



Rastertunnelmikroskop

Versuch Nr. 3

Ausarbeitung - Verbesserung - 19. November 2012

Ausgearbeitet von Martin Günther und Nils Braun

Durchführung und Präparation

Alle hier dargestellten Bilder wurden nach der in der Vorbereitung angegebenen Methodik aufgenommen. Die verwendete PtIr-Spitze musste dabei oft getauscht werden, da Bildfehler sichtbar wurden (siehe auch unten).

Falls nicht anders vermerkt wurden alle Bilder mit einer Zeitkonstante von 0.6 s pro Messungszeile und Verstärkungsfaktoren von 1000 (P-Gain) und 100 (I-Gain) aufgenommen. Der Schwellstrom lag bei 5 nA und die Spannung an der Spitze bei 0.25 V. Diese Kombination der Parameter lieferte in fast allen Fällen gute Ergebnisse. Nur bei noch starker Vergrößerung mussten wir die Verstärkungsfaktoren erhöhen (etwa um den Faktor 5) um gute Ergebnisse zu erzielen.

Nachdem Spitze und Probe präpariert waren, wurde die Probe erst manuell dann computergestützt an die Spitze angenähert. Dieser Prozess wurde von einem Piezokristall übernommen, welcher durch verschiedene Geschwindigkeiten und unter Ausnutzung von Haft- und Gleitreibung den Probenhalter immer näher an die Spitze angeführt hat, bis ein Abstand im Ångströmbereich erreicht wurde.

Die hier gezeigten Bilder sind alle schon mit skalierten Achsen nach der Eichung. Die Ergebnisse der Eichung sind in den nachfolgenden Kapiteln beschrieben. Die im Text genannten Bilder sind im Anhang zu finden.

1 NanoGrid und xy -Eichung

Das erste untersuchte Material war ein so genanntes NanoGrid. Es besteht aus einer in bei-

den Richtungen sehr regelmäßigen Struktur aus AuPd, deren Elektronenverteilung einen jeweiligen Abstand von 160 nm besitzen. Zwei der entstandenen Bilder sind in Abbildung 1 (a) und (b) zu sehen. Vor allem in der ersten Abbildung ist die gute regelmäßige Struktur zu erkennen. Die Messbedingungen scheinen also gut gewesen zu sein. Die dunkle Stelle im oberen rechten Teil des Bildes könnte ein Defekt im Gitter aufgrund mechanischer Einwirkungen sein.

Das zweite Bild wurde mit einer offensichtlich verformten Spitze aufgenommen, da es zwar physikalisch den gleichen Sachverhalt zeigen sollte aber extrem deformiert scheint. Die Spitze hat wahrscheinlich eine endliche Ausdehnung in eine Richtung gehabt (oder sogar eine zweite von der ersten getrennten Spitze) und hat somit zu Geisterbildern geführt. Bei der Interpretation der RTM-Bilder ist es also immer wichtig, auch die Messbedingungen in Betracht zu ziehen.

Wichtig ist auch zu erkennen, dass das eigentliche RTM-Bild mitunter wenig mit der wahren Oberflächengegebenheit zu tun hat. Das RTM zeigt Flächen gleicher Elektronendichte und gleichem Abstand. Hier vortretende Flächen können in Wirklichkeit einen größeren räumlichen Abstand von der Spitze haben.

Das dritte Bild 1 (c) zeigt ein mit Mathematicaⁱ erstelltes Bild der einzelnen Cluster im Bild. Zusammenhängende Bildteile sind jeweils gleich gefärbt. Die regelmäßige Elektronenstruktur ist klar zu erkennen. Die Strecken A und B wurden vermessen. Sie strecken sich jeweils über 5 (für A) oder 4 (für B) Zellen und müssten damit theoretisch eine Länge von 960 nm bzw. 800 nm besitzen. Wir maßen jedoch (vor der Eichung)

ⁱQuelle: www.wolfram.com/mathematica/

für A eine Strecke von 636.5 nm und für B 521.4 nm. Dies ergäbe eine Zellengröße von 127.3 nm bzw. 130.35 nm. Wie man sieht, stimmt die Eichung der Piezoelemente nicht. Die gemessenen (im Bild grauen) Winkel betragen 6 und 16 Grad und können somit als klein angenommen werden. Es ist deshalb nicht nötig, die Winkelbeziehungen zu benutzen. Wir erhalten somit einen Eichfaktor von

