kann diese Annäherung einige Minuten dauern. Vor dem Start der automatischen Grobannäherung sollte die Spitze mit Hilfe des Schrittmotors von Hand so dicht an die Probe gefahren werden, dass gerade noch eine Lücke erkennbar ist. Dabei kann es von Nutzen sein, dass die meisten metallischen Proben glatt und hoch-reflektierend genug sind, um die Reflexion der Spitze auf der Probeoberfläche sichtbar zu machen.

WICHTIG:

Bitte beachten Sie, dass der Probenträger nur an dem Griff am Ende angefasst werden darf (nicht den Metallkörper berühren), da Fingerfett auf die elektrische Leitfähigkeit beeinflusst!

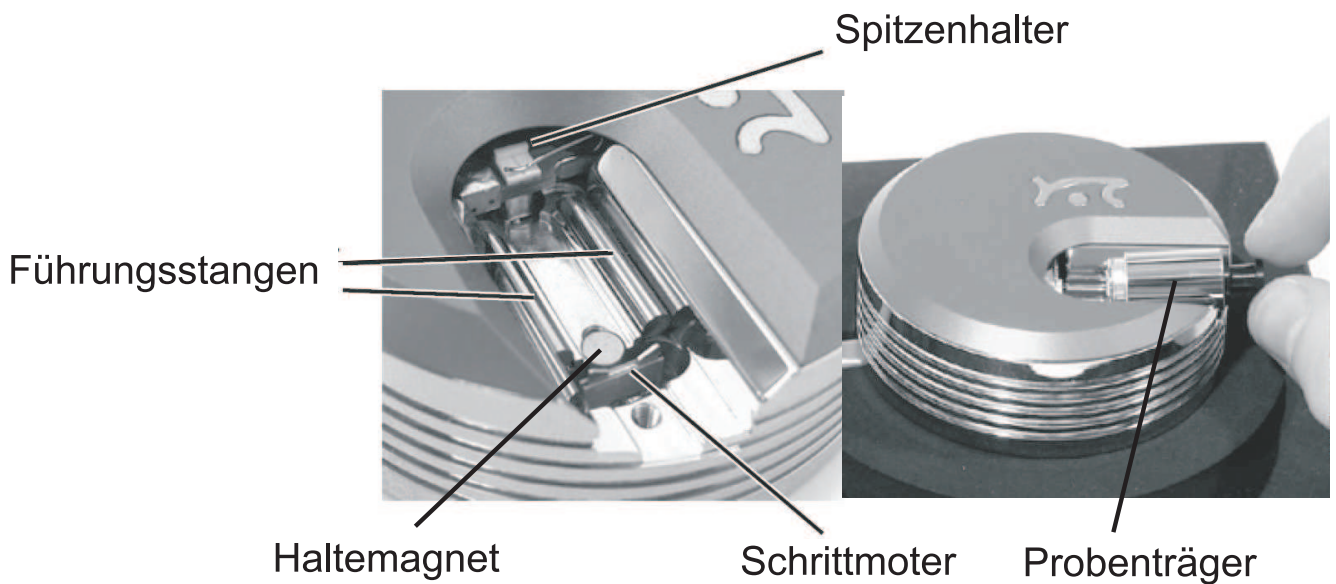


Abbildung 11 Grobannäherung der Probe an die Spitze: Der Probenträger (im Bild rechts dargestellt) wird von den Führungsstangen gehalten und liegt auf dem Schrittmotorantrieb auf. Der Haltemagnet dient zur Erhöhung des Anpressdrucks und somit zur Verstärkung der Reibungskraft.

5 Probensysteme und Aufgaben

5.1 Gold

Zunächst sollen auf einer relativ unebenen Probe die Regel- und Abbildungseigenschaften des Mikroskops untersucht werden. Dazu steht ein einige 100 nm dicker Goldfilm zur Verfügung, der auf einen Probenplättchen aufgedampft ist und anschließend erhitzt wurde. Gold ist kubischflächenzentriert (fcc) und bildet großflächige (111)-Terrassen aus. Die atomare Stufenhöhe beträgt 204 pm.