$$\alpha_x = \frac{160 \text{ nm}}{130.35 \text{ nm}} \approx 1.227$$

$$\alpha_y = \frac{160 \text{ nm}}{127.3 \text{ nm}} \approx 1.257$$

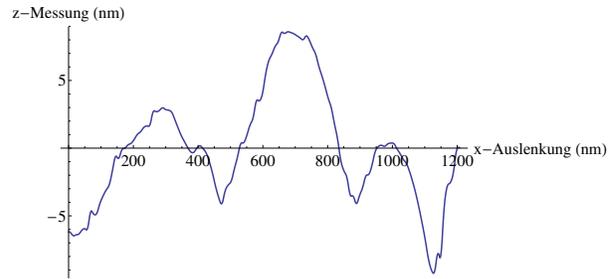
Alle erhaltenen x- und y-Ablenkungen müssen also noch mit diesen Faktoren reskaliert werden. Da wir nichts über etwaige Fehler in dem Messaufbau wissen, können wir den Fehler in dieser Darstellung schwer abschätzen. Die Faktoren sind in beiden Richtungen fast identisch. Der Winkel zwischen den beiden Strecken A und B weicht auch nur um 10 Grad von einem rechten Winkel ab-

2 Gold und z-Eichung

Als zweites untersuchten wir zwei geflämmte Goldoberflächen. Durch das Flämmen bilden sich auf dem aufgedampften Gold durch Diffusionsprozesse terrassenartige Schichten in (111)-Richtung des Kristalls.

Die dazugehörigen Bilder sind in Abbildung 2 zu sehen. 2 (a) zeigt ein Übersichtsbild des Goldes. Die länglichen Strukturen, welche senkrecht durchs Bild verlaufen sind die einzelnen Schichten, welche sich beim Flämmen gebildet haben. Wie man an der Farbverteilung sieht, bestehen sie hauptsächlich aus einem flachen Terrain. Da-

zwischen - an den Kanten - fällt die Elektronendichte stark ab. Bei 602 nm in y-Richtung wurde eine komplette Linie als Graph aufgetragen.



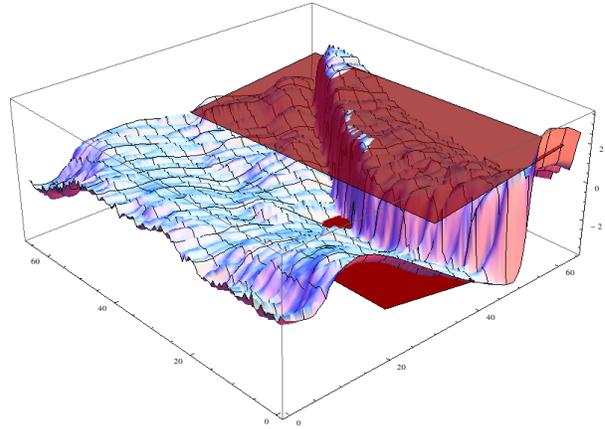
Sehr gut zu erkennen ist die hügelartige Struktur im "Höhenprofil" (welches eigentlich nur die Elektronendichte angibt. Da es sich aber hier um immer gleiche Atome handelt, lässt sich somit direkt auch die Höhenverteilung folgern). Die Kanten sind in der Messung nicht scharf sondern scheinen abgerundet. Neben Messfehlern aufgrund diskreter Messpunkte kommt es auch noch zu einem anderen Effekt: Die Spitze des RTM ist - ist sie auch noch so gut - immer kugelförmig. Scharfe Kanten können deshalb nicht als solche abgebildet werden. Die beiden nächsten Bilder 2 (b) und (c) zeigen vergrößerte Strukturen jetzt von der zweiten Goldprobe (die erste Probe war nicht von genügend guter Qualität um diese kleinen Strukturen zu erkennen. Beim Flämmvorgang scheinen sich die Strukturen nicht gut genug gebildet haben zu können.). Bild 2 (b) zeigt sehr kleine Goldterrassen, welche jeweils nur 20 - 100 nm breit sind. Bild 2 (c) zeigt eine Vergrößerung einer einzelnen Kantengrenze. Aufgrund der großen Vergrößerung ist es beim Aufnehmen dieses Bildes zu kleinen Fehlern gekommen (zu sehen an den gezackten Grenzen). Da die Linien sequentiell in y-Richtung abgetastet werden, kann es zwischen den Messungen zu thermischen Drifts, Schwin-

gungen oder - am ehesten - zu Veränderungen an der Messspitze kommen. Bei diesen Längenskalen sind diese sehr kleinen Störungen messbar.

Noch schlimmer wurden diese Effekte zum Beispiel bei der Aufnahme des Bildes 2 (d). Hier hat eine Störung während der Aufnahme (oder auch ein falsch eingestellter Verstärkungsfaktor) zu den verrauschten Bildteilen geführt. Die RTM-Aufnahme beinhaltet auch eine Analog-Digital-Wandlung, welche bei falsch gewählten Gain-Parametern zu falschen Ergebnissen führen kann.

Wie in dem y-z-Bild oben zu sehen ist, sind die Gitterebenenkanten gut zu sehen. Solche Bilder des hoch aufgelösten Goldes lassen sich deshalb nutzen, die z-Eichung durchzuführen. Dazu wurden 4 Bilder (zwei davon wurden schon besprochen) zeilenweise in x-Richtung abgetastet und alle auftretenden Höhenunterschiede gemessen. Die Ergebnisse wurden in das Histogramm in Abbildung 3 (f) eingetragen. Die hohe Auftretsrates des Höhenunterschieds Null ist klar, betrachtet man die großen Terrains auf der Goldoberfläche. Des Weiteren sind Höhenunterschiede im Vielfachen von ungefähr 0.35 \AA signifikant häufiger auftretend als die anderen Unterschiede (die wahrscheinlich durch Rauschen entstanden sind). Wir schließen deshalb darauf, dass der gemessene Netzebenenabstand 0.35 \AA oder ein Vielfaches davon beträgt. Theoretisch sollte er 2.4 \AA betragen. Um zu überprüfen, welches Vielfache wir erhalten haben, betrachteten wir 2 (c) in der 3D-Ansicht und passten zwei Ebenen einmal an den hohen und an den niedrigen Teil an (wie in folgender Abbildung zu sehen). Der Abstand der beiden Ebenen an der Kante beträgt ziemlich genau 11 mal 0.35 \AA .

Wir schließen deshalb darauf, dass die von uns gemessene Kante 3.85 \AA anstatt 2.4 \AA beträgt. Die z-Messwerte müssen deshalb mit einem Faktor 0.623 reskaliert werden.



Als weiteren Schritt untersuchten wir bei den beiden Goldproben die Stromspannungsabhängigkeit und die Strom-Abstandskurve. Bei allen Kurven wurden jeweils 8 Vorwärts- und Rückwärtsbewegungen gemessen und daraus der Mittelwert gebildet. Die Ergebnisse sind in Abbildung 3 (a) bis (e) zu sehen.

Erst einmal ist zu bemerken, dass die erwartete lineare Abhängigkeit bei dem Stromspannungskurven $I \propto U$ sehr gut gezeigt werden konnte. Offensichtlich folgen die Messpunkte sehr gut der linearen Regressionsgerade. Auch sieht man am Unterschied zwischen Bild (a) und (b) den Einfluss der Verstärkungsfaktoren. Höhere Faktoren geben zwar mehr Signale - aber mehr Rauschen und damit eine größere Ungenauigkeit. Bei den beiden Kurven (b) und (c) stimmen die Messergebnisse der Vorwärts- und Rückwärtsrichtung sehr gut überein, was auf gute Messbedingungen schließen lässt.

Auch erkennt man, dass alle Fermieniveaus kon-

tinuierlich angeregt werden. Es befand sich also kein anderen Stoff zwischen Spitze und Probe - die Messeinrichtung war nicht verschmutzt.

Die Strom-Abstandskurven zeigten ein sehr gutes exponentielles Verhältnis $I \propto \exp -d$ wie auch theoretisch erwartet. Hier war jedoch vor allem in Bild (d) der Unterschied zwischen den beiden Messrichtungen groß. Zwar wissen wir nicht, wie der Abstand bestimmt wurde, doch ist dies sicher kein Indiz für besonders gute Messbedingungen.

Aus dem Parameter der Exponentialfunktion, welcher an die Messwerte gefittet wurde, kann die effektive Potentialbarrierenhöhe extrahiert werden. Sie lauten 3.55 und 3.463 pro nm für die erste Goldprobe und 1.34 und 1.92 pro nm für die zweite. Über die Formelⁱⁱ

$$\phi = \left(\frac{\kappa}{2}\right)^2 \frac{\hbar^2}{2m_e}$$

kann jeweils die mittlere Potentialhöhe berechnet werden. Man erhält 0.12 bzw. 0.11 eV für die erste und 0.017 bzw. 0.036 eV für die zweite Probe. Zuerst einmal fällt auf, wie klein die Potentialbarrieren sind, obwohl sie im Vakuum 4 - 5 eV betragen. Dies kommt von den schon in der Vorbereitung erläuterten Effekten. Auch ist erstaunlich wie groß die Unterschiede zwischen den beiden Goldproben sind. Da wir aber auch große Unterschiede in ihrem Aufbau festgestellt haben, erscheint es uns auch plausibel, dass sie solche Unterschiede in ihrem Potential besitzen.

Leider weichen gerade bei der zweiten Goldprobe die Messwerte weit voneinander ab. Dies liegt an den schon genannten scheinbar schlechteren Messbedingungen bei dieser Messung (die bei-

den Kurven liegen ja auch nicht aufeinander). Physikalisch macht es natürlich wenig Sinn, warum die Messergebnisse fast um den Faktor 2 unterschiedlich sein sollten.