Suchen Sie zunächst mit einem großen Rasterbereich einen Bildausschnitt mit gut erkennbaren Strukturen (z.B. Stufenkanten, Inseln, Berge, etc.). Zoomen Sie ggf. in einen geeigneten Bildausschnitt hinein. Ändern Sie leicht den Strom bzw. die Spannung (entspricht dem Spitzenabstand), um eine möglichst scharfe Abbildung zu bekommen. Achtung: Bei stark unebenen Proben führt ein zu großer Strom bzw. eine zu kleine Spannung zu einem Spitzen-Crash. Ziel ist die Aufnahme eines Übersichtsbildes der Goldprobe mit möglichst optimalen Aufnahmeparametern, sodass die Oberfläche möglichst gut wiedergegeben wird.

Nehmen Sie im Spektroskopie-Modus die Strom-Abstands- und Strom-Spannungs-Kennlinie auf. Bestimmen Sie daraus die Höhe der Potentialbarriere und stellen Sie die normierte differentielle Leitfähigkeit in Abhängigkeit der Spannung dar. Diskutieren Sie Ihre Ergebnisse.

5.2 Hochorientiertes pyrolytisches Graphit (HOPG)

Im nächsten Teil soll die Oberfläche von HOPG abgebildet werden, einerseits um die Abbildungseigenschaften des Mikroskops an einer Graphitstufe zu untersuchen, und andererseits um die atomare Anordnung sichtbar zu machen. Anschließend soll anhand des bekannten Gitterabstands die Kalibrierung für die x - und y -Richtung überprüft werden.

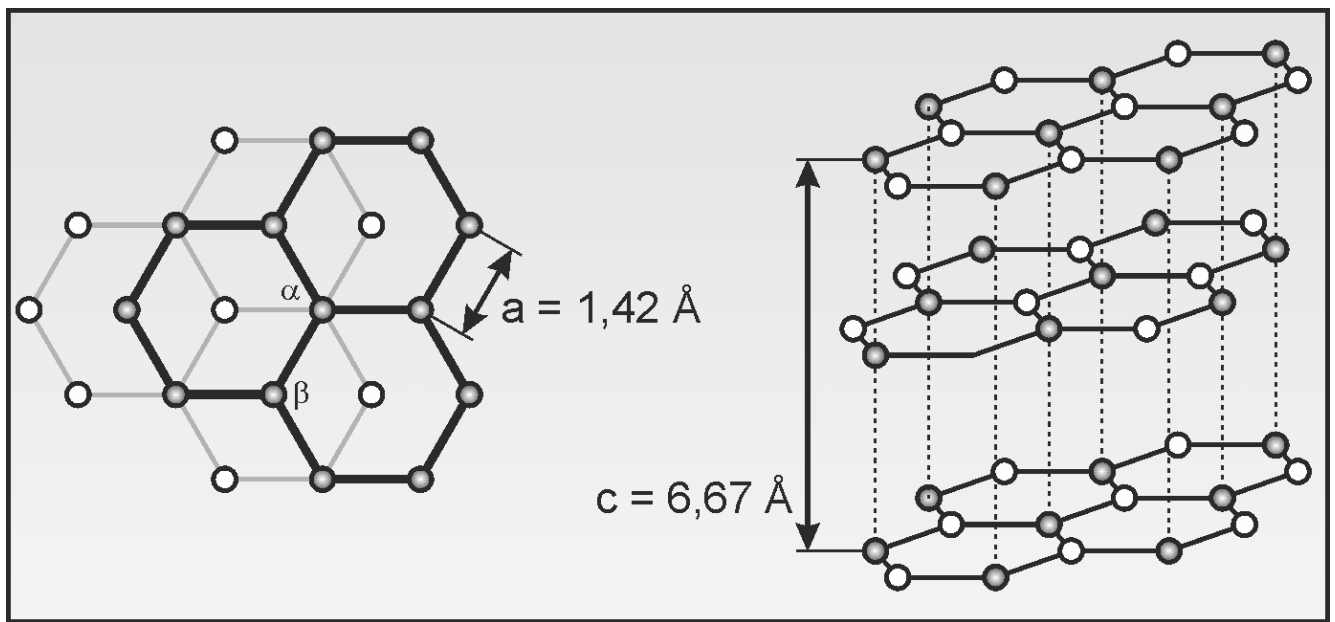


Abbildung 12 Darstellung der Schichtstruktur von hochorientiertem pyrolytischem Graphit (HOPG).^[9] Direkt übereinanderliegende Atome werden als sogenannte α -Sites (gestrichelt) gegenüber den nicht direkt übereinanderliegenden β -Sites im STM hervorgehoben.