3 Graphit

Als letzte Probe haben wir noch Graphit untersucht. Aufgrund der Schichtstruktur bietet es sich an, durch RTM untersucht zu werden, da die oberen - möglicherweise verdreckten Schichten - einfach durch Ablösen mit einem handelsüblichen Klebeband entfernt werden können. Dieser Prozess ist in Abbildung 4 (a) dargestellt, bei dem man im oberen Bildteil eine höher liegende Schicht erkennen kann. Diese wurde offensichtlich beim Ablösen mit dem Klebeband nicht komplett entfernt. An der sehr schmalen Kante kann man jedoch erkennen, dass beim Ablösevorgang wirklich nur sehr wenig Schichten entfernt werden.

Nach diesem Übersichtsbild haben wir versucht, ein hochaufgelöstes Bild der atomaren Struktur zu erhalten. Nach mehreren Spitzenwechseln und Variation der Parameter (höhere Verstärkungsfaktoren P-Gain und I-Gain von 5000 und 300 und eine Zeitskala von 1 s pro Messung) ist Abbildung 4 (b) das beste Bild, welches wir erhalten konnten. In y-Richtung ist eine klare Unterteilung der Elektronendichte zu erkennen. Einzelne Linien bilden sich aus. In x-Richtung ist diese Unterteilung leider nicht ganz so klar, was an Drifts bei der Messung oder einer nicht perfekten Spitze liegen kann.

Was man jedoch selbst bei dieser eher schlechten Bildauflösung erkennen kann ist, dass die sicht-

ⁱⁱDer Faktor 1/2 entsteht, da der Fit an die Funktion $e^{-\kappa d}$ gemacht wurde, obwohl die theoretische Formel $e^{-2\kappa d}$ lautet

baren Erhebungen im Bild eher eine rechteckige Symmetrie aufweisen statt der theoretisch zu erwartenden hexagonalen. Dies entsteht, da wir nur jedes zweite Atom (bzw. seine Elektronendichte) sehen können (siehe auch Vorbereitung). Auch hier erkennen wir also wieder, dass das mit dem RTM aufgenommene Bild nichts über die wirkliche Struktur sondern nur über die Elektronenwellenfunktionen aussagt.

Auch erkennt man einen leichten Drift bei der Messung. Die Periodizität in x- sowie in y-Richtung ist am oberen Bildrand anders als am unteren. Die Probe oder die Spitze hat sich also während des Messvorgangs leicht (um ca. 0.5 \AA) bewegt. Eine höhere Auflösung war leider nicht möglich. Dies kann an den zu schlechten Spitzen oder an zu großen Schwingungen im Messaufbau liegen.

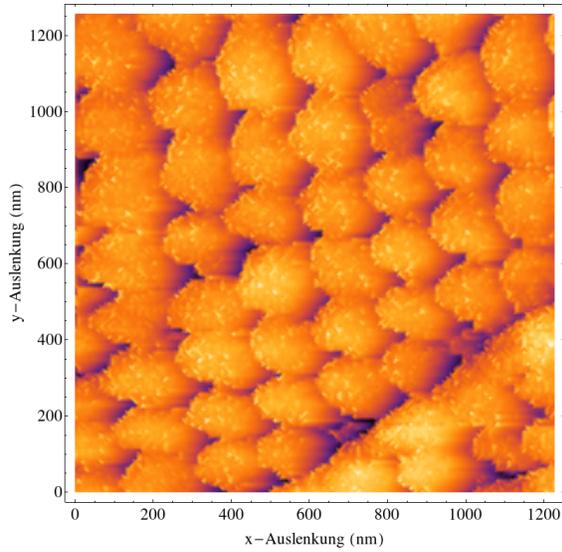
Auch beim Graphit konnten wieder eine Strom-Spannungs- und eine Strom-Abstandskurve aufgenommen werden. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4 (d) zu finden. Gerade die beiden Ausgleichsgeraden im Strom-Spannungsbild liegen sehr gut aufeinander - was eigentlich ein Bild für gute Messbedingungen im gewählten Spannungsbereich ist. Auch erkennt man gut eine $I \propto U$ Abhängigkeit, welche ja auch erwartet wurde. Auch das Strom-Abstandsbild zeigt die erwartete exponentielle Abhängigkeit. Wie oben kann aus den gefitteten Parameter die mittlere Potentialbarrierenhöhe berechnet werden. Für den Parameter im Fit erhält man 0.537

bzw. 1.323 und daraus dann eine mittlere Barrierenhöhe von 0.0028 eV bzw. 0.0167 eV. Wie man sieht weichen die Ergebnisse für die beiden Messrichtungen stark voneinander ab. Wir können uns dies wiederum nur durch schlechte Messbedingungen - wie Spitzenverformung oder -verschmutzung - erklären. Man erkennt jedoch, dass die Barriere weit aus kleiner ist, als die 4 - 5 eV, welche im Vakuum erwartet wurden.