Im Graphit sind die C-Atome sp^2 -hybridisiert und in Schichten angeordnet (siehe Abbildung 12), deren Folge mit ABAB charakterisiert werden kann. In einer Schicht bilden die Atome ein hexagonales Gitter mit einer Kantenlänge von 142 pm aus. Zwei Schichten A und B, deren Abstand 335 pm beträgt, sind so untereinander verschoben, dass nur jedes zweite Atom einen direkten Nachbarn in der darüber- bzw. darunterliegenden Schicht besitzt. Aus diesem Grund sind die Atome einer Schicht in ihrer elektronischen Struktur nicht gleichberechtigt. An der Oberfläche erscheint bei STM-Aufnahmen jedes zweite Atom hervorgehoben, so dass ein hexagonales Gitter mit einer erhöhten Gitterkonstanten gemessen wird.

Innerhalb einer Schicht sind die Atome über lokalisierte p-Bindungen verknüpft, während die Schichten untereinander nur über schwache van-der-Waals-Kräfte verbunden sind. Die schwachen Kräfte zwischen den Schichten äußern sich in einer leichten Spalt- und Verschiebbarkeit längs der Ebenen. Die jeweils vierten Valenzelektronen der C-Atome befinden sich in delokalisierten p-Orbitalen und bilden innerhalb einer Schicht ein zweidimensionales Elektronengas, das dem Graphit parallel zu den Schichten eine metallische Leitfähigkeit verleiht. Die Leitfähigkeit senkrecht zu den Schichten ist im Vergleich dazu um einen Faktor von 10^4 geringer.

Aufgrund dieser besonderen elektronischen und morphologischen Struktur wird das hexagonale Gitter in STM-Aufnahmen mit einer großen Korrugation abgebildet. Aus diesem Grund lässt sich bei HOPG relativ einfach eine atomare Auflösung erreichen und es kann daher gut zur Kalibrierung eines STMs in x - y -Richtung verwendet werden. Ein HOPG Kristall besitzt an seiner Oberfläche Schichten, die über eine Fläche von mehreren μm^2 ununterbrochen ausgedehnt sein können. Dies macht ihn für rastertunnelmikroskopische Untersuchungen so interessant. Mit einem Stück Klebeband lassen sich die obersten Schichten des Graphiteinkristalls durch leichtes Andrücken und vorsichtiges Abziehen entfernen. Dadurch entsteht eine saubere Oberfläche, die an Luft recht inert ist.

Nehmen Sie zunächst ein Übersichtsbild der Oberfläche mit maximalem Scanbereich auf. Die Oberfläche sollte glatt sein und keine Hügel aufweisen. Sind die Rasterzeilen alle stark unterschiedlich, so kann dies an einer unsauberen Spitze liegen. Wählen Sie einen Bereich mit mindest einer gut sichtbaren Stufenkante und optimieren Sie die Aufnahmeparameter.

Variieren Sie nun ausgehend von diesen Parametern den Integralteil der Regelung (min. 4 verschiedene Einstellungen über den gesamten Bereich) und speichern Sie jeweils die Bilder des z -Regelsignals bzw. des Stroms. Nehmen Sie dazu Höhenprofile einer Flanke mit Hilfe der Profile-Funktion von *Gwyddion* im z -Bild, sowie im Strom-Bild bei den unterschiedlichen I-Parametern auf. Achten Sie darauf, dass Sie das Höhenprofil immer durch die gleiche Probenstelle legen und bestimmen sie die Flankensteilheiten.

Bei dieser Untersuchung kommt es auch auf das Zusammenspiel mit den anderen Parametern wie Rasterzeit (Time/Line), Bildgröße und die Rauigkeit der Probe an. Grundsätzlich wird im Konstant-Strom-Modus gemessen. Wird jedoch die Regelgeschwindigkeit reduziert (kleiner I-Wert), kann die Spitze der Probenoberfläche immer schlechter folgen, was sich in Veränderungen im z - und Strom-Bild bemerkbar macht. Eine Erhöhung der Regelgeschwindigkeit kann zu einem Aufschwingen führen, was ebenfalls im Bild zu erkennen ist. Beide Extremfälle sollen ausprobiert und in der oben beschriebenen Messreihe vorhanden sein.

Welchen Einfluß hat die Erhöhung der Integrationszeit auf die Wiedergabe der Topographie? Nehmen Sie dazu Höhenprofile einer Flanke mit Hilfe der Profile-Funktion von *Gwyddion* im z -Bild, sowie im Strom-Bild bei den unterschiedlichen I-Parametern auf. Achten Sie darauf, dass Sie das Höhenprofil immer durch die gleiche Probenstelle legen und bestimmen sie die Flankensteilheiten.

Anhand der Bilder soll im Protokoll das Regelverhalten des Mikroskops diskutiert werden. Wie beeinflusst die Rasterzeit die Bildaufnahme? Dokumentieren Sie mit Hilfe von 4 verschiedenen Rasterzeiten die Veränderung im z - und I -Bild.

Bestimmen Sie die Anzahl der Atomlagen der Graphitstufenkanten im Bild mit Hilfe der *Gwyddion* Profilfunktion. Stimmen die Höhen mit den erwarteten Stufenhöhen überein?

Suchen Sie sich im nächsten Schritt eine glatte Terrasse und zoomen Sie in diese hinein (welche Rastergröße ist sinnvoll, um C-Atome zu sehen?). Optimieren Sie Spannung und Strom sinnvoll, bis Sie atomare Auflösung erzielen. Nehmen Sie Bilder im Konstant-Strom-, sowie im Konstant-Höhen-Modus auf (Regelparameter entsprechend wählen). Gibt es qualitative Unterschiede? Wurden mindestens drei Bilder mit atomarer Auflösung und unterschiedlicher Rastergröße erzielt, soll die Kalibrierung der x - bzw. y -Richtung des Mikroskops überprüft und ein Kalibrierungsfaktor für x und y bestimmt werden (Kalibrierungsfaktor = eingestellte Rastergröße/aus dem Bild bestimmte Größe).

Bitte führen Sie im Protokoll alle Bilder mit den ausgemessenen Strecken auf und dokumentieren Sie jeden Rechenschritt. Bestimmen Sie zum Schluss aus den drei x - und y -Werten jeweils den Mittelwert des Kalibrierungsfaktors.

Nehmen Sie im Spektroskopie-Modus die Strom-Abstands- und Strom-Spannungs-Kennlinie auf. Bestimmen Sie daraus die Höhe der Potentialbarriere und stellen Sie die normierte differentielle Leitfähigkeit in Abhängigkeit der Spannung dar. Diskutieren Sie Ihre Ergebnisse.

5.3 Zusammenfassung der Aufgabenstellung und Hinweise für das Protokoll

- **Goldprobe:**

Aufnahme eines Übersichtsbild nach Optimierung der Aufnahmeparameter. Anschließend Aufnahme der Strom-Abstands- und Strom-Spannungs-Kennlinie mit anschließender Rechnung und Diskussion.

- **Graphitprobe:**

Aufnahme eines Übersichtsbildes mit maximalen Rasterbereich und mindestens einer Graphitstufenkante. Bestimmung der Stufenkantenhöhe in Atomlagen. Gibt es eine Abweichung zum erwarteten Wert?

Aufnahme von z -Bild und Strom-Bildern für min. 4 verschiedene I -Werte des Reglers an einer Graphitkante. Danach soll die Auswirkungen der Rasterzeit (Time/Line) mit Hilfe von min. 4 verschiedenen Werten auf die Bildaufnahme dokumentiert werden (d.h. insgesamt 8 z -Bilder und 8 Strombilder). Wie ändert sich die topographische Abbildung der Oberfläche? Dokumentation mit Hilfe von Profillinien an einer Graphitkante. Bestimmen Sie für beide Variation jeweils die Flankensteilheit und diskutieren Sie die Ergebnisse. Aufnahme der Strom-Abstands- und Strom-Spannungs-Kennlinie mit anschließender Rechnung und Diskussion.