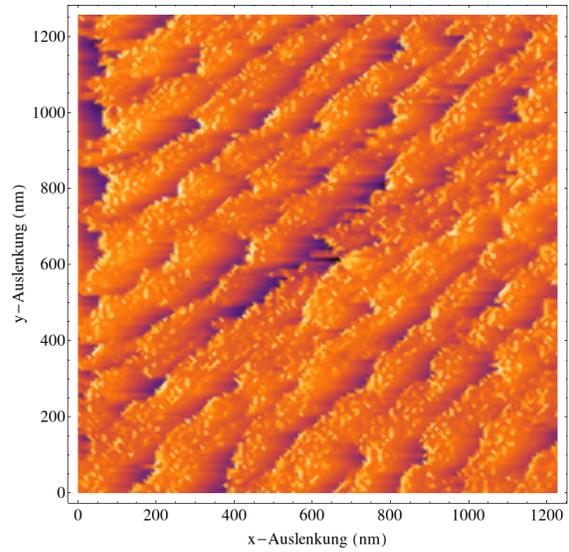
Zumindest die Periodizität in y-Richtung ist so gut genug zu erkennen, um unsere oben getroffene Eichung zu überprüfen. Wir vermaßen also den Abstand zwischen 20 Atomlinien (siehe Bild 4 (c)). Er beträgt in unserem Bild (vor der oben getroffenen Eichung) 3.492 nm, also entsprechend 4.309 nm nach der Eichung. Theoretisch erwartet hätten wir einen Abstand von 4.9 nm (da der Abstand zwischen jeweils zwei Atomen gerade 2.46 \AA beträgt). Dies ist eine Abweichung von 12 %. Gründe liegen sicher in der viel höheren Auflösung in diesem Bild im Gegensatz zu dem, bei dem die Eichung vorgenommen wurde, möglichen Schwingungen und Ungenauigkeiten in der Messung oder der Spitze und der Tatsache, dass zwischen der Messung der ersten Eichung und dieser Messung nicht nur einiges an Zeit (thermische Drifts) sondern auch das mehrmalige Wechseln der Spitze liegt.

Quellen

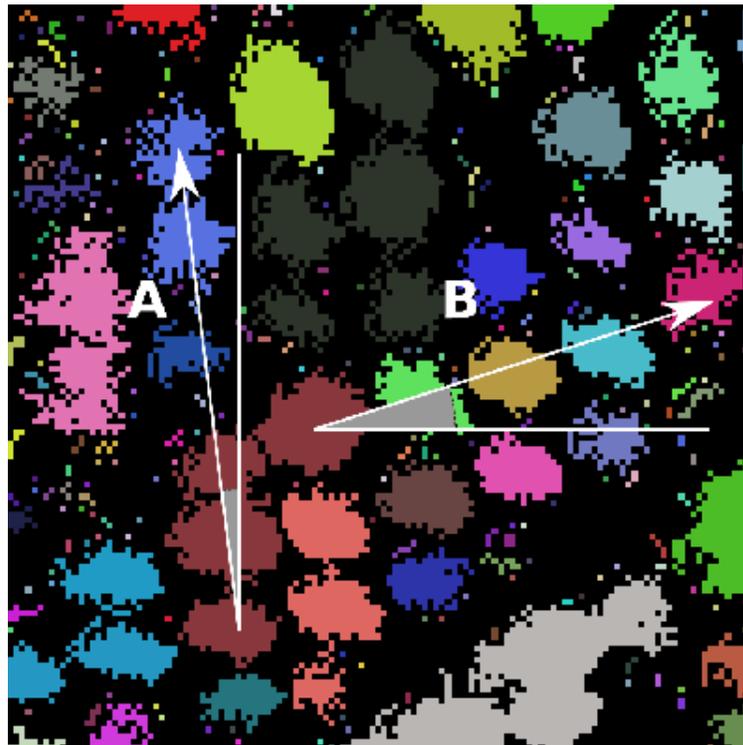
Vorbereitungshilfe



(a) NanoGrid bei mäßiger Vergrößerung. Die regelmäßigen Strukturen sind gut zu erkennen.

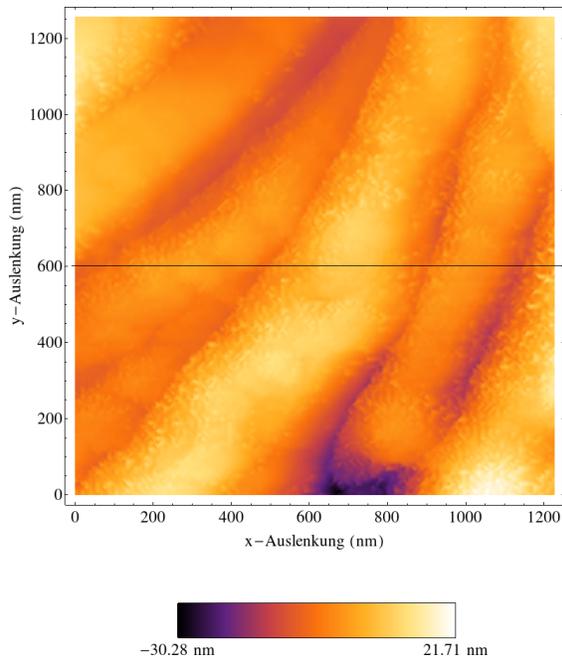


(b) Ähnliches Bild wie daneben, nur mit einer schlechten Spitze. Die Punkte scheinen in die Länge gezogen.