Suchen Sie eine glatte Stelle der Probenoberfläche und zoomen in diese hinein. Optimieren Sie den Abstand Spitze-Probe über die Parameter Tunnelstrom und Spannung, so dass Sie

eine gute atomare Auflösung erreichen. Nehmen Sie mindestens 3 Bilder für unterschiedliche Größen des Rasterbereichs im Konstant-Strom- und Konstant-Höhen-Modus auf (welche Regelparameter sind dafür sinnvoll?). Im Protokoll sollen die Bildgrößen in x - bzw. y -Richtung getrennt voneinander bestimmt werden (für jedes Bild mit unterschiedlicher Bildgröße, also $3x$ für die x - und $3x$ für die y -Richtung) und mit der eingestellten Rastergröße verglichen werden. Geben Sie einen x - und y -Korrekturfaktor (Kalibrierungsfaktor) an. In wie weit spielt eine thermische Scannerdrift oder -creep eine Rolle? Fehlerdiskussion nicht vergessen. Aufnahme der Strom-Abstands- und Strom-Spannungs-Kennlinie mit anschließender Rechnung und Diskussion.

Hinweis zum Protokoll: Bitte dokumentieren Sie jeden Rechenschritt (mit Fehlerrechnung) im Protokoll und stellen sie gemessene Strecken oder Höhenprofile immer in den Bildern zwecks Nachvollziehbarkeit dar. Anstelle eines umfassenden theoretische Teils sollte die Theorie in Form einer längeren Einleitung des Protokolls verarbeitet werden.

5.4 Steuerungssoftware

5.4.1 EasyScan 2

Die Mikroskopsteuerung und Datenaufnahme geschieht mit einem PC und der EasyScan-Software. Abbildung 13 zeigt einen Screenshot des Hauptbedienmenüs. In der linken Navigator-Leiste können die Menüs für die Grobpositionierung (POSITIONING), der Bildaufnahme (IMAGING), sowie die Messparameter (Z-CONTROLLER) ausgewählt werden. Im Folgenden werden die wichtigsten Funktionen der Software kurz erläutert:

Menü POSITIONING:

- Advance: Probenträger schnell an die Spitze fahren (Taste gedrückt halten).
- Retract: Probenträger schnell zurück fahren (Taste gedrückt halten).
- Withdraw: Probenträger nur wenige Schritte von der Spitze entfernen.
- Approach: Probe wird automatisch der Spitze angenähert und stoppt sobald der eingestellte Tunnelstrom erreicht ist (Standardparameter für die Annäherung: $U = 1 \text{ V}$, $I = 1 \text{ nA}$).

Menü IMAGING:

In diesem Fenster werden die aufgenommenen Bilder der Probe dargestellt. Oben das Bild des z -Reglers (für die Vorwärts- und Rückwärtsrichtung der Spitze). Darunter das Strombild (ebenso für beide Richtungen) und ganz unten die aktuellen Rasterprofile des z -Signals.

-
- Image width: Breite des Rasterbereichs (i.d.R. wird Breite = Höhe gewählt).
 - Time/Line: Zeit, die für eine Rasterzeile benötigt wird.
 - Points/Line: Anzahl der Bildpunkte pro Linie (STANDARD: 256).
 - Rotation: Drehung des Rasterbereichs.
 - Start: Startet den Rastervorgang (solange bis STOP gedrückt wird).
 - Finish: Stoppt den Rastervorgang nach Aufnahme eines kompletten Bildes.

Aufgenommene Bilder können wie folgt exportiert bzw. abgespeichert werden: Grundsätzlich werden alle vollständig aufgenommenen Bilder in der sogenannten Gallery abgespeichert. Von hier aus können die Bilder im .nid-Format kopiert bzw. verschoben werden. So abgespeicherte Bilder können mit der Software *Gwyddion* geöffnet, bearbeitet und ausgewertet werden. Die Bilder enthalten dabei auch alle relevanten Aufnahmeparameter, welche in *Gwyddion* im sogenannten Meta-Datenbrowser aufgerufen werden können.

Menü Z-CONTROLLER:

- Setpoint: Sollwert des Tunnelstroms.
- P: Proportionalanteil des Regler (STANDARD: 1000).
- I: Integralteil des Reglers (hohe Werte = kurze Integrationszeit).
- D: Differentialteil des Reglers (STANDARD: 0).
- Tip voltage: Tunnelspannung, die an die Spitze angelegt wird.