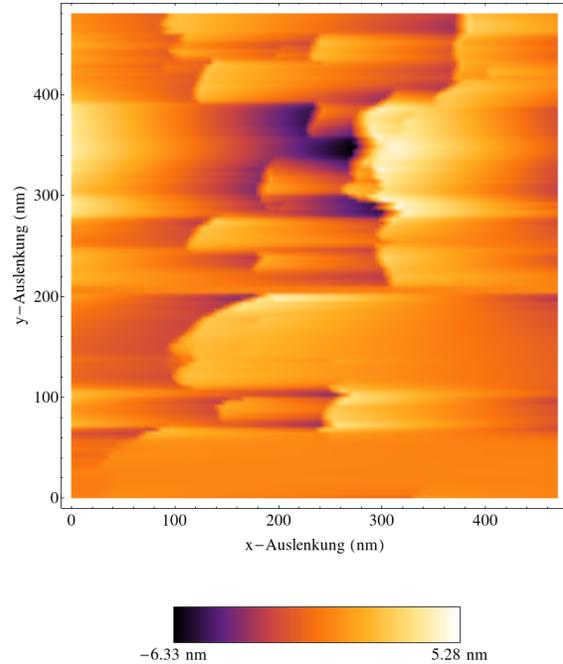


(c) Die Regelmäßigkeit der Struktur ist so gut, dass wir daran die xy -Eichung vornehmen können.

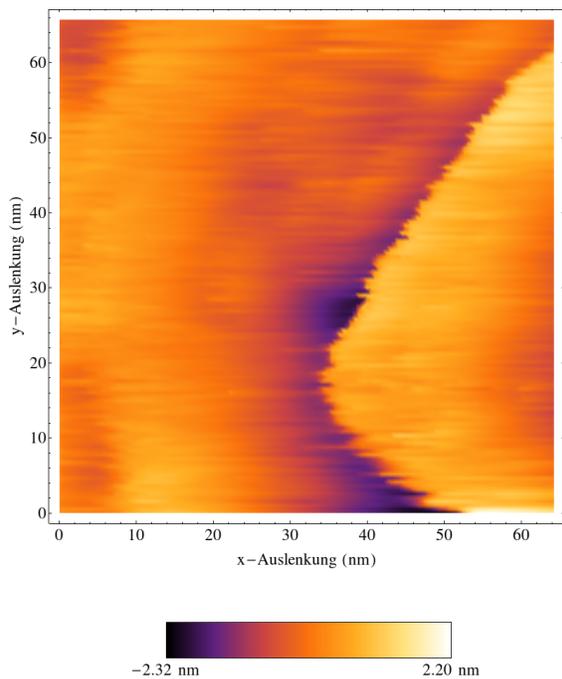
Abbildung 1: Vergrößerungsbilder des NanoGrids und Eichung der xy -Koordinaten.



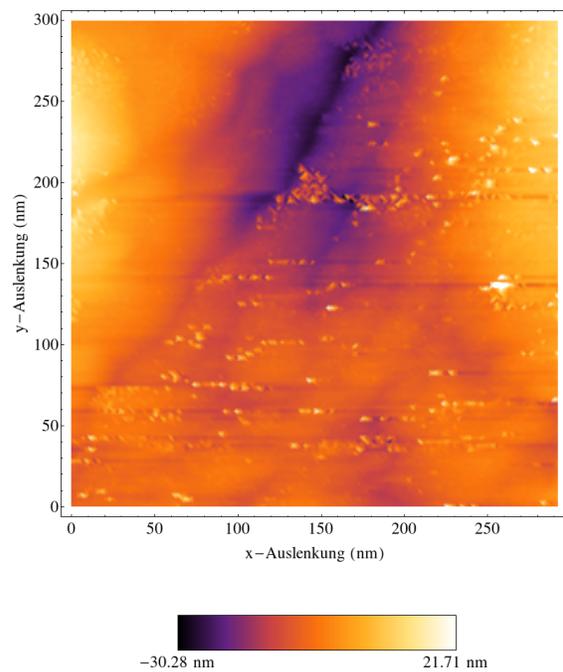
(a) Goldprobe Nr. 1 bei wenig Vergrößerung. Die einzelnen Schichten sind zu erkennen. Die schwarze Linie zeigt den Ort der Messung für das Höhenprofil.



(b) Goldprobe Nr. 2 bei mittlerer Vergrößerung. Bei dieser Goldprobe sind die Schichtungen noch stärker ausgeprägt.