Menü SPECTROSCOPY:

- Modulated output: Hier wird eingestellt, welche Kennlinie aufgenommen werden soll. Z-Axis für die Strom-Abstands-Kennlinie und Tip voltage für die Strom-Spannungs-Kennlinie.
- Start value: Startwert der Messung
- End value: Endwert der Messung
- Modulation time: Messzeit

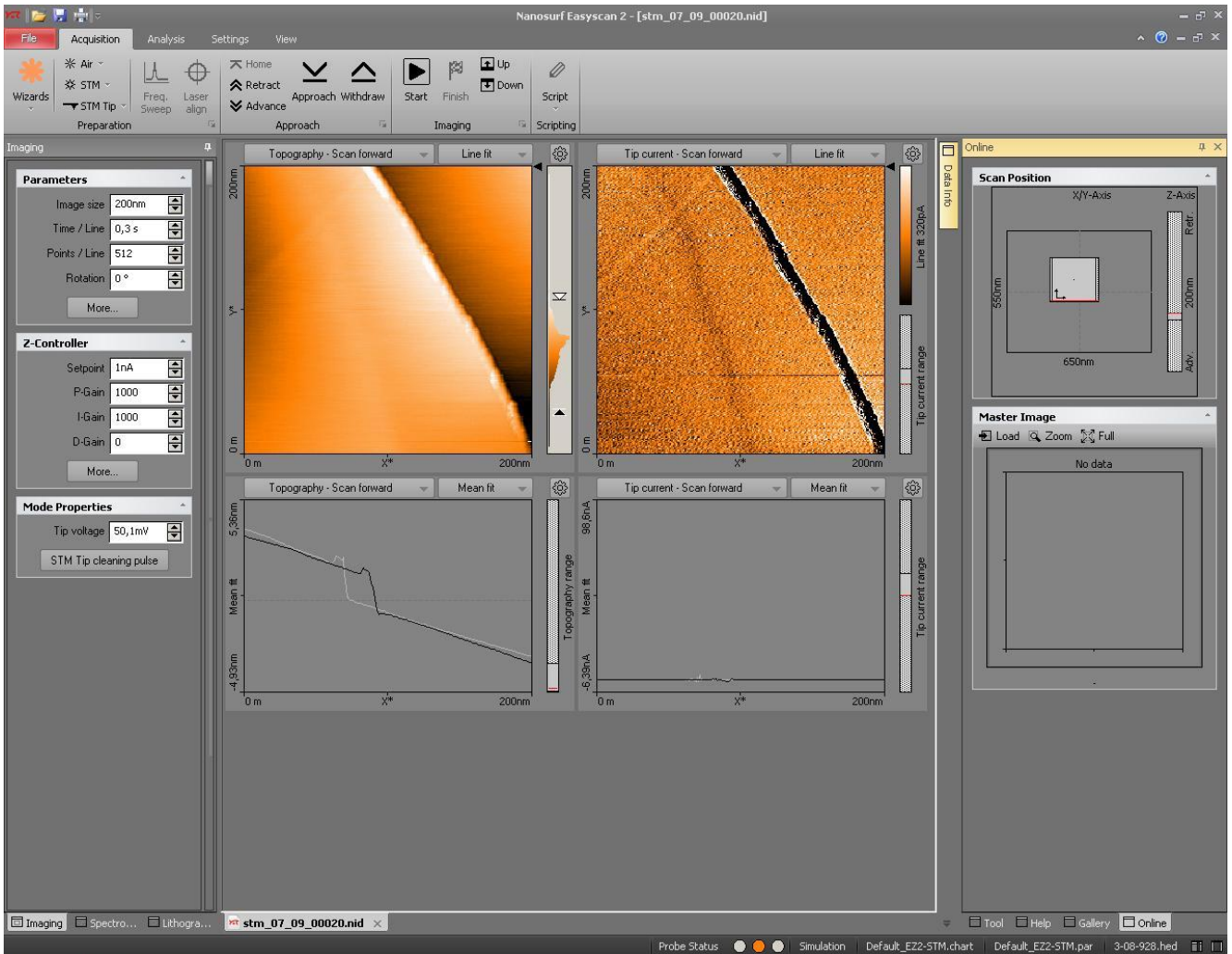


Abbildung 13 Bedienmenü des Datenaufnahmeprogramms. In der linken Navigator-Leiste können die Menüs für die Grobpositionierung (POSITIONING), die Bildaufnahme (IMAGING), die Messparameter (Z-CONTROLLER) sowie für die Spektroskopiemessungen (SPECTROSCOPY) ausgewählt werden. In der Mitte werden die aktuell gemessenen Bilder dargestellt. Die rechte Seitenleiste enthält nützliche Werkzeuge zum Speichern und Betrachten von Aufnahmen und der Wahl der zu untersuchenden Probenstelle.