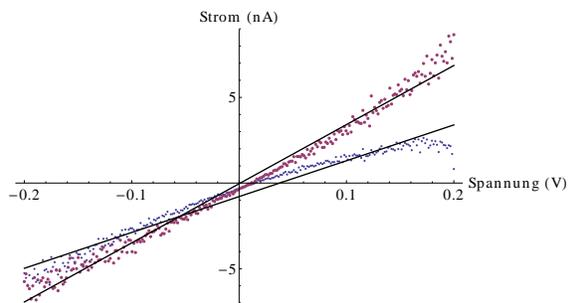


(c) Goldprobe Nr. 2 bei starker Vergrößerung. Zu sehen ist eine einzelne Schichtkante.

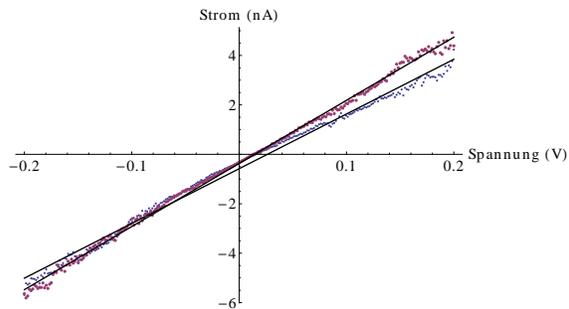


(d) Goldprobe Nr. 1 bei mittlerer Vergrößerung. Eine Störung hat starke Körnungen im Bild hervorgerufen.

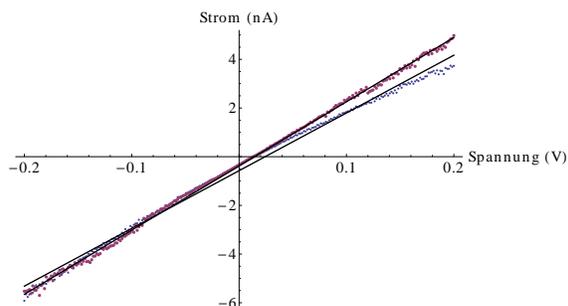
Abbildung 2: Goldprobenbilder bei verschiedenen Vergrößerungen. Auf allen ist die terrassenartige Struktur nach dem Flämmen zu erkennen.



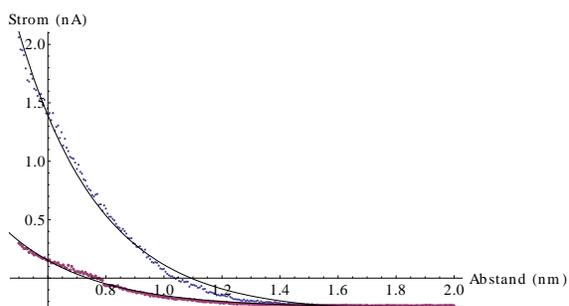
(a) Strom-Spannungs-Kennlinie der 1. Goldprobe bei großem P-Gain.



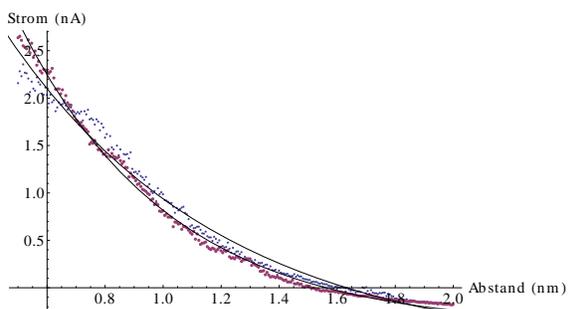
(b) Strom-Spannungs-Kennlinie der 1. Goldprobe bei kleinerem P-Gain. Die Qualität hat zugenommen.



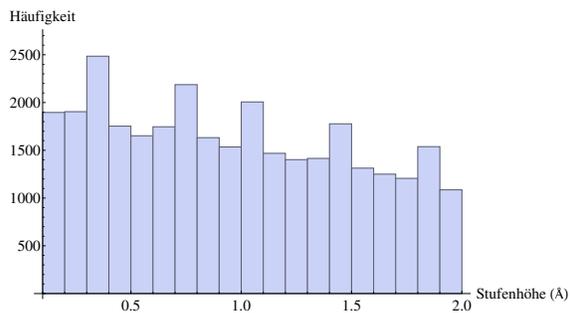
(c) Strom-Spannungs-Kennlinie der 2. Goldprobe.



(d) Strom-Abstands-Kennlinie der 1. Goldprobe.