5.4.2 Gwyddion

Die Auswertung der Daten erfolgt mit dem Programm *Gwyddion*, welches kostenlos unter <http://gwyddion.net> heruntergeladen werden kann. Hiermit können Aufnahmen dargestellt, 3D-Ansichten generiert werden und Höhenprofile erstellt werden. Die gespeicherten .nid-Dateien erhalten weiterhin alle wichtigen Aufnahmeparameter (Bildgröße, Rasterbereich, Reglereinstellung usw.), welche im Protokoll angegeben werden sollen.

Bildauswahl und Aufnahmeparameter:

Unter *Info* → *Data Browser* können die verschiedenen Bilder (Höhe, Amplitude) ausgewählt werden. Durch einen Rechtsklick auf eines der Bilder (alternativ Strg+Shift+B) kann der Metadaten-Browser aufgerufen werden. In diesem sind sämtliche Aufnahmeparameter aufgeführt, die zur vollständigen Protokollierung der Daten benötigt werden.

Bildbearbeitung und Export:

Die Darstellung der Bilder erfolgt zu Beginn als einfache Rohdaten. Unter *Data Process* im Hauptfenster findet ihr für die Nachbearbeitung verschiedene Möglichkeiten. Über den Knopf mit den durchgezogenen Linien erhaltet ihr z.B. Zugang zu einfachen Fit-Methoden. Zudem bietet es sich an, die z-Achse mittels *Shift minimum data value to zero* anzupassen. Auch eine Veränderung des effektiv genutzten Farbraums kann für eine gute Darstellung von großem Nutzen sein. Hierfür findet sich unter *Tools* → *Stretch Color Range* eine Möglichkeit die Minimal- und Maximalwerte händisch anzupassen. Das fertige Bild kann unter *File* → *Save As* (Strg+Shift+S) exportiert werden, indem die Änderung des Dateinamens von .nid auf .png geändert wird. Im daran anschließenden Fenster kann unter den verschiedenen Reiter unter anderem die Auflösung, die Lage der Achse, die Farbgebung dieser, eine Legende, etc. angepasst werden. Durch *Ok* lässt sich das Bild abspeichern. Um mehrere Bilder gleich ablegen zu können, ist es ratsam durch den letzten Reiter *Presets* ein Profil zu erstellen, welches immer wieder verwendet werden kann.

Profile extrahieren:

Tools → *Extract Profile* liefert ein Fenster, das es ermöglicht nach dem Ziehen einer Profillinie im Hauptbild dessen Höhenverlauf abzubilden. Nach dem Bestätigen dieser Linie kann das so erhaltene Profil durch einen Rechtsklick auf dieses als Textdatei gespeichert und in einem Programm der Wahl weiter verarbeitet werden. Einfache Messungen von Abständen oder Ähnlichem können auch direkt in *Gwyddion* durchgeführt werden.

Literatur

- [1] G. Binnig und H. Rohrer, *Scanning Tunneling Microscopy*, Helv. Phys. Acta **55**, 726, 1982.
- [2] G. Binnig, H. Rohrer und C. Gerber, *Tunneling through a controllable vacuum gap*, Appl. Phys. Lett. **40**, 178, 1982.
- [3] C.J. Chen., *Introduction to Scanning Tunnelling Microscopy*, Oxford University Press, New York, 1993.
- [4] H.-J. Güntherodt und R. Wiesendanger, *Scanning Tunneling Microscopy I-III*, Springer Verlag, Berlin, 1991.
- [5] R. Wiesendanger, *Scanning probe microscopy and spectroscopy*, Cambridge University Press, Cambridge, 1994.
- [6] J. Tersoff und D.R. Harmann, *Theory of the scanning tunneling microscope*, Phys. Rev. B **31**, 805, 1984.
- [7] R.J. Hamers, *Atomic-Resolution Surface Spectroscopy with the Scanning Tunneling Microscope*, Annu. Rev. Phys. Chem. **40**, 531, 1989.
- [8] I. Saaki, *Unified Tuning of PID Load Frequency Controller for Multi Area Power Systems via IMC*, MathWorks R2009b, 2009.
- [9] S. Krause, *Advanced Practical Course - STM Calibration*, stefankrause.com/teaching/fp-kurzversuch, aufgerufen am: 17.05.2018 um 11:15 Uhr.