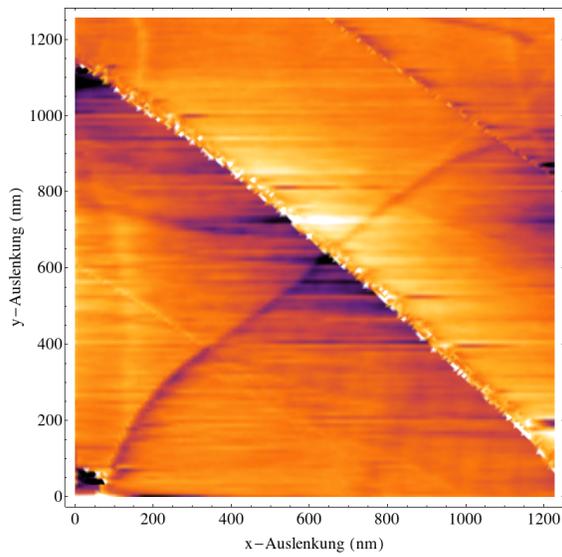


(e) Strom-Abstands-Kennlinie der 2. Goldprobe.

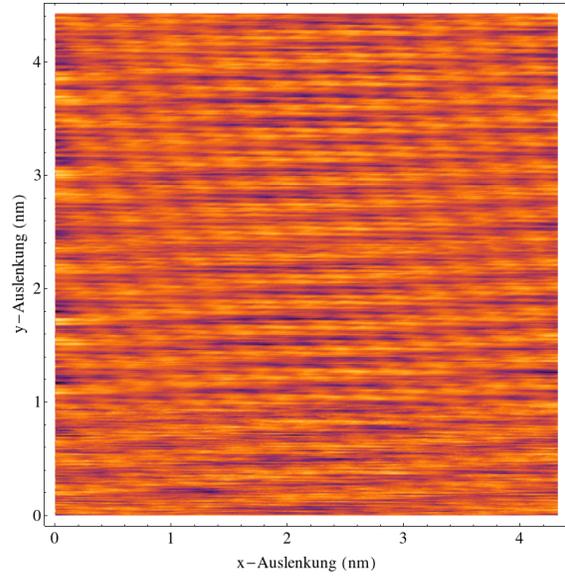


(f) Histogramm zur Vermessung der Kantenhöhe der 2. Goldprobe.

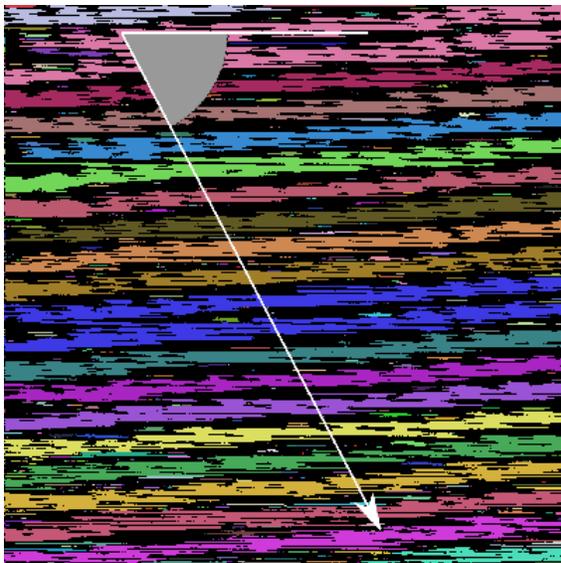
Abbildung 3: Graphen für die beiden Goldproben.



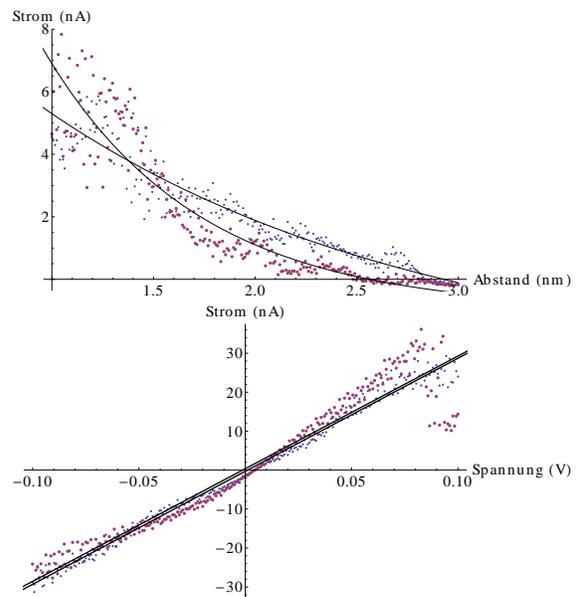
(a) Graphit bei kleiner Vergrößerung. Noch ist keine atomare Struktur erkennbar.



(b) Graphit bei starker Vergrößerung. Die atomare hexagonale Struktur (mit jedem zweiten Atom) ist klar erkennbar.



(c) Morphologische Komponenten des Graphit bei starker Vergrößerung. Die Periodizität in y-Richtung kann zur Eichung genutzt werden.



(d) Strom-Abstands- und Strom-Spannungskurve beim Graphit.

Abbildung 4: Vergrößerungen des Graphit mit atomarer Struktur und Vermessung der einzelnen Kenngrößen